

Ryszard KACPRZYK

## WYBRANE ZAGADNIENIA BADAŃ ŁADUNKU I JEGO ZANIKU W DIELEKTRYKACH STAŁYCH

Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej · Wrocław 2004

Recenzenci

Redaktor  
Alicja Kordas

Korekta

© Copyright by Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004

**ISSN**

**OFICZYNA WYDAWNICZA POLITECHNIKI WROCLAWSKIEJ**  
Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław

Drukarnia Oficyny Wydawniczej Politechniki Wrocławskiej. Zam. nr/2004

*Jeśli to o czym mówisz potrafisz zmierzyć  
i wyrazić w liczbach – wiesz coś o tym.  
Inaczej twa wiedza jest mizerna\*.*

Lord Kelvin, 1889

Ryszard KACPRZYK\*\*

*Dielektryki,  
ładunek elektryczny, zanik ładunku,  
metody pomiarowe*

## WYBRANE ZAGADNIENIA BADAŃ ŁADUNKU I JEGO ZANIKU W DIELEKTRYKACH STAŁYCH

Przedstawiono mechanizmy elektryzacji dielektryków stałych o największym znaczeniu praktycznym. Omówiono wybrane zagadnienia związane z badaniami ładunku elektrycznego wprowadzonego do dielektryków stałych oraz szybkości jego zaniku; pomiaru ładunku całkowitego, powierzchniowego i przestrzennego oraz ich rozkładów. Zaprezentowano istotę wybranych metod pomiarowych, zasady ich stosowania oraz różne techniki pomiarowe; dołączono uwagi dotyczące konstrukcji elementów lub całych układów pomiarowych. Szczególną uwagę zwrócono na metody wykorzystujące przetwarzanie stałego lub wolnozmiennego sygnału badanego na zmienny sygnał mierzony, w tym na opracowane przez autora oryginalne metody badań rozkładu ładunku powierzchniowego i przestrzennego. Scharakteryzowano metody badań szybkości zaniku ładunku, umożliwiające wyznaczenie izotermicznych charakterystyk zaniku ładunku lub określenie parametrów czasowych tych charakterystyk w szerokim zakresie czasów. Metody badań materiałów z długimi czasami relaksacji uzupełniono o przyspieszone (termostymulowane) metody badań czasu życia ładunku, a także przykłady analizy niepewności pomiaru oraz praktycznych zastosowań badań ładunku.

### 1. WSTĘP

W szeroko pojętych badaniach ładunku elektrycznego można dostrzec przynajmniej trzy aspekty:

---

\* W wolnym tłumaczeniu, cytowane za L. Mari, *Epistemological Foundations of Measurement*. IMEKO TC7 Symp. Measurement Science of the Information Era, Cracow 25–27 June 2002, s. 12–20.

\*\* Instytut Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej, Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław.

↳ poznawczy – łączący się z naturalną potrzebą zrozumienia procesów elektryzacji i polaryzacji dielektryków, transportu i magazynowania w nich ładunku elektrycznego oraz innych zjawisk towarzyszących;

↳ praktyczny i technologiczny – wiążący się z zastosowaniem w inżynierii elektrycznej i elektronicznej informacji wnoszonych przez badania poznawcze;

↳ metrologiczny – związany ze specyfiką badań ładunku, stosujących z jednej strony metody tradycyjne, znane od kilkudziesięciu i więcej lat, z drugiej zaś najnowsze zdobycze techniki w zakresie generacji i rejestracji impulsów nano- czy pikosekundowych.

Obserwowany od wielu lat wzrost zainteresowania badaniami ładunku uwarunkowany jest rozwojem tzw. „elektrostatyki stosowanej”. Rozumie się przez to zarówno problemy związane z zagrożeniami wynikającymi z gromadzenia w układzie ładunku elektrycznego i niekontrolowanego jego rozładowania, jak i wykorzystanie stałych czy wolnozmiennych pól elektrycznych w coraz powszechniej stosowanych przyrządach, procesach lub technologiach elektrostatycznych.

W niniejszej pracy główny nacisk położono na przedstawienie wybranych metod badań ładunku powierzchniowego i przestrzennego oraz metod umożliwiających charakterystykę kinetyki zaniku tych ładunków.

Wymienionego w tytule monografii wyboru metod dokonano między innymi ze względu na możliwości ich praktycznego zastosowania w obszarze elektrostatyki stosowanej zarówno do oceny materiałów, procesów technologicznych, jak i zagrożeń.

Warto podkreślić, że wymiary geometryczne obiektów wchodzących w zakres zainteresowań szeroko pojętej elektrostatyki stosowanej mogą się zmieniać od poziomu nanometrów do kilkuset metrów czy nawet kilometrów. Przykładami najmniejszych obiektów mogą być np. poddawane procesowi celowej elektryzacji cząstki pyłu w elektrofiltrze [270], proszku farby na stanowisku lakierniczym [98] czy np. zintegrowany mikrofon elektretowy [243]. Przykładami dużych obiektów, w których występują lub mogą wystąpić efekty wchodzące w obszar elektrostatyki, mogą być silosy [77], urządzenia do oprysku elektrostatycznego [168], linie technologiczne do wytwarzania folii, nadruku, malowania, wspomniane elektrofiltry, tankowce [185] czy chociażby chmury burzowe [177].

Mimo że obiektywna ocena zjawisk, jakie mogą wystąpić w obiektach, których wymiary mieszczą się w tak szerokim zakresie, wymaga zastosowania różnych metod badawczych, właściwych zarówno dla badanego zjawiska, jak i obiektu, wydaje się jednak, że metrologiczny aspekt elektrostatyki stosowanej jest elementem łączącym ten szeroki świat zjawisk, obiektów i ... problemów.

Wzrost praktycznego znaczenia pomiarów w zakresie elektrostatyki wiąże się z faktem coraz większego nasycenia środowiska człowieka obiektami zarówno wykorzystującymi zjawiska elektrostatyczne, jak i eliminującymi ich niekorzystny wpływ. Szczególną rolę odegrały występujące w środowisku człowieka tworzywa sztuczne. Ich bardzo dobre (na ogół) właściwości elektroizolacyjne i duża podatność na elektryzację ujawniły występowanie szczególnie niekorzystnych zjawisk elektrostatycznych w sposób tak wyraźny, jak nigdy dotychczas. Potrzeba docenienia znaczenia elektro-

statyki stosowanej wynika również z coraz większego stosowania specyficznych procesów technologicznych, których wspólną cechą jest energo- i materiałoszczędność. Trudno obecnie znaleźć urządzenie elektroakustyczne, zwłaszcza powszechnego użytku, z mikrofonem innym niż elektretowy. Trudno zrezygnować z kserografu, z drukarki laserowej czy atramentowej, z malowania elektrostatycznego, flokowania czy filtrów elektretowych. Trudno jest wytworzyć przędzę polimerową bez antystatycznej apretury czy zastosować współczesne urządzenia diagnostyki medycznej w pomieszczeniach bez właściwego zabezpieczenia antystatycznego. Łatwo natomiast jest zapomnieć o niekorzystnym wpływie zjawisk elektrostatycznych, zwłaszcza wtedy, gdy się ich nie kontroluje lub je ignoruje, co w konsekwencji może prowadzić do wręcz katastrofalnych skutków [122, 127, 185, 253].

Oprócz względów poznawczych i praktycznych dodatkowym elementem wskazującym na potrzebę zajęcia się problematyką metrologii w zakresie elektrostatyki jest zatem element dydaktyczny. Można by tu zacytować zdanie jednego z uznanych ekspertów (w zakresie ochrony układów elektronicznych) O.J. McAteera: *Doświadczenie wskazuje, że dobrze wykształceni inżynierowie elektronicy i elektrycy ... mogą mieć zasadnicze problemy ze zrozumieniem występujących zjawisk elektrostatycznych, ... że wchodząc w XXI wiek tak wielu inżynierów nie rozumie zasad elektrostatyki podanych przez Gilberta, Franklina czy Faradaya w XVI, XVIII czy XIX wieku* [195].

Warto zaznaczyć, że widoczna obecnie w kraju modyfikacja przemysłu, ukierunkowana na nowoczesne, energooszczędne technologie, może także często wymagać podwyższenia poziomu wiedzy metrologicznej w zakresie elektrostatyki, zarówno do oceny zagrożeń, jak i kontroli procesów technologicznych czy jakości produktów.

Wymienione wyżej problemy powodują, że zagadnienia metrologii w zakresie elektrostatyki są tematem żywym i ciągle się rozwijającym. Świadczy o tym chociażby znaczna liczba prac poświęconych tej tematyce, prezentowanych na prestiżowych konferencjach i sympozjach o zasięgu światowym, takich jak ISE (International Symposium on Electrets) czy IEEE-IAS (Industry Applications Society), oraz wielu innych, regionalnych.

## 2. ZAKRES PRACY

Występowanie określonego zjawiska, wchodzącego w zakres zainteresowań elektrostatyki, jest zwykle uwarunkowane elektrycznymi właściwościami materiału obiektu. Materiałami, w których zjawiska związane z magazynowaniem ładunku wyróżniają się szczególnie mocno, są dielektryki. Wydaje się zatem, że pełniejsza ocena zjawisk lub dobór właściwych metod ich badania wymaga wprowadzenia w specyfikę zjawisk transportu i gromadzenia ładunku w dielektrykach stałych. Problematykę tę przedstawiono skrótowo w rozdziale 3. Scharakteryzowano w nim współczesne modele przewodnictwa, zwłaszcza w odniesieniu do materiałów polimerowych, oraz mechanizmy elektryzacji ciał stałych o najistotniejszym znaczeniu praktycznym.

Pozostałe rozdziały pracy (od 4. do 10.) poświęcono szeroko pojętej problematyce pomiarów ładunku. Należy podkreślić, że w ciągu ostatnich lat ukazały się w kraju prace (np. [64, 65, 94, 102, 103, 153, 154, 204]), których większa lub mniejsza część dotyczyła wybranych problemów metrologicznych z zakresu elektrostatyki. Należałoby zwłaszcza wymienić pracę [204], poświęconą badaniom rozkładu ładunku przestrzennego głównie metodami propagacji zaburzeń, ze szczególnym uwzględnieniem metod elektroakustycznych.

Wymienione prace nie wyczerpują jednak tematu, zarówno względu na szerokie spektrum zagadnień występujących w badaniach ładunku, jak i ciągłość działań prowadzących do rozwinięcia znanych czy opracowania nowych metod jego badania.

W dalszych rozdziałach, poświęconych problematyce pomiarów ładunku, przedstawiono wyniki prac podejmowanych przez autora oraz realizowanych z jego udziałem. Przytoczono w nich także dane dotyczące wybranych metod pomiarowych, mających służyć z jednej strony jako wstęp, z drugiej zaś jako naturalne tło dla metod rozwijanych przez autora.

Kolejne rozdziały uszeregowano w sposób umożliwiający opis obiektu (ze względu na rozłożony w nim ładunek) z coraz większą dokładnością.

Pomiary ładunku całkowitego, stosowane zarówno w badaniach poznawczych, jak i stosowanych (np. pomiary tzw. ładunku nasypowego) omówiono w rozdziale 4. Podano zasady budowy oraz stosowania klatek Faradaya, zwłaszcza klatek prostopadłościennych, wraz z przykładami opracowanej aparatury. Całość uzupełniono pomiarami ładunku w obiektach ekranowanych.

Badaniom efektywnej gęstości ładunku, bardzo istotnym ze względu na ocenę materiałów i technologii stosowanych w obszarze elektrostatyki oraz występujących w niej zagrożeń, poświęcono rozdział 5. Przedstawiono w nim metody indukcyjne, ze szczególnym uwzględnieniem metod z przetwarzaniem sygnału, w tym również zasady pomiaru metodą kompensacyjną. Zaprezentowano opracowane przez autora oryginalne rozwiązania aparaturowe, a także stosowane w pomiarach gęstości ładunku mierników natężeń pól. Zwrócono ponadto uwagę na problemy pomiarowe wiążące się ze zjawiskiem przemieszczania się ładunku na badanym obiekcie w warunkach jego skończonej rezystywności. Zjawisko to, mogące występować podczas pomiarów na rzeczywistych obiektach (taśmach) ruchomych, opisano w ramach opracowanego modelu teoretycznego. Przedstawiono też wyniki badań eksperymentalnych potwierdzające adekwatność przyjętego modelu.

Rozdział 6. dotyczy pomiarów rozkładu ładunku powierzchniowego. Pomiaru te są stosowane zarówno w badaniach poznawczych, jak i technologicznych (ocena technologii elektretów, tzw. koordynacja izolacji i inne). Zwrócono uwagę na specyficzne wymagania aparaturowe, jakie pojawiają się podczas stosowania prostej metody indukcji. Podano zasadę działania opracowanego przez autora specjalistycznego wzmacniacza elektrometrycznego, przeznaczonego między innymi do sond potencjałowych. Porównano właściwości, także opracowanego przez autora, układu do badań metodą indukcyjną z przetwarzaniem w wersjach pomiaru bezpośredniego i kompensacyjnego. Przedstawiono ponadto najnowsze metody badań rozkładu ładunku powierzchniowego wykorzystujące lokalne zaburzenia rozkładu, w tym opracowaną według koncepcji autora oryginalną metodę lokalnego, okresowego nagrzewania próbki za pomocą modulowanej wiązki światła laserowego.

W rozdziale 7. omówiono metody badań rozkładu ładunku przestrzennego, stosowane w badaniach poznawczych i bardziej zaawansowanych badaniach technologicznych (dobór materiałów elektretowych czy elektroizolacyjnych), a zwłaszcza metody stosowane do badań tzw. grubych próbek dielektryka. Podano algorytmy umożliwiające uwzględnienie w badaniach rozkładu ładunku, rozkładu rezystywności w przypadku metod sondowych. Szczególną uwagę zwrócono na opracowaną przez autora grupę metod roztworowych. Rozdział uzupełniono opisem metod uwzględniających propagację zaburzeń (stosowanych do próbek cienkich), w tym rozwijaną przy współudziale autora metodę LMM w wersji napięciowej, i innych.

Badaniom charakterystyk zaniku ładunku, znajdującym coraz większe zastosowanie do oceny materiałów i technologii, poświęcono rozdział 8. W trzech podrozdziałach omówiono badania materiałów z długimi, średnimi i krótkimi czasami relaksacji ładunku. Przedstawiono stosowane obecnie metody pomiarowe oraz opracowane przez autora oryginalne opracowania aparaturowe, w tym metodę wirującej elektrody pomiarowej (do badań materiałów ze średnimi czasami relaksacji) czy metodę okna polowego (do krótkich czasów relaksacji), z zastosowaniem m.in. opracowanego przez autora szybkiego wzmacniacza elektrometrycznego. Zilustrowano przykładami wyników badań wpływ na szybkość zaniku ładunku zarówno środowiska, jak i wa-

runków pomiaru (elektryzacji wstępnej). Podkreślono wpływ na charakterystyki zaniku ładunku warunków rozładowania lub właściwości elektrody tylnej, zwłaszcza jej właściwości blokujących, mogący prowadzić do konieczności zmian odpowiednich dokumentów normalizacyjnych.

Ocenę niepewności pomiarów omówiono w rozdziale 9. Tę rzadko podejmowaną problematykę zilustrowano przykładami oceny niepewności pomiaru ładunku całkowitego (ładunku nasypowego) oraz gęstości ładunku przestrzennego w przypadku stosowania metody roztworowej.

Rozdział 10. poświęcono praktycznym zastosowaniom badań ładunku oraz jego zaniku. Wyszczególniono w nim między innymi prace wykonane przez autora lub z jego udziałem dotyczące ochrony i zastosowań elektrostatyki.

W rozdziale 11. podsumowano najważniejsze elementy opracowania.

Ze względu na szerokie spektrum zagadnień poruszonych w niniejszej pracy, większość z nich, ze względu na jej ograniczoną objętość, musiała być ujęta w skróconej formie. Pełne dane na temat metod, aparatury oraz zastosowań wyników badań podjętych przez autora w dziedzinie elektrostatyki stosowanej można znaleźć w cytowanej literaturze.



### 3. ELEKTRYZACJA CIAŁ STAŁYCH

Zjawisko elektryzacji ciał stałych znane jest od dawna. Już w VI w p.n.e. grecki filozof Tales z Miletu stwierdził występowanie zjawiska przyciągania drobin różnych materiałów przez kawałek potartego bursztynu. Wyjaśnianie zjawisk występujących podczas procesu elektryzacji trwa jednak po dzień dzisiejszy. Bez względu na stan wiedzy w tej dziedzinie, występująca powszechnie elektryzacja ciał stałych, zwana elektryzacją statyczną [177], może mieć charakter przypadkowy, zwykle szkodliwy, lub być wynikiem celowo prowadzonego procesu.

Pierwszą grupę zagadnień, związanych ze szkodliwym oddziaływaniem ujawnionego podczas elektryzacji ładunku z otoczeniem, łączy się z problemem ochrony przed elektryzacją i elektrycznością statyczną w ogóle.

W drugiej grupie, w której elektryzacja jest procesem celowym, wykorzystywanym technologicznie, chodzi zarówno o możliwie skuteczną elektryzację (której miarą może być np. efektywna gęstość ładunku powierzchniowego), jak i o pełną kontrolę procesu (wyrażającą się np. dużą powtarzalnością uzyskiwanych wyników).

Występowanie szkodliwych objawów elektryzacji ciał stałych łączy się zwykle z tzw. elektryzacją kontaktowo-tarciową lub tryboelektryzacją czy też elektryzacją indukcyjną.

Elektryzacja ciał stałych, występująca w mniejszym lub większym stopniu z udziałem wszystkich materiałów stałych, widoczna jest szczególnie w materiałach dielektrycznych, w których ujawniony czy zgromadzony ładunek może stosunkowo długo oddziaływać z otoczeniem.

Do celowej elektryzacji opracowano dotychczas wiele metod i technik [94]. Wybór metody formowania elektryzacji jest na ogół określony przez cel technologiczny lub prowadzenia eksperymentu.

Na przykład w technologii elektretów o długich czasach życia, czy też w badaniach mechanizmów transportu lub polaryzacji w dielektrykach, stosuje się między innymi metody: termoelektretową, implantacji elektronów, przebiciową, ulotową, cieczową i inne, niekiedy w zasadniczy sposób związane ze specyficznymi właściwościami materiału (fotoelektretowa).

W procesach technologicznych (proces kserograficzny, separacja i malowanie elektrostatyczne itp.) oraz podczas badań i testowania materiałów (np. antystatycz-

nych) najczęściej stosowane są metody: ulotowa, indukcyjna i kontaktowo-tarciowa. Ostatnie z wymienionych metod elektryzacji, jako najistotniejsze ze względów metrologicznych, scharakteryzowano poniżej.

### 3.1. SPECYFIKA GROMADZENIA I TRANSPORTU ŁADUNKU W DIELEKTRYKACH

Najbardziej charakterystyczną cechą dielektryków, oprócz zjawiska polaryzacji elektrycznej, jest ich znikome przewodnictwo elektryczne.

Przewodnictwo elektryczne materiału można scharakteryzować za pomocą konduktywności elektrycznej  $\sigma$ , określonej zależnością

$$\sigma = \sum_i \mu_i n_i q_i, \quad (3.1)$$

w której  $n_i$  jest koncentracją  $i$ -tego rodzaju nośników o ruchliwości  $\mu_i$ , niosących ładunek  $q_i$ .

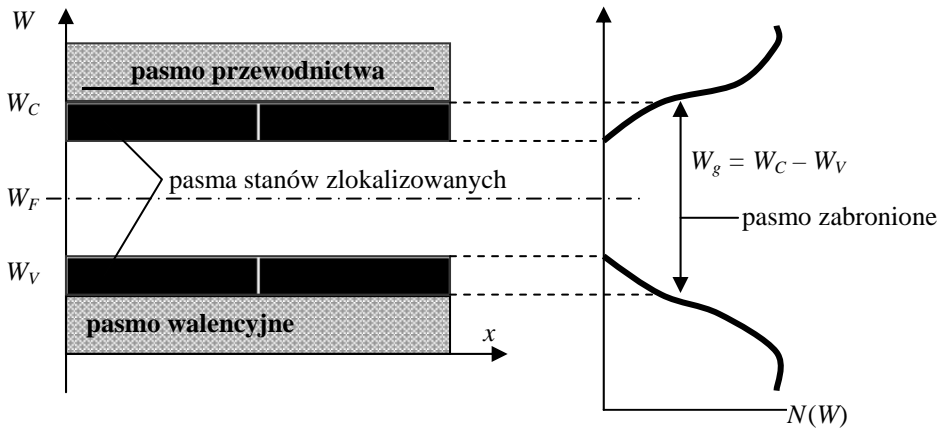
Pełny opis zjawiska przewodnictwa elektrycznego w badanym materiale wymaga znajomości natury nośników ładunku, mechanizmu ich generacji, a także rozpoznania mechanizmu ich transportu pod wpływem przyłożonego pola elektrycznego. W przypadku dielektryków stałych nośnikami ładunku mogą być, najogólniej, zarówno jony, jak i elektrony (dziury). Rodzaj nośników ładunku oraz wymienione parametry, określające konduktywność, można próbować określić doświadczalnie (np. z wykorzystaniem efektów termoelektrycznych, galwanomagnetycznych, fotoelektrycznych i innych). Zrozumienie i opis procesu przewodnictwa elektrycznego występującego w badanym materiale wymaga jednak zastosowania dla niego właściwego modelu fizycznego.

Modelem powszechnie stosowanym w fizyce ciała stałego do badań materiałów krystalicznych, których strukturę tworzą atomy uporządkowane silnymi wiązaniami kowalentnymi, jest model pasmowy [12]. W modelu tym, sprawdzającym się doskonale w przypadku krystalicznych materiałów półprzewodnikowych, przewodnictwo elektryczne zachodzi na skutek transportu quasi-swobodnych elektronów w paśmie przewodnictwa (w pobliżu dna pasma) i dziur w paśmie walencyjnym (w pobliżu wierzchołka pasma). Nośniki, elektrony i dziury pojawiają się w odpowiednich pasmach na skutek ich aktywacji termicznej lub innej (promieniowanie, silne pole elektryczne etc.). Transport nośników w paśmie zachodzi na skutek quasi-ciągłego przemieszczania się nośników w skali energii oraz w przestrzeni, pod wpływem zewnętrznego pola elektrycznego. Koncentracja(e) nośników w odpowiednich pasmach jest wykładniczą funkcją temperatury. Ruchliwość nośników w poruszających się w pasmach jest wolnozmienną funkcją temperatury. W rezultacie, konduktywność  $\sigma$  zależny również wykładniczo od temperatury, w podobny sposób jak koncentracja nośników.

Większość materiałów dielektrycznych o istotnym znaczeniu technologicznym nie ma struktury krystalicznej, lecz znacznie bardziej skomplikowaną i wykazującą na ogół wiele defektów. Materiały te zawierają zwykle wiele domieszek czy zanieczyszczeń, a stopień ich uporządkowania w strukturze cząsteczkowej może się zmieniać od poziomu monokryształów (np. kwarc) po amorficzne szkła.

Badania procesu przewodnictwa w materiałach dielektrycznych, wykazujących szeroką przerwę zabronioną ( $W_g > 2$  eV) i o zdefektowanej strukturze, pokazały, że – oprócz niewielkiej koncentracji nośników ładunku – ich ruchliwość może przyjmować ekstremalnie małe wartości i w temperaturze pokojowej być na poziomie  $\mu_i = 10^{-16} \div 10^{-14} \text{ m}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$  [80, 239]. Dla tak małych wartości ruchliwości traci sens jej klasyczne ujęcie, ponieważ, jak można pokazać, już dla  $\mu_i = 10^{-2} \text{ m}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$  średnia droga swobodna nośnika ładunku wypada w temperaturze pokojowej krótsza niż odległość między atomami tworzącymi strukturę ciała stałego. Niewielkie wartości ruchliwości wskazują zatem, że w materiałach dielektrycznych transport nośników ładunku zachodzi na ogół w inny sposób niż w krystalicznych materiałach półprzewodnikowych z szeroką przerwą zabronioną.

Okazuje się, że model pasmowy można stosować, po pewnych jego modyfikacjach, również do badań materiałów silnie zdefektowanych czy nawet amorficznych [191, 202]. Modyfikacja modelu pasmowego polega między innymi na wprowadzeniu dodatkowych poziomów zlokalizowanych, umieszczonych w przerwie zabronionej, jak to pokazano na rysunku 3.1.



Rys. 3.1. Model pasmowy dielektryka zdefektowanego [3.4]:

$W_C$  – dno pasma przewodnictwa,  $W_V$  – wierzchołek pasma walencyjnego,  
 $W_F$  – poziom Fermiego,  $W_g$  – szerokość przerwy zabronionej,  $N(W)$  – gęstość stanów

Fig. 3.1. Band model of solid dielectric with defected structure [3.4]:

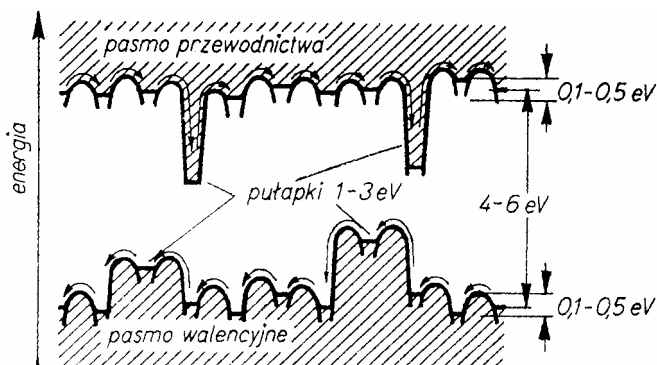
$W_C$  – bottom of the conduction band,  $W_V$  – top of the valence band,  
 $W_F$  – Fermi level,  $W_g$  – energy gap,  $N(W)$  – density of states

Zlokalizowane poziomy energetyczne, mogące tworzyć pasma, pełnią rolę pułapek nośników ładunku, co z jednej strony prowadzi do istotnego obniżenia wartości ruchliwości nośników  $\mu$ , z drugiej zaś – do jej termicznie aktywowanego charakteru (przewodnictwo hoppingowe).

Wśród materiałów dielektrycznych największe znaczenie technologiczne mają materiały polimerowe, w których podstawową strukturę tworzą nie pojedyncze atomy, lecz znacznie większe molekuly.

Duży wymiar molekuł powoduje słabe nakładanie się funkcji falowych elektronów i pasmo przewodnictwa staje się wąskie lub rozszczepia się na pojedyncze poziomy energetyczne, zlokalizowane wokół pojedynczych molekuł. Pojawienie się poziomów zlokalizowanych uniemożliwia swobodny ruch nośników, charakterystyczny dla transportu w paśmie materiałów o periodyczności atomowej i powoduje, że przewodnictwo elektryczne ma również charakter hoppingowy, a elektrony przechodzą od molekuly do molekuly w sposób aktywacyjny.

Powyższa uwaga dotyczy kryształów molekularnych. W przypadku materiałów amorficznych lub częściowo krystalicznych, jakimi są ogólnie stosowane materiały polimerowe, proces transportu komplikuje się dodatkowo na skutek silnie zaburzonej periodyczności struktury, także jednak w takim przypadku można zaproponować model pasmowy przedstawiony na rysunku 3.2 [94].



Rys. 3.2. Model pasmowy rzeczywistego dielektryka polimerowego [94]

Fig. 3.2. Band model of the real polymeric dielectric [94]

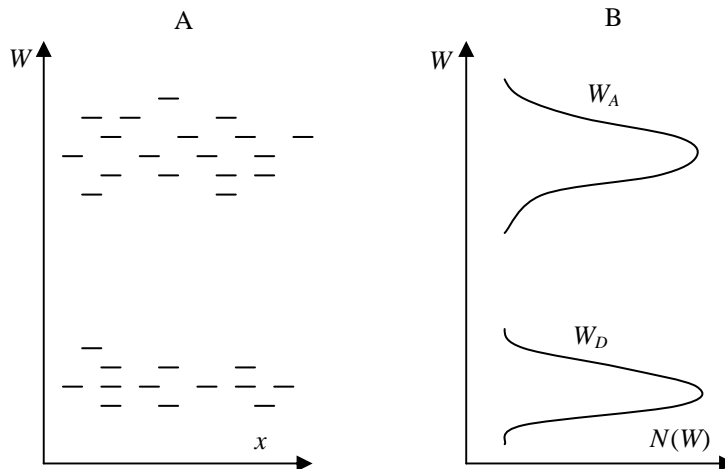
Rozszczepianie się pasm na lokalne poziomy prowadzi do rozmycia się krawędzi pasma przewodnictwa i walencyjnego. Rozmycie to, będące naturalną konsekwencją molekularnej budowy polimeru, jest na poziomie  $0,1 \div 0,5$  eV i stosunkowo niewielkie w porównaniu z szerokością przerwy zabronionej, która zwykle przekracza wartość 4 eV. Dodatkowymi, widocznymi na rysunku 3.2, elementami są zlokalizowane poziomy pułapkowe o głębokościach około  $1 \div 3$  eV. Źródłem poziomów pułapkowych mogą być zanieczyszczenia (molekuly katalizatora, monomeru, luki tlenowe etc.), a także defekty strukturalne (w obszarze jednostki monomerycznej). Poziomy pułap-

kowe mogą też tworzyć nieregularności łańcuchów molekularnych (załamania, rozgałęzienia, zakończenia) czy też wszelkie defekty uporządkowania krystalicznego, zwłaszcza granice z obszarami amorficznymi.

Ze względu na szerokie pasmo zabronione i w konsekwencji bardzo małą koncentrację nośników aktywowanych termicznie wprost z pasma walencyjnego, źródłem nośników ładunku w dielektrykach są domieszki donorowe i akceptorowe. Istotne jest, że nawet duże koncentracje domieszek nie zwiększają w istotny sposób przewodnictwa elektrycznego, gdyż znaczna gęstość pułapek w istotny sposób zmniejsza ruchliwość nośników. Innym źródłem nośników może być wstrzykująca je elektroda. W przypadku polimerów nośniki takie, wprowadzone do pasma przewodnictwa (elektrony) czy walencyjnego (dziury), szybko jednak osiadają na poziomach pułapkowych, gdzie zostają unieruchomione. Spułapkowane nośniki mogą brać udział w procesie transportu jedynie po ich wcześniejszej aktywacji, np. termicznej (w podwyższonej temperaturze).

Jak wynika z dotychczasowych rozważań, w przypadku dielektryków polimerowych fundamentalną rolę w procesie transportu i magazynowania ładunku będą odgrywały pułapki, ich głębokość oraz koncentracja.

Do dielektryków polimerowych stosowany jest także inny model transportu, wynikający głównie z faktu lokalizacji stanów. W dielektrykach molekularnych przejście elektronu z jednej molekuly do drugiej wiąże się z powstaniem dwóch molekularnych jonów, w których stany energetyczne możliwe do zajęcia przez elektron są określone położeniem poziomów donorowego  $W_D$  (jon dodatni) i akceptorowego  $W_A$  (jon ujemny). Ze względu na nieregularności w budowie – domieszki, defekty i zanieczyszczenia – należy się spodziewać rozkładu przestrzennego i energetycznego obu rodzajów poziomów (rys. 3.3).



Rys. 3.3. Model przestrzennego (A) i energetycznego (B) rozkładu stanów donorowych i akceptorowych w dielektryku polimerowym:  $W_A$  – „pasmo” stanów donorowych,  $W_D$  – „pasmo” stanów akceptorowych

Fig. 3.3. Model of space (A) and energy (B) distribution of donor and acceptor states in polymeric dielectric:  $W_D$  – „band” of donor states,  $W_A$  – „band” of acceptor states

Warto zaznaczyć, że położenie energetyczne stanów donorowych i akceptorowych w dielektryku w najbliższym sąsiedztwie jego powierzchni zależy nie tylko od struktury czy budowy materiału, ale również od właściwości polaryzacyjnych otoczenia. Wynika to z tego, że całkowita energia elektronu zajmującego odpowiedni stan zależy od lokalnego pola elektrycznego. Pole lokalne i w konsekwencji energia elektronu w sytuacji, gdy stan jest obsadzony, zależy między innymi od ładunku odbicia zwierciadlanego w środowisku dielektrycznym [10]. W zależności od właściwości polaryzacyjnych ośrodków po obu stronach interfazy energia potencjalna  $W_Z$  ładunku punktowego  $q$ , znajdującego się w polu ładunku odbicia zwierciadlanego, może być większa lub mniejsza od zera. Określa ją [10] zależność

$$W_Z = \frac{q^2}{8\pi\epsilon_0\epsilon_1x} \frac{(\epsilon_1 - \epsilon_2)}{(\epsilon_1 + \epsilon_2)}, \quad (3.2)$$

w której:

$\epsilon_0$  – przenikalność elektryczna próżni,

$\epsilon_1$  – względna przenikalność elektryczna fazy zawierającej rozpatrywany ładunek  $q$ ,

$\epsilon_2$  – przenikalność elektryczna materiału po drugiej stronie interfazy,

$x$  – odległość ładunku  $q$  od interfazy.

Wobec szerokiego spektrum wartości przenikalności elektrycznej materiałów warto rozważyć dwa przypadki mające znaczenie praktyczne, tzn. układ dielektryk stały–gaz oraz dielektryk stały–metal. W pierwszym przypadku, ze względu na niską wartość przenikalności elektrycznej gazu, prowadzącą do relacji  $\epsilon_1 > \epsilon_2$ , energia odbicia zwierciadlanego  $W_Z$  dla elektronu zajmującego stan w pobliżu interfazy od strony dielektryka stałego będzie miała, zgodnie z zależnością (3.2), wartość większą od zera. W układzie dielektryk stały–metal, gdy ze względu na silną polarność metalu wystąpi relacja  $\epsilon_1 < \epsilon_2$ , wartość  $W_Z$  będzie ujemna. Różnica energii potencjalnych ładunku w pobliżu interfazy prowadzi do ukierunkowanego transportu elektronów z dielektryka o większej przenikalności elektrycznej do dielektryka o przenikalności mniejszej. Zjawisko to może mieć duże znaczenie w procesie kontaktowej elektryzacji ciał stałych.

## 3.2. ELEKTRYZACJA KONTAKTOWO-TARCIOWA

Elektryzacja kontaktowo-tarciowa jest najczęściej występującym w praktyce procesem powodującym przypadkowe lub celowe naelektryzowanie materiału czy obiektu. Badania procesu elektryzacji ciał w wyniku tarcia i kontaktu są grupą zagadnień, która od dawna jest uważana za jedną z najbardziej zagmatwanych i nieścisłych. Za taki stan rzeczy odpowiada znaczna liczba zjawisk występujących na interfazie – kontakcie ciał stałych w czasie procesu elektryzacji, trudnych do kontroli nawet w warunkach eksperymentalnych.

Jednym z istotnych i trudnych do oceny czynników określających mechanizm elektryzacji jest rodzaj nośników ładunku transportowanych przez interfazę w procesie elektryzacji. Nośnikami takimi najogólniej mogą być zarówno jony, jak i elektrony (dziury).

Dotychczas brak jest jednej, całościowej teorii dotyczącej elektryzacji kontaktowo-tarciowej, jakkolwiek pewne jej elementy wydają się już dość dobrze sprawdzone. Jednym z nich jest powszechne stosowanie do dielektryków modelu pasmowego, jak do półprzewodników z szeroką przerwą zabronioną. Jak wynika z wielu opracowań przekrojowych, modelem ogólnie akceptowanym do elektryzacji kontaktowej, a także przewodnictwa elektrycznego w dielektrykach stałych, jest model wprowadzający pojęcie stanów zlokalizowanych w przerwie zabronionej dla elektronów czy dziur.

W każdym wypadku elektryzacja kontaktowo-tarciowa zawiera dwa efekty, mianowicie: kinetyczny i równowagowy [194].

Efekt kinetyczny wynika, najogólniej rzecz biorąc, z niesymetrycznego procesu tarcia obiektów wchodzących we wzajemny kontakt. Efekt ten prowadzi do wystąpienia deformacji mechanicznej lub do powstania różnicy temperatur między obiektami, co może być zasadniczą przyczyną powodującą ujawnienia się ładunku np. podczas rozdzielania dwóch kawałków tego samego materiału [241].

Efekt równowagowy wiąże się z występowaniem transportu nośników ładunku (elektronów lub jonów) przez interfazę – granicę między metalem a polimerem lub dwoma polimerami aż do chwili wystąpienia równowagi termodynamicznej i pojawienia się tzw. warstwy podwójnej [91, 177, 194].

Jeśli przyjąć, że za zjawisko elektryzacji kontaktowej odpowiada transport jonów przez interfazę metal–dielektryk [89, 90, 177], gęstość ujawnionego ładunku powierzchniowego  $q_s$  można określić na podstawie zależności otrzymanej przez Henry'ego [92, 177], która w uproszczonej wersji [194] ma postać

$$q_s = \frac{\varepsilon\varepsilon_0}{ea} \left( \Delta W - kT \ln \frac{n_1}{n_2} \right), \quad (3.3)$$

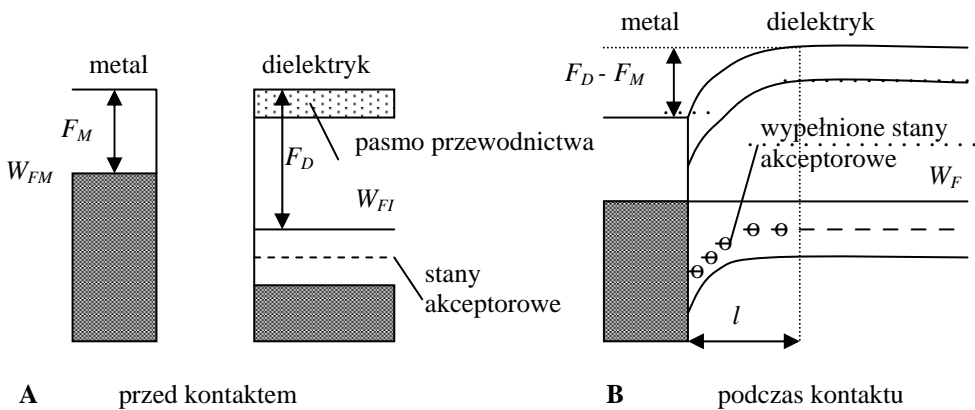
gdzie:

- $\varepsilon$  – względna przenikalność ośrodka wypełniającego przestrzeń pomiędzy stykającymi się ciałami,
- $a$  – odległość między stykającymi się powierzchniami,
- $e$  – ładunek elektronu,
- $n_1, n_2$  – gęstości jonów przy powierzchniach stykających się ciał (1) i (2) w warunkach równowagi termodynamicznej,
- $\Delta W$  – różnica minimów energii potencjalnej jonów (tego samego typu) przy powierzchniach kontaktujących się materiałów.

Wyrażenie (3.3) nie ma większego znaczenia praktycznego, wskazuje jednak, że gęstość ładunku powierzchniowego powinna zależeć zarówno od koncentracji jonów w jednym i drugim ciele, jak i od różnicy ich energii jonizacji w obu ciałach.

Mimo że jony występujące na powierzchniach polimerów kontaktujących się z powierzchnią metalu mogą mieć bardzo istotny wpływ na sam proces elektryzacji [226], to odpowiednie wyniki badań, wykonanych na wielu materiałach polimerowych, wskazują jednak raczej na jego charakter elektronowy.

W przypadku elektryzacji kontaktowej, związanej z transportem elektronów, zjawiska występujące na granicy faz można prześledzić na uproszczonym pasmowym modelu ciała stałego dla kontaktu metal–dielektryk [256] (rys. 3.4). W modelu tym dielektryk potraktowano jako półprzewodnik z szerokim pasmem zabronionym, z wprowadzonym poziomem akceptorowym [35]. Metal i dielektryk charakteryzują różne prace wyjścia, odpowiednio  $\Phi_M$  i  $\Phi_I$ . Podczas statycznego kontaktu, ze względu na fakt, że  $\Phi_M < \Phi_I$ , następuje przechodzenie elektronów z obszaru metalu na nieobsadzone poziomy akceptorowe w obszarze dielektryka, na kontakcie pojawia się pole elektryczne, powodujące zakrzywienie pasm, wyrównują się poziomy Fermiego w metalu i dielektryku – odpowiednio  $W_{FM}$  oraz  $W_{FI}$  – i cały układ dochodzi do równowagi termodynamicznej.



Rys. 3.4. Model kontaktu metal–dielektryk: A – stan przed oraz B – po zetknięciu warstw  
Fig. 3.4. Band model of the metal–insulator contact: A – before and B – after bonding of layers

Rozwiązanie dla powyższego modelu równania Poissona, przy założeniu, że elektrony wstrzykiwane są do dielektryka na głębokość  $\lambda$ , przy czym gęstość ładunku przestrzennego (gęstość obsadzonych stanów akceptorowych) w obszarze naładowanym jest stała, prowadzi [35, 37] do zależności

$$q_s = 2\varepsilon\varepsilon_0 \left( \frac{\Phi_M - \Phi_I}{e\lambda} \right), \quad (3.4)$$

w której:

$e$  – ładunek elektronu,

$\varepsilon$  – względna przenikalność elektryczna dielektryka.



Zależność (3.4) wskazuje, że gęstość ładunku powierzchniowego  $q_s$  powinna zależeć liniowo od różnicy prac wyjścia  $\Phi_M$  i  $\Phi_I$ .

Mimo że zależność gęstości ładunku od różnicy prac wyjścia (nie zawsze liniowa) została częściowo potwierdzona w badaniach nad elektryzacją kontaktową polimerów i półprzewodników w próżni [35, 39, 58, 70, 156, 161, 213, 265] czy też kontaktowo-tarciową zarówno w próżni, jak i w powietrzu [3.21], nie jest to jednak zależność uniwersalna. Obserwowane doświadczalnie zależności  $q_s(\Phi_M - \Phi_I)$  są obciążone bardzo dużym rozrzutem, często znacznie odbiegają od podanej wyrażeniem (3.4) lub w ogóle się ich nie obserwuje [1]. Uważa się, że za inne obserwowane zależności może odpowiadać pole elektryczne, występujące w szczelinie (gazowej, próżniowej) w trakcie kontaktu [23, 193, 211], czy też szeroko rozumiany stan powierzchni.

Ponieważ oszacowania prowadzą do wniosku, że ładunek ujawniany podczas elektryzacji kontaktowej jest wstrzykiwany na głębokości około kilkudziesięciu nanometrów [161, 211], należy się więc spodziewać, że wszystkie zjawiska, jakie zachodzą w warstwie przypowierzchniowej, mogą mieć niekorzystny wpływ na gęstość generowanego ładunku. Znalazło to swoje potwierdzenie w badaniach wpływu jonów zaadsorbowanych na powierzchniach kontaktujących [226] lub przechodzących przez granice faz [178], pokrycia kontaktujących się powierzchni monomolekularnymi warstwami Langmuira-Blodgetta [193] czy obróbką powierzchni w plazmie [88].

Bardzo istotną rolę w elektryzacji kontaktowej przypisuje się stanom powierzchniowym [62, 208, 256, 273]. Rola zjawisk powierzchniowych może być tak istotna, że proces elektryzacji przestaje być w ogóle czuły na pracę wyjścia z metalu [178, 265].

Występowanie kontaktu powierzchni, oddziałujących ze sobą względnie sztywnych ciał, jedynie w niewielkiej liczbie punktów może prowadzić do znacznego lokalnego przyrostu temperatury [158], wraz z możliwością wystąpienia właściwych efektów, jak np. termoemisji. Uważa się ponadto, że w przypadku wielokrotnego kontaktu, kontakt występujący jedynie na ograniczonej powierzchni może być odpowiedzialny za zjawisko wysycania gęstości ładunku [31, 226]. Zjawiska tego nie tłumaczy opisany wyżej model.

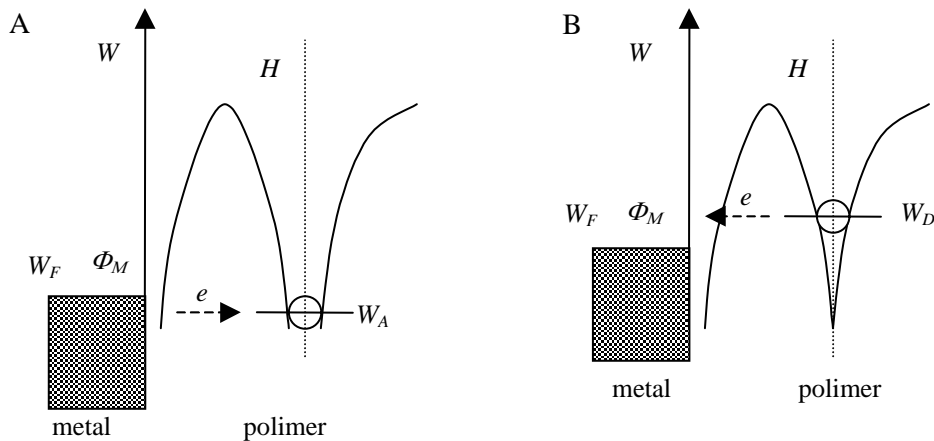
Wyniki badań pokazują również, że „czysty” kontakt metal–dielektryk (w warunkach minimalnego tarcia) prowadzi do ujawnienia bardzo małych gęstości ładunku [213].

Podczas elektryzacji w warunkach praktycznych istotną zatem rolę odgrywa również proces tarcia i obydwie wymienione efekty występują łącznie.

Kwantowo-mechaniczny model [171], w którym za elektryzację powierzchni dielektryka odpowiada tunelowanie elektronów z metalu do poziomów akceptorowych w dielektryku lub z jego poziomów donorowych do metalu, przedstawiono na rysunku 3.5.

Wymieniony model wskazuje, że w zależności od charakteru stanów (akceptorowe  $W_A$  lub donorowe  $W_D$ ) oraz położenia poziomu Fermiego  $W_F$  w metalu (jego pracy wyjścia  $\Phi_M$ ) może na powierzchni dielektryka pojawić się ładunek zarówno dodatni, jak i ujemny. Ponieważ położenie poziomów  $W_A$  i  $W_D$  zależy od lokalnego pola elektrycznego czy efektów polaryzacyjnych, model może więc być użyteczny do wyja-

śnienia np. wpływu początkowego ładunku na cząstce na ładunek wymieniany przez nią w czasie zderzenia z powierzchnią metalu [193].

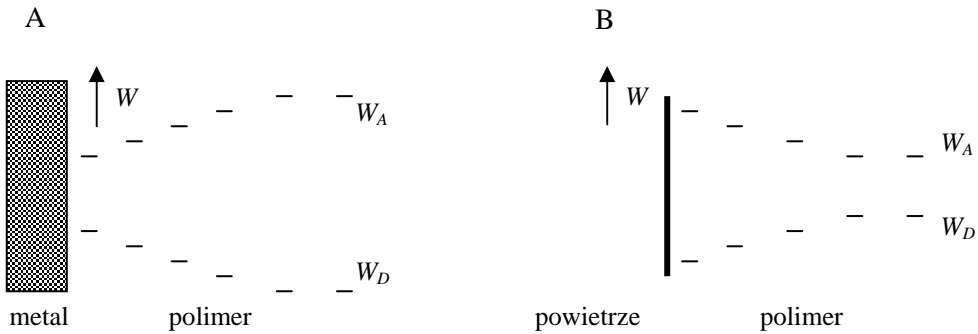


Rys. 3.5. Tunelowanie elektronów w obszarze warstwy Helmholtza pomiędzy stanami w metalu a stanem akceptorowym (A) i donorowym (B) w dielektryku

Fig. 3.5. Electrons tunneling between energy states in metal and acceptor (A) and donor (B) states of dielectric within Helmholtz layer

Kontakt polimeru z metalem o dużej polaryzowalności elektronowej prowadzi do wytworzenia w sąsiedztwie kontaktu poziomów akceptorowych położonych poniżej, a donorowych – powyżej, w stosunku do poziomów  $W_A$  i  $W_D$  znajdujących się w objętości polimeru (rys. 3.6A). Po rozdzieleniu kontaktu, gdy interfazę z polimerem tworzy gaz o znacznie niższej polaryzowalności, położenie odpowiednich poziomów ulega zmianie (rys. 3.6B). Jeżeli w sytuacji kontaktu z metalem nastąpiło wstrzyknięcie ładunku do poziomów akceptorowych (rys. 3.5A) lub z donorowych do metalu (rys. 3.5B), to po rozdzieleniu może wystąpić ich dalszy transport w kierunku nie obsadzonych stanów akceptorowych w głębi dielektryka lub w kierunku powierzchni z obsadzonych stanów donorowych, również w głębi dielektryka. Sytuacja taka może się powtarzać aż do momentu wytworzenia takiego rozkładu ładunku i odpowiadającego mu pola elektrycznego w sąsiedztwie powierzchni, które zablokują dalszy proces tunelowania. Omówiony model umożliwia zatem wytłumaczenie zjawiska tzw. wysycenia gęstości ładunku powierzchniowego, występującego wraz ze wzrostem liczby kontaktów.

Warto zaznaczyć, że sytuacja przedstawiona na rysunku 3.6B także ilustruje proces elektryzacji tzw. wolnych powierzchni. Przesunięcie w pobliżu interfaży poziomów akceptorowego  $W_A$  i donorowego  $W_D$  (wynikające z efektu odbicia zwierciadlanego w środowisku dielektrycznym) prowadzi do ruchu elektronów skierowanego od powierzchni w głąb dielektryka i w konsekwencji do powstania przypowierzchniowej bariery potencjału [207, 245].



Rys. 3.6. Rozkład stanów akceptorowych i donorowych w sąsiedztwie interfejsy metal–polimer (A) i powietrze–polimer (B)

Fig. 3.6. Acceptor and donor states distribution in the vicinity of metal–polymer (A) and air–polymer (B) interfaces

Jednym z czynników wpływających na proces elektryzacji jest temperatura stykających się ciał. W przypadku elektryzacji kontaktowo-tarciowej, występującej pomiędzy metalem a dielektrykiem polimerowym, istotną rolę odgrywają ruchy segmentów bocznych łańcuchów [214]. Częstość drgań segmentów zależy od temperatury. Ponieważ transfer ładunku zależy od odległości między powierzchniami i występuje przy odległościach około 1÷2 nm, prawdopodobieństwo zbliżenia się powierzchni i wymiany ładunku zależy od częstości drgań molekuł i szybkości wzajemnego przemieszczania się ciał. Im większa jest względna szybkość przemieszczania, tym więcej w jednostce czasu „ścisłych” kontaktów i „rozdzieleń”. Temperatura wpływa na częstość drgań struktury (segmentów bocznych), szybkość zaś wzajemnego przesuwania – na częstość „ścisłych” kontaktów. Powyższe rozważania prowadzą do wniosku, że wzrost temperatury i szybkości względnego ruchu stykających się ciał może powodować generację większych wartości ładunku.

Szczegółowej systematyzacji czynników wpływających na zjawisko elektryzacji kontaktowej dokonano w pracy [62].

Należy zaznaczyć, że ładunek ujawniany w trakcie elektryzacji i związane z nim pole elektryczne powodują, w przypadku wielu materiałów polimerowych, efekt elektretowy [83, 252].

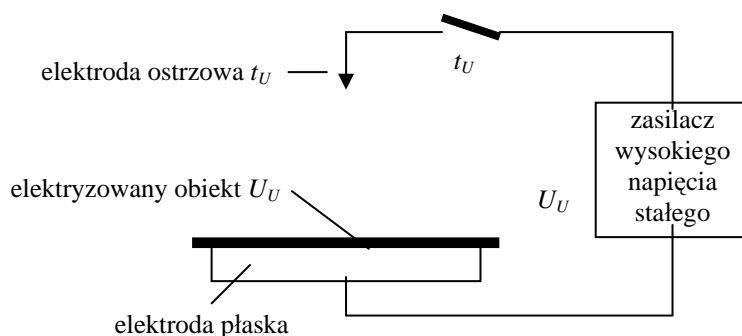
Na ogół uważa się, że w przypadku polimerów za proces elektryzacji kontaktowej odpowiada najczęściej transport elektronów, przy czym bardzo istotne znaczenie ma natura oraz rozkład przestrzenny i energetyczny stanów zlokalizowanych, występujących zarówno w najbliższym sąsiedztwie kontaktu – interfejsy, jak i na samym kontakcie.

Duża liczba czynników wpływających na proces elektryzacji, często trudnych do zidentyfikowania, poważnie ogranicza możliwość praktycznego wykorzystania tzw. szeregów tryboelektrycznych [52, 93, 181, 227, 257]. W wymienionych szeregach

zestawia się materiały w kolejności określonej znakiem i wartością ładunku uzyskiwanego podczas tarcia o inne materiały. W przypadku materiałów dielektrycznych zależność ich położenia w szeregu od przenikalności elektrycznej można, przynajmniej jakościowo, wiązać z wyrażeniem (3.2). Wyrażenie to, przy pewnych dodatkowych założeniach, wskazuje na możliwość łatwiejszego przechodzenie elektronów z materiału o większej wartości przenikalności elektrycznej do materiału o mniejszej jego wartości niż w kierunku przeciwnym. Podczas kontaktu – tarcia materiału o większej przenikalności elektrycznej będzie zatem nabywał ładunek dodatni, a o mniejszej – ujemny. Chociaż wymieniona wyżej zależność, sformułowana wcześniej przez Coehna [25], pozwala na prawidłowe umiejscowienie w szeregu niektórych polimerów, to ze względu na wymienione wcześniej inne czynniki nie może być jednak uważana za ścisłą regułę.

### 3.3. ELEKTRYZACJA KORONOWA

Jedną z powszechnie stosowanych metod elektryzacji ciał stałych jest metoda wykorzystująca wyładowania koronowe czy tzw. ulot przy wysokim napięciu [69, 94]. Stosowana jest ona zarówno do elektryzacji obiektów wykonanych z materiałów litych, np. taśm czy folii polimerowych, jak i zdyspergowanych (proszki, pyły, włókna, cząsteczki aerosoli i inne). W każdym wypadku w metodzie korzysta się z układu wyładowczego, umożliwiającego wystąpienie wyładowań koronowych. Schemat podstawowego układu pokazano na rysunku 3.7. Zawiera on zestaw niesymetrycznych elektrod, z których jedna, koronująca lub ulotowa, ma mały promień krzywizny.



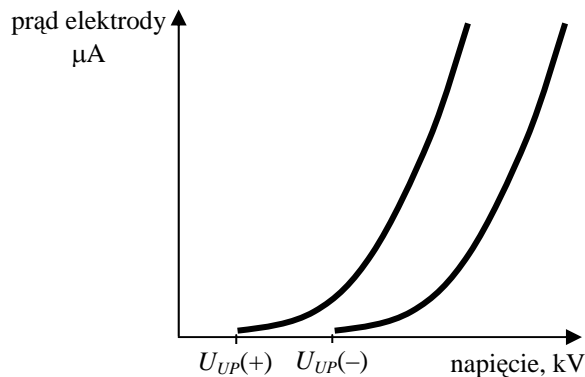
Rys. 3.7. Układ elektrod ostrze–płyta stosowany do elektryzacji metodą koronową

Fig. 3.7. Point-to-plane electrode system for corona charging

Układ elektrod ostrze(a)–płyta lub struna–płyta jest zasilany stałym napięciem ulotu o wartości  $U_U$  przez okres czasu ulotu  $t_U$ , które to parametry określają warunki prowadzenia procesu elektryzacji. Po spolaryzowaniu układu elektrod odpowiednio wy-

sokim napięciem  $U_U$  w otoczeniu elektrody ulotowej może wystąpić natężenie pola przekraczające wytrzymałość gazu (powietrza) i dojść do lokalnego wyładowania elektrycznego. Powstające nośniki ładunku, o znaku przeciwnym do znaku polarności elektrody ulotowej, tworzą wokół niej chmurę ładunku [152, 173, 176], nośniki zaś o tym samym znaku zdążają w kierunku elektrody płaskiej, oddziałując z molekułami gazu wypełniającego przestrzeń międzyelektrodową. Powstające jony mogą się przemieszczać pod działaniem pola elektrycznego na znaczne odległości, a obiekty, znajdujące się w obszarze gazu zawierającego dużą koncentrację monopolarnych jonów, mogą nabywać znacznego ładunku nadmiarowego, tzn. mogą ulegać naelektryzowaniu. Intensywność procesu elektryzacji określa intensywność wyładowań koronowych, a tę z kolei wartość prądu wyładowań.

Charakterystykę prądowo-napięciową typowego układu wyładowczego (o kształcie elektrod jak na rys. 3.7) przedstawiono na rysunku 3.8. Przebieg zależności prądu ulotu  $I_U$  od napięcia ulotu  $U_U$  jest nieliniowy i charakteryzuje go pewne napięcie progowe  $U_{UP}$ , zależne od promienia krzywizny elektrody ulotowej, jej polarności, a także od innych czynników (np. rodzaju gazu, jego ciśnienia, temperatury etc.). Wartość napięcia  $U_{UP}$  można określić według zależności określających progowe natężenia pola na elektrodzie koronującej [152]. W najczęściej stosowanych układach elektryzacyjnych, przy odległości elektrod ostrze–płyta około 10÷50 mm, napięcie  $U_{UP}$  mieści się w zakresie 4÷6 kV, w zależności od promienia krzywizny stosowanej elektrody koronującej. Dla tego samego układu wyładowczego większe wartości  $U_{UP}$  obserwuje się dla polaryzacji ostrza napięciem ujemnym.



Rys. 3.8. Przebieg charakterystyki prądowo-napięciowej dla układu elektrod ostrze–płyta:  
 $U_{UP}(+); U_{UP}(-)$  – napięcia progowe przy polaryzacji ostrza napięciem  
 odpowiednio dodatnim i ujemnym.

Wyładowanie w powietrzu, w warunkach normalnych

Fig. 3.8. Discharge current-voltage characteristics for point-plane electrode system:  
 $U_{UP}(+); U_{UP}(-)$  – threshold voltages for point electrode polarised  
 with positive and negative voltage, respectively.  
 Discharges in air in ambient conditions

Proces elektryzacji obiektu umieszczonego na elektrodzie płaskiej jest dość skomplikowany. Elektryzacja zachodzi na skutek bombardowania powierzchni obiektu przez elektrony lub jony znajdujące się w jego sąsiedztwie, a także przez oddziaływanie różnego typu molekuł wzbudzonych czy fotonów. Niektóre z jonów rekombinują na jego powierzchni, inne – w przypadku materiałów dielektrycznych – mogą penetrować w głąb, gdzie zostają spułapkowane (zwłaszcza elektrony).

Możliwe procesy można prześledzić, rozważając oddziaływanie ujemnego jonu z powierzchnią dielektryka. Jon, przyciągany do powierzchni dielektryka siłą odbicia zwierciadlanego (występującą między nim a uziemioną elektrodą), może w obecności molekuł wzbudzonych wymieniać z powierzchnią dielektryka elektron na trzy różne sposoby, jak to pokazano na rysunku 3.9.

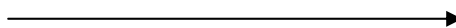
W przypadku pokazanym na rysunku 3.9A ujemny jon z elektronem zajmującym poziom oznaczony  $W_I$ , znajdujący się poniżej dowolnego poziomu w paśmie zlokalizowanych stanów akceptorowych  $W'_A$   $W_A$ , pozostaje na powierzchni nawet wtedy, gdy molekuły wzbudzone  $M^*$  dostarczą energii wystarczającej do aktywacji elektronu.

W przypadku pokazanym na rysunku 3.9B zajęty stan  $W_I$  znajduje się w obszarze rozkładu powierzchniowych stanów zlokalizowanych  $W'_A$  i elektron, po aktywacji, może wejść w obszar przypowierzchniowy, jednak w nim pozostaje, ponieważ rozkład  $W'_A$  znajduje się poniżej rozkładu stanów zlokalizowanych w objętości materiału  $W_A$ .

Opisane przypadki mogą być nierozróżnialne (ze względu na właściwości elektryczne).

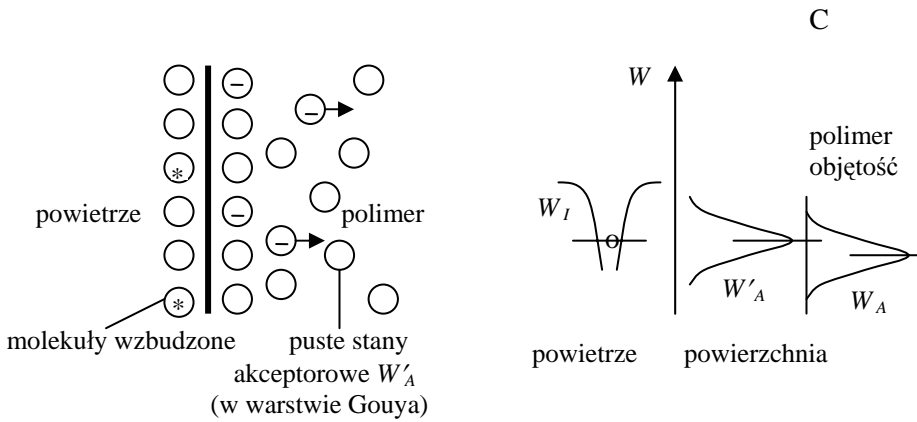
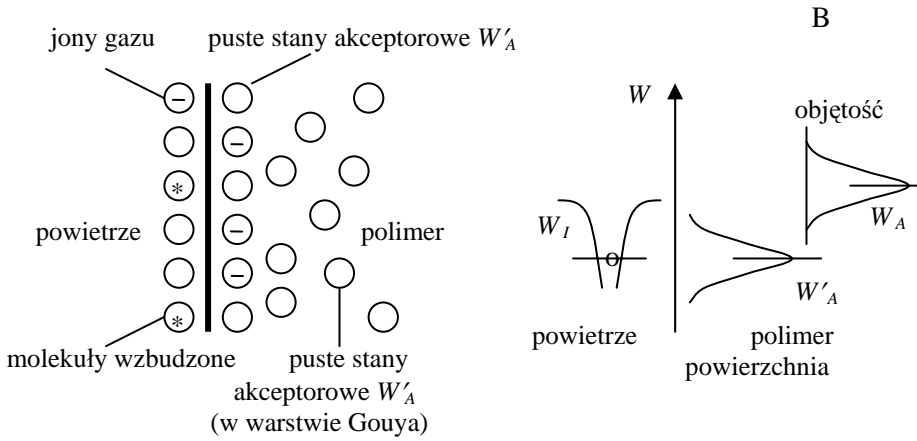
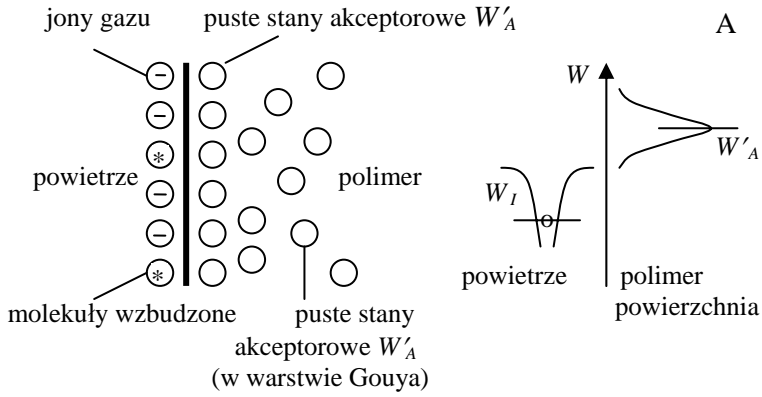
Przypadek pokazany na rysunku 3.9C jest podobny do 3.9B z tym, że  $W'_A > W_A$  i ładunek może migrować do wnętrza materiału, aż do osiągnięcia elektrody.

Metoda koronowa stosowana jest powszechnie zarówno w technologii elektretów, w wielu innych procesach technologicznych (malowaniu, separacji, elektrofiltrach etc.), jak i w technikach badawczych wymagających wstępnej elektryzacji obiektu w jednoznaczny i powtarzalny sposób (np. ocena właściwości antystatycznych materiałów i wyrobów). Nie wymaga stosowania próżni, a wyładowania mogą być prowadzone w temperaturze pokojowej i wyższej. Metodą tą, w przypadku dielektrycznych obiektów płaskich, można uzyskiwać gęstości powierzchniowe ładunku na poziomie  $10^{-3} \text{ C/m}^2$  [94].



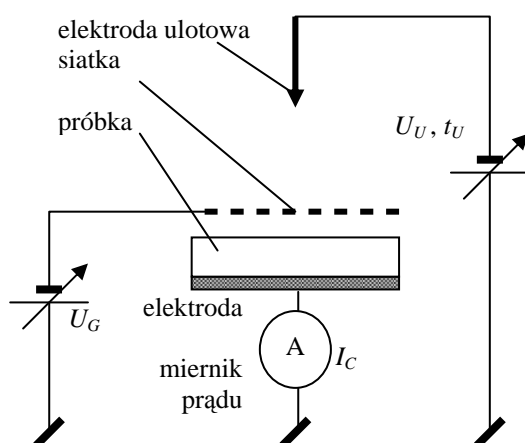
Rys. 3.9. Transfer elektronu z ujemnego jonu gazowego do polimeru przy oddziaływaniu obojętnych molekuł wzbudzonych  $M^*$  [171]. Objaśnienia w tekście

Fig. 3.9. Electron transfer from gaseous negative ions on a polymer surface in the presence of activated neutral species  $M^*$  [171]. Explanations in the text



Wprowadzenie dielektrycznej próbki do układu w sposób pokazany na rysunku 3.7 powoduje wystąpienie zmiany rozkładu pola i potencjału w obszarze między elektrodami. Dotyczy to zwłaszcza sytuacji, gdy zastępcze napięcie na próbce  $U_Z$  (patrz zależność (5.10)), powstające na skutek gromadzenia się na jej powierzchni (lub na niewielkiej głębokości – około  $1\ \mu\text{m}$  [3.7]) ładunku, zaczyna być porównywalne z wartością napięcia przyłożonego do układu elektrod. Wartości napięcia zastępczego elektryzowanych obiektów, uzyskiwane podczas elektryzacji w układzie pokazanym na rysunku 3.7, są trudne z góry do określenia oraz kontrolowania. W układzie takim występuje ponadto rozkład gęstości prądu wyładowczego oraz wartości uzyskiwanych gęstości ładunku powierzchniowego [38, 63, 104].

W celu wyeliminowania wad prostego układu wyładowczego w przestrzeń ostrze – płyta wprowadza się dodatkową elektrodę siatkową (rys. 3.10).



Rys. 3.10. Schemat układu powietrznej triody do elektryzacji ulotem.  
Objaśnienia w tekście

Fig. 3.10. Sketch of the air triode system for corona charging.  
Explanations in the text

W układzie pokazanym na rysunku 3.10, tzw. układzie powietrznej triody, ulot występuje w obszarze siatka–elektroda ulotowa. Intensywność ulotu określa, dla stałej konfiguracji elektrod, napięcie ulotu  $U_U$ . Jony wytworzone w obszarze ulotu przechodzą przez siatkę i są kierowane polem elektrycznym w obszarze siatka–próbka do powierzchni próbki. Jony docierające do próbki tworzą prąd ładowania próbki  $I_C$ , który maleje w funkcji czasu, w miarę ładowania próbki. W stanie ustalonym (po naładowaniu próbki) napięcie zastępcze elektretu  $U_Z$  jest praktycznie równe napięciu siatki  $U_G$ , a ponadto uzyskuje się względnie jednorodny rozkład gęstości ładunku na powierzchni elektretu [41, 75, 169].



Układ powietrznej czy ogólnie gazowej triody można, oprócz elektryzacji, stosować do badań procesu transferu ładunku przez interfazę gaz–dielektryk, jak to uczyniono np. dla układu polietylen tereftalanowy–powietrze [205] czy polipropylen-wodór [206].

### 3.4. INNE RODZAJE ELEKTRYZACJI CIAŁ STAŁYCH

Inne metody celowej elektryzacji ciał stałych, jakie znalazły większe zastosowanie praktyczne, wiążą się bądź z diagnostyką, bądź z technologią elektretów. W pierwszej kolejności należałoby wymienić ogólnie znaną metodę indukcji elektrostatycznej.

W metodzie indukcji wykorzystuje się efekt przemieszczania się swobodnego ładunku na elektryzowanym obiekcie (jego polaryzacji) pod wpływem pola zewnętrznego. Jeżeli w czasie oddziaływania pola elektrycznego elektryzowany obiekt zostanie na chwilę uziemiony, to z uprzednio obojętnego elektrycznie obiektu spływa do ziemi ładunek o wartości i znaku określonych geometrią obiektu oraz wartością działającego na niego pola. Metodę indukcji stosuje się w praktyce do elektryzacji materiałów wykazujących chociaż niewielkie przewodnictwo elektryczne (o rezystywności skrośnej  $< 10^{10} \Omega\text{m}$ ). Czas niezbędny do osiągnięcia stanu pełnego naładowania zależy od rezystywności materiału elektryzowanego. W przypadku metali jest on na poziomie  $10^{-10}$  s. W przypadku materiałów słabo przewodzących może być znacznie dłuższy – na poziomie milisekund. Wart podkreślenia jest fakt, że proces elektryzacji jest bardzo powtarzalny i nieczuły na zanieczyszczenia powierzchni. Ostatnia z wymienionych cech, łącznie z możliwością precyzyjnego określenia momentu rozpoczęcia procesu elektryzacji, pozwala na wykorzystanie jej między innymi w badaniach szybkości gromadzenia i zaniku ładunku (patrz rozdz. 8.). Elektryzacja metodą indukcji znalazła również zastosowanie w obszarze tzw. elektrostatyki stosowanej. Można tu wymienić np. elektryzację cząstek aerozoli z przewodzących płynów [157, 167] (malowanie, oprysk elektrostatyczny), pokrywanie cząstkami ciał stałych (flokowanie, wytwarzanie papierów ściernych), separację elektrostatyczną i wiele innych procesów technologicznych [200].

Inne metody elektryzacji dielektryków stałych wiążą się głównie z technologią elektretów i zostały opisane w wielu monografiach (np. [94, 236]). Wśród wielu metod (wymienionych na wstępie rozdziału) warto także wymienić metodę implantacji elektronów [94, 182], umożliwiającej z jednej strony wytwarzanie elektretów o jednorodnych, zarówno w sensie powierzchniowym, jak i przestrzennym rozkładach ładunku (wykazujących ekstremalnie długie czasy życia), z drugiej zaś analizę rozkładu ładunku przestrzennego [94] (metoda wirtualnej elektrody).

## 4. BADANIA ŁADUNKU CAŁKOWITEGO

Ładunek całkowity  $Q$  jest rozumiany jako sumaryczny ładunek zgromadzony na powierzchni i w objętości badanego obiektu (dielektryka)

$$Q = \int_s q_{ss} ds + \int_v q_v dv, \quad (4.1)$$

gdzie:

$q_{ss}$  – gęstość ładunku powierzchniowego na powierzchni  $s$  ograniczającej obiekt,

$q_v$  – gęstość ładunku przestrzennego w objętości obiektu  $v$ .

### 4.1. KLATKA FARADAYA

W przypadku obiektów nieekranowanych (w których każdy z ładunków może wytwarzać pole elektryczne w obszarze na zewnątrz obiektu) ładunek całkowity mierzony jest zazwyczaj, zgodnie z zasadą indukcji elektrycznej, przy użyciu tzw. klatek Faradaya według prawa Gaussa

$$Q = \oint_A D ds, \quad (4.2)$$

gdzie  $D$  jest składową wektora indukcji normalną do elementu  $ds$  powierzchni  $A$ , otaczającej całkowicie ładunek  $Q$ .

Szkic oraz schemat zastępczy standardowego układu pomiarowego z klatką Faradaya przedstawiono na rysunku 4.1. Wprowadzenie do wnętrza klatki Faradaya obiektu z ładunkiem  $Q$  prowadzi do indukowania ładunku o tej samej wartości, który ładuje całkowitą pojemność układu pomiarowego  $C_T$  do napięcia  $U_{F0}$ , mierzonego woltomierzem  $V$ . Pojemność układu pomiarowego  $C_T$  określa zależność

$$C_T = C_F + C_K + C_N + C_V, \quad (4.3)$$

w której:

$C_F$  – pojemność klatki Faradaya (jak wskazuje praktyka – zwykle w zakresie 10÷100 pF),

$C_K$  – pojemność kabla łączącego klatkę z woltomierzem (zwykle w zakresie 50÷200 pF),

$C_V$  – pojemność woltomierza (w zakresie 0,5÷50 pF).

Pojemność kondensatora wzorcowego  $C_N$  może się zmieniać w szerokich granicach, zwykle od kilkudziesięciu pikofaradów do kilkudziesięciu nanofaradów i jest określona zarówno czułością stosowanego woltomierza, jak i wartościami mierzonych ładunku. Rezystancje upływu klatki, kabla i woltomierza mieszczą się zwykle w granicach – odpowiednio:  $R_F = 10^{13} \div 10^{15} \Omega$ ,  $R_K = 10^{13} \div 10^{15} \Omega$ ,  $R_V = 10^9 \div 10^{14} \Omega$ . Rezystancja zastępcza dla całego układu  $R_T$ , określona zależnością (4.4), ma również wartość skończoną, określoną rezystancją elementu o najniższej wartości rezystancji upływu. Wartość  $R_T$  zwykle nie przekracza wartości  $10^{14} \Omega$

$$\frac{1}{R_T} = \frac{1}{R_F} + \frac{1}{R_K} + \frac{1}{R_V}. \quad (4.4)$$

Wobec faktu skończonej rezystancji upływu układu pomiarowego  $R_T$ , napięcie  $U_F(t)$ , wskazywane przez woltomierz  $V$ , będzie malało w sposób wykładniczy, zgodnie z zależnością

$$U_F(t) = U_{F0} \exp\left(-\frac{t}{\tau_F}\right), \quad (4.5)$$

w której stała czasu  $\tau_F = R_T C_T$ .

Wartość mierzonego ładunku całkowitego określa się z zależności

$$Q = U_{F0} C_T. \quad (4.6)$$

Ponieważ mierzona jest wartość  $U_F(t)$ , a nie  $U_{F0}$ , w celu uniknięcia więc błędu pomiar powinien być wykonywany w warunkach, kiedy czas odczytu  $t \ll \tau_F$ . Ostatni warunek nakłada pewne wymagania dotyczące doboru elementów układu pomiarowego.

Z praktycznego punktu widzenia krytyczna jest zazwyczaj wartość rezystancji wewnętrznej (wejściowej) stosowanego woltomierza. Podane wyżej wartości dotyczyły woltomierzy elektronicznych, elektrostatycznych oraz elektrometrów. Przy starannym wykonaniu przepustów, izolatorów i właściwym doborze kabli ich rezystancje upływu można pominąć i wówczas  $R_T = R_V$ , a stałą czasu  $\tau_F$  można zmieniać przez dobór odpowiedniej wartości pojemności kondensatora wzorcowego  $C_N$ . Najczęściej pojemność  $C_N$  dobiera się znacznie większą od pozostałych składowych pojemności, tj.  $C_F$ ,  $C_K$  oraz  $C_V$ . Stała czasu dla układu pomiarowego

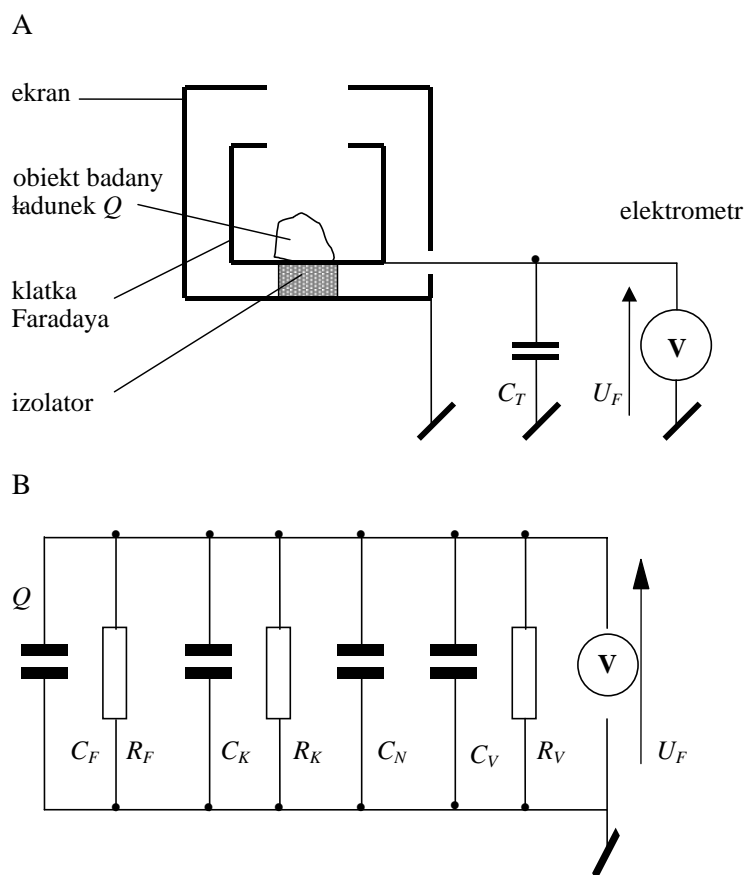
$$\tau_F = R_V C_N. \quad (4.7)$$

Przy założeniu, że odczyt powinien być wykonany w warunkach, kiedy wartość napięcia  $U_F(t)$  nie zmniejszy się więcej niż 1% poniżej wartości  $U_{F0}$ , należy go przeprowadzić w czasie  $t$  krótszym niż określony zależnością

$$t < 0,01 \tau_F. \quad (4.8)$$

Po przyjęciu w standardowych pomiarach  $t$  około 100 s, otrzymuje się dla stałej czasu warunek  $\tau_F > 10^4$  s, co przy rezystancjach wewnętrznych woltomierzy na poziomie  $10^{13} \Omega$  wymaga zastosowania kondensatorów wzorcowych o pojemności  $C_N$  rzędu

nanofaradów. Zastosowanie większych wartości pojemności  $C_N$  może być ograniczone czułością stosowanego woltomierza (zależność (4.6)).



Rys. 4.1. Szkic układu pomiarowego z klatką Faradaya (A) oraz jego układ zastępczy (B):

$C_F, R_F$  – odpowiednio pojemność i rezystancja upływu klatki Faradaya,

$C_K, R_K$  – pojemność i rezystancja upływu kabla,

$C_N$  – pojemność kondensatora wzorcowego,

$C_V, R_V$  – pojemność i rezystancja wewnętrzna woltomierza,

$V$  – woltomierz idealny

Fig. 4.1. Measurement circuit with a Faraday cage (A), and its equivalent circuit (B):

$C_F, R_F$  – Faraday cage capacitance and leakage resistance respectively,

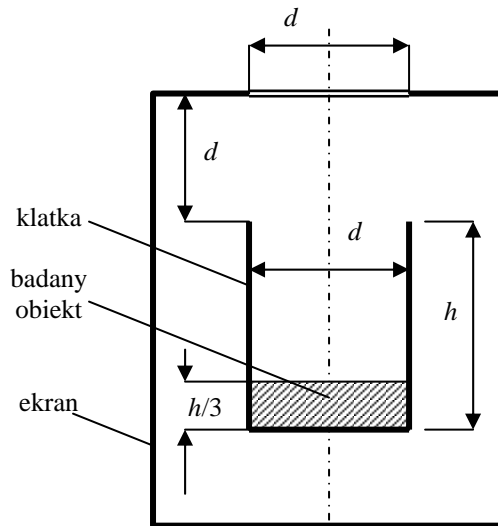
$C_K, R_K$  – connecting cable capacitance and leakage resistance,

$C_N$  – capacitance of a standard (range) capacitor,

$C_V, R_V$  – capacitance and input resistance of the voltmeter – electrometer,

$V$  – ideal voltmeter

W praktyce powierzchnia klatki otaczająca badany obiekt musi zawierać otwór, umożliwiając jego wprowadzenie. Konieczność odsłonięcia części klatki powoduje występowanie, na ogół niewielkiego, błędu pomiaru. Kształt stosowanych klatek Faradaya jest zwykle określony wymiarami i właściwościami badanego obiektu [4]. Podczas wykonywania pomiarów standartowych wymiary klatek mogą być znormalizowane [218], w innych sytuacjach szczególną uwagę należy zwrócić na wymiary otworu – szczeliny w klatce – umożliwiające wprowadzenie badanego obiektu. Obiektem może być z jednej strony strumień elektronów, z drugiej – pojemnik – walizka do transportu materiałów wybuchowych czy też jeszcze większy obiekt.



Rys. 4.2. Cylindryczna klatka Faradaya

Fig. 4.2. Cylindrical Faraday cage

W przypadku pomiaru ładunku  $Q$  przy użyciu klatek cylindrycznych, o średnicy  $d$  i wysokości  $h$  (rys. 4.2), modelowanie komputerowe [18] prowadzi do następujących ograniczeń w zależności od wymaganej dokładności pomiarów:

↳ przy dokładności lepszej niż 1%

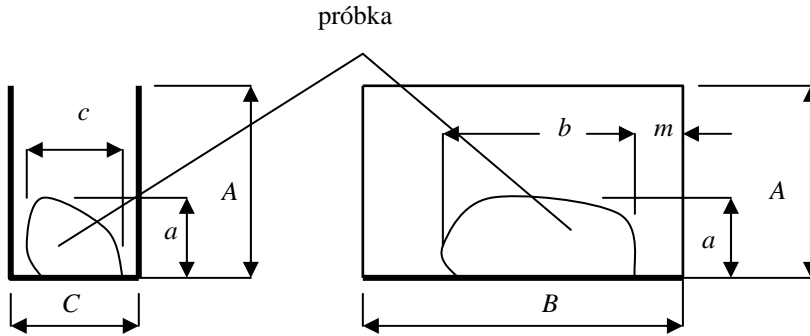
$$\frac{h}{d} \geq 1,4, \quad (4.9)$$

↳ przy dokładności lepszej niż 5%

$$\frac{h}{d} \geq 0,8. \quad (4.10)$$

Znajdujący się w klatce naładowany obiekt nie powinien zajmować więcej niż 30% jej wysokości, licząc od dna. Zewnętrzny ekran powinien mieć otwór wejściowy

o średnicy nie większej niż  $d$ , jego górna krawędź powinna się zaś znajdować w odległości co najmniej  $d$  powyżej górnej krawędzi klatki.



Rys. 4.3. Prostopadłościenna otwarta klatka Faradaya z próbką o kształcie nieregularnym

Fig. 4.3. An object with non-regular shape in cuboid Faraday cage

W przypadku prostopadłościennych klatek otwartych, o kształcie pokazanym na rysunku 4.3, wyniki badań doświadczalnych [119] wykazały, że zachowanie relacji wymiarów  $A/B = 2/3$  oraz  $C < A/2$  powoduje, iż niedokładność wynikająca z zaniżenia mierzonej wartości w stosunku do wartości rzeczywistej nie przekroczy:

$$1\% \text{ gdy } m < 0,5 A, \quad (4.11a)$$

$$5\% \text{ gdy } m < 0,3 A, \quad (4.11b)$$

a dla  $C < A$  wymieniona niedokładność nie przekroczy:

$$6\% \text{ gdy } m > 0,5 A, \quad (4.12a)$$

$$15\% \text{ gdy } m > 0,3 A, \quad (4.12b)$$

gdzie  $m$  jest minimalną szerokością marginesu wokół zarysu badanego obiektu (rys. 4.3).

Pierwsza para warunków, przy założeniu, że badany obiekt ma wymiary  $b > a > c$ , gdzie  $b$  jest równoległe do  $B$ ,  $a$  do  $A$ , zaś  $c$  do  $C$ , prowadzi do następujących wymagań dotyczących wymiarów klatki umożliwiającej pomiar z niedokładnością  $< 1\%$ :

$$B = 2a + b, \quad (4.13a)$$

$$A = 2B/3, \quad (4.13b)$$

$$C < A/2 \text{ lub } C < B/3 \quad (4.13c)$$

lub z niedokładnością  $< 5\%$ :

$$B = 0,58a + 0,67b, \quad (4.14a)$$

$$A, C \text{ jak (4.13b,c)}$$

Wymienione zależności określono przy założeniu, że minimalna szerokość marginesu  $m$  zawsze (również w przypadku obiektów nieregularnych) spełnia warunki odpowiednio (4.11a) lub (4.11b), minimalna zaś odległość od klatki innych uziemionych elementów w jej otoczeniu jest większa niż  $2B$ .

Należy zaznaczyć, że warunki te są znacznie łagodniejsze w stosunku do warunków wyznaczonych przy założeniu stałej gęstości ładunku na powierzchni klatki (nieodkładność określona rzeczywistą powierzchnią klatki oraz całkowitą powierzchnią otaczającą próbkę w zarysach klatki).

Badanie generacji ładunku na materiałach ciekłych lub sypkich, a także pomiary, ciągle wymagają stosowania klatek o specyficznej budowie. W każdym przypadku szczególnego znaczenia nabiera położenie i wielkość szczelin(y), przez które następuje wprowadzenie i usuwanie badanego obiektu.

Jako woltomierz  $V$  oraz kondensator wzorcowy  $C_N$  można stosować elementy dyskretne, spełniające wymienione wyżej warunki, oraz większość elektrometrów pracujących w funkcji mierników ładunku [49, 100]. W ostatnim przypadku kondensator wzorcowy o pojemności  $C_N$  jest integralną częścią elektrometru, pracującego jako kulombometr i na ogół jest włączony w układ sprzężenia zwrotnego.

## 4.2. POMIARY ŁADUNKU ZA POMOCĄ MIERNIKÓW NATĘŻENIA POLA

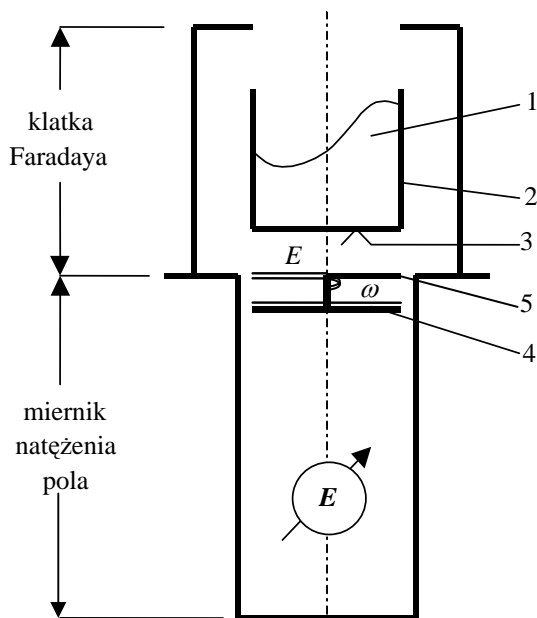
Innym rozwiązaniem stosowanym w pomiarach ładunku całkowitego jest zastosowanie miernika pola elektrostatycznego z przetwarzaniem, połączonego mechanicznie z odpowiednią klatką Faradaya [53]. W tym przypadku całkowita rezystancja upływu  $R_T$  jest równa rezystancji upływu izolatorów wsporczych klatki  $R_F$ .

Opracowany przez autora układ z klatką Faradaya do badania ładunku w masie materiałów sypkich przedstawiono na rysunku 4.4, jego zasadę działania zaś na rysunku 4.5.



Rys. 4.4. Zestaw do pomiaru ładunku całkowitego materiałów sypkich z miernikiem natężenia pola elektrostatycznego (FM981). Widok z zewnątrz

Fig. 4.4. Fieldmeter (FM981) – Faraday cage measuring set for total charge in loose materials  
General view



Rys. 4.5. Schematyczny przekrój klatki Faradaya sprzężonej z miernikiem natężenia pola elektrostatycznego:  
 1 – badany obiekt – proszek, 2 – wewnętrzny pojemnik klatki,  
 3 – dno – elektroda dolna, 4 – elektroda pomiarowa,  
 5 – przesłona obrotowa

Fig. 4.5. Schematic cross-section of the field mill – Faraday cage measuring set: 1 – investigated object (powder),  
 2 – inner container – Faraday cage, 3 – bottom-electrode,  
 4 – measuring electrode  
 of the field mill, 5 – rotating shutter

Ładunek indukowany przez naładowane cząstki proszku (1) na wewnętrznej części – pojemniku – klatki Faradaya (2) wytwarza pole elektryczne, między innymi w obszarze dno pojemnika (3) – elektroda pomiarowa miernika pola (4). Łatwo pokazać, że natężenie pola w szczelinie  $E$  wiąże z wartością zgromadzonego w klatce ładunku  $Q$  zależność

$$E = K_1 Q, \quad (4.15)$$

w której  $K_1$  jest stałą, zależną od wymiarów geometrycznych układu klatka–elektroda pomiarowa (zależną głównie od powierzchni elektrody pomiarowej oraz odległości dno klatki–elektroda pomiarowa) i ewentualnie dołączanych dodatkowych kondensatorów dla zmiany zakresów pomiarowych.

Pomiary ładunku nadmiarowego na materiałach sypkich stosuje się zarówno w badaniach technicznych, jak i poznawczych. W badaniach technicznych chodzi na ogół o wyznaczenie tzw. ładunku nasypowego  $q/m$ , gdzie  $q$  jest ładunkiem zgroma-



dzonym na cząstkach o masie  $m$  zdyspergowanego materiału stałego lub płynu. Pomiaru takie prowadzi się np. w aspekcie zagrożeń [76, 98, 181] lub aplikacyjnym [200, 223, 276] (np. tryboelektryzacja lakierów proszkowych, tonerów etc.).

Pomiary ładunku całkowitego przy użyciu klatki Faradaya są możliwe jedynie wtedy, gdy ładunek zgromadzony na badanym obiekcie nie jest ekranowany i może indukować na wewnętrznej części klatki ładunek mierzony.

### 4.3. WYZNACZANIE ŁADUNKU CAŁKOWITEGO NA OBIEKTACH EKRANOWANYCH

Omówiony w podrozdziale 4.2 problemem wyznaczenia ładunku całkowitego dotyczy obiektów, w których jedynie niewielka część linii sił trafia do elektrody pomiarowej (klatki). Typowym przykładem takiej sytuacji mogą być jednostronnie metalizowane elektrety foliowe (rys. 4.6). W takim przypadku bezpośredni pomiar metodą indukcji wykaże jedynie część ładunku zgromadzonego w obiekcie – folii, możliwą do zmierzenia na jej odsłoniętej stronie. Dla jednowymiarowego rozkładu ładunku przestrzennego  $q_V(x)$ , gęstość powierzchniowa ładunku mierzonego (od strony odsłoniętej)  $q_{SE}$  określa [94, 234] zależność

$$q_{SE} = -\frac{1}{d + \varepsilon l} \int_0^d x q_V(x) dx, \quad (4.16)$$

w której:

$d$  – grubość folii,

$l$  – grubość szczeliny powietrznej elektroda – powierzchnia folii,

$\varepsilon$  – przenikalność elektryczna względna materiału folii,

$q_V(x)$  – gęstość ładunku przestrzennego w objętości folii – przyjęto rozkład jednowymiarowy.

Całkowitą wartość zgromadzonego ładunku  $Q$  w metalizowanej próbce można wyznaczyć przez całkowanie gęstości prądu  $j(t)$  rozładowania obiektu – elektretu mającego kontaktujące elektrody, podczas jego nagrzewania ze stałą szybkością (zwykle rzędu 0,1÷1 K/min) za pomocą zależności

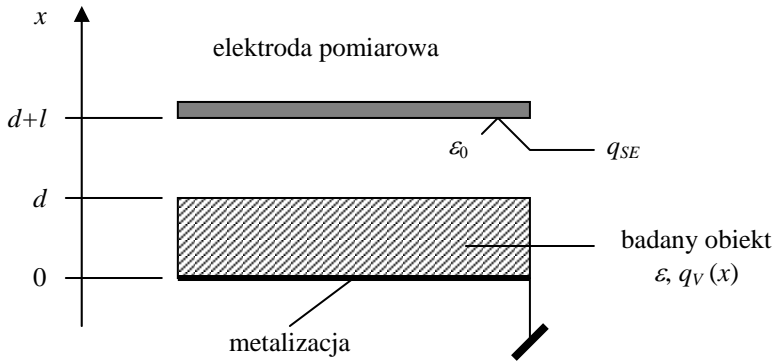
$$Q = s \int_0^{\infty} j(t) dt, \quad (4.17)$$

w której  $s$  – powierzchnia elektrody.

Zależność (4.17) jest słuszna przy założeniu, że polaryzacja wolnorelaksacyjna jest pomijalnie mała.

Osobnym problemem jest wpływ rozkładu ładunku przestrzennego na wartość  $Q$ , wyznaczoną z zależności (4.17). Można wykazać, że dla symetrycznych rozkładów

ładunku gęstość prądu rozładowania  $j(t)$  będzie równa zero. W praktyce trudno jest jednak otrzymać symetryczny rozkład ładunku  $q_V(x)$ . W pracy [199] pokazano, że nawet w razie niewielkiej asymetrii w rozkładzie  $q_V(x)$  prawie całkowity prąd płynie w kierunku bliższej elektrody (przy założeniu homopolarnego ładunku przestrzennego).



Rys. 4.6. Pomiar gęstości ładunku powierzchniowego na metalizowanej folii

Fig. 4.6. Surface charge density measurements on metallised dielectric foil

Średnie położenie  $x''$  ładunku, mierzone od górnej powierzchni płasko-równoległego elektretu ( $x = d$ ), zdefiniowane jako

$$x'' = \frac{\int_0^d x q_V(x) dx}{\int_0^d q_V(x) dx} \quad (4.18)$$

można określić metodami Sesslera [234], Grossa [78] czy Collinsa [28].

## 5. BADANIA EFEKTYWNEJ GĘSTOŚCI ŁADUNKU POWIERZCHNIOWEGO

Efektywna gęstość ładunku powierzchniowego  $q_S$  jest rozumiana jako suma składowych

$$q_S = q_{SS} - P + q'_S, \quad (5.1)$$

gdzie:

$q_{SS}$  – gęstość rzeczywistego ładunku powierzchniowego,

$P$  – gęstość ładunku polaryzacyjnego (od polaryzacji wolno relaksacyjnej),

$q'_S$  – moment rozkładu ładunku przestrzennego względem badanej powierzchni („projekcja” ładunku).

Przy założeniu jednowymiarowego rozkładu ładunku przestrzennego  $q_V(x)$  można dla płasko-równoległej próbki dielektryka o grubości  $d = x_B - x_A$  określić dwie gęstości  $q'_{SA}$  i  $q'_{SB}$ . Gęstości te, zależne od strony próbki: odpowiednio „A” – o współrzędnej  $x_A$  i „B” o współrzędnej  $x_B$  można wyznaczyć [5.3] z zależności:

$$q'_{SA} = \frac{1}{x_B - x_A} \int_{x_A}^{x_B} (x_B - x) q_V(x) dx, \quad (5.2A)$$

$$q'_{SB} = \frac{1}{x_B - x_A} \int_{x_A}^{x_B} x q_V(x) dx. \quad (5.2B)$$

Wszystkie składowe wchodzące do wyrażenia (5.1) mogą przyjmować różne wartości, w zależności od strony próbki. Jeśli w pierwszym przybliżeniu założyć jednorodny rozkład powierzchniowy ładunku  $q_S$ , można dla naładowanej, płasko-równoległej próbki dielektryka wyróżnić dwie gęstości  $q_{SA}$  i  $q_{SB}$ , dla stron – odpowiednio – „A” i „B”.

Ładunek powierzchniowy określony zależnością (5.1) wytwarza w otoczeniu próbki takie samo pole elektryczne, w sensie jego rozkładu i wartości, jak wszystkie wymienione składowe łącznie. Efektywna gęstość ładunku charakteryzuje zatem „ze-

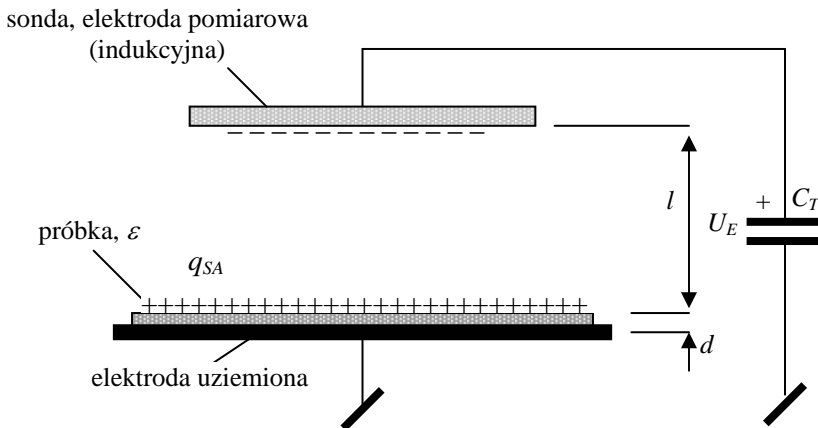
wewnętrzny” obraz stanu naładowania obiektu, bez możliwości podania natury źródeł oraz ich rozkładów przestrzennych.

W dalszej części rozdziału gęstość ładunku powierzchniowego jest rozumiana jako gęstość efektywna. Pomiary efektywnej gęstości ładunku są stosowane w badaniach poznawczych i technicznych. W tych ostatnich korzysta się z nich zarówno do oceny możliwości wystąpienia zagrożeń, jak i jakości technologii.

Z gęstością ładunku powierzchniowego wiąże się często stosowane pojęcie tzw. napięcia zastępczego  $U_Z$ . Napięcie zastępcze jest napięciem na pojemności własnej próbki, wytwarzane przez zgromadzony na jej powierzchni ładunek. W przypadku płasko-równoległych próbek dielektryka o przenikalności elektrycznej  $\varepsilon$  i grubości  $d$  zależność między gęstością ładunku powierzchniowego  $q_S$  a napięciem  $U_Z$  określa wyrażenie (5.10).

## 5.1. POMIAR GĘSTOŚCI ŁADUNKU METODĄ INDUKCJI

Pomiary gęstości ładunku metodą indukcji należą do najstarszych i najczęściej stosowanych. Wykonuje się je przy użyciu sondy. Zasadę działania sondy indukcyjnej przedstawiono na rysunku 5.1.



Rys. 5.1. Zasada działania sondy indukcyjnej

Fig. 5.1. Induction probe – principle of operation

Zbliżanie metalowej sondy od nieskończoności do odległości  $l$  od powierzchni próbki prowadzi do indukowania w niej ładunku o znaku przeciwnym do znaku ładunku na próbce. Jednocześnie na pojemność  $C_T$  sływa ładunek o tej samej wartości, lecz przeciwnego znaku (o znaku ładunku indukującego). Ładunek indukowany na sondzie można określić przez pomiar napięcia  $U_E$  na pojemności  $C_T$ . Ponieważ wartość pojemności  $C_T$  jest na ogół nieporównywalnie większa od wartości pojemności układu sonda–elektroda uziemiona, tę ostatnią można więc pominąć.

Zależność między efektywną gęstością ładunku  $q_{SA}$  na próbce a gęstością ładunku  $q_E$  indukowanego na elektrodzie pomiarowej można otrzymać z prawa Gaussa i całki potencjałowej, przy założeniu płasko-równoległości układu elektroda–próbka, braku efektów brzegowych oraz jednorodności materiału próbki. Elementarne obliczenia prowadzą do zależności

$$q_{SA} = q_E \left( 1 + \varepsilon \frac{l}{d} \right), \quad (5.3)$$

w której:

$\varepsilon$  – względna przenikalność elektryczna materiału próbki,

$l$  – grubość szczeliny powietrznej,

$d$  – grubość próbki.

Gęstość ładunku na elektrodzie pomiarowej – sondzie z wartością napięcia  $U_E$  – mierzonego na pojemności  $C_T$ , wiąże (przy założeniu  $C_T \gg \varepsilon_0 s/l$ ) zależność

$$q_E = \frac{C_T U_E}{s}, \quad (5.4)$$

w której  $s$  jest powierzchnią elektrody pomiarowej – sondy.

Przedstawiona wyżej zasada działania oraz analiza zależności (5.3) prowadzą do różnych wariantów opisanej metody.

W pomiarach wykonywanych metodą indukcji wyznacza się gęstość ładunku powierzchniowego uśrednioną po powierzchni  $s$  elektrody pomiarowej. W wielu przypadkach istotna jest znajomość rozkładu ładunku powierzchniowego zarówno na obiektach płaskich, jak i bryłach. Charakterystykę odpowiednich układów pomiarowych przedstawiono w rozdziale 6., poświęconym badaniom rozkładu ładunku powierzchniowego.

W badaniach obiektów płasko-równoległych, jak np. folie elektretowe, geometria układu jest zadana dość precyzyjnie (grubość warstwy dielektrycznej, szczelin(y), elektrody etc.), a ponadto elektret jest utrzymywany w określonej pozycji w warunkach statycznych. Podczas badania takich obiektów najczęściej nie uwzględnia się efektów brzegowych. Podejście takie wynika głównie z faktu, że w przypadku badań na cienkich foliach polimerowych wpływ zjawisk brzegowych na dokładność pomiaru jest marginalny, a większą rolę odgrywa rozkład ładunku powierzchniowego, przez co pomiary wykonane w warunkach niewielkiego przesunięcia elektrody pomiarowej w płaszczyźnie próbki mogą dawać znacznie różniące się wyniki.

## 5.2. METODA

Metoda podnoszonej elektrody jest jedną z najstarszych metod pomiaru gęstości ładunku powierzchniowego. Bywa stosowana do pomiarów na obiektach płasko-równoległych i polega na pomiarze ładunku indukowanego na elektrodzie pomiaro-

wej po zbliżeniu jej od „nieskończoności” do powierzchni badanego obiektu lub odsunięciu jej od obiektu do „nieskończoności” [45, 94, 112, 153]. Analiza wyrażenia (5.3) dla przypadku idealnego kontaktu elektrody pomiarowej z powierzchnią próbki (bez szczeliny), tzn. dla warunku  $l = 0$ , prowadzi do zależności

$$q_{SA} = q_E, \quad (5.5)$$

z której wynika, że gdy  $l = 0$ , wówczas gęstość ładunku na próbce jest równa wprost gęstości ładunku na elektrodzie pomiarowej.

Prezentowana metoda ma dwa warianty. W jednym z nich mierzony jest ładunek wpływający na pojemność  $C_T$  w chwili zbliżania elektrody pomiarowej od nieskończoności aż do bezpośredniego kontaktu z próbką. W drugim – ładunek jest mierzony w chwili odsuwania elektrody pomiarowej, ułożonej bezpośrednio na próbce, do nieskończoności. Zasadnicza różnica dotyczy znaku indukowanego ładunku. W pierwszym przypadku jest on równy znakowi ładunku na próbce, w drugim – ma znak przeciwny.

Opisane metody, chociaż proste w realizacji (elementem krytycznym jest jedynie woltomierz o wysokiej rezystancji wejściowej), mają jednak wiele wad. Do najważniejszych należą:

↳ możliwość zmiany stanu obiektu – elektretu w chwili jego kontaktu z elektrodą (możliwość wstrzyknięcia ładunku, wystąpienia lokalnych wyładowań itp.),

↳ błędy wynikające z występowania mikroszczelin w obszarze elektroda–powierzchnia badana (bardzo istotne zwłaszcza w przypadku pomiarów na cienkich foliach polimerowych),

↳ możliwość występowania efektów ponderomotorycznych (przemieszczanie cienkich folii w silnym polu, mogące również prowadzić do istotnych błędów pomiaru).

Większość wymienionych wad, charakterystycznych dla metody podnoszonej elektrody, można wyeliminować, wykonując pomiar metodą ze szczeliną(ami) powietrzną.

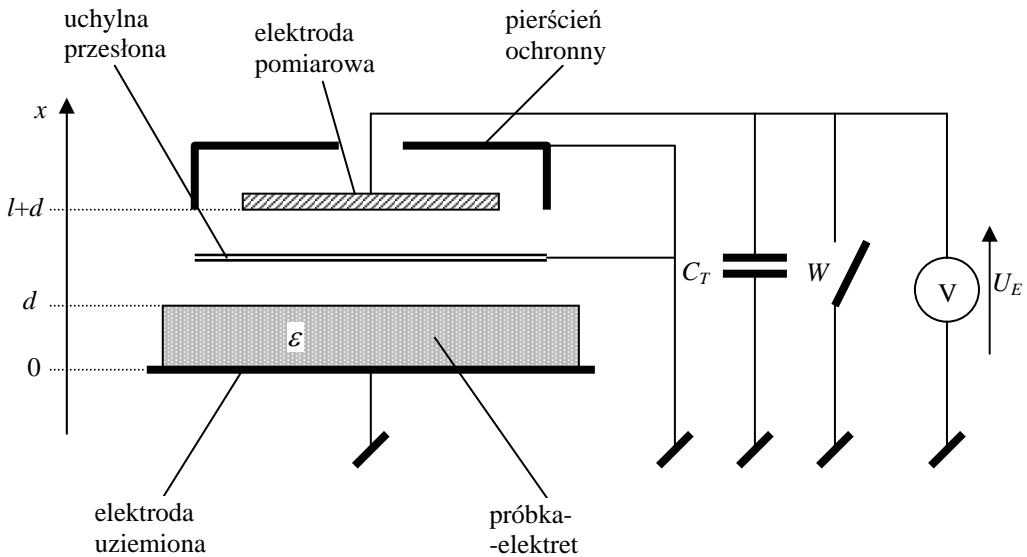
### 5.3. METODA ZE SZCZELINĄ POWIETRZNĄ

Schemat układu pomiarowego pokazano na rysunku 5.2, a pełną analizę metody omówiono w pracy [238]. W metodzie tej, zamiast odsuwania elektrody pomiarowej do „nieskończoności”, wprowadzono uziemioną przesłonę, wchodzącą w szczelinę powietrzną między próbką a elektrodę. W chwili ekranowania elektrody pomiarowej przesłoną zwiera się pojemność  $C_T$  i zeruje elektrometr-woltomierz V. Następnie elektrometr się rozwiera i usuwa przesłonę, co prowadzi do indukowania na elektrodzie pomiarowej ładunku ładującego pojemność  $C_T$  do napięcia  $U_E$ . Układ pomiaru napięcia powinien spełniać warunek ( $\tau > 10^4$  s), przedstawiony w rozdziale 4. Wartość efektywnej gęstości ładunku powierzchniowego  $q_{SA}$  na powierzchni folii od strony elektrody pomiarowej można określić wprost z zależności (5.3) i (5.4).

Inną możliwością wyznaczenia gęstości ładunku jest pomiar napięć  $U_E$  w układzie pokazanym na rysunku 5.2 dla dwóch różnych grubości szczeliny powietrznej, odpowiednio  $l_2 > l_1$ . W tym wariancie elektrometr-woltomierz zwiera się przy grubości szczeliny  $l_1$ . Następnie, po rozwarciu, odsuwa się elektrodę pomiarową na odległość  $l_2$  i mierzy przyrost napięcia  $\Delta U_E$ . Wartość gęstości ładunku  $q_{SA}$  można wyznaczyć z zależności

$$q_{SA} = -\frac{\Delta U_E C_T \varepsilon l_2 l_1}{sd(l_2 - l_1)}. \quad (5.6)$$

Zależność (5.6) otrzymano przy dodatkowym założeniu  $d \ll l$ . W każdym z omówionych przypadków zaleca się stosowanie elektrody – pierścienia ochronnego, pozwalającego ujednorodnić rozkład pola w szczelinie powietrznej nad próbką. Pojemność  $C_T$  jest całkowitą pojemnością układu pomiarowego, włączającą pojemność elektrody pomiarowej, kabli, pojemność wejściową woltomierza oraz ewentualnego kondensatora dodatkowego – wzorcowego.



Rys. 5.2. Schemat układu do pomiaru gęstości ładunku powierzchniowego ze szczeliną powietrzną

Fig. 5.2. Scheme of the circuit with air gap for the measurements of surface charge density

## 5.4. SONDY WIBRACYJNE

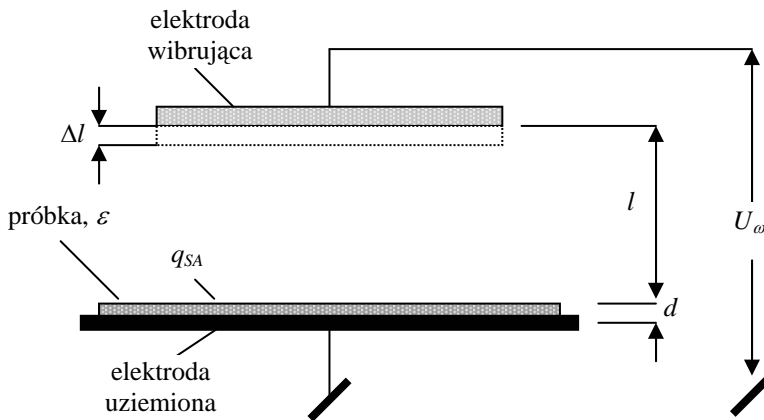
Zależności (5.3) i (5.6) wskazują na możliwość wyznaczenia gęstości ładunku powierzchniowego w warunkach okresowych zmian grubości szczeliny powietrznej  $l$ . W istocie, można to uzyskać dzięki tzw. sondom wibracyjnym czy też kondensa-

torom dynamicznym. W obu wypadkach elektroda pomiarowa wibruje w kierunku normalnym do powierzchni płaskiego badanego obiektu z określoną amplitudą i częstotliwością [55, 60, 225, 238, 278].

Przy założeniu, że elektroda pomiarowa drga sinusoidalnie z amplitudą  $\Delta l$  i częstotliwością  $\omega$  wokół położenia spoczynkowego, określonego grubością szczeliny powietrznej  $l$  (rys. 5.3), można pokazać [82, 179, 225], że wartość prądu zwarcia wibrującej elektrody związana jest z efektywną gęstością ładunku  $q_{SA}$  dla metalizowanego elektretu zależnością

$$I_{\omega} = q_{SA} \frac{s \Delta l \varepsilon \omega \cos \omega t}{d \left( 1 + \varepsilon \frac{l}{d} \right)^2}, \quad (5.7)$$

w której  $s$  – powierzchnia wibrującej elektrody.



Rys. 5.3. Zasada działania sondy wibracyjnej  
Fig. 5.3. Vibrating probe principle of operation

Wartość składowej zmiennej napięcia  $U_{\omega}$ , mierzonego w warunkach rozwarcia, określa zależność

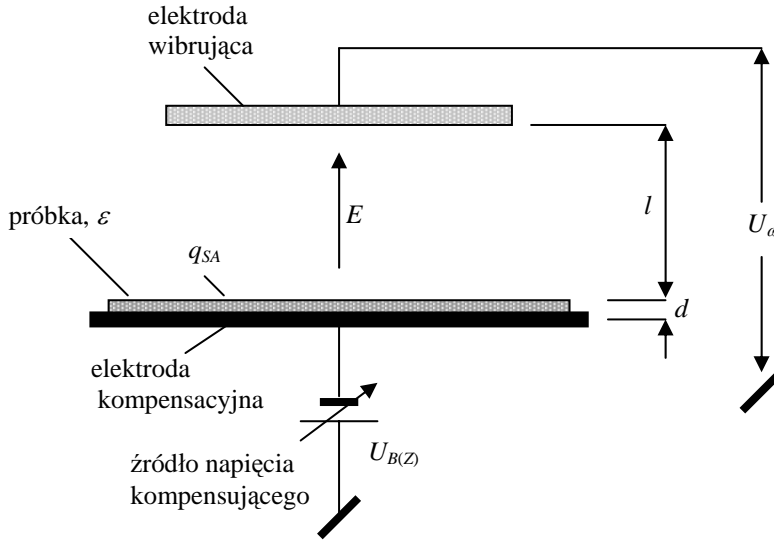
$$U_{\omega} = \frac{q_{SA} \Delta l \sin \omega t}{\varepsilon_0 \left( 1 + \varepsilon \frac{l}{d} \right)}. \quad (5.8)$$

W obydwu przypadkach (zwarcia i rozwarcia) sygnał wyjściowy wibrującej sondy jest proporcjonalny do gęstości  $q_{SA}$ , ma charakter sinusoidalny i zależy zarówno od amplitudy drgań sondy  $\Delta l$ , jak i jej położenia spoczynkowego  $l$ . Wielkości te mogą ulegać zmianom w funkcji czasu, układ pomiarowy wymagałby zatem częstego skalowania. Jedną z możliwości usunięcia tej wady jest zastosowanie kompensacyjnego wariantu opisanego metody.



## 5.5. METODA KOMPENSACYJNA Z SONDĄ WIBRACYJNĄ

Jedną z metod uniknięcia wpływu geometrii układu pomiarowego (odległości sonda–próbka, amplitudy vibracji) na wynik pomiaru gęstości ładunku jest zastosowanie układu kompensacyjnego. Schemat układu pomiarowego pokazano na rysunku 5.4.



Rys. 5.4. Schemat układu z sondą wibracyjną pracującą w układzie kompensacyjnym

Fig. 5.4. Scheme of the compensation circuit with a vibrating probe

Analiza tego układu prowadzi [225] do następującej zależności na natężenie pola  $E$  w szczelinie powietrznej nad próbką

$$E = \frac{U_B \varepsilon - q_{SA} \frac{d}{\varepsilon_0}}{d + \varepsilon l}. \quad (5.9)$$

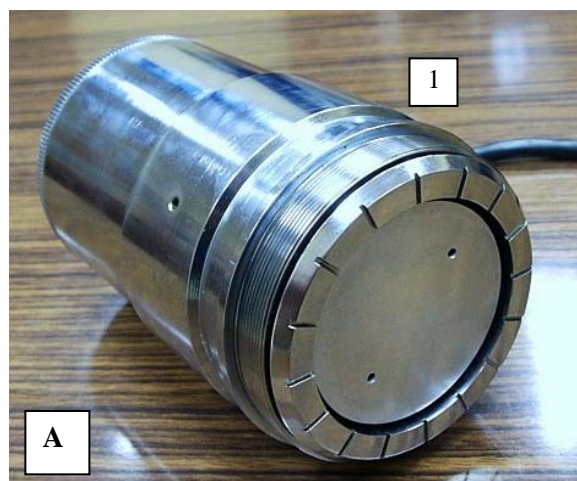
Po włączeniu w miejsce źródła  $U_B$  napięcia  $(-)$   $U_Z$  takiego, aby w szczelinie powietrznej uzyskać  $E = 0$ , równanie (5.9) można przekształcić do postaci

$$q_{SA} = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon U_Z}{d}. \quad (5.10)$$

Równanie to pokazuje, że metodą kompensacyjną można wyznaczyć efektywną gęstość ładunku powierzchniowego elektretu przez pomiar napięcia  $U_Z$  kompensującego wytwarzane przez niego pole w szczelinie. Ponieważ napięcie  $U_Z$  jest w warun-

kach kompensacji równe co do wartości (przeciwnie co do znaku) napięciu źródła  $U_B$ , jego pomiar nie następuje żadnych problemów (pomiar na źródle o małej rezystancji wewnętrznej). Istotne jest, że wyznaczana wartość gęstości ładunku  $q_{SA}$  nie zależy od parametrów szczeliny powietrznej ani amplitudy i częstotliwości drgań.

Znak ładunku elektretu jest określony znakiem napięcia  $U_Z$ , które jest nazywane napięciem zastępczym albo równoważnym elektretu.



Rys. 5.5. Głowica wibracyjna (A) i pełny układ kompensacyjny (B) do pomiaru gęstości ładunku (objaśnienia w tekście)

Fig. 5.5. A vibrating head (A) and a complete compensation circuit (B) for charge density measurements (Explanations in the text)

Przedstawiony układ z sondą wibracyjną jest jednym z najczęściej stosowanych układów zarówno do pomiaru gęstości ładunku, jak i natężenia pola w szczelinach.

Stanowisko do pomiaru gęstości ładunku powierzchniowego metodą kompensacyjną, z zastosowaniem opracowanej przez autora głowicy wibracyjnej [106, 108, 111], przedstawiono na rysunku 5.5.

Zasadniczą częścią układu pomiarowego jest elektrodynamiczna głowica wibracyjna o dużej czułości (1). Głowica zawiera elektrodę pomiarową sprzężoną mechanicznie z elektrodynamicznym układem napędowym, wzmacniacz wstępny o wysokiej impedancji wejściowej oraz przetwornik optoelektroniczny do wytwarzania napięcia odniesienia, synchronizującego detektor fazowy. Czułość głowicy zmienia się przez włączenie dodatkowych pojemności na wejściu wzmacniacza wstępnego. Napięcia z głowicy sterują panel pomiarowy (2), zawierający generator, wzmacniacz zasadniczy, wzmacniacz napięcia synchronizacji, detektor fazowy ze wskaźnikiem i układ sterowania. Dokładniejsze opisy innych rozwiązań sond wibracyjnych podano w pracach [57, 210, 267].

Podczas pomiaru płasko-równoległa próbka dielektryka (3) jest umieszczana na elektrodzie kompensacyjnej (4) stolika pomiarowego (5). Elektroda kompensacyjna jest zasilana ze stabilizowanego zasilacza napięcia kompensującego (6). Napięcie kompensujące jest mierzone za pomocą woltomierza cyfrowego (7). Jako wskaźnik zera (stanu pełnej kompensacji) służy woltomierz napięcia zmiennego w panelu pomiarowym, sterowany napięciem z elektrody wibrującej.

## 5.6. POMIARY GĘSTOŚCI ŁADUNKU ZA POMOCĄ MIERNIKÓW PÓL

Sondy wibracyjne należą do grupy tzw. układów z przetwarzaniem, wykorzystujących przetwarzanie stałego pola elektrycznego wytwarzanego przez badany obiekt na przemienny sygnał mierzony. Do wspomnianej grupy układów zalicza się również tzw. młynki polowe (ang. *field mill*), w których pole elektryczne, działające na elektrodę pomiarową, jest okresowo „siekane” za pomocą obracającej się przesłony. Napięcie na elektrodzie pomiarowej w warunkach rozwarcia lub prąd zwarcia są przemienne, ale silnie odkształcone (w porównaniu do sinusoidalnego). Prąd zwarcia elektrody pomiarowej przy „siekanii” pola przesłoną z dwoma wycinkami określa [81, 82] zależność

$$I_{\omega} = q_{SA} \frac{s\omega \sin 2\omega t}{1 + \varepsilon \frac{l}{d}}, \quad (5.11)$$

w której:

$s$  – całkowita powierzchnia wycinków elektrod, na które działa mierzone pole od ładunku o gęstości  $q_{SA}$ ,

$\omega$  – częstość obrotów przesłony,  
 $l$  – grubość szczeliny powietrznej między elektrodą pomiarową a powierzchnią dielektryka,  
 $d$  i  $\varepsilon$  – odpowiednio – grubość dielektryka i jego przenikalność elektryczna.

Prąd zwarcia wycinków elektrody pomiarowej, podobnie jak w przypadku sondy wibracyjnej, zależy od prędkości wirowania przesłony, a także od geometrii układu próbka–elektroda pomiarowa.

Analiza pracy młynka polowego zamieszczona w pracy [188] pokazuje, że zdecydowanie korzystniejszy jest wybór pomiaru napięcia elektrody pomiarowej w warunkach jej praktycznie czysto pojemnościowego obciążenia. Jeżeli impedancję obciążenia elektrody pomiarowej przedstawić jako równoległe połączenie całkowitej pojemności  $C_T$  oraz rezystancji  $R_T$ , to można stwierdzić, że gdy prędkość obrotowa przesłony spełnia warunek  $\omega^2 R_T^2 C_T^2 \gg 1$ , wówczas amplituda napięcia wytwarzanego na elektrodzie pomiarowej o powierzchni całkowitej  $s$  i jej obciążeniu ( $R_T C_T$ ) jest określona zależnością

$$U_\omega = \frac{\varepsilon_0 s E}{2C_T}. \quad (5.12)$$

Jak wynika z tej zależności, wartość amplitudy napięcia nie zależy w takiej sytuacji od prędkości obrotowej przesłony, co ma zasadnicze znaczenie w sytuacji przyrządów zasilanych bateryjnie (zmiana prędkości obrotowej przesłony wraz ze zmianą napięcia zasilania). Po podstawieniu do wyrażenia (5.12) zależności  $q_E = \varepsilon_0 E$ , wiążącej gęstość ładunku na elektrodzie pomiarowej z wartością natężenia pola  $E$  w szczelinie powietrznej, oraz wyrażenia (5.2) otrzymuje się, z pominięciem efektów brzegowych (zastosowanie elektrody ochronnej) i założeniu  $l \gg d$ , wyrażenie

$$U_\omega = \frac{q_{SA} s}{2C_T \left(1 + \varepsilon \frac{l}{d}\right)}. \quad (5.13)$$

W sondach indukcyjnych z przetwarzaniem istotną rolę odgrywa częstotliwość przetwarzania. Im większa jest częstotliwość przetwarzania, tym szybsza odpowiedź przyrządu, tym łatwiej jest spełnić założenie o pojemnościowym obciążeniu sondy (warunek  $\omega^2 R_T^2 C_T^2 \gg 1$ ) i zwiększyć czułość przyrządu – zależności ((5.7), (5.11)). Wymienione czynniki prowadzą do budowy sond z przetwarzaniem pracujących na częstotliwościach rzędu kilku kiloherców [182].

Fotografie opracowanych przez autora młynków polowych, w formie przenośnego miernika pola typu FM981, oraz głowicy przyrządu MFM-200A do szybkich pomiarów i monitoringu pola pokazano na rysunkach 5.6. i 5.7.

Przyrząd FM981 zawiera trzysegmentową elektrodę pomiarową przesłanianą okresowo trzysegmentową przesłoną, wzmacniacze sygnału pomiarowego oraz syn-

chronizacji, detektor fazowy umożliwiający określenie kierunku pola oraz woltomierz cyfrowy wraz z układami zasilania i pomocniczymi.



Rys. 5.6. Młynek polowy typu FM981.

Widoczna obrotowa przesłona i elektrody przetwornika

Fig. 5.6. FM981 type field mill.

There are visible rotating van and electrodes of the transducer

Głowica przyrządu MFM-200A zawiera jedynie układ przetwarzania, na który składają się: przesłona z sześcioma wycinkami i komplet sześciu elektrod oraz wzmacniacz wstępny o wysokiej impedancji wejściowej. Pozostałe elementy układu

są zawarte w panelu pomiarowym. Dokładniejsze opisy zasady działania oraz rozwiązań konstrukcyjnych młynków polowych podano między innymi w pracach [36, 48, 219, 220, 231].



Rys. 5.7. Młynek polowy – głowica przyrządu do monitoringu pola (ładunku) MFM-200A.  
Widoczna obrotowa przesłona i elektrody przetwornika

Fig. 5.7. Field mill head of the MFM-200A meter for electric field (charge) monitoring.  
There are visible rotating van and electrodes of the transducer

Pomiary efektywnej gęstości ładunku za pomocą mierników natężenia pola elektrycznego można wykonywać na różne sposoby. Jeden z przykładów przedstawiono

na rysunku 5.8. Układ jest przeznaczony do bezpośredniego pomiaru efektywnej gęstości ładunku na płasko-równoległych cienkich obiektach dielektrycznych. W wymienionym układzie natężenie pola mierzonego  $E$ , w szczelinie nad obiektem, z pominięciem efektów brzegowych, łączy z gęstością ładunku  $q_{SA}$  zależność

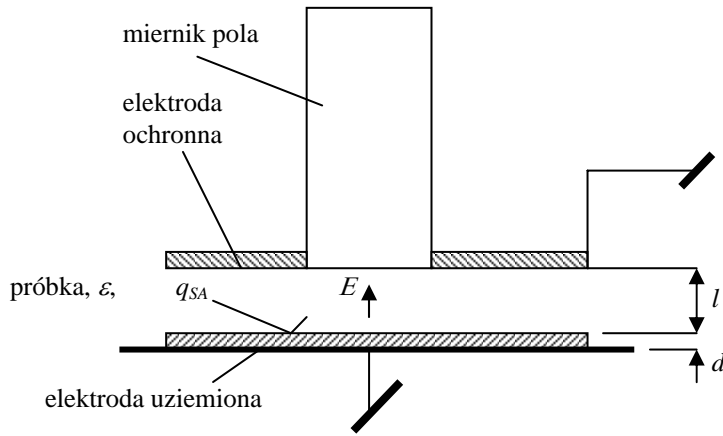
$$q_{SA} = E\epsilon_0 \left( 1 + \epsilon \frac{l}{d} \right), \quad (5.14)$$

w której:

$l$  – grubość szczeliny powietrznej,

$d$  – grubość dielektryka,

$\epsilon$  – względna przenikalność elektryczna dielektryka.



Rys. 5.8. Bezpośredni pomiar gęstości ładunku lub napięcia zastępczego płasko-równoległego obiektu za pomocą młynka polowego

Fig. 5.8. Direct measurement of surface charge density or equivalent voltage on plane-parallel dielectric samples with an aid of a field mill

Jeżeli ograniczyć się do wyznaczenia napięcia zastępczego  $U_Z$ , to z zależności (5.10) oraz (5.14) otrzymuje się

$$U_Z = E \left( l + \frac{d}{\epsilon} \right), \quad (5.15)$$

co przy założeniu  $d \ll l$  (cienka próbka dielektryka) prowadzi do zależności

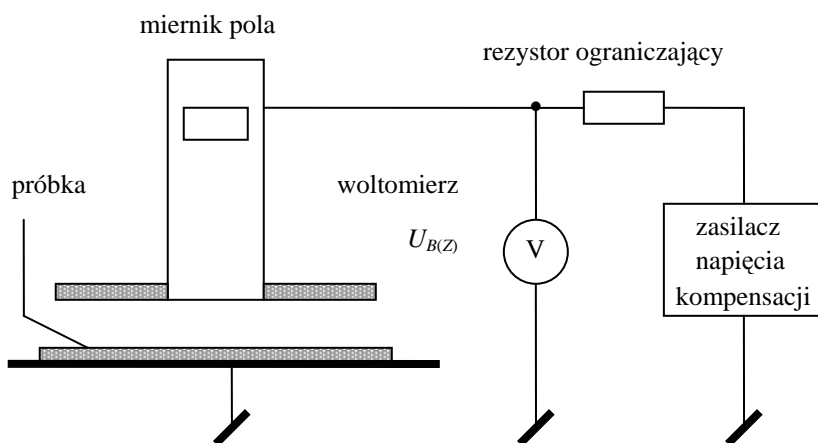
$$U_Z \cong E l. \quad (5.16)$$

Jak widać z wyrażenia (5.14), mierzona gęstość ładunku zależy od geometrii układu próbka–miernik pola (wielkości  $l$  i  $d$ ). Także zatem w tym przypadku może być celowe zastosowanie kompensacyjnego układu pomiarowego z miernikiem pola pracującym w charakterze detektora zera. Układ pomiarowy będzie identyczny z przed-

stawionym na rysunku 5.8, z tym że w miejsce elektrody uziemionej należy wstawić elektrodę kompensacyjną, dołączoną do źródła napięcia kompensacyjnego (podobnie jak rys. 5.4). W warunkach pełnej kompensacji natężenie pola w szczelinie  $E$  (mierzonego przez miernik pola) spada do zera, a wartość napięcia mierzona na źródle  $U_B = -U_Z$ . Gęstość ładunku powierzchniowego można wyznaczyć ze wzoru (5.10).

W opisanym układzie pomiary metodą kompensacyjną można wykonać jedynie na obiektach, które są (lub mogą być) izolowane od ziemi w sposób umożliwiający przyłożenie do nich napięcia kompensującego (podobnie jak na rys. 5.4). Ponieważ napięcie kompensujące może przyjmować wartość rzędu kilku, a nawet kilkunastu kilowoltów, operacja taka nie zawsze jest możliwa. Innym ograniczeniem może być trwałe uziemienie jednej ze stron badanego obiektu – płyty (folii etc).

W obu wypadkach pomiar metodą kompensacyjną można wykonać za pomocą układu przedstawionego na rysunku 5.9, w którym napięcie kompensujące podawane jest na miernik pola. Ze względu na znaczne wartości napięcia kompensującego ostatecznie rozwiązanie można stosować praktycznie jedynie do mierników z zasilaniem bateryjnym.



Rys. 5.9. Szkic kompensacyjnego układu pomiarowego z zastosowaniem miernika pola elektrycznego.

Napięcie kompensacyjne jest podawane na miernik pola

Fig. 5.9. Measurement of surface charge density by field meter in compensation circuit.

Compensating voltage connected to the fieldmeter

Podczas wykonywania pomiarów w układach kompensacyjnych wartość gęstości ładunku wyznacza się z zależności (5.10), przy czym wartość napięcia zastępczego  $U_Z$  jest równa co do wartości i przeciwna co do znaku napięcia kompensującego  $U_B$ , mierzonego przez woltomierz napięcia stałego w warunkach pełnej kompensacji (tzn. kiedy miernik pola wykaże  $E = 0$ ).



Gęstość ładunku nie zależy od wielkości szczeliny. Wyznaczenie gęstości wymaga jednak znajomości przenikalności elektrycznej dielektryka oraz jego grubości.

Istotny jest także fakt, że nie odgrywa roli dokładność miernika pola, a jedynie jego czułość. Dokładność pomiaru zależy od dokładności woltomierza mierzącego napięcie  $U_B$ .

W układach przedstawionych na rysunkach 5.8 i 5.9 mogą również pracować mierniki pola bez przetwarzania, jak np. proste mierniki pola indukcyjne (z wyłączeniem mierników z układami typu *sample and hold*) czy izotopowe [224]. Należy się jednak liczyć ze zwiększoną niestabilnością czasową takich przyrządów oraz ze znacznym wpływem na ich wskazania wszelkich zmian w gęstości jonów otaczającego środowiska, w którym prowadzone są pomiary.

Podobny sposób przetwarzania jak w opisanym wyżej młynku polowym zrealizowano w głowicach opracowanych w firmie Monroe Electronics [57, 267]. Pole elektryczne działające na ekranowaną elektrodę pomiarową poprzez niewielką diafragmę jest „siekanie” za pomocą wibrujących widełek. Widełki, pracujące przy częstotliwości rezonansowej, drgają w kierunku prostopadłym do kierunku mierzonego pola. Podobny sposób przetwarzania jest stosowany w miniaturowych sondach wykonanych w technologii MEMS [231].

## 5.7. UKŁADY POMIAROWE Z AUTOKOMPENSACJĄ

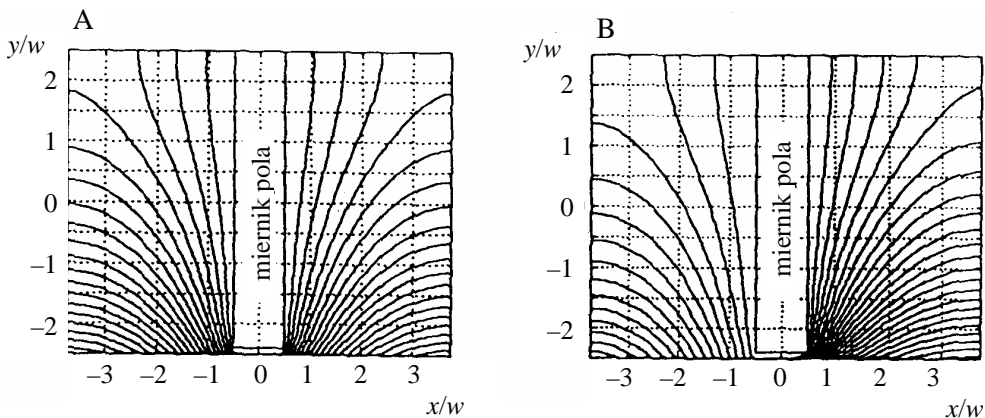
Kompensacyjne układy pomiarowe przedstawione w podrozdziałach 5.4 i 5.5, umożliwiające pomiar gęstości ładunku czy napięcia zastępczego  $U_Z$  bez obciążenia badanego obiektu, wymagają ręcznej regulacji napięcia kompensującego  $U_B$  aż do chwili uzyskania stanu skompensowania pola wytwarzanego przez obiekt polem zewnętrznym. Gdy gęstość ładunku się zmienia w czasie badania lub eksperymentu (np. w podwyższonej temperaturze), ciągła potrzeba utrzymywania stanu kompensacji wymaga permanentnej kontroli wartości napięcia  $U_B$ . W takim przypadku do ciągłego pomiaru można zastosować napięcia bezdotykowy woltomierz z autokompensacją pola w szczelinie sonda–powierzchnia próbki (tzw. *true electrostatic voltmeter*). Woltomierz zawiera: izolowaną sondę (mierzącą natężenie pola w szczelinie), wzmacniacz błędny, wzmacniacz wysokonapięciowy i miernik napięcia. Pole mierzone przez sondę stanowi sygnał błędny, który po wzmocnieniu i wyprostowaniu jest podawany na obudowę sondy i polaryzuje ją wysokim napięciem. Napięcie to wytwarza pole kompensujące w obszarze szczeliny sonda–powierzchnia próbki [210, 267].

Charakterystyczną cechą wymienionego układu jest brak zależności mierzonego napięcia od grubości szczeliny w razie zmiany jej w granicach, w jakich nie jest widoczny wpływ efektów brzegowych.

## 5.8. PROBLEMY POMIARÓW GĘSTOŚCI ŁADUNKU NA TAŚMACH RZECZYWISTYCH W RUCHU

Określenie wartości gęstości ładunku (lub wytwarzanych przez nie pól) na obiektach i w warunkach technologicznych może się łączyć z występowaniem dodatkowych komplikacji. Oprócz utrudnień związanych z wpływem otoczenia zarówno uziemionego [36, 115, 117, 231], jak i naładowanego [43], mogą wystąpić problemy szczególnego rodzaju w sytuacji, gdy pomiar gęstości ładunku jest wykonywany w sposób ciągły na obiektach ruchomych [148].

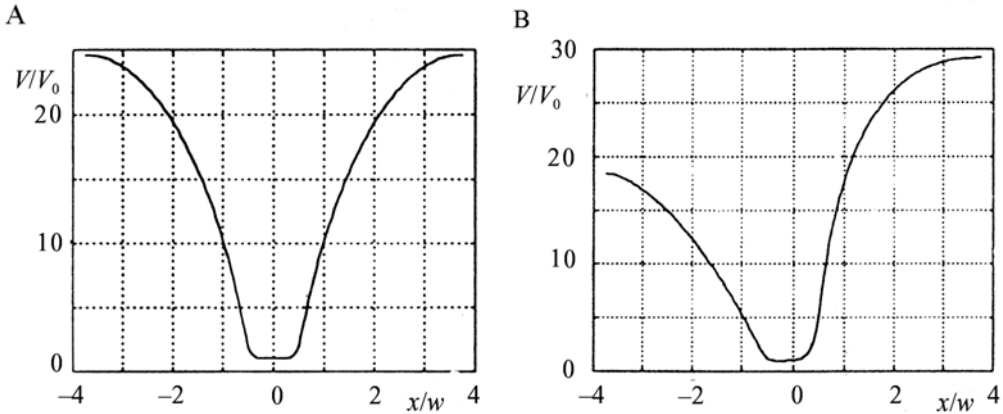
Jeżeli materiał badanego obiektu (tkaniny, taśmy pokrywane lub klejone etc.) ma stosunkowo słabe właściwości elektroizolacyjne (np. jego rezystywność powierzchniowa mieści się w zakresie  $10^{10} \div 10^{13} \Omega$ ), może wystąpić zjawisko gromadzenia się ładunku w studni potencjału wytworzonej na obszarze obiektu przez zbliżony do niego np. miernik pola. W przypadku obiektów ruchomych w formie taśm istotnym parametrem określającym możliwość wystąpienia wspomnianego zjawiska jest współczynnik  $k = \sigma_S / \varepsilon_0 v$ , w którym  $\sigma_S$  jest konduktywnością powierzchniową, a  $v$  – liniową prędkością przesuwu taśmy. Przykładowe rozkłady linii ekwipotencjalnych, wyznaczone dla przypadków  $k = 0$  (tzn. taśmy o konduktywności powierzchniowej  $\sigma_S = 0$  lub taśmy poruszającej się z prędkością  $v = \infty$ ) oraz  $k = 0,75$  przedstawiono odpowiednio na rysunkach 5.10A i B.



Rys. 5.10. Rozkłady linii ekwipotencjalnych w sąsiedztwie miernika pola umieszczonego nad naładowaną, ruchomą taśmą dla  $k = 0$  (A) i  $k = 0,75$  (B):  
 $w$  – szerokość miernika pola

Fig. 5.10. Distribution of equipotential lines in the vicinity of a fieldmeter placed above the charged moving belt for  $k = 0$  (A), and  $k = 0.75$  (B):  
 $w$  – width of the field meter

Symulacje komputerowe rozkładów potencjału dla powyższego przypadku przedstawiono na rysunku 5.11.



Rys. 5.11. Rozkłady potencjału elektrycznego w sąsiedztwie miernika pola umieszczonego nad naładowaną, ruchomą taśmą dla  $k = 0$  (A) i  $k = 0,75$  (B):  
 $w$  – szerokość miernika pola

Fig. 5.11. Electrical potential distribution in the vicinity of a fieldmeter placed above the charged moving belt for  $k = 0$  (A) and  $k = 0.75$  (B):  
 $w$  – width of the field meter

Pojawiająca się studnia potencjału prowadzi do transportu i kumulacji ładunku w obszarze pod miernikiem pola, co w rezultacie zwiększa wartość zmierzonej gęstości ładunku (lokalnej – pod miernikiem pola, sondą) w stosunku do wartości gęstości ładunku występującej w warunkach nie zaburzonych (sąsiedztwem elementów uzziemionych). Wielkość efektu kumulacji ładunku można określić za pomocą tzw. współczynnika korekcyjnego  $m$ . Współczynnik ten dla dwuwymiarowego modelu, w którym badana taśma przesuwa się w kierunku  $x$ , pole zaś od zgromadzonego ładunku jest mierzone w kierunku normalnym do wektora prędkości, można zdefiniować [148] zależnością

$$m = \frac{\frac{1}{w} \int_{-w/2}^{w/2} E_y dx}{E_0},$$

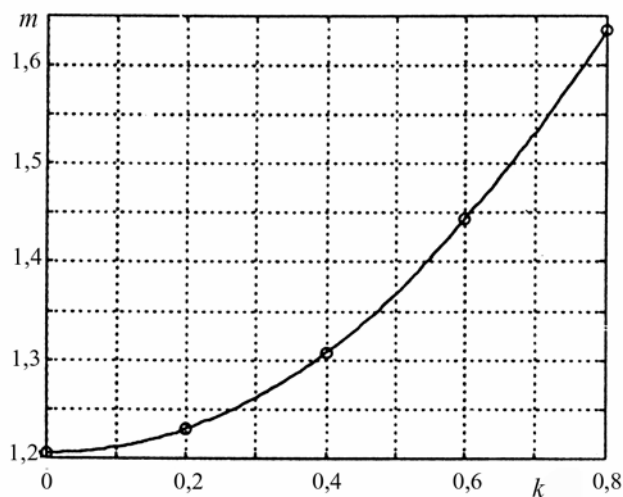
w której:

$w$  – szerokość miernika pola,

$E_0$  – natężenie pola mierzone dla przypadku  $k = 0$  ( $\sigma_s = 0$  i (lub)  $v = \infty$ ).

Na rysunku 5.12 przedstawiono zależność współczynnika korekcyjnego  $m$  od właściwości obiektu – taśmy i szybkości jej przemieszczania, czyli od wartości współczynnika  $k$ . Jak wynika z przedstawionej wyżej zależności, potwierdzone doświadczalnie zjawisko kumulacji ładunku w okolicy miernika pola może prowadzić [148] nawet do kilkukrotnego zawyżenia mierzonej gęstości ładunku w stosunku do warto-

ści w stanie niezaburzonym. Warto zaznaczyć, że zastosowanie do omawianego przypadku kompensacyjnej metody pomiaru nie pozwala całkowicie wyeliminować problemu [144].



Rys. 5.12. Zależność wartości współczynnika korekcyjnego  $m$  od parametru  $k$  dla  $w/a = 10$ ;

$w$  – szerokość miernika pola,  $a$  – grubość szczeliny powietrznej pomiędzy miernikiem pola a poruszającą się taśmą

Fig. 5.12. Dependence of the correction factor  $m$  on the parameter  $k$  for  $w/a = 10$ ;

$w$  – width of the field meter,  
 $a$  – thickness of the air-gap between the fieldmeter and moving web

## 6. BADANIA POWIERZCHNIOWEGO ROZKŁADU ŁADUNKU

Badaniami wzorów rozkładu ładunku powierzchniowego zajmowano się od dawna. Już w roku 1778 Lichtenberg w swoich eksperymentach odkrył interesujące rozkłady – figury, które nazwano jego imieniem – będące specyficznymi rozkładami ładunku różnych znaków. Współczesne badania rozkładu ładunku powierzchniowego lub wielkości pochodnych (potencjału) podyktowane są zarówno względami poznawczymi, jak i czysto praktycznymi. Przykładami mogą być badania jednorodności elektretów, gdzie chodzi o opracowanie technologii umożliwiających otrzymanie możliwie jednorodnych rozkładów [73, 235] czy też badanie procesów kserograficznych [229]. Badania rozkładu powierzchniowego ładunku na różnych materiałach, elektryzowanych w warunkach silnie niejednorodnego ulotu w polu stałym [145], pozwalają przewidzieć zachowanie się powierzchni dielektryka podczas wyładowań – przeskoku w układzie elektrod niesymetrycznych. Wyniki badań rozkładów pozwalają także ocenić wpływ ładunku powierzchniowego na proces przebicia izolatora w ogóle [2, 54].

Najwcześniejsze badania profili rozkładów ładunku prowadzono na podstawie obrazów, otrzymywanych na powierzchni naładowanego dielektryka przez posypanie go naładowanym proszkiem. Główną zaletą tej prostej metody była jej stosunkowo duża rozdzielczość; nie można jednak było wykonywać pomiarów ilościowych, otrzymywano jedynie „czarno-białe” obrazy rozkładu.

Dotychczas opracowano wiele metod badania rozkładu ładunku powierzchniowego. W ciągu ostatnich 10 lat najczęściej stosowane były metody indukcyjne. Właściwe głowice pomiarowe działają na zasadach identycznych z omówionymi w rozdziale 5., przy czym odpowiednie elektrody pomiarowe mają znacznie mniejsze powierzchnie (małe w porównaniu z powierzchnią badanego obiektu), co powoduje istotne zmiany konstrukcyjne oraz układowe, w stosunku do wcześniej opisanych rozwiązań.

Zastosowaniu sond indukcyjnych w badaniach rozkładu ładunku powierzchniowego poświęcono wiele prac [11, 34, 56, 86, 87, 99, 113, 179, 212, 247]. Mimo że stosuje się metody bezpośredniego pomiaru ładunku indukowanego na elektrodzie pomiarowej (np. [87, 99]), to ze względu na niewielkie pole powierzchni elektrody pomiarowej (określającej rozdzielczość sondy) – a w związku z tym niewielką ich

czułość – najczęściej stosuje się układy z przetwarzaniem. Główną ich zaletą jest możliwość zastosowania selektywnych i stabilnych wzmacniaczy napięcia zmiennego o dużej impedancji wejściowej. Największą jednak zaletą sond bez przetwarzania, pomimo ich ograniczonej czułości, jest prostota budowy i niska cena, a także możliwość doboru jej właściwości (głównie rozdzielczości) do konkretnych potrzeb.

W ciągu ostatnich lat opracowano inne metody, tzw. lokalnych zaburzeń, pozwalające częściowo usunąć wady metod indukcyjnych. Te niekonwencjonalne metody opierają się na przejściowych i lokalnych zmianach geometrii warstwowego układu dielektryków. Zaburzenie lokalnej (na określonym, z reguły niewielkim obszarze) grubości próbki powoduje pojawienie się zmiennego sygnału na elektrodzie pomiarowej, o wartości zależnej od gęstości ładunku na zaburzonym obszarze. Zaburzenie o charakterze przejściowym lub periodycznym jest na tyle niewielkie, że nie prowadzi do destrukcji próbki i dzięki temu badanie jest nieniszczące. Przykładem może być metoda polegająca na lokalnym ściśnięciu dielektryka za pomocą indukowanego lasem ablacyjnym impulsem ciśnienia [3].

W rozdziale nie omówiono metod badań mikrorozkładów ładunku w obszarach poniżej 100  $\mu\text{m}$ , jak np. metoda EFM (*Electrical Force Microscopy*).

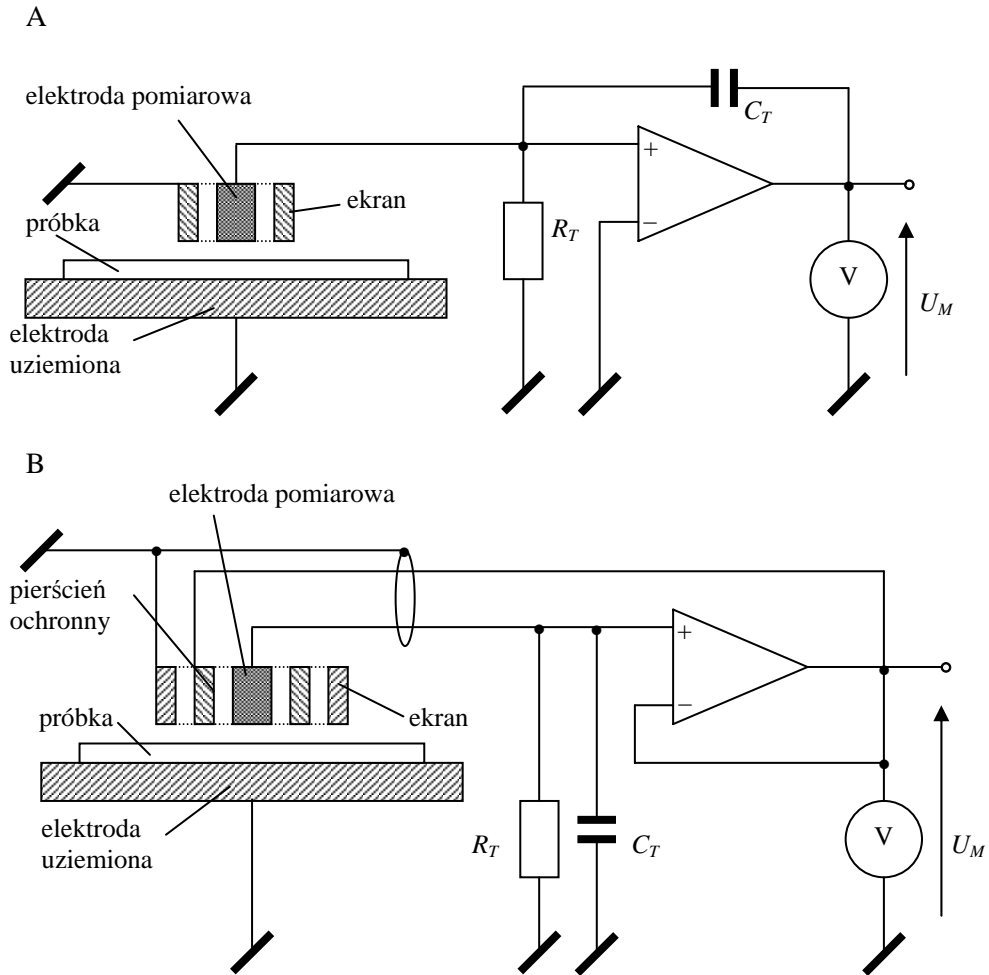
## 6.1. SONDY INDUKCYJNE BEZ PRZETWARZANIA

Sondy bez przetwarzania są zwykle budowane w formie cylindrycznych, koncentrycznych układów elektrod, z których elektroda zewnętrzna stanowi ekran, a dobrze izolowana elektroda wewnętrzna – indukcyjną elektrodę pomiarową.

Ogólne wymagania dotyczące sond indukcyjnych przeznaczonych do badania rozkładów ładunku przedstawiono między innymi w pracy [86]. Proste sondy indukcyjne są stosowane przede wszystkim w pomiarach jednostkowych lub doraźnych. Ich największą zaletą jest prostota konstrukcji i relatywnie niski koszt. Ze względu na sposób ekranowania sondy indukcyjnej i jej przyłączenia do wzmacniacza wejściowego można wyróżnić przypadki przedstawione na rysunku 6.1.

Połączenie pokazane na rysunku 6.1A, ze wzmacniaczem ładunku, stosuje się do pomiarów stosunkowo dużych ładunków. Ponieważ napięcie wyjściowe  $U_M$  zależy od wartości pojemności  $C_T$ , włączonej w obwód sprzężenia zwrotnego wzmacniacza, można ją właściwie dobrać, biorąc pod uwagę z jednej strony wymaganą czułość, z drugiej zaś dynamikę wzmacniacza.

W razie potrzeby badania bardzo małych gęstości ładunku (małych wartości ładunku indukowanego na sondzie) można korzystać z układu pokazanego na rysunku 6.1B, w którym sonda, wraz z doprowadzeniem, jest otoczona ekranem wewnętrznym, dołączonym do wyjścia wzmacniacza, pracującego w charakterze wtórnika napięciowego. Zastosowanie ekranu polaryzowanego napięciem wyjściowym pozwala wydatnie zredukować pojemność wejściową sondy i w rezultacie zwiększyć jej czułość napięciową.

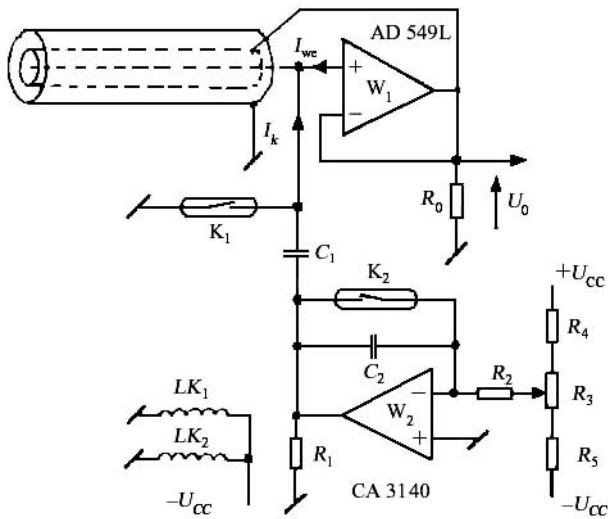


Rys. 6.1. Przyłączenia sond indukcyjnych: A – sondy do wzmacniacza ładunku, B – do woltomierza z obniżeniem pojemności wejściowej za pomocą sprzężenia zwrotnego

Fig. 6.1. Connections of the induction probes: A – connection to a charge meter, B – connection to a voltmeter, lowering the input capacitance by feedback application

Warto zaznaczyć, że w każdym przypadku bardzo istotną rolę odgrywa wartość prądu wejściowego stosowanego wzmacniacza operacyjnego, pracującego w charakterze wzmacniacza ładunkowego (jak na rys. 6.1A) lub napięciowego (jak na rys. 6.1B). Prąd wejściowy ładuje pojemność wejściową, powodując tzw. dryft zera. W ostatnich latach nastąpił zasadniczy postęp w konstrukcji wzmacniaczy operacyjnych o ekstremalnie dużej impedancji wejściowej i małych prądach wejściowych – tzw. scalonych wzmacniaczy elektrometrycznych. Wzmacniacze takie, choć stosunkowo drogie, umożliwiają powszechniejsze stosowanie do badań rozkładu ładunku zwykłych mi-

krosond indukcyjnych i na ich swoisty renesans. Wcześniejsze zastosowanie do podobnego celu zwykłych elektrometrów było ograniczone z jednej strony dużymi pojemnościami kabli łączących sondę z wejściem elektrometru, z drugiej zaś generowaniem przez kable znacznych zakłóceń. Ponieważ krytyczną wielkością charakteryzującą wzmacniacz współpracujący z sondą indukcyjną jest jego prąd wejściowy,



opracowano specjalny typ wzmacniacza z okresową kompensacją prądu wejściowego [116], oparty na standardowych wzmacniaczach operacyjnych. Schemat wzmacniacza przedstawiono na rysunku 6.2.

Rys. 6.2. Schemat ideowy wzmacniacza do sondy indukcyjnej z okresową kompensacją prądu wejściowego [116]

Fig. 6.2. Scheme of the amplifier for induction probe with periodical compensation of input current [116]

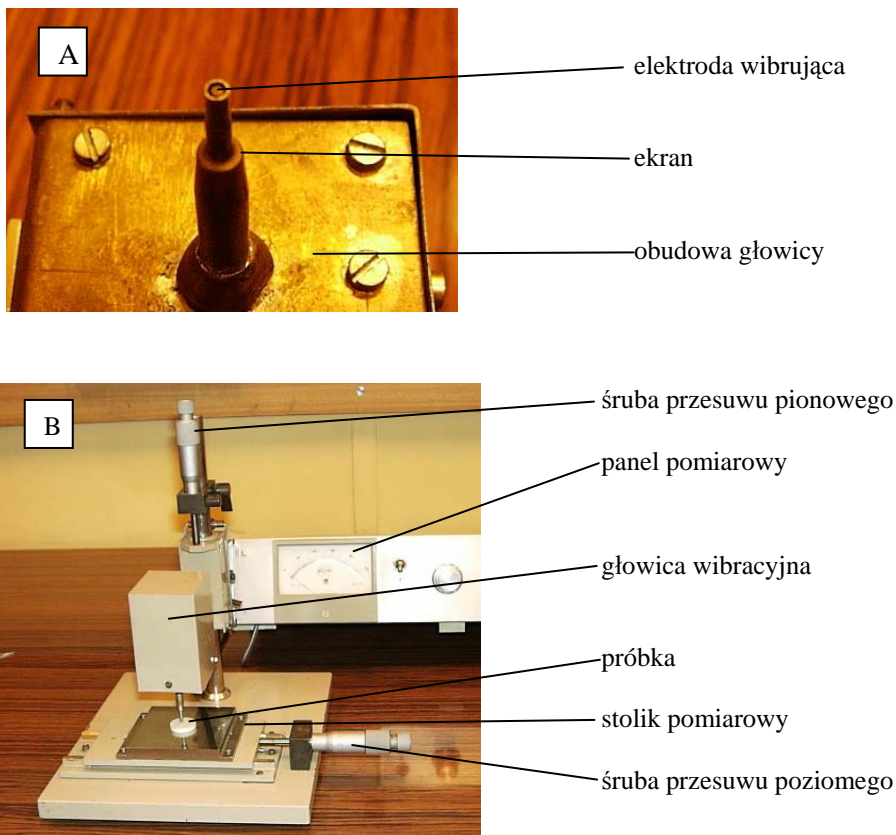
Charakterystyczną i specjalną cechą wzmacniacza jest sposób uzyskiwania prądu kompensującego prąd wejściowy wzmacniacza operacyjnego  $W_1$ . We wzmacniaczach elektrometrycznych, pracujących w charakterze konwertera prąd–napięcie (pomiar małych prądów) prąd kompensujący uzyskuje się z dodatkowego źródła o dużej rezystancji wejściowej. W takim przypadku nie ma ona wpływu na stosunkowo małą rezystancję wejściową elektrometru – miernika małych prądów. We wzmacniaczach napięciowych takiego rozwiązania nie można zastosować, ze względu na fakt bocznikowania dużej impedancji wejściowej wzmacniacza (elektrometr pracuje w funkcji woltomierza) znacznie mniejszą rezystancją wewnętrzną źródła prądu kompensującego. We wzmacniaczu przedstawionym na rysunku 6.2 do wytworzenia prądu kompensacyjnego dla wzmacniacza  $W_1$  wykorzystano różniczkowanie liniowo narastającego (w czasie) napięcia otrzymywanego ze wzmacniacza całującego  $W_2$ . Napięcie to jest podawane na niewielką (rzędu kilku–kilkunastu pikofaradów) pojemność  $C_1$ , włączoną na wejście wzmacniacza  $W_1$ . Wartość prądu kompensującego ustawia się zgrubnie – dobiera się wartości pojemności  $C_1$ ,  $C_2$ , rezystancji  $R_2$ , a pełną kompensację uzyskuje się przez dobór napięcia z dzielnika  $R_3$ ,  $R_4$ ,  $R_5$ .

Opracowany przez autora wzmacniacz umożliwia okresową kompensację prądu wejściowego zastosowanego standardowego wzmacniacza scalonego do poziomu pojedynczych femtoamperów (fM).



## 6.2. SONDY INDUKCYJNE Z PRZETWARZANIEM

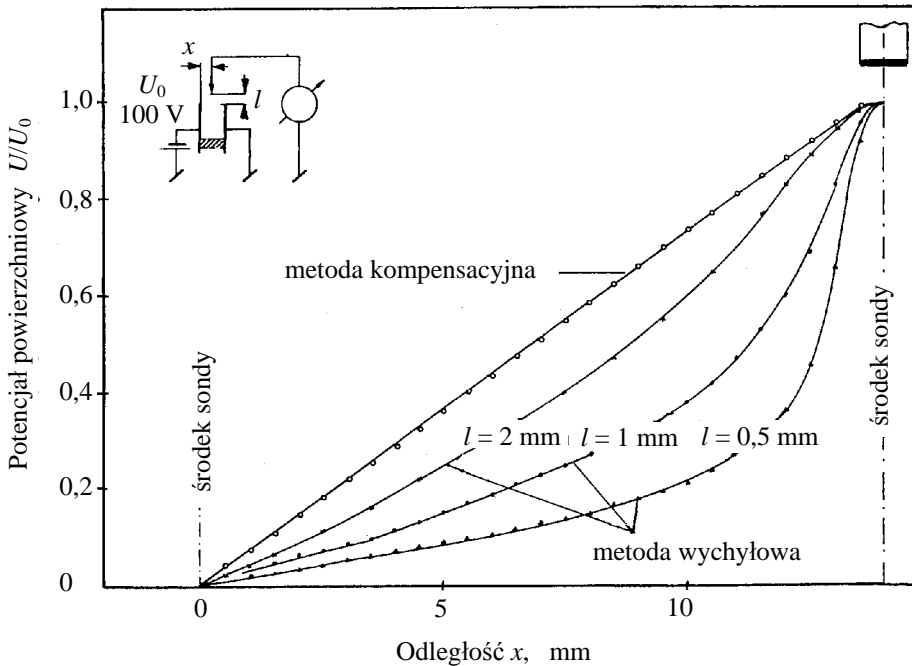
Największą wadą sond bez przetwarzania jest obserwowany w nich dryft zera. Wada ta ma istotne znaczenie w sytuacji długich czasów pomiaru (np. skanowanie powierzchni). W tego typu pomiarach stosuje się sondy z przetwarzaniem. W układach z przetwarzaniem elektroda pomiarowa, o powierzchni zwykle mniejszej niż  $0,01 \text{ cm}^2$ , wibruje w kierunku prostopadłym do powierzchni badanego obiektu [113, 116, 247] lub jest okresowo przesłaniana za pomocą ruchomego (wibrującego) ekranu [179, 198, 212]. Zasada działania sond jest identyczna z przedstawionymi w rozdziale 5. Fotografię opracowanej przez autora mikrosondy wibracyjnej [113] oraz całego układu pomiarowego przedstawiono na rysunku 6.3.



Rys. 6.3. Szczegół mikrosondy z wibrującą elektrodą, przeznaczonej do badania rozkładu ładunku (A) oraz układ pomiarowy z sondą (B)

Fig. 6.3. Detail of a microprobe with vibrating electrode for the determination of surface charge distribution (A), and a measuring stand with the microprobe (B)

Na rysunku 6.4 przedstawiono przykładowe rozkłady potencjału uzyskane dla szczeliny powietrznej przy użyciu sondy z rysunku 6.3 i zmierzone zarówno w układzie kompensacyjnym, jak i przy odczycie bezpośrednim [113]. W ostatnim przypadku daje się zauważyć silny wpływ na wyniki pomiaru pojemności sonda–próbka, prowadzący do istotnego zniekształcenia mierzonego rozkładu.



Rys. 6.4. Rozkłady potencjału elektrycznego w szczelinie powietrznej, zmierzone sondą przedstawioną na rys. 6.3 [113]

Fig. 6.4. Electrical potential distribution in air gap measured with the probe shown in Fig. 6.4 [113]

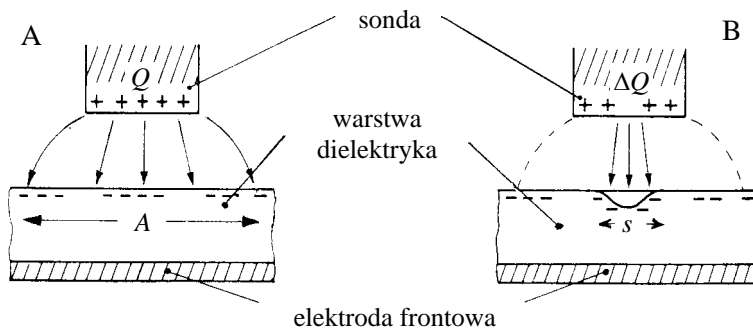
W badaniach rozkładu ładunku lub wielkości pochodnych stosowanie metody kompensacyjnej jest w zasadzie jedynym rozwiązaniem umożliwiającym wiarygodny pomiar. Obecnie odpowiednim narzędziem mogą być komercyjne sondy do badania potencjału powierzchniowego [198, 260], pracujące w układzie kompensacyjnym z możliwością pomiarów na próbkach jednostronnie uziemionych. W tym przypadku napięcie kompensujące pole w szczelinie sonda–próbka podawane jest na ekran mikrosondy.

Obraz rozkładu ładunku na powierzchni badanego obiektu uzyskuje się w wyniku przemieszczania w sposób uporządkowany sondą pomiarową, umieszczoną tuż nad powierzchnią badanego obiektu, całej badanej powierzchni. Analizę prowadzi się najczęściej wzdłuż kolejnych linii znajdujących się jedna nad drugą [99]. Jeżeli jest to moż-

liwe w przypadku danego obiektu (np. cienkie folie polimerowe), analiza może być prowadzona po linii śrubowej [277]. W obu sytuacjach „minimalne grubości” linii (skoku) są ograniczone rozdzielczością sondy. Omówione pomiary zawsze wymagają stosowania stolików pomiarowych, umożliwiających precyzyjne ustalenie współrzędnych próbki. Stoliki takie są napędzane silnikami lub sterowane ręcznie i mogą być na potencjale ziemi lub polaryzowane napięciem kompensującym.

### 6.3. METODA IMPULSU CIŚNIENIA

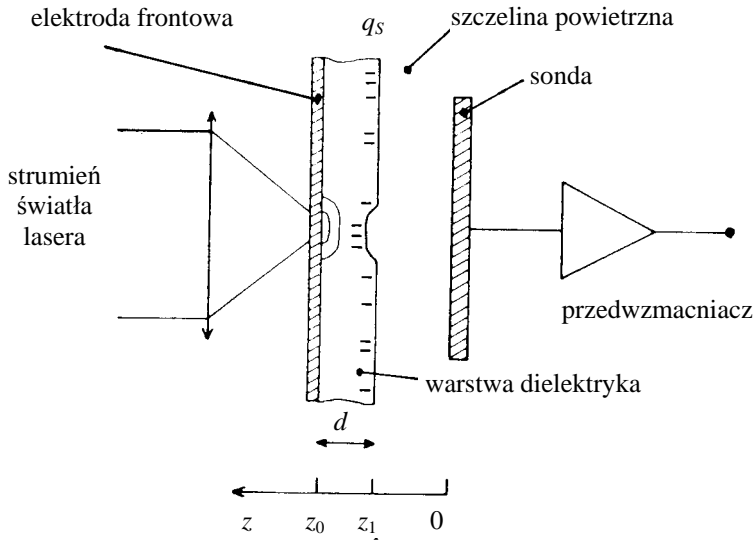
Metoda impulsu ciśnienia należy do grupy metod lokalnych zaburzeń. Zasadę jej działania przedstawiono na rysunku 6.5 [3]. Skorzystano w niej z faktu, że krótkotrwałe zaburzenie grubości próbki na niewielkiej powierzchni  $s$  powoduje zmianę ładunku indukowanego na sondzie. O ile całkowity ładunek na sondzie  $Q$  jest indukowany przez wszystkie ładunki na próbce, o tyle składowa zależna czasowo ładunku  $Q$  zależy tylko od ładunku przemieszczanego w wyniku zaburzenia.



Rys. 6.5. Metoda impulsu ciśnienia: A – ładunek całkowity  $Q$  na sondzie indukowany przez ładunek powierzchniowy zgromadzony na powierzchni  $A$ , B – zmiana ładunku indukowanego  $\Delta Q$  wywołana zaburzeniem – zmianą grubości próbki na powierzchni  $s$

Fig. 6.5. Pressure pulse method: A – total charge  $Q$  on the probe induced by charges distributed over area  $A$ , B – the variation  $\Delta Q$  of the induction charge, related to the charges in the small, perturbed area  $s$

Zaburzenie, rozumiane jako chwilowa zmiana grubości próbki, jest wytwarzane za pomocą krótkiego impulsu z lasera, skierowanego i skupionego na metalowej elektrodzie frontowej, pokrytej cienką warstwą targetu, jak to przedstawiono na rysunku 6.6. W wyniku gwałtownego odparowania targetu wytwarza się w obszarze plamki światła fala ciśnienia przechodząca przez badaną próbkę, wywołująca w rezultacie przejściową zmianę jej grubości.



Rys. 6.6. Schematyczny szkic układu pomiarowego  
 Fig. 6.6. Schematic drawing of the experimental circuit

Układ pomiarowy, jak to pokazano na rysunku 6.6, zawiera próbkę dielektryka o grubości  $d$ , wyposażoną z jednej strony w elektrodę i pokrytą z drugiej strony ładunkiem powierzchniowym o gęstości  $q_s(x, y)$ . Dla uproszczenia zakłada się, że dielektryk nie ma ładunku przestrzennego i polaryzacji wolno relaksacyjnej. Po skupieniu wiązki światła lasera na elektrodzie frontowej w punkcie  $(x_0, y_0)$  wytwarza się lokalny impuls ciśnienia, który przemieszcza się przez próbkę z prędkością dźwięku  $v$  w ciągu czasu przejścia  $t_f = d/v$ . Rezultatem działania impulsu ciśnienia jest lokalne zmniejszenie grubości próbki dielektryka o wartość  $\Delta d$  i zmiana przenikalności elektrycznej w obszarze ściśniętym.

Jeśli przyjąć, że fala ciśnienia jest jednorodna na powierzchni  $s$ , a poza nią jest równa zero i przemieszcza się w kierunku  $z$ , zmianę grubości próbki  $\Delta d(t)$  można określić [3] zależnością

$$\Delta d(t) = \chi \int_{z_f}^{z_0} p(z, t) dz, \quad (6.1)$$

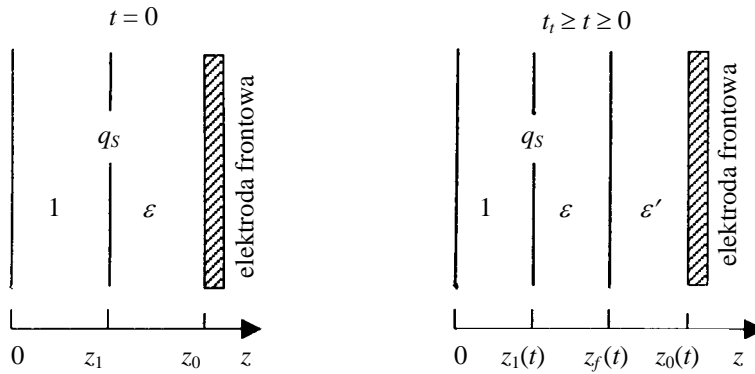
w której:

- $\chi = -(1/V) (dV/dp)$  – ściśliwość materiału próbki,
- $z_f = z_0 - vt$  – położenie frontu fali ciśnienia  $z_f(t)$  zerowego rzędu,
- $p(z, t)$  – rozkład ciśnienia,
- $v$  – prędkość rozchodzenia się fali,
- $V$  – objętość.

Gdy fala ciśnienia ma charakter skoku jednostkowego, wyrażenie (6.1) redukuje się do postaci

$$\Delta d(t) = \chi \Delta p v t. \quad (6.2)$$

Odległość między elektrodami, tzn. pomiędzy elektrodą frontową, naniesioną na próbkę wraz z targetem, oraz sondą można podzielić na trzy obszary (rys. 6.7). Pierwszy związany ze szczeliną powietrzną sonda–próbka ( $0 < z < z_1(t)$ ), drugi – nie ściśnięty obszar próbki dielektryka  $z_1(t) < z < z_f(t)$  i trzeci – obszar próbki ściśniętej  $z_f < z < z_0(t)$ . Przenikalności elektryczne w wymienionych obszarach są odpowiednio:  $\varepsilon_0$ ,  $\varepsilon_0 \varepsilon$  oraz  $\varepsilon_0 \varepsilon'$ .



Rys. 6.7. Model warstwowego układu dielektryka podczas przechodzenia fali ciśnienia

Fig. 6.7. A sandwich model for dielectric sample submitted to a pressure wave interaction

W celu uproszczenia analizy przyjmuje się, że średnica sondy jest znacznie większa od średnicy obszaru zaburzonego oraz odległości sonda–elektroda frontowa, a rozkład ładunku powierzchniowego  $q_s$  jest jednorodny w analizowanym obszarze. Ładunek  $Q$ , indukowany na sondzie przez ładunki leżące na powierzchni  $s$ , przed propagacją fali ciśnienia jest, w warunkach zwarcia, określony zależnością

$$Q = \frac{-q_s s d}{d + z_1 \varepsilon}. \quad (6.3)$$

Podczas propagacji fali w próbce, tzn. w czasie  $t < t_f$ , równowagowa wartość  $Q'(t)$

$$Q(t) = \frac{-q_s s d'(t)}{d'(t) + z_1(t) \varepsilon}, \quad (6.4)$$

gdzie

$$d'(t) = z_f(t) - d_1(t) + \left( \frac{\varepsilon}{\varepsilon'} \right) [d_0(t) - z_f(t)]. \quad (6.5)$$

W wyniku deformacji w obszarze  $s$  pojawi się zmiana ładunku indukowanego na sondzie o wartości

$$\Delta Q(x_0, y_0, t) = Q'(t) - Q, \quad (6.6)$$

gdzie  $x_0, y_0$  są współrzędnymi punktu, na który działa impuls laserowy (obszar działania impulsu potraktowano jako punktowy).

Ostatecznie otrzymuje się

$$\Delta Q(x_0, y_0, t) = q_S(x_0, y_0) s F(t, \Delta p), \quad (6.7)$$

gdzie  $F(t, \Delta p)$  jest pewną funkcją zależną od kształtu impulsu ciśnienia.

Przebieg funkcji można określić z zależność (6.1). Ostatnie wyrażenie pokazuje, że składowa czasowa (przejściowa) ładunku  $\Delta Q(x_0, y_0, t)$ , powstała w wyniku działania impulsu ciśnienia, jest proporcjonalna do gęstości ładunku powierzchniowego  $q_S(x_0, y_0)$  w miejscu działania impulsu o współrzędnych  $(x_0, y_0)$ , a zmierzenie jej dla określonego czasu  $t_0$  od momentu wytworzenia impulsu ciśnienia pozwala wyznaczyć rozkład ładunku  $q_S(x, y)$ .

Przedstawiona metoda ma pewne wady. Jedną z nich jest potrzeba stosowania aparatury zdolnej rejestrować przebiegi impulsów w zakresie nanosekund, drugą – potrzeba stosowania szybkich laserów impulsowych, dających powtarzalne impulsy i problem uzyskania jednakowych impulsów ciśnienia zarówno w sensie ich kształtu, jak i amplitudy. Należy również zaznaczyć, że ablacyjna natura powstawania impulsu ciśnienia ma charakter niszczący, ze względu na elektrodę, na którą pada strumień światła lasera o bardzo wysokiej mocy (GW). Metoda wyklucza zatem możliwość wykonania ponownego pomiaru w tych samych warunkach (i ewentualnego uśrednienia wyników).

## 6.4. METODA OKRESOWEGO NAGRZEWANIA

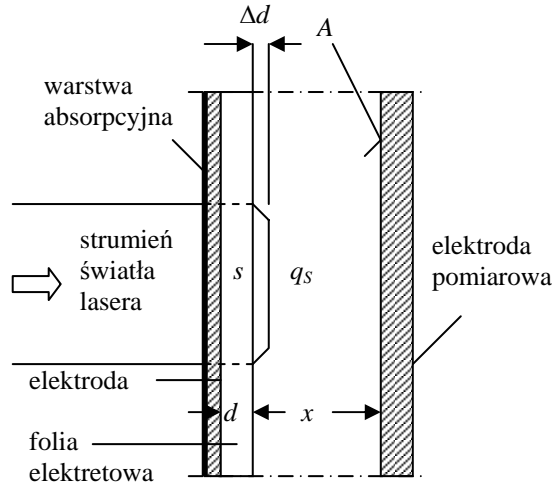
Interesującym rozwiązaniem w grupie metod lokalnych zaburzeń jest metoda okresowego i lokalnego nagrzewania próbki [138]. W opracowanej według koncepcji autora metodzie do badań rozkładu ładunku stosuje się laser półprzewodnikowy lub też zwykły laser HeNe małej mocy i standardową aparaturę do pomiaru sygnałów niskiej częstotliwości.

Zasadę pomiaru lokalnej gęstości ładunku powierzchniowego pokazano na rysunku 6.8. Jednostronnie metalizowany elektret z folii o grubości  $d$  jest umieszczony w niewielkiej odległości  $x$  od elektrody pomiarowej o promieniu  $R$  i powierzchni  $A$ . Na elektret, od strony metalizacji, działa strumień światła laserowego o przekroju kołowym  $s$  i promieniu  $r$ . Natężenie światła jest jednorodne w obszarze strumienia, jego amplituda  $I_0$  jest natomiast modulowana z częstotliwością  $\omega$ .

W celu uproszczenia analizy przyjęto w pierwszym przybliżeniu następujące dodatkowe założenia:

↳ w analizowanym obszarze ładunek ma jednakową gęstość powierzchniową, równą  $q_S$ ,

- ↪ lokalny przyrost temperatury  $\Delta T$  jest na tyle mały, że odpowiadający mu (w obszarze działania strumienia światła) przyrost grubości elektretu  $\Delta d \ll d$ ,
- ↪ przenikalność elektryczna materiału elektretu  $\varepsilon$  nie zależy od temperatury,
- ↪ geometria układu pomiarowego zachowuje relacje:  $r \gg d$ ,  $x \gg d$ ,  $r \ll R$ .



Rys. 6.8. Pomiar powierzchniowej gęstości ładunku metodą lokalnego nagrzewania próbki

Fig. 6.8. Measurements of the surface charge density by the local heating method

Zgromadzony na analizowanej powierzchni elektretu  $s$  ładunek o gęstości powierzchniowej  $q_s$  indukuje na elektrodzie pomiarowej ładunek  $Q$  o wartości podanej zależnością (6.3). Jeżeli na powierzchnię elektretu  $s$  będzie działał strumień światła, nastąpi lokalny przyrost temperatury, powodujący zmianę grubości folii (na skutek jej rozszerzalności cieplnej) w tym obszarze. Zmiana grubości folii powoduje w konsekwencji zmianę wartości ładunku indukowanego na elektrodzie pomiarowej  $\Delta Q$ .

Jeśli przyjąć brak rozkładu temperatury wzdłuż grubości folii oraz temperaturowej zależności względnej przenikalności elektrycznej folii  $\varepsilon$ , zmianę ładunku  $\Delta Q$  można wyznaczyć z zależności

$$\Delta Q = -q_s \frac{s x \varepsilon \Delta d}{(d + \Delta d + x \varepsilon)(d + x \varepsilon)} \quad (6.8)$$

a dla  $\Delta d \ll d$  z zależności

$$\Delta Q \cong -q_s \frac{s x \varepsilon \Delta d}{(d + x \varepsilon)^2}. \quad (6.9)$$

Ze względu na to, że grubość  $d \ll x$ , można ją pominąć w mianowniku wyrażenia (6.9) a dla przyrostu napięcia na elektrodzie pomiarowej  $\Delta U$  ostatecznie zapisać

$$\Delta U \cong -q_s \frac{s \Delta d}{\varepsilon_0 \varepsilon A}. \quad (6.10)$$

W zależności (6.10) przyjęto, że pojemność elektrody pomiarowej jest określona wyłącznie pojemnością szczeliny powietrznej folia–elektroda o grubości  $x$ .

Jeżeli absorber na powierzchni metalizacji elektretu jest oświetlany periodycznie wiązką o natężeniu

$$I = I_0(1 + e^{i\omega t}), \quad (6.11)$$

gdzie  $I_0$  – natężenie niemodulowanego strumienia światła,  $\text{W/m}^2$ ,  
to po spełnieniu warunku

$$\omega\tau \ll 1,$$

gdzie  $\omega$  – częstość modulacji wiązki światła,

$$\tau = \frac{c\rho d^2}{\lambda},$$

gdzie:

$\rho$  – gęstość,

$c$  – ciepło właściwe,

$\lambda$  – przewodność cieplna materiału elektretu – folii,

fluktuację temperatury  $T_\omega(x, t)$  w objętości oświetlonej części próbki można wyznaczyć [6.27] z zależności

$$T_\omega(x, t) = \frac{I_0\gamma(1-i) \cosh D(1+i)x}{2cD \sinh D(1+i)d} e^{i\omega t}, \quad (6.12)$$

w której:

$$D = (\omega/2K)^{1/2},$$

$\gamma$  – współczynnik absorpcji,

$K$  – stała dyfuzji cieplnej.

Jeżeli przyjąć, że grubość próbki jest znacznie mniejsza niż stała dyfuzji cieplnej (praktycznie brak rozkładu temperatury wzdłuż grubości próbki) i ograniczyć się do wyznaczenia temperatury na jej powierzchni (tzn. przyjmując odpowiednio, że iloczyn  $Dd$  jest mały oraz  $x = d$ ) to, ograniczając się do pierwszego wyrazu rozwinięcia w szereg wyrażen na funkcje hiperboliczne, można dla temperatury na powierzchni (i praktycznie w objętości) napisać

$$T_\omega(d, t) = \frac{I_0\gamma d(1-i)}{2\lambda} e^{i\omega t}, \quad (6.13)$$



stąd dla przyrostu temperatury  $\Delta T$  w obszarze oświetlonym

$$\Delta T(t) = \Delta T_0 e^{i\omega t}, \quad (6.14)$$

gdzie  $\Delta T_0$  jest przyrostem temperatury w obszarze naświetlonym w stanie ustalonym.

W razie braku rozkładu temperatury wzdłuż grubości elektretu podobną zależnością jest określana czasowa zmiana jego grubości  $\Delta d(t)$  w części oświetlonej. Wymieniona zależność w połączeniu z wyrażeniem (6.10) prowadzi do relacji

$$\Delta U(t) \cong \Delta U_0 e^{i\omega t}, \quad (6.15)$$

przy czym wartość amplitudy składowej zmiennej napięcia  $\Delta U_0$  jest określona zależnością

$$\Delta U_0 = q_s \frac{sd^2 \gamma \alpha I_0}{2\epsilon_0 \epsilon \lambda A}, \quad (6.16)$$

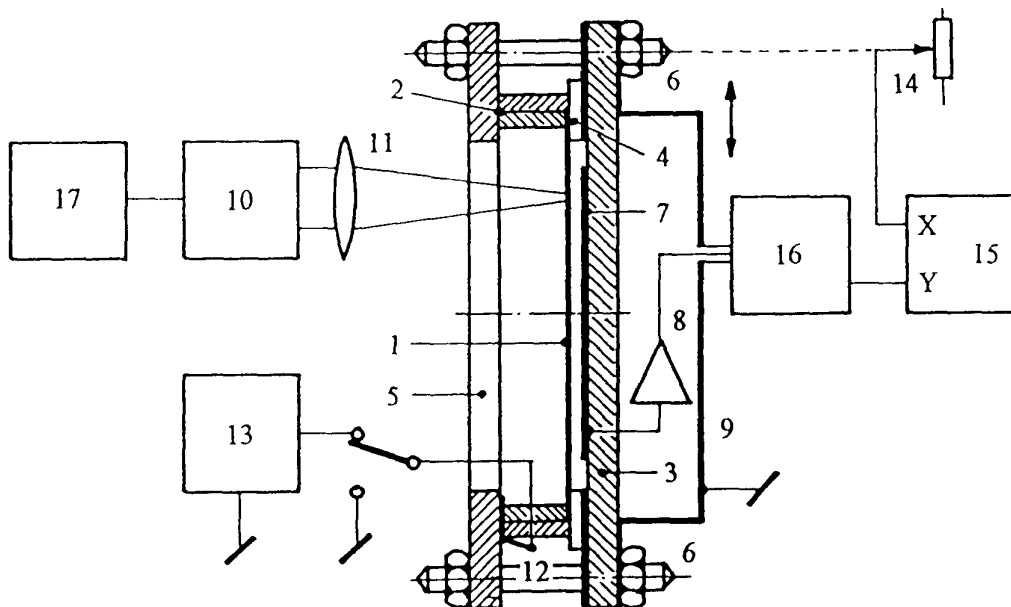
w której  $\alpha$  – rozszerzalność cieplna materiału elektretu.

Po przemieszczeniu zatem strumienia światła o przekroju  $s$  po metalizowanej powierzchni elektretu można, na podstawie znajomości amplitudy  $\Delta U_0(x, y)$ , określić lokalne wartości modułu gęstości  $q_s(x, y)$  i w konsekwencji jej rozkład powierzchniowy.

Badania rozkładu łącznie z określeniem znaku można wykonać przez bezpośredni pomiar amplitudy i fazy napięcia lub też metodą kompensacyjną. W ostatnim przypadku na metalizację elektretu podaje się napięcie, kompensujące pole w szczelinie w obszarze działania strumienia światła.

Przekrój zasadniczej części zrealizowanego przez autora stanowiska pomiarowego przedstawiono na rysunku 6.9. Elektret foliowy (1), napięty na metalowych pierścieniach zaciskających (2), jest dociśnięty do podstawy (3) przez podkładkę dystansową (4) za pomocą płytki (5) oraz śrub (6). W przypadku elektretu o grubości 25  $\mu\text{m}$  podkładka (4) miała grubość 100  $\mu\text{m}$ . W najbliższym sąsiedztwie elektrody pomiarowej (7), zamocowanej na podstawie (3), umieszczono przedwzmacniacz (8) o wysokiej impedancji wejściowej. Elektroda pomiarowa miała średnicę 50 mm. Przedwzmacniacz jest ekranowany ekranem elektrostatycznym (9). Elektret (1) jest oświetlany od strony metalizacji (pokrytej cienką warstwą absorpcyjną – grafit koloidalny) strumieniem światła uzyskiwanym z lasera półprzewodnikowego (10) o mocy około 3 mW, uzupełnionego optycznym układem skupiającym (11). Oświetlacz daje na powierzchni absorbera plamkę o średnicy około 1 mm. Pierścienie napinające (2) mają bezpośredni kontakt z metalizacją elektretu, wyprowadzoną na końcówkę (12). Końcówka ta może być dołączona bądź do ogólnej masy układu, bądź do zasilacza napięcia kompensującego (13). Zmianę położenia elektretu w stosunku do strumienia światła uzyskano za pomocą układu mechanicznego przesuwającego podstawę (3) wraz z zamocowanymi na niej elektretem (1) i pozostałymi elementami. Położenie kontrolowano za pomocą śruby mikrometrycznej. Sygnał położenia, otrzymywany z czujnika (14), steruje wej-

ściem X rejestratora X-Y (15). Wejście Y rejestratora jest sterowane z woltomierza selektywnego (16) dołączonego bezpośrednio do przedwzmacniacza (7). Laser półprzewodnikowy (10) jest sterowany z generatora (17) zawierającego układ dopasowujący, umożliwiający modulowanie strumienia światła z wybraną częstotliwością  $\omega$ .



Rys. 6.9. Schematyczny szkic układu do pomiaru gęstości ładunku powierzchniowego metodą lokalnego nagrzewania próbki

Fig. 6.9. Schematic drawing of equipment for the surface charge density measurements by the local heating method

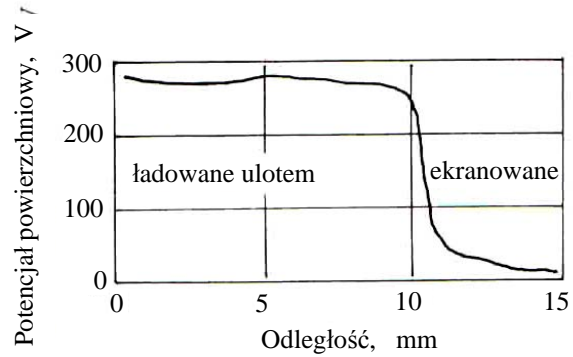
Przykład wyników badań rozkładu napięcia zastępczego, otrzymanych za pomocą opisanego układu przedstawiono na rysunku 6.10. Badaną próbkę formowano ulotem wysokiego napięcia w warunkach: napięcie polaryzacji ostrza  $+8$  kV, czas formowania  $30$  s. Powierzchnię elektretu częściowo przysłonięto uziemioną folią metalową, co pozwoliło uzyskać w przybliżeniu skokowy rozkład powierzchniowej gęstości ładunku. Badania rozkładu ładunku wykonano dla częstotliwości modulacji wiązki światła wybranej zgodnie z warunkiem  $\omega\tau \ll 1$ . Przyjęto  $\omega\tau \leq 0,1$ , co w przypadku elektretu z folii polipropylenowej o grubości  $25 \mu\text{m}$  prowadzi do warunku  $\omega \leq 30$  Hz. Ze względu na ograniczoną impedancję wejściową przedwzmacniacza oraz stałą czasu detektora woltomierza selektywnego wybrano możliwie najwyższą częstotliwość tzn.  $30$  Hz. Z elektrody pomiarowej o średnicy  $50$  mm, umieszczonej w odległości  $100 \mu\text{m}$  od powierzchni elektretu, uzyskiwano napięcia na poziomie  $0,5 \div 0,6$  mV, przy napięciu zastępczym elektretu około  $300$  V i zerowej wartości napięcia kompensującego. Sygnał taki otrzymywano przy oświetleniu elektretu, od strony metalizacji pokrytej

cienką warstwą grafitu koloidalnego, wiązką światła czerwonego, o średnicy około 1 mm, uzyskiwaną z lasera półprzewodnikowego o mocy około 3 mW. Wyniki przedstawione na rysunku 6.10 zostały uśrednione dla kilku rozkładów mierzonych w tym samym miejscu próbki. Bardzo podobne obrazy rozkładów potwierdzają, że lokalne nagrzanie próbki zachodzi na poziomie 2-4 °C. Niewielki lokalny przyrost temperatury, jak należało się spodziewać, nie ma większego wpływu na rozptyw ładunku.

Rys. 6.10. Rozkład napięcia zastępczego elektretu formowanego ulotem wysokiego napięcia (+8 kV/30 s) uzyskany metodą lokalnego nagrzewania; średnica wiązki światła lasera ok. 1 mm. Pomiar w układzie kompensacyjnym

Fig. 6.10. Surface potential distribution for the corona charged electret (+8 kV/30 s) obtained by the local heating method. Laser beam diameter ca. 1 mm.

Measurements in a compensation circuit



W opisaney metodzie, ze względu na stosunkowo małą odległość elektret-elektroda pomiarowa (w porównaniu ze średnicą wiązki  $r \gg x$ ) rozdzielczość będzie ograniczona, podobnie jak w przypadku sond indukcyjnych [86], głównie średnicą analizowanej powierzchni. Można ją w pierwszym przybliżeniu przyjąć równą średnicy wiązki światła na powierzchni absorbera (grafitu), co dla omawianego przypadku prowadzi do rozdzielczości na poziomie około 1 mm.

## 7. BADANIA ROZKŁADU ŁADUNKU PRZESTRZENNEGO

Rozmieszczony w objętości dielektryka ładunek elektryczny można opisać za pomocą gęstości ładunku  $q_V(x, y, z, t)$ , która może się zmieniać w całej jego objętości zarówno pod względem wartości i znaku, jak i w funkcji czasu. Analiza zjawisk powstawania i zaniku ładunku oraz jego ewolucji w czasie wymaga na ogół, dla zrozumienia i interpretacji danych pomiarowych, wprowadzenia uproszczeń. Najczęściej przyjmuje się jednowymiarowy rozkład ładunku oraz jego stabilność, przynajmniej w okresie wymaganym na przeprowadzenie eksperymentu. Tak zdefiniowany ładunek przestrzenny o gęstości  $q_V(x)$  będzie zawierał składową  $q_{VQ}(x)$  od spułakowanego w objętości ładunku rzeczywistego oraz składową  $q_{VP}(x)$ , wynikającą z zamrożonej polaryzacji. Dla jednorodnej próbki dielektryka ( $\varepsilon = \text{const}$ ) trwały rozkład ładunku  $q_V(x)$  związany jest z rozkładem natężenia pola zależnością

$$q_V(x) = \varepsilon_0 \varepsilon \frac{\partial E(x)}{\partial x}, \quad (7.1)$$

w której

$$q_V(x) = q_{VQ}(x) + q_{VP}(x), \quad (7.2)$$

zaś

$$q_{VQ}(x) = \frac{\partial D(x)}{\partial x}, \quad (7.3a)$$

$$q_{VP}(x) = -\frac{\partial P(x)}{\partial x}, \quad (7.3b)$$

gdzie:

$D(x)$  – rozkład indukcji elektrycznej,

$P(x)$  – rozkład zamrożonej polaryzacji.

W powyższych zależnościach przyjęto  $\varepsilon$  jako przenikalność elektryczną natychmiastową, wynikającą z bezwłocznej odpowiedzi dielektryka na przyłożone do niego pole elektryczne  $E$ . Wyznaczenie rozkładu  $q_V(x)$  wymaga, zgodnie z zależnością (7.1), znajomości rozkładu natężenia pola  $E(x)$  lub potencjału  $U(x)$  wewnątrz dielektryka.

Warunek ten leżał u podstaw najwcześniej stosowanych sondowych metod badań rozkładu ładunku.

Inną możliwość daje badanie stanów przejściowych za pomocą przejściowych napięć lub prądów pojawiających się w układzie pomiarowym podczas lokalnego i zmiennego w czasie zaburzenia przemieszczającego się w czasie wzdłuż osi  $x$  próbki. Zaburzenie takie może wywołać w obwodzie zewnętrznym prąd o gęstości

$$j(t) = \frac{\partial D(x, t)}{\partial t}. \quad (7.4)$$

Po uwzględnieniu równania materiałowego

$$D(x, t) = \varepsilon_0 \varepsilon E(x, t) + P(x, t) \quad (7.5)$$

można dla prądu zwarcia  $i_z(t)$  płasko-równoległej próbki dielektryka, w której rozchodzi się zaburzenie, prowadzące do lokalnej zmiany występującego w niej natężenia pola  $E(z, t)$  oraz polaryzacji  $P(z, t)$ , zapisać

$$i_z(t) = \frac{s}{d} \int_0^d \left[ \varepsilon_0 \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} E(x, t) + \varepsilon_0 \varepsilon \frac{\partial E(x, t)}{\partial t} + \frac{\partial P(x, t)}{\partial t} \right] dx, \quad (7.6)$$

gdzie:

$s$  – powierzchnia elektrody,

$d$  – grubość próbki.

Równanie (7.6) leży u podstaw drugiej z wymienionych grupy metod, pozwalających powiązać wartości czasowych przebiegów zaburzeń z przebiegiem prądu zwarcia (lub napięcia biegu jałowego). Zmiany te mogą zależeć na przykład od czasowych i niejednorodnych zmian temperatury  $T(x, t)$  lub odkształcenia  $S(x, t)$ . Ostatnie tworzą podstawy akustycznych i termicznych metod badania rozkładu ładunku  $q_V(x)$ .

## 7.1. METODY SOND POTENCJAŁOWYCH

Metoda sond napięciowych bywa stosowana do badań rozkładu ładunku na tzw. próbkach grubych. Za grube uważane są próbki, których grubość jest porównywalna lub większa od ich wymiarów poprzecznych, a pole elektryczne jest przykładane i (lub) badane na ich grubości.

O ile do badań rozkładu ładunku przestrzennego w próbkach cienkich opracowano wiele metod pomiarowych, o tyle kwestia pomiaru rozkładu w próbkach grubych pozostaje nadal otwarta. Trudności eksperymentalne mają dwojaką naturę. W przeciwieństwie do próbek cienkich, w grubych konieczne jest uwzględnienie nieciągłości, jaką stanowi jej powierzchnia boczna. Przystosowanie wprost metod stosowanych do badania próbek cienkich jest niemożliwe ze względu na fakt stosunkowo małej głębokości wnikania czynnika penetrującego (zaburzającego) wewnątrz próbki (wiązki elek-

tronów, fali ciśnienia lub cieplnej etc.) w stosunku do jej grubości. W badaniach próbek grubych należy się również liczyć z możliwością wystąpienia technologicznych makroskopowych niejednorodności właściwości mechanicznych, elektrycznych czy optycznych. Wymienione trudności sprawiły, że dotychczas nie opracowano metody uniwersalnej do badań rozkładu ładunku na próbkach grubych. Znane obecnie, inne od sondowych, metody odnoszą się do dielektryków o szczególnych właściwościach mechanicznych [268, 269] czy optycznych [244, 274].

Metoda sond napięciowych [8, 155, 159, 170] należy do najstarszych metod stosowanych w badaniach rozkładu ładunku przestrzennego. Polega ona na pomiarze rozkładu potencjału  $U(x, t)$  wzdłuż bocznej powierzchni próbki. W przypadku próbek o symetrii walcowej (modele izolatorów wsporczych) pomiar rozkładu  $U(x, t)$  można prowadzić wzdłuż powierzchni bocznej walca, równoległe do jego osi. Z tak uzyskanego rozkładu można wyznaczyć rozkład ładunku przestrzennego na podstawie równania Poissona, które dla jednowymiarowego przypadku przyjmie postać

$$q_V(x, t) = -\varepsilon_0 \varepsilon \frac{\partial^2 U(x, t)}{\partial x^2}, \quad (7.7)$$

gdzie:

$q_V(x, t)$  – wyznaczany jednowymiarowy rozkład gęstości ładunku,

$\varepsilon$  – względna przenikalność elektryczna materiału próbki.

Prawidłowość wyznaczenia rozkładu wymaga spełnienia pewnych założeń, do najważniejszych z nich można zaliczyć [131]:

1. Rozkład potencjału powierzchniowego jest reprezentatywny dla przestrzennego rozkładu ładunku.

2. Znany jest nie zaburzony (np. przez sondę pomiarową) rozkład potencjału powierzchniowego.

3. Rozkład ładunku przestrzennego w próbce ma charakter jednowymiarowy.

Pierwszy z wymienionych problemów łączy się z jednorodnością próbki, w sensie rezystywności  $\rho_V(x, y, z)$  oraz przenikalności elektrycznej  $\varepsilon(x, y, z)$ , zarówno w obszarach przypowierzchniowych, jak i w objętości, podobnie jak z efektem pola brzegowego (zwłaszcza w przypadku dielektryków o największych rezystywnościach).

Algorytm identyfikacji rozkładu  $\rho_V(x, y, z)$  samą metodą sondową przedstawiono w pracy [154]. Opiera się on na założeniu podobieństwa rozkładów ładunku przestrzennego, wyznaczanych w warunkach absorpcji i resorpcji, które można zapisać w postaci [5]

$$q_V(x, \infty)_{AB} = q_V(x, 0)_{RES}, \quad (7.8)$$

gdzie:

$q_V(x, \infty)_{AB}$  – rozkład ładunku przestrzennego wyznaczony w warunkach absorpcji dla stanu ustalonego,

$q_V(x, 0)_{RES}$  – rozkład zmierzony w warunkach resorpcji w chwili  $t = 0$ , tzn. tuż po zwarcie próbki.

Podczas wykonywania pomiarów rozkładu ładunku (potencjału) w warunkach resorpcji można zatem stwierdzić, czy występujące nieliniowości w rozkładzie  $U(x)$  w warunkach absorpcji są wynikiem rozkładu ładunku przestrzennego  $q_V(x)$  czy też rozkładu rezystywności  $\rho_V(x)$ . Inną przesłanką [154] jest fakt, że na ogół zmiany rozkładów  $q_V(x)$  (np. pod wpływem zmiany kierunku pola lub jego natężenia) podlegają znacznie szybszym zmianom w stosunku do rozkładów  $\rho_V(x, y, z)$ .

Drugie założenie, natury czysto metrologicznej, wiąże się z problematyką pomiaru niezaburzonego rozkładu potencjału. Chodzi tu zarówno o uniknięcie obciążenia badanego obiektu miernikiem napięcia, jak też o uniknięcie uśredniających właściwości sondy, wynikających z jej ograniczonej rozdzielczości.

W pracy [154], zawierającej obszerną analizę problematyki pomiarów z zastosowaniem sond, stwierdzono, że podczas pomiarów rozkładu potencjału  $U(x, t)$  metodą kompensacyjną z elektrometrem o rezystancji wejściowej  $R > 10^{15} \Omega$  i pojemności wejściowej  $C < 0,5 \text{ pF}$  (pracującym w charakterze detektora zera) prawidłowe rozkłady potencjału (w sensie wpływu obciążenia na poziomie dokładności pomiaru) uzyskuje się dla próbek o rezystywnościach  $\rho_V < 10^{10} \Omega\text{m}$ .

Do pomiarów powierzchniowego rozkładu potencjału można także stosować omówione w rozdziale 6. sondy potencjałowe, zarówno proste indukcyjne [54], jak i z przetwarzaniem [132, 154]. W ostatnim przypadku, dzięki zastosowaniu metody kompensacyjnej, problem obciążania próbki przez sondę można wyeliminować. Różnice, jakie zaobserwowano podczas badań rozkładu potencjału na obiektach o różnych rezystywnościach skrośnych, sondą indukcyjną z przetwarzaniem oraz sondą o sprzężeniu galwanicznym, przedstawiono na rysunku 7.1 [132]. Wyniki potwierdzają podane wyżej ograniczenie dla metody z sondami ostrzowymi i galwanicznym połączeniu z badanym obiektem.

Inny charakter mają pomiary rozkładu potencjału w warunkach resorpcji, kiedy pole na próbce jest równe zeru. Rozkład  $\rho_V$  nie ma wówczas wpływu na początkowy rozkład  $U(x, 0)$ . Na rysunku 7.2 pokazano przykład wykorzystania pomiarów rozkładu potencjału do śledzenia ewolucji ładunku przestrzennego występującego w próbce ceramiki rutowej, tuż po jej zwarciu i wcześniejszej polaryzacji w polu stałym.

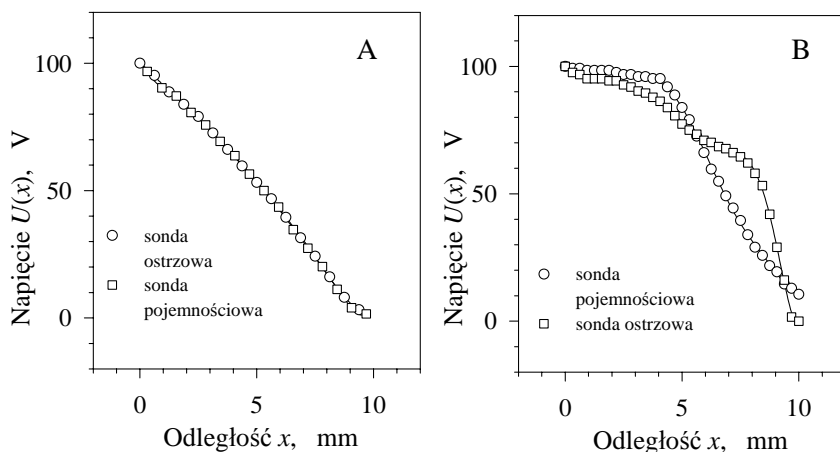
Ocena możliwości wykorzystania pomiarów sondowych w badaniach rozkładu ładunku prowadzi do następujących wniosków [132]:

1. Otrzymanie prawidłowych (w znaczeniu nie zaburzonych) rozkładów ładunku zapewnia jedynie metoda sondy pojemnościowej pracującej w układzie kompensacyjnym, nie ma w tym przypadku ograniczeń dotyczących rezystywności badanego obiektu.

2. Pozostaje otwarta kwestia reprezentatywności mierzonego powierzchniowego rozkładu potencjału dla przestrzennego rozkładu ładunku wewnątrz obiektu.

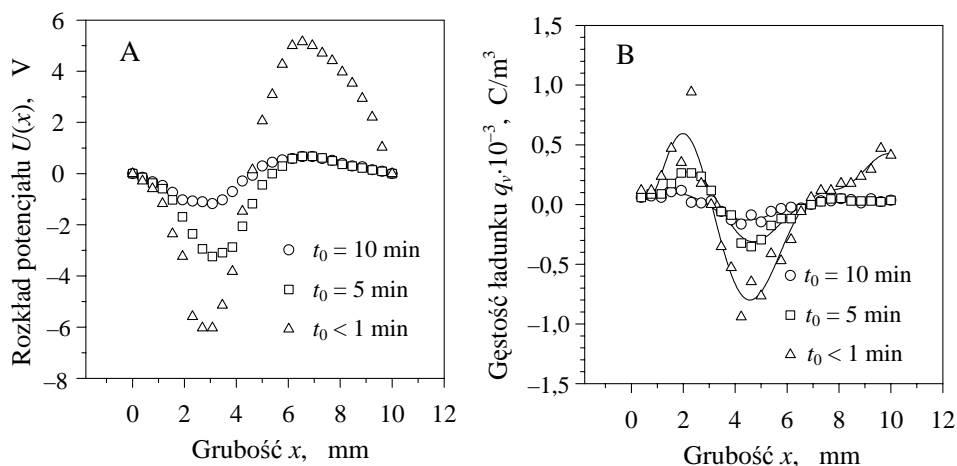
3. Stosowanie sond ostrzowych (z kompensacyjnym pomiarem napięcia) ograniczone jest do materiałów z rezystywnościami  $\rho_V < 10^{10} \Omega\text{m}$ .

Metoda ta może mieć znaczenie zwłaszcza podczas badań w podwyższonej temperaturze.



Rys. 7.1. Rozkłady potencjału wzdłuż próbek o różnych rezystywnościach wykonane za pomocą sondy ostrzowej i pojemnościowej: A – melamina,  $\rho_V = 10^9 \Omega\text{m}$ , B – PMMA,  $\rho_V > 10^{13} \Omega\text{m}$ . Elektrody w położeniach 0 oraz 9,4 mm

Fig. 7.1. Potential distributions along the side wall of dielectric samples obtained by application of needle and induction probes: A – melamine,  $\rho_V = 10^9 \Omega\text{m}$ , B – PMMA,  $\rho_V > 10^{13} \Omega\text{m}$ . Electrodes placed in positions 0 and 9.4 mm



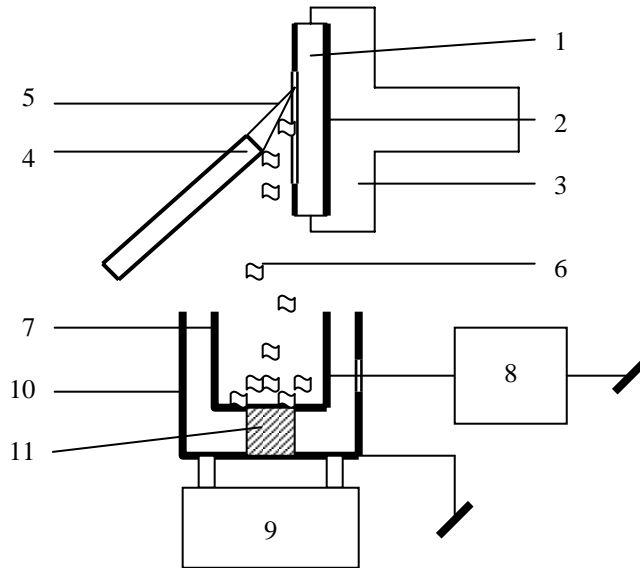
Rys. 7.2. Rozkład potencjału (A) i ładunku przestrzennego (B) wyznaczone dla próbki ceramiki rutowej polaryzowanej w warunkach:  $t_p = 3 \text{ h}$ ,  $U_p = 150 \text{ V}$ ,  $T_p = 300 \text{ K}$  (odpowiednia czas, napięcie i temperatura polaryzacji).  $\Delta$  – pomiar wykonany bezpośrednio,  $\square$  – po upływie 5 min,  $\circ$  – 10 min od momentu zwarcia. Pomiary w powietrzu, w temperaturze 300 K

Fig. 7.2. Potential (A) and space charge (B) distributions, obtained for rutile ceramics polarised in the following conditions:  $t_p = 3 \text{ h}$ ,  $U_p = 150 \text{ V}$ ,  $T_p = 300 \text{ K}$  (polarisation time, voltage and temperature respectively)  $\Delta$  – measurement carried out directly after short-circuiting of the sample,  $\square$  – after 5 min,  $\circ$  – after 10 min. Measurements in air, at the temperature 300 K



## 7.2. METODA SKRAWANIA

Opisana w pracach [268, 269] metoda skrawania polega na kolejnym zdejmowaniu warstw materiału z próbki badanego dielektryka i pomiarze, za pomocą klatki Faradaya, pozostającego na ścinkach ładunku całkowitego. Ideę metody przedstawiono w uproszczeniu na rysunku 7.3.



Rys. 7.3. Pomiar rozkładu ładunku przestrzennego metodą skrawania poszczególnych warstw:  
 1 – próbka badanego dielektryka, 2 – elektroda, 3 – uchwyt dielektryczny,  
 4 – dielektryczny uchwyt noża, 5 – nóż o małej pojemności ( $\approx 0,1$  pF),  
 6 – ścinki dielektryka, 7 – klatka Faradaya, 8 – elektrometr, 9 – waga,  
 10 – ekran, 11 – izolator

Fig. 7.3. Determination of space charge distribution by slicing of the analysed sample:  
 1 – analysed sample, 2 – electrode, 3 – insulating sample-holder, 4 – insulating handle,  
 5 – low capacitance ( $\approx 0.1$  pF) knife, 6 – slices of the sample, 7 – Faraday's cage,  
 8 – electrometer, 9 – balance, 10 – shielding, 11 – insulator

Średnią gęstość ładunku w  $i$ -tej zdjętej warstwie  $q_v(i)$  można wyznaczyć z zależności

$$q_v(i) = \Delta Q_i \frac{\gamma_d}{\Delta m_i}, \quad (7.9)$$

w której:

$\Delta Q_i$  – przyrost ładunku całkowitego, zmierzonego po wsypaniu do klatki Faradaya ścinków próbki o masie  $\Delta m_i$ ,

$\gamma_d$  – gęstość materiału próbki.

Średnią grubość  $\Delta x_i$  zdjętej warstwy  $i$  wyznacza się z równania

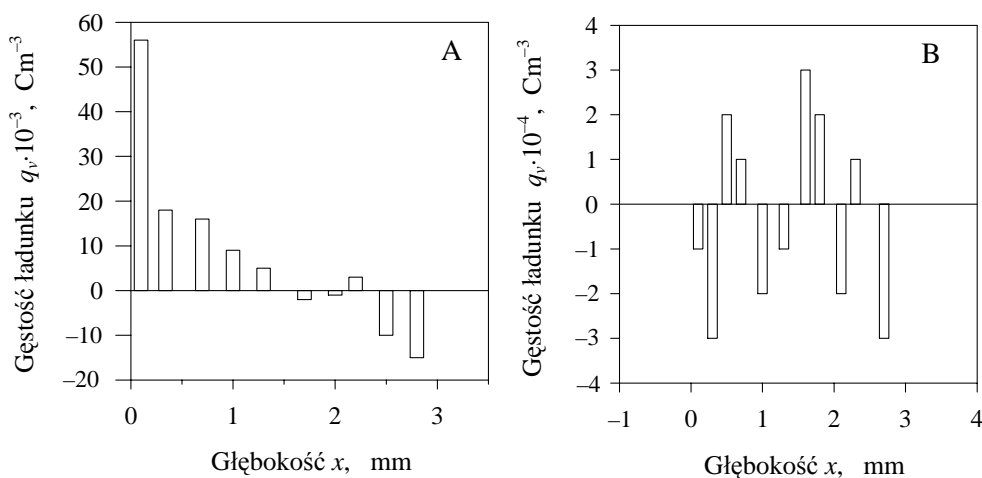
$$\Delta x_i = \frac{\Delta m_i}{s_a \gamma_d}, \quad (7.10)$$

gdzie  $s_a$  jest powierzchnią, z której usunięto warstwę o masie  $\Delta m_i$ .

W podanych wyrażeniach założono jednakową gęstość próbki w całej objętości. Po zdjęciu kolejnych warstw otrzymuje się ostatecznie histogram przestrzennego rozkładu ładunku wzdłuż grubości próbki.

Metoda ta może być stosowana jedynie do badań materiałów o niewielkiej twardości, umożliwiającą skrawanie poszczególnych warstw, oraz próbek grubych (rzędu milimetrów). Średnie grubości zdejmowanych warstw mieszczą się w granicach  $0,2 \div 0,3$  mm [268, 269], co jednoznacznie określa przestrzenną rozdzielczość metody.

Eksperymentalnie stwierdzono, że ładunek wprowadzany podczas ścinania przez nóż „pływający” (w sensie jego potencjału) i o małej pojemności własnej jest o dwa rzędy niższy od ładunków mierzonych na ścinkach próbek polaryzowanych. Przykład histogramu rozkładu ładunku przestrzennego, otrzymanego przez autora na elektrecie woskowym, formowanym termoelektretowo, oraz na próbce bez formowania przedstawiono na rysunku 7.4.



Rys. 7.4. Histogramy gęstości ładunku przestrzennego otrzymane dla: elektretu woskowego polaryzowanego termoelektretowo i elektrodami wstrzykującymi (A), próbki wosku bez polaryzacji (B)

Fig. 7.4. Histograms of space charge density obtained for wax thermo-electret polarised with injecting electrodes (A), and not polarised wax sample (B)

Analiza rozkładu ładunku w przypadku próbki bez polaryzacji obrazuje wielkość ładunku wnoszonego przez sam proces skrawania próbki podczas jej analizy, określa-

jąc jednocześnie niepewność metody. Wart podkreślenia jest fakt, że metoda skrawania, chociaż jest metodą niszczącą, pozwala wyznaczyć, co prawda z niewielką rozdzielczością, ale rozkład rzeczywistego ładunku przestrzennego  $q_V(x)$ .

### 7.3. METODY LOKALNEJ NEUTRALIZACJI ŁADUNKU

W wymienionej grupie metod rozkład ładunku przestrzennego jest wyznaczany na podstawie pomiarów gęstości ładunku, napięcia zastępczego próbki lub prądu przez nią przepływającego podczas procesu kontrolowanej neutralizacji ładunku, zachodzącego wzdłuż kierunku analizy. Jak sugeruje sama nazwa, metody są niszczące, przynajmniej w znaczeniu ładunku przestrzennego.

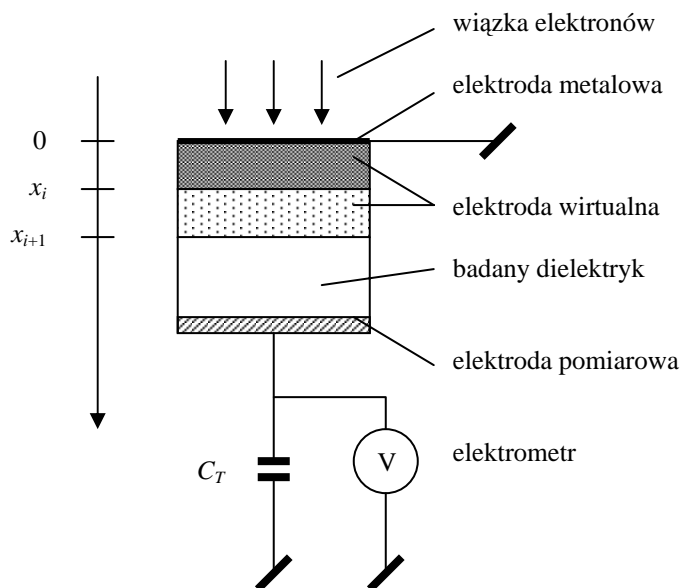
#### 7.3.1. METODA WIRTUALNEJ ELEKTRODY

Metoda wirtualnej elektrody, opracowana przez Sesslera [240], polega na pomiarze ładunku indukowanego na elektrodach, gdy przez analizowaną próbkę przemieszcza się jedna z nich, tzw. wirtualna, tworzona przez obszar napromieniowany wiązką jonizujących cząstek. W metodzie wykorzystano zjawisko tzw. radioindukowanej konduktywności (*Radio Induced Conductivity* – RIC), występujące w próbce od strony źródła promieniowania, w obszarze ograniczonym jego głębokością wnikania. Jest to metoda destrukcyjna, w sensie niszczenia analizowanego rozkładu ładunku, i może być stosowana do badania rozkładu ładunku w cienkich próbkach dielektrycznych (folie polimerowe). Zasadę pomiaru przedstawiono na rysunku 7.5.

Próbka badanego dielektryka jest wyposażona w dwie elektrody, zwarte ze sobą przez elektrometry tworzące dla ładunku zamkniętego wewnątrz próbki klatkę Faradaya. Od strony górnej elektrody na próbkę działa wiązka elektronów, która generuje przewodnictwo w tej części próbki. Ze względu na zasadniczy wzrost konduktywności w obszarze napromieniowanym (o kilka rzędów), w górnej części próbki tworzy się wirtualna elektroda, której położenie jest określone głębokością wnikania elektronów do próbki. Ponieważ głębokość wnikania można zmieniać przez zmianę napięcia przyspieszającego elektrony, tym samym istnieje możliwość przemieszczania dolnej krawędzi elektrody wirtualnej.

Tą metodą wykonuje się pomiary zmiany ładunku indukowanego na dolnej elektrodzie podczas „przemieszczania” się elektrody wirtualnej w głąb dielektryka. Pomiar ładunku wykonuje się elektrometrem, pracującym w charakterze woltomierza V, mierzącego napięcie  $U(x_0)$  na kondensatorze wzorcowym  $C_T$ .

Jeżeli rozkład przestrzennej gęstości ładunku jest jednowymiarowy, tzn.  $q_V(x)$  (powierzchniowo jednorodny) i zawiera dwie składowe:  $q_{VQ}(x)$  od ładunku rzeczywistego oraz  $q_{VP}(x) = -dP/dx$  od ładunku polaryzacyjnego, można go zapisać w postaci danej zależnością (7.2) jako  $q_V(x)$ .



Rys. 7.5. Zasada wyznaczania rozkładu ładunku metodą wirtualnej elektrody [240].  
Objaśnienia w tekście

Fig. 7.5. Principle of operation of the virtual electrode method of space charge distribution determination [240].  
Explanations in the text

W razie zwarcia elektrod, gęstość ładunku indukowanego na dolnej elektrodzie

$$q_S(x_0) = -\left(\frac{1}{x_0}\right) \int_0^{x_0} (x_0 - x) q_V(x) dx, \quad (7.11)$$

gdzie  $x_0$  jest aktualną grubością dielektryka, określoną położeniem dolnej krawędzi wirtualnej elektrody.

Po obliczeniu drugiej pochodnej  $x_0$   $q_S(x_0)$  względem  $x_0$  otrzymuje się [240]

$$\int_0^{x_0} q_V(x) dx = -\frac{d[x_0 q_S(x_0)]}{dx_0} \quad (7.12)$$

i ostatecznie

$$q_V(x_0) = -\frac{d^2[x_0 q_S(x_0)]}{dx_0^2}. \quad (7.13)$$

Zgodnie zatem z zależnością (7.13), gęstość ładunku przestrzennego, na dowolnej głębokości próbki dielektryka, jest określona drugą pochodną  $x_0 q_S(x_0)$  względem aktualnego położenia wirtualnej elektrody  $x_0$ .

W warunkach doświadczalnych wykonuje się pomiary ładunku indukowanego na dolnej elektrodzie  $q_S(x_{00}), q_S(x_{01}), q_S(x_{02}), \dots, q_S(x_{0n})$  dla określonych położen wirtualnej elektrody  $x_{00}, x_{01}, x_{02}, \dots, x_{0n}$ . Wartość ładunku  $q_S(x_{0i})$  wyznacza się na podstawie pomiaru napięcia  $U(x_i)$ , na pojemności  $C_T$ , według wzoru

$$q_S(x_{0i}) = \frac{U(x_i) C_T}{s}, \quad (7.14)$$

w którym  $s$  – powierzchnia elektrody pomiarowej (mniejsza lub równa powierzchni napromieniowanej elektronami).

Rozkład gęstości ładunku przestrzennego w formie diagramu prążkowego  $q_{Vi}(x_{0i})$  wyznacza się z zależności

$$q_V(x_{0i}) \approx q_{Vi} = -\left(\frac{x_{0i+1}}{\Delta x^2}\right) \left[ \Delta q_{Si} - \Delta q_{Si+1} + \left(\frac{2\Delta x}{x_{0i+1}}\right) \Delta q_{Si} \right], \quad (7.15)$$

w której  $\Delta q_{Si} = q_{Si-1} - q_{Si}$ , zaś  $\Delta x = x_{0i-1} - x_{0i}$ .

Gęstość ładunku w  $i$ -tej warstwie wyznacza się na podstawie pomiaru ładunków  $\Delta q_{Si}$  oraz  $\Delta q_{Si+1}$  uwalnianych z dolnej elektrody, kiedy elektroda wirtualna przemieszcza się z pozycji  $x = x_{0i-1}$  do  $x_{0i}$  oraz z  $x = x_{0i}$  do  $x_{0i+1}$ .

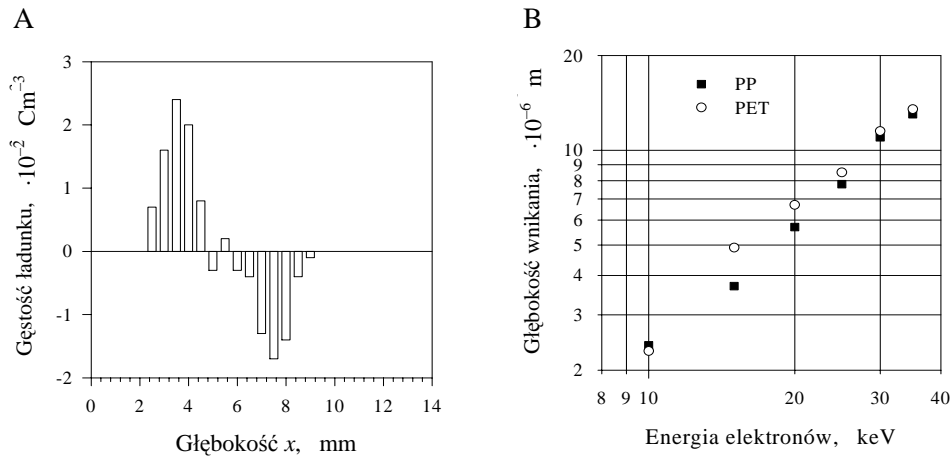
Powyższe zależności są słuszne przy założeniu, że podczas przemieszczania się wirtualnej elektrody ładunek w jej objętości zostaje całkowicie odprowadzony lub skompensowany, tzn. że cały obszar próbki od strony padania wiązki elektronów do krawędzi elektrody wirtualnej jest dobrze przewodzący.

W przypadku folii słabo przewodzących nie zawsze udaje się odprowadzić ładunek w całości [78]. Pozostający ładunek szcztątkowy można uwzględnić przez pomiary kalibracyjne, wykonywane na próbkach bez ładunku [184, 240]. Przykład diagramu prążkowego uzyskanego dla elektretu z folii PET o grubości 50  $\mu\text{m}$  [184] przedstawiono na rysunku 7.6A

Głębokość penetracji elektrody wirtualnej jest określona energią elektronów wnikających do próbki. Przykładowe zależności, wyznaczone dla folii PP oraz PET metodą podaną w pracy [78], pokazano na rysunku 7.6B.

Największe wady tej metody to konieczność stosowania, jako narzędzia podstawowego, działa elektronowego (pomiary wyłącznie w próżni), relatywnie długi czas analizy oraz konieczność uwzględniania ładunku korekcyjnego – pozostającego po procesie analizy.

Rozdzielczość metody szacuje się na około  $1 \div 2 \mu\text{m}$  [78, 184, 240] i jest ona określona głównie szerokością rozkładu głębokości wnikania elektronów do badanego dielektryka. Metodę tę można stosować do badania próbek o grubościach nie przekraczających kilkudziesięciu mikrometrów.



Rys. 7.6. Rozkład ładunku przestrzennego otrzymany metodą wirtualnej elektrody dla folii PET (o grubości  $50 \mu\text{m}$ ) ładowanej wiązką elektronów (energia elektronów  $W_p = 30 \text{ keV}$ , gęstość prądu ładowania  $j_p = 16 \text{ nA/cm}^2$ , czas ładowania  $t_p = 10 \text{ s}$ ) (A) i zależność średniej głębokości wnikania elektronów od ich energii dla folii PET i PP (B) [184]

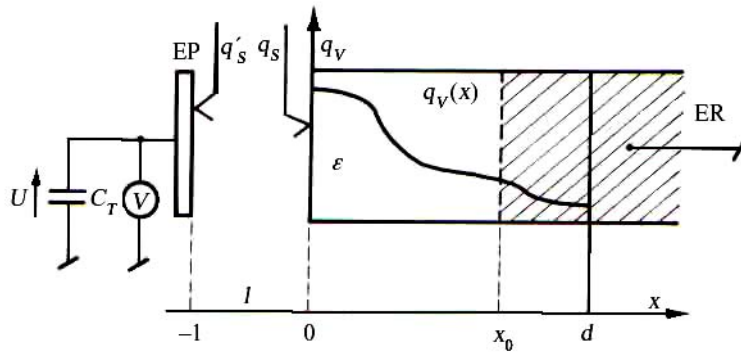
Fig. 7.6. Space charge distribution obtained by the virtual electrode method for PET ( $50 \mu\text{m}$  thick) foil charged by an electron beam (electron energy  $W_p = 30 \text{ keV}$ , charging current density  $j_p = 16 \text{ nA/cm}^2$ , charging time  $t_p = 10 \text{ s}$ ) (A), dependence of the electron average penetration depth on its energy in PET and PP foils (B) [184]

### 7.3.2. METODY ROZTWOROWE

Opracowana przez autora metoda roztworowa [114] nawiązuje do metody wirtualnej elektrody [240]. W przypadku badań rozkładu ładunku na próbkach grubych zastosowanie metody sondowej lub skrawania nie zawsze jest możliwe. Poniżej opisaną metodę opracowano do badania próbek o grubościach około kilku milimetrów, przy założeniu jednowymiarowego rozkładu ładunku.

Metoda polega na ciągłym pomiarze efektywnej gęstości ładunku z jednej strony próbki, podczas gdy jej druga strona jest jednocześnie rozpuszczana lub strawiana. Ponieważ mogą być stosowane różne rodzaje rozpuszczalników (mieszanin strawiających), rozważono dwa krańcowe przypadki: tzw. rozpuszczalnika przewodzącego i dielektrycznego. Metoda roztworowa jest metodą destrukcyjną, zarówno dla próbki, jak i analizowanego ładunku.

Szkic modelu układu pomiarowego dla przypadku rozpuszczalnika przewodzącego przedstawiono na rysunku 7.7. Próbka jednorodnego dielektryka o grubości  $d$  z jednowymiarowym rozkładem ładunku przestrzennego  $q_V(x)$  indukuje na elektrodzie pomiarowej, oddalonej od powierzchni próbki o odległość  $l$ , ładunek o gęstości  $q'_s$ . Tylna elektroda próbki jest zaopatrzona w „ruchomą” elektrodę, mogącą się przemieszczać wzdłuż grubości próbki.



Rys. 7.7. Model układu pomiarowego dla przypadku analizy z rozpuszczalnikiem przewodzącym: EP – elektroda pomiarowa,  $U$  – napięcie mierzone na całkowitej pojemności układu pomiaru ładunku  $C_T$  przez woltmierz V, ER – „przemieszczająca się” elektroda tylna z przewodzącego rozpuszczalnika,  $q'_S$  – gęstość ładunku na powierzchni elektrody pomiarowej,  $q_S$  – efektywna gęstość ładunku na powierzchni próbki o przenikalności elektrycznej  $\epsilon$ ,  $d$  – początkowa grubość próbki,  $d - x_0$  – rozpuszczona część próbki,  $l$  – grubość szczeliny powietrznej

Fig. 7.7. Model of the measuring circuit for the case of analysis with a conducting solvent: EP – measuring electrode,  $U$  – voltage measured on the total capacitance of the charge measuring circuit  $C_T$  by a voltmeter V, ER – „moving” rear electrode from the conducting solvent,  $q'_S$  – charge density on the surface of a measuring electrode,  $q_S$  – effective surface charge density on the surface of the sample with electrical permittivity  $\epsilon$ ,  $d$  – initial sample thickness,  $d - x_0$  – dissolved part of the sample,  $l$  – air gap thickness

Jeżeli elektroda „ruchoma” znajduje się w położeniu  $x_0$  (część  $d - x_0$  próbki została usunięta), to efektywną gęstość ładunku na powierzchni próbki od strony elektrody pomiarowej  $q_S(x_0)$  określa zależność (7.11). Gęstość ładunku indukowanego i mierzonego na elektrodzie pomiarowej  $q'_S(x_0)$  wiąże z efektywną gęstością ładunku powierzchniowego próbki  $q_S(x_0)$  zależność

$$q_S(x_0) = -q'_S(x_0) \left( 1 + \epsilon \frac{l}{x_0} \right), \quad (7.16)$$

w której  $\epsilon$  – przenikalność elektryczna analizowanej próbki.

Wyznaczając z równania (7.11) drugą pochodną ze względu na  $x_0$  oraz zakładając, że grubość szczeliny powietrznej jest znacznie większa od grubości próbki, tzn.  $l \gg d$ , można ostatecznie napisać [114]

$$q_V(x_0) = \frac{C_T \epsilon l}{s} \frac{d^2 U(x_0)}{dx_0^2}, \quad (7.17)$$

gdzie:

$C_T$  – całkowita pojemność układu pomiarowego obciążająca elektrodę pomiarową EP,

$s$  – powierzchnia elektrody pomiarowej EP,

$U(x_0)$  – napięcie na pojemności  $C_T$ , zmierzone przez woltomierz V przy aktualnej grubości próbki równej  $x_0$ .

Wyrażenie (7.17), podobnie jak (7.13), umożliwia powiązanie przestrzennego rozkładu ładunku  $q_V(x_0)$  z napięciem  $U(x_0)$ , mierzonym na elektrodzie pomiarowej, umieszczonej w odległości  $l$  od powierzchni próbki.

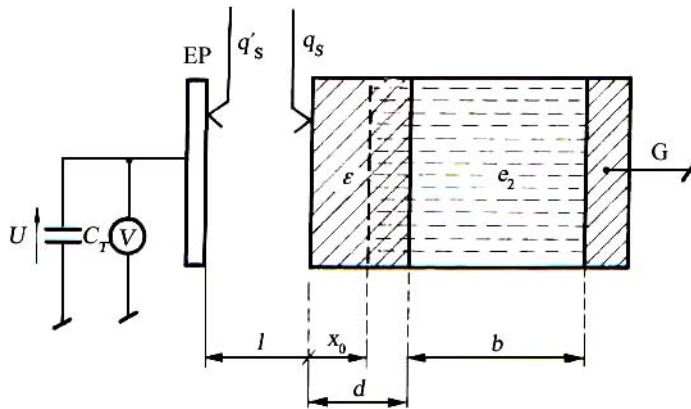
Jeżeli pomiar wykonywany jest w warunkach, kiedy  $l = 0$  (próbka ma metalizowaną elektrodę pomiarową, a obie elektrody są zwarte do chwili rozpoczęcia analizy, tzn.  $U(x_0 = 0) = 0$ ) równanie (7.17) można przekształcić do postaci

$$q_V(x_0) = -\frac{C_T}{s} \frac{d^2[x_0 U(x_0)]}{dx_0^2}, \quad (7.18)$$

gdzie  $U(x_0)$  jest napięciem na pojemności  $C_T$ , powstającym teraz na skutek odpłynięcia części ładunku indukowanego na elektrodzie EP w konsekwencji rozpuszczenia próbki do grubości  $x_0$ .

W powyższych rozważaniach przyjęto, że ładunek w rozpuszczonej części próbki jest neutralizowany na skutek skończonego przewodnictwa rozpuszczalnika – elektrolitu.

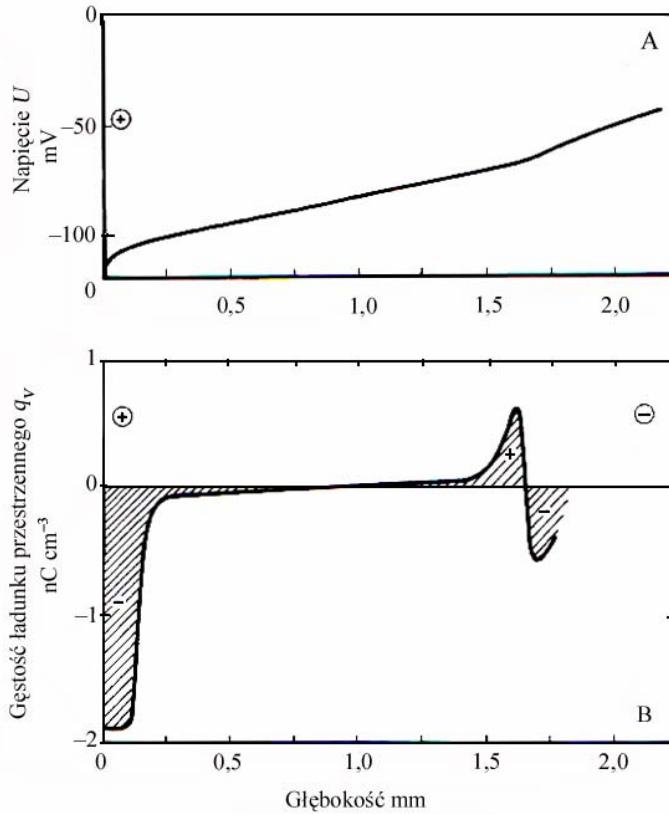
Przypadek, gdy rozpuszczanie próbki zachodzi w rozpuszczalniku dielektrycznym o przenikalności elektrycznej  $\epsilon_2$ , tworzącym warstwę o grubości  $b$ , przedstawiono na rysunku 7.8.



Rys. 7.8. Model układu pomiarowego do analizy rozpuszczania próbki w rozpuszczalniku dielektrycznym:  $b$  – grubość warstwy rozpuszczalnika dielektrycznego o przenikalności elektrycznej  $\epsilon_2$ ,  $G$  – uziemiona ścianka pojemnika, pozostałe oznaczenia jak na rys. 7.7

Fig. 7.8. Model of the measuring circuit in the case of analysis with a dielectric solvent:  $b$  – thickness of the layer of a dielectric solvent with electrical permittivity  $\epsilon_2$ ,  $G$  – earthed part of the measuring container, other symbols as in Fig. 7.7





Rys. 7.9. Przebieg napięcia  $U(x_0)$  – A oraz odpowiadający mu rozkład ładunku przestrzennego  $q_V(x_0)$  – B w próbce elektretu woskowego o grubości 3 mm, polaryzowanego termoelektretowo ( $U_p = 3$  kV,  $t_p = 20$  min) przy użyciu elektrod blokujących (pokrytych folią PET) otrzymane po 170 h od momentu zakończenia polaryzacji

Fig. 7.9. Voltage  $U(x_0)$  – A, and related space charge density  $q_V(x_0)$  – B distributions, for the wax 3 mm thick thermo-electret ( $U_p = 3$  kV,  $t_p = 20$  min) polarised with application of blocking electrodes (covered with PET foil) after 170 h storage at room temperature

Jeśli założyć, że przestrzenna gęstość ładunku w rozpuszczalniku jest pomijalna (znaczną objętość rozpuszczalnika), to po pominięciu efektów brzegowych można dla powyższego przypadku napisać [114]

$$q_{SA} + q_{SB} = \int_0^{x_0} q_V(x) dx. \quad (7.19)$$

Ponieważ przy założeniu  $d \ll b$  oraz  $d \ll l$  dla sumy  $q_{SA} + q_{SB}$  będzie

$$q_{SA} + q_{SB} = q'_S(x_0) \left( 1 + \epsilon_2 \frac{l}{b} \right), \quad (7.20)$$

po zróżniczkowaniu (7.20) oraz uwzględnieniu warunków pomiaru, ostatecznie otrzymuje się zależność [114]

$$q_V(x_0) = -\frac{C_T}{s} \left( 1 + \varepsilon_2 \frac{l}{b} \right) \frac{dU(x_0)}{dx_0}. \quad (7.21)$$

Przykład zastosowania opisanej metody dla przypadku rozpuszczalnika przewodzącego przedstawiono na rysunku 7.9.

Rozdzielczość opracowanej metody zależy od stałej czasu miernika napięcia oraz szybkości i równomierności rozpuszczania (rozpuszczanie w kierunku grubości). W przypadku elektretów woskowych rozdzielczość była limitowana jednorodnością procesu rozpuszczania i oszacowano ją na poziomie 100÷200  $\mu\text{m}$  [114].

Dokładność oceny gęstości ładunku przestrzennego, z uwzględnieniem błędów wywołanych różniczkowaniem, jest szacowana na około 20÷25%.

Wadą tej metody jest jej niszczący charakter, a także brak możliwości analizy na całej grubości tej samej próbki, największą zaletą natomiast jest prostota układu pomiarowego.

## 7.4. BADANIA ROZKŁADU ŁADUNKU PRZESTRZENNEGO METODAMI PROPAGACJI ZABURZEŃ

Analizę zbiorczą metod badań rozkładu ładunku przestrzennego opartych na propagacji zaburzeń podano w pracy [204]. Metody te należą do niedestrukcyjnych, zarówno w sensie próbki, jak i zawartego w niej ładunku, i można je podzielić na dwie grupy. Do jednej z nich należą metody, w których wykorzystuje się propagację fali ciśnienia – zaburzeń akustycznych, drugą grupę tworzą metody cieplne oparte na propagacji fal termicznych.

### 7.4.1. METODA INDUKOWANEJ LASEREM FALI CIŚNIENIA (LIPP)

Metoda impulsu ciśnienia polega na propagacji odkształcenia przemieszczającego się w badanym obiekcie z prędkością dźwięku i należy do grupy metod akustycznych.

Idea metody wynika z równania (7.6), wiążącego przebieg prądu zwarcia z przestrzennym i czasowym rozkładem natężenia pola oraz polaryzacji w objętości próbki, przy założeniu ich zmienności w kierunku  $x$ . Pobudzenie próbki, za pomocą przechodzącej przez jej grubość (w kierunku  $x$ ) fali akustycznej, powoduje lokalne zmiany ciśnienia i – co za tym idzie – odkształcenia. Chwilowe i niejednorodne odkształcenie  $S(x, t)$  prowadzi w rezultacie do przejściowych zmian w lokalnej wartości indukcji,

i ostatecznie do pojawienia się prądu zwarcia, dla którego, na podstawie wzoru (7.6) można napisać równanie

$$i_Z(t) = \frac{S}{d} \int_0^d [-\varepsilon\varepsilon_0(\gamma_{es} + 1)E(x) + e_{33}(x)] \frac{\partial S(x,t)}{\partial t} dx, \quad (7.22)$$

w którym:

$\gamma_{es} = (1/\varepsilon)(\partial \varepsilon / \partial S)$  – współczynnik elektrostrykcji,

$e_{33}(x) = \partial P(x) / \partial S$  – współczynnik piezoelektryczny.

Po zastosowaniu równania Poissona można wzór (7.22) przedstawić w postaci

$$i_Z(t) = \frac{S}{d} \int_0^d \left[ -(\gamma_{es} + 1) \int_0^x q_V(\zeta) d\zeta + e_{33}(x) \right] \frac{\partial S(x,t)}{\partial t} dx. \quad (7.23)$$

Wyrażenie (7.23) pozwala powiązać na drodze dekonwolucji przebieg prądu  $i_Z(t)$ , dla znanego przebiegu odkształcenia  $S(x,t)$ , z rozkładem ładunku  $q_V(x)$  oraz współczynnika piezoelektrycznego  $e_{33}(x)$ . Ze względu na stosunkowo skomplikowaną procedurę dekonwolucji, największe zastosowanie znalazły metody, w których wykorzystuje się specyficzny przebieg pobudzającej fali akustycznej i odkształcenia  $S(x,t)$ , umożliwiające proste powiązanie rozkładu ładunku z czasowym przebiegiem prądu zwarcia lub napięcia biegu jałowego [71]. Szczególną uwagę zwrócono między innymi na metodę impulsu ciśnienia, której zasadę po raz pierwszy opublikowano w roku 1977 [166], oraz skoku ciśnienia realizowanego za pomocą przetwornika piezoelektrycznego sterowanego stromym progiem napięciowym [46, 84]. Nie zmienia to faktu, że do badania rozkładu można stosować impulsy ciśnienia o innych przebiegach czasowych [71, 72, 204], z czym łączą się jednak pewne utrudnienia w dalszej analizie przebiegu prądu (włączenie procedury dekonwolucji), prowadzącej do ostatecznego wyznaczenia rozkładu ładunku czy polaryzacji.

W przypadku pobudzenia próbki krótkim impulsem ciśnienia o czasie trwania  $t_{ps}$  i amplitudzie  $p$  odpowiadające mu odkształcenie  $S(x,t)$  można przedstawić w postaci [204]

$$S(x,t) = \frac{t_{ps}P}{v\gamma_d} \delta(x - vt), \quad (7.24)$$

gdzie:

$\delta$  – funkcja Diraca,

$\gamma_d$  – gęstość materiału próbki,

$v$  – prędkość rozchodzenia się fali akustycznej.

Na podstawie równania (7.24) wyznacza się pochodną czasową odkształcenia, następnie, po podstawieniu jej do wyrażenia (7.22) i scałkowaniu ostatniego, można otrzymać

$$i_z(t) = \frac{st_{ps}P}{\gamma_d d} \left[ -\varepsilon\varepsilon_0(\gamma_{es} + 1) \frac{\partial E(x)}{\partial x} + \frac{\partial e_{33}(x)}{\partial x} \right]_{x=vt}, \quad (7.25)$$

po zastosowaniu zaś równania Poissona można je zapisać w postaci

$$i_z(t) = \frac{st_{ps}P}{\gamma_d d} \left[ (\gamma_{es} + 1)q_V(x) + \frac{\partial e_{33}(x)}{\partial x} \right]_{x=vt}. \quad (7.26)$$

Równanie (7.25), słuszne w przypadku impulsów prostokątnych, spełniających zależność  $t_{ps} \ll (d/v)$ , pokazuje, że w razie zastosowania bardzo krótkiego pobudzającego impulsu ciśnienia czasowy przebieg prądu zwarcia  $i_z(t)$  odwzorowuje dla dielektryków bez efektu piezoelektrycznego ( $e_{33} = 0$ ) wprost przestrzenny rozkład badanego ładunku  $q_V(x)$  [71, 204].

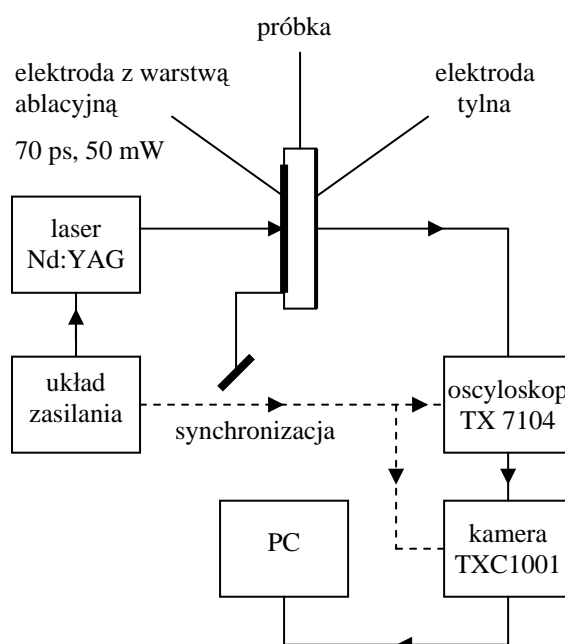
Próby zastosowania przedstawionej wyżej idei do badania rozkładu ładunku przestrzennego w dielektrykach stałych podejmowało wielu badaczy, przy czym zasadnicze różnice leżały w sposobie uzyskania krótkich impulsów ciśnienia. Pierwotnie zastosowano falę udarową [166] z trudnym do określenia czasem narostu impulsu. Dalsze prace zmierzały w kierunku wytworzenia i zastosowania możliwie krótkich impulsów ciśnienia. W tym celu korzystano na ogół z impulsów ciśnienia pojawiających się podczas ablacji laserowej, o długościach określonych praktycznie czasem trwania impulsu promieniowania. Stąd początkowe zastosowanie rubinowych laserów impulsowych o długościach impulsu około 250 ns łączyło się z rozdzielczością metody na poziomie 50÷150  $\mu\text{m}$  [228]. Krótki impuls ciśnienia można również generować na drodze piezoelektrycznej. W pracy [255] przez przyłożenie do piezoelektrycznego przetwornika  $\text{NbLiO}_3$  (o grubości 3 mm i powierzchni około 200  $\text{mm}^2$ ) krótkiego impulsu napięcia (długości 13 ns i amplitudzie 1000 V) uzyskano impuls ciśnienia o długości około 15 ns, co pozwala osiągnąć rozdzielczość metody na poziomie 30÷50  $\mu\text{m}$ .

Zastosowanie laserów neodymowych Nd:YAG, generujących impulsy światła o długości na poziomie 70 ps, pozwoliło wytwarzać impulsy ciśnienia o długości około 1 ns i w rezultacie badać rozkłady ładunku na różnych obiektach [172], w tym na foliach polimerowych z rozdzielczością na poziomie pojedynczych mikrometrów [7.26]. Ponieważ technika ablacji laserowej jest obecnie najbardziej powszechną wśród stosowanych technik wytwarzania krótkich impulsów ciśnienia, opisana metoda analizy rozkładu, występuje najczęściej pod nazwą LIPP (*Laser Induced Pressure Pulse*).

Uproszczony szkic typowego układu pomiarowego, stosowanego w metodzie LIPP, przedstawiono na rysunku 7.10.

W przedstawionym układzie do generacji impulsu ciśnienia zastosowano laser impulsowy Nd:YAG (SYSTEM 2000, 70 ps, 50 mJ). Impulsy te, padając na warstwę ablacyjną naniesioną na elektrodę z drobnoziarnistego grafitu (submikronowy AERODAG – Acheson), powodowały jej częściowe i gwałtowne odparowanie, co prowadziło do generacji impulsu ciśnienia o długości około 1 ns. Elektroda napromie-

niowana, łącznie z warstwą ablacyjną, znajdowała się na potencjale ziemi. Sygnał prądowy z próbki rejestrowano za pomocą oscyloskopu (Tektronix 7104, wzmacniacz Y: 7A29, 1 GHz, 10 mV, 50  $\Omega$ ). Rejestrację przebiegu prowadzono przy użyciu szybkiej video kamery cyfrowej (Tektronix C1001), pozwalającej przetworzyć obraz wytworzony na ekranie oscyloskopu i zapisać go w pamięci komputera. Oscyloskop i kamerę synchronizowano sygnałem uzyskiwanym z układu zasilania i sterowania lasera.

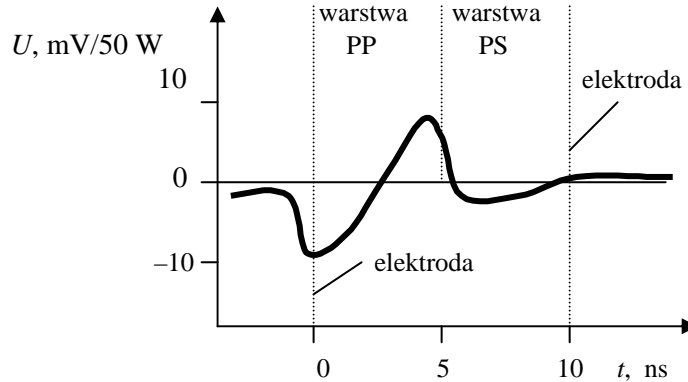


Rys. 7.10. Schemat blokowy układu do badania rozkładu ładunku przestrzennego metodą LIPP  
 Fig. 7.10. Scheme of the system for the space charge distribution determination by LIPP method

Przykładowy rozkład ładunku przestrzennego, uzyskany przez autora w przypadku zastosowania dwuwarstwowej folii PP-PS, pokazano na rysunku 7.11. Ładunek przestrzenny o znaku dodatnim, gromadzący się na granicy interfazy, jest (w warunkach znacznej różnicy współczynników sprężystości warstw) źródłem, obserwowanego w badanej folii warstwowej, efektu piezoelektrycznego [140].

Oprócz metod, w których do analizy przestrzennego rozkładu ładunku czy polaryzacji korzysta się z propagującego się w próbce impulsu ciśnienia, doprowadzonego z zewnątrz, istnieje grupa metod tzw. ESFA (ESAW) od nazwy elektrycznie stymulowanej fali akustycznej (*Electrically Stimulated Acoustic Wave*), opartych na generacji impulsu ciśnienia przez sam ładunek przestrzenny pod wpływem przyłożonego z ze-

wnętrz dodatkowego pola próbkującego [160, 204]. Wymagania aparaturowe, zwłaszcza jeśli chodzi o analizę sygnału są podobne jak dla innych metod akustycznych. Podobna jest również ich rozdzielczość.



Rys. 7.11. Przebieg impulsu prądu  $i_z(t)$  odwzorowujący rozkład ładunku przestrzennego

w dwuwarstwowej folii PP-PS. Warstwa PP polaryzowana ułotem  
( $U_p = +10$  kV,  $t_p = 300$  s,  $T_p = 296$  K),  
warstwa PS naniesiona z roztworu, polaryzacja metodą cieczą

Fig. 7.11. Current pulse  $i_z(t)$  mapping the space charge distribution  
in a two layer PP-PS foil. PP layer corona charged

( $U_p = +10$  kV,  $t_p = 300$  s,  $T_p = 296$  K),

PS layer deposited from solution, polarised by liquid method

#### 7.4.2. METODA MODULACJI NATĘŻENIA ŚWIATŁA LASERA (LIMM)

W przypadku termicznego pobudzenia próbki równanie (7.6) można zapisać w postaci

$$i_z(t) = \frac{s}{d} \int_0^d \left[ \varepsilon_0 \frac{\partial \varepsilon}{\partial T} E(x,t) + \varepsilon \varepsilon_0 \frac{\partial E(x,t)}{\partial T} + \frac{\partial P(x,t)}{\partial T} \right] \frac{\partial T}{\partial t} dx. \quad (7.27)$$

Pochodne cząstkowe względem  $T$  związane są ze współczynnikami materiałowymi

$$\alpha_\varepsilon = \frac{1}{\varepsilon} \frac{\partial \varepsilon}{\partial T}, \quad (7.28)$$

$$\alpha_P = \frac{1}{P} \frac{\partial P}{\partial T}, \quad (7.29)$$

podobnie, przy założeniu małych zmian pola  $E$ , wynikających z liniowej zmiany wymiarów próbki na skutek jej rozszerzalności cieplnej [29]

$$\alpha_E = -\alpha_x = \frac{1}{E} \frac{\partial E}{\partial T} = -\frac{1}{x} \frac{\partial x}{\partial T}, \quad (7.30)$$

gdzie:  $\alpha_\varepsilon$ ,  $\alpha_p$ ,  $\alpha_E$  – temperaturowe współczynniki odpowiednio: przenikalności elektrycznej, zmian polaryzacji i zmian pola.

Po podstawieniu tych współczynników do wyrażenia (7.27) otrzymuje się

$$i_Z(t) = \frac{s}{d} \int_0^d \left[ (\alpha_\varepsilon - \alpha_x) \frac{\partial \varepsilon}{\partial T} E(x) + \alpha_p P(x) \right] \frac{\partial T}{\partial t} dx, \quad (7.31)$$

a po skorzystaniu z równania Poissona można ostatecznie napisać

$$i_Z(t) = \frac{s}{d} \int_0^d \left[ (\alpha_\varepsilon - \alpha_x) \int_0^x q_{VQ}(\zeta) d\zeta + (\alpha_p + \alpha_x - \alpha_\varepsilon) P(x) \right] \frac{\partial T}{\partial t} dx. \quad (7.32)$$

Jak wynika z powyższych równań, czasowy przebieg prądu  $i_Z(t)$  w obwodzie zwartym próbki zależy od rozkładu pola elektrycznego lub ładunku, polaryzacji oraz przebiegu czasowego zaburzenia termicznego  $\partial T/\partial t$ . Przy założeniu, że całkowita pojemność próbki – kondensatora, podczas działania zaburzenia, praktycznie się nie zmienia, można na podstawie zależności (7.33) o postaci:

$$u_0(t) = \frac{d}{\varepsilon \varepsilon_0 s} \int_0^t i_Z(\tau) d\tau \quad (7.33)$$

wyznaczyć czasowy przebieg napięcia w warunkach rozwarcia  $u_0(t)$ , który określa równanie

$$u_0(t) = \int_0^d \left[ \frac{(\alpha_\varepsilon - \alpha_x)}{\varepsilon \varepsilon_0} \int_0^x q_{VQ}(\zeta) d\zeta + \frac{(\alpha_p + \alpha_x - \alpha_\varepsilon)}{\varepsilon \varepsilon_0} P(x) \right] T_E(x, t) dx, \quad (7.34)$$

w którym  $T_E(x, t)$  jest przyrostem temperatury w próbce podczas pobudzenia termicznego.

Równania (7.32) oraz (7.34) leżą u podstaw wielu metod badawczych umożliwiających wnioskowanie o rozkładzie ładunku i (lub) polaryzacji. W najprostszym wydaniu zastosowano je do badania położenia centroidu ładunku [28, 232]. Bezpośrednio do badań rozkładu ładunku stosowano je w metodzie impulsu cieplnego [30], metodzie skoku cieplnego [22, 258, 259, 264] oraz w metodzie modulowanej wiązki lasera [146, 147, 164, 217, 249, 265], tzw. metodzie LIMM (*Laser Intensity Modulation Method*).

Jednym z możliwych uproszczeń równania (7.34) jest ograniczenie się do dielektryków bez polaryzacji zamrożonej  $P(x)$ . W takim przypadku można dla napięcia  $u_0(t)$  zapisać [146, 249]

$$u_0(t) = \frac{(\alpha_\varepsilon - \alpha_x)}{\varepsilon\varepsilon_0} \int_0^d \left[ T_E(x,t) \int_0^x q_{VQ}(\zeta) d\zeta \right] dx. \quad (7.35)$$

Rozkład temperatury (niejednorodnego przyrostu temperatury)  $T_E(x, t)$  można dla określonych warunków brzegowych wyznaczyć na podstawie równania transportu ciepła o postaci [164]

$$\frac{\partial T_E(x,t)}{\partial t} = K \frac{\partial^2 T_E(x,t)}{\partial x^2}, \quad (7.36)$$

w którym  $K$  jest współczynnikiem dyfuzji ciepła.

W metodzie LMM stosuje się periodyczne nagrzewanie próbki z częstością  $\omega$ . Próbka oświetlana jest z jednej strony (np. dla  $x = d$ ) promieniowaniem, którego natężenie  $I$  zmienia się zgodnie z zależnością

$$I(d, t) = I_0 [1 + \exp(j\omega t)], \quad (7.37)$$

w której  $d$  jest grubością próbki.

Przy pobudzeniu periodycznym całkowity przyrost temperatury  $T_E$  można wyrazić w postaci sumy [164]

$$T_E = T_U + T_\omega \quad (7.38)$$

gdzie:

$T_U$  – część przejściowa, która po upływie określonego czasu prowadzi do parabolicznego i stałego rozkładu temperatury, i która w warunkach eksperymentu nie odgrywa większej roli [164],

$T_\omega$  – część periodyczna, dla której również stosuje się równanie (7.36).

Przyjmując, że odprowadzenie ciepła od próbki zachodzi jedynie na drodze przewodnictwa (próbka znajduje się w komorze próżniowej, a efekt wypromieniowania ciepła można pominąć), rozwiązanie równania (7.36) dla składowej periodycznej  $T_\omega$  prowadzi do postaci [164]

$$T_\omega(x,t) = \frac{I_0 \eta (1+i)}{2kD} \frac{\cosh D(1+i)x}{\sinh D(1+i)d} \exp(j\omega t), \quad (7.39)$$

gdzie:

$\eta$  – współczynnik absorpcji ciepła dla napromieniowanej elektrody,

$k$  – przewodność cieplna materiału próbki,

$D = (\omega/2K)^{1/2}$ .



Równanie (7.39) określa przebieg czasowy i przestrzenny tzw. fal termicznych, penetrujących różne obszary próbek w zależności od ich właściwości cieplnych i częstotliwości modulacji  $\omega$ . Po podstawieniu do wyrażenia (7.35) w miejsce  $T_E(x, t)$  zależności (7.39) określającej  $T_\omega(x, t)$  można rozwiązać równanie całkowe (7.35) dla składowej periodycznej napięcia  $u_0(t) = u_{0\omega}$  przy założeniu, że rozkład ładunku przestrzennego  $q_{VQ}(x)$  można wyrazić za pomocą szeregu Fouriera

$$q_{VQ}(x) = \sum_{m=0}^{m=M} q_m \cos \frac{m\pi}{d} x. \quad (7.40)$$

Rozwiązanie to [146, 249] prowadzi do zależności

$$u_{0\omega} = B \operatorname{Re} \left[ \sum_{m=0}^{m=M} C_{om} q_m \exp(j\omega t) \right], \quad (7.41)$$

gdzie:

$$B = \frac{I_0 \eta (\alpha_x - \alpha_\varepsilon)}{\varepsilon \varepsilon_0 k}, \quad (7.42)$$

$$C_{om} = \frac{(-1)^m}{\left(\frac{m\pi}{d}\right)^2 - 2jD^2} \frac{\operatorname{th} D(1+j)d}{D(1+j)}. \quad (7.43)$$

Jeśli dodatkowo oznaczyć:

$$U_\omega = u_{0\omega}(t=0) \quad \text{oraz} \quad a_{om} = \operatorname{Re}(C_{om}), \quad (7.44)$$

otrzymuje się dla amplitudy napięcia  $u_{0\omega}$  następujące równanie liniowe

$$U_\omega = B \sum_{m=0}^{m=M} \alpha_{om} q_m. \quad (7.45)$$

Współczynnik  $a_{om}$  wyznacza się z zależności

$$\alpha_{om} = |C_{om}| \cos \phi_{om}, \quad (7.46a)$$

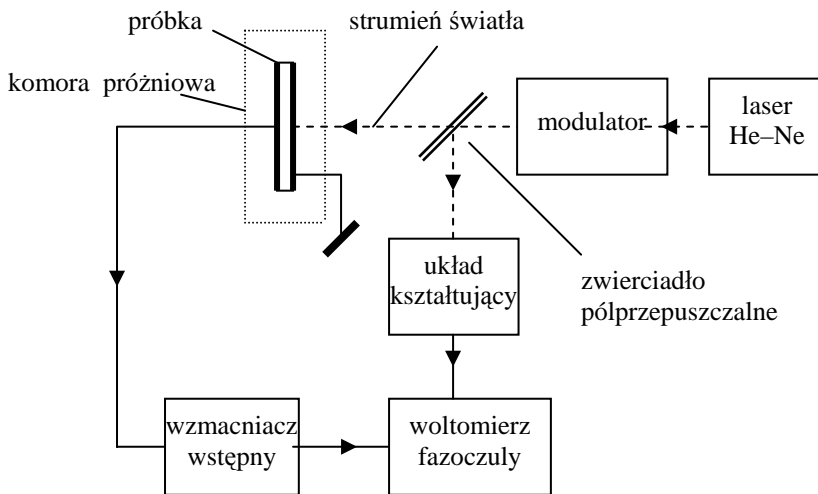
$$|C_{om}| = \frac{1}{\sqrt{2} D d} \frac{\operatorname{th}^2 D d + \operatorname{tg}^2 D d}{\left[ \left(\frac{m\pi}{d}\right)^4 + 4D^4 \right] (1 + \operatorname{th}^2 D d \operatorname{tg}^2 D d)}, \quad (7.46b)$$

$$\begin{aligned} \phi_{om} = \operatorname{arctg} C_{om} = \operatorname{arctg} \left( \frac{\operatorname{tg} Dd}{\operatorname{th} Dd} \right) - \operatorname{arctg}(\operatorname{th} Dd + \operatorname{tg} Dd) \\ + \operatorname{arctg} \left[ \frac{2D^2 d^2}{(m\pi)^2} \right] - \frac{\pi}{4} + m\pi. \end{aligned} \quad (7.46c)$$

Dla założonej liczby harmonicznych  $M$  rozkładu  $q_{VQ}(x)$  (zależność (7.40)) i przyjętego zakresu częstotliwości badań napięcia piroelektrycznego  $U_\omega$  można wyznaczyć szukane wartości harmonicznych  $q_m$  (dla  $m = 0, \dots, M$ ) w warunkach najlepszego przybliżenia (sprawdzonego metodą najmniejszych kwadratów) w zadanym przedziale częstotliwości [146, 249].

W opisanej metodzie, zgodnie z zależnością (7.45), do analizy rozkładu potrzebna jest znajomość przebiegu amplitudy składowej zmiennej napięcia  $U_\omega$  w funkcji częstotliwości  $\omega$  sinusoidalnie modulowanej wiązki światła z lasera.

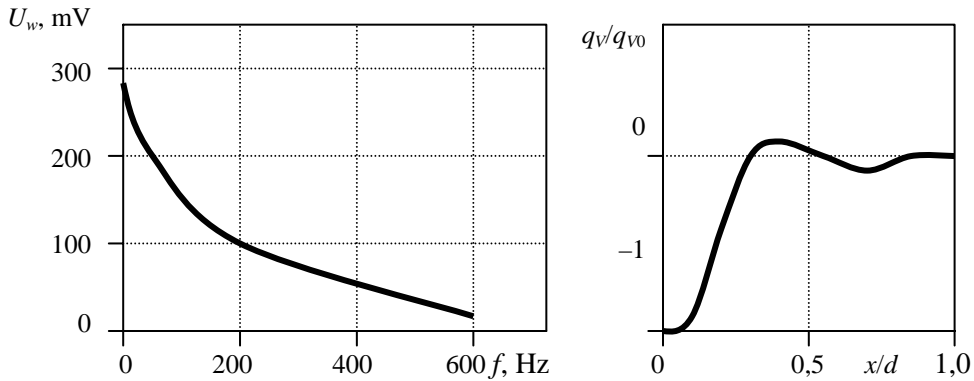
Badania charakterystyk  $U_\omega(\omega)$  prowadzono w układzie przedstawionym na rysunku 7.12. Badana próbka, wyposażona w elektrody, pokryte cienką warstwą absorbującą światło, jest umieszczona w komorze próżniowej (izolacja cieplna). Na jedną z elektrod (uziemioną) pada, poprzez półprzepuszczalne zwierciadło, strumień światła lasera, przerywany tarczą modulatora z żądaną częstością  $\omega$ . Część strumienia światła, odbita od zwierciadła, jest kierowana na optoelektroniczny układ kształtujący, wytwarzający sygnał sterujący detektor fazowy nanowoltomierza. Powstające na próbce napięcie piroelektryczne jest kierowane na wzmacniacz wstępny o wysokiej impedancji wejściowej (transformator impedancji), a następnie na wejście nanowoltomierza.



Rys. 7.12. Schemat układu do badania rozkładu ładunku metodą LIMM w wersji napięciowej [147]

Fig. 7.12. Scheme of the system for the space charge distribution determination by LIMM method in voltage measurements version [147]

Przykład zastosowania opisanej metody do określenia rozkładu ładunku przestrzennego w polaryzowanych próbkach folii PET przedstawiono na rysunku 7.13.



Rys. 7.13. Przebieg napięcia piroelektrycznego  $U_w$  w funkcji częstotliwości (A) oraz ładunku przestrzennego (B) dla próbki PET (folia Estrofol, 36  $\mu\text{m}$ , polaryzowana termoelektretowo w warunkach:  $T_p = 395\text{ K}$ ,  $E_p = 5 \cdot 10^7\text{ V/m}$ ,  $t_p = 2\text{ h}$ , elektrody wstrzykujące)

Fig. 7.13. Dependence of the pyro-voltage  $U_w$  on the modulation frequency (A) and the determined space charge distribution (B), for the PET sample (Estrofol foil, 36  $\mu\text{m}$  thick, thermoelectret polarised in conditions:  $T_p = 395\text{ K}$ ,  $E_p = 5 \cdot 10^7\text{ V/m}$ ,  $t_p = 2\text{ h}$ , injecting electrodes used)

Wadą opisanej metody jest uciążliwa procedura opracowywania otrzymanych charakterystyk napięciowych w celu otrzymania szukanego rozkładu ładunku. Jest to związane z koniecznością przeprowadzenia dekonwolucji wyrażenia (7.33). Metoda pozwala na wyznaczanie rozkładu z rozdzielczością rzędu kilku mikrometrów.

Największą zaletą tej metody są relatywnie niskie koszty układu pomiarowego (w układzie wymagana jest aparatura do badań praktycznie w zakresie częstotliwości akustycznych), co może mieć niebagatelne znaczenie w przypadku badań jednostkowych. Opisana metoda zasługuje na specjalną uwagę w przypadku badań materiałów niejednorodnych, kiedy zastosowanie metod akustycznych może być problematyczne (zwłaszcza wtedy, gdy występują odbicia od granic faz) [262].

Metoda ta nadaje się szczególnie do badania obszarów przyelektrodowych, tzn. w sytuacji, kiedy fale termiczne penetrują próbkę jedynie na niewielką głębokość (obszar wyższych częstotliwości modulacji). Można wówczas z powodzeniem zastosować aproksymację zaproponowaną w pracy [217] w wersji prądowej, umożliwiającą wyznaczenie szukanego rozkładu wprost z różnicy składowej czynnej i biernej prądu zwarcia próbki. Rozwiązanie takie wymaga zastosowanie do pomiaru napięcia piroelektrycznego nanowoltomierzy homodynowych (*lock-in amplifiers*).

## 7.5. INNE METODY BADAŃ PRZESTRZENNEGO ROZKŁADU ŁADUNKU

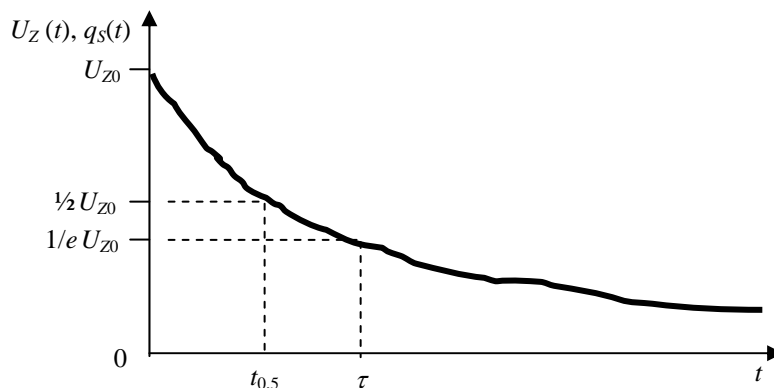
Duża zmienność właściwości fizycznych materiałów dielektrycznych (jak również geometrii badanych próbek czy obiektów) z jednej strony uniemożliwia opracowanie uniwersalnej metody badań rozkładu ładunku, z drugiej zaś inspiruje do opracowania metod opartych na innych zjawiskach fizycznych niż opisane wcześniej.

W przypadku dielektryków transparentnych stosowano metody oparte na zjawiskach elektrooptycznych, jak efekt Kerra [274] czy spektroskopia Ramana [165]. Opracowano metodę „jednoczesnego” pomiaru gęstości ładunku na elektrodach oraz prądu przejściowego – tzw. metodę I-Q [6, 204]. Do badań rozkładu pola stosowano pomiary prądu podczas naświetlaniu próbek strumieniem protonów [14, 15] czy też prądu nośników uwalnianych podczas dyfuzji cząstek rozpuszczalnika do wnętrza próbki [51].

Wszystkie z wymienionych tu metod znalazły jednak ograniczone zastosowania ze względu bądź na specyficzne wymagania dotyczące fizycznych właściwości badanych materiałów, bądź na uciążliwą procedurę badań.

## 8. BADANIA SZYBKOŚCI ZANIKU ŁADUNKU

Badania kinetyki zaniku ładunku na materiałach o różnej strukturze i niewielkim przewodnictwie elektrycznym wykonywane są zarówno ze względów poznawczych, jak i technicznych. W aspekcie poznawczym stosuje się je przede wszystkim w badaniach procesów transportu w materiałach słabo przewodzących. Aspekt techniczny łączy się z wykorzystaniem wymienionych badań do diagnostyki izolacji elektrycznej, do oceny zagrożeń od elektryczności statycznej czy też do oceny elektrostatycznych właściwości materiałów, zwłaszcza antystatycznych. Określenie „szybkość zaniku ładunku” nie jest jednoznaczne. Rozumie się przez nie zarówno pewne parametry czasowe, jak i przebiegi w funkcji czasu napięcia zastępczego  $U_Z(t)$  lub efektywnej gęstości ładunku  $q_S(t)$  (rys. 8.1).



Rys. 8.1. Typowy przebieg charakterystyki zaniku (ładunku) w dielektrykach stałych z zaznaczonymi punktami charakterystycznymi

Fig. 8.1. Typical discharge characteristic for solid dielectrics with the characteristic points marked

Parametry czasowe są na ogół stosowane do celów technicznych tzn. do zwięzłego scharakteryzowania procesu rozładowania próbki. Należą do nich:

↳ czas półzaniku ( $t_{0,5}$ ) – zdefiniowany jako czas, po którym napięcie zastępcze  $U_Z(t)$  zmniejsza się do połowy wartości początkowej,

↳ stała czasu ( $\tau$ ) – określana dla przypadku, gdy ładunek zanika zgodnie z krzywą wykładniczą,

↳ inne interwały czasowe – określające czas niezbędny do spadku gęstości ładunku  $q_S(t)$  lub wytwarzanego przezeń potencjału  $U_Z(t)$  do określonej części wartości początkowej  $U_{Z0}$  lub też do określonej wartości końcowej.

Badania zależności funkcyjnych  $U_Z(t)$  – tzw. charakterystyk zaniku, opisujących najbardziej szczegółowo proces zaniku ładunku lub wytwarzanego przezeń potencjału – są zwykle stosowane w celach poznawczych.

Pod względem fizycznym zjawisko zaniku ładunku jest określone procesami wprowadzania oraz transportu nośników ładunku w badanym materiale. Przebieg charakterystyki zaniku będzie zatem zależał od mechanizmów wstrzykiwania ładunku przez powierzchnię lub elektrodę, od koncentracji, znaku i rodzaju nośników ładunku oraz ich ruchliwości, od właściwości obszarów przyelektrodowych i powierzchniowych, a także innych czynników wpływających na wymienione wielkości (wartość pola lokalnego, temperatura, wilgotność etc.) [24, 151, 201, 233, 271]. Jednym z przykładów ilustrujących wymienioną problematykę może być występowanie tzw. efektu przecinania (*crossover effect*), związanego z przecinaniem się charakterystyk zaniku otrzymanych na próbkach folii PE elektryzowanych ulotem do różnych wartości potencjałów początkowych [248].

W przypadku badań aplikacyjnych wpływ wymienionych czynników na charakterystyki zaniku wprowadza dodatkowy element utrudnienia, zwłaszcza jeśli chodzi o ocenę porównawczą materiałów badanych w różnych warunkach. Dlatego w badaniach technicznych, np. podczas określania czasu półzaniku  $t_{0,5}$ , w celu uwzględnienia wpływu znaku ładunku zaleca się korzystanie z zależności

$$t_{0,5} = \frac{\sqrt{t_{0,5(-)}^2 + t_{0,5(+)}^2}}{2}, \quad (8.1)$$

w której  $t_{0,5(-)}$  i  $t_{0,5(+)}$  są wartościami czasu półzaniku, zmierzonymi po wprowadzeniu do badanego obiektu (lub na jego powierzchnię) ładunku ujemnego oraz dodatniego.

Osobnym zagadnieniem jest wpływ warunków rozładowania obiektu na charakterystykę zaniku lub parametry czasowe. Do najistotniejszych czynników należy zaliczyć układ rozładowania (stan zwarcia, rozwarcia), charakter elektrod (wstrzykujące, blokujące), temperaturę obiektu i rodzaj „atmosfery” otaczającej obiekt-próbkę (próżnia, powietrze, gazy niereaktywne, temperatura i wilgotność atmosfery oraz obiektu, etc.).

W najogólniejszym przypadku przebieg naszkicowany na rysunku 8.1 może obejmować przedziały czasu od ułamków sekund (materiały półprzewodzące, antystatyzowane) do kilkudziesięciu lat i więcej (dobre materiały elektretowe). Szeroki zakres czasów zaniku oraz – na ogół ograniczony – czas prowadzenia pomiaru czy obserwacji procesu zaniku wymagały opracowania wielu różnych metod i technik pomiarowych umożliwiających określenie przebiegu charakterystyk lub wyznaczenie charakterystycznych parametrów dla różnych materiałów.

Szybkość zaniku stanu naelektryzowania określa się w dwóch etapach. W pierwszym etapie próbka badanego materiału poddawana jest formowaniu (elektryzacji), co prowadzi do wytworzenia z niej elektretu o dłuższym lub krótszym czasie życia. W drugim etapie, zaczynającym się tuż po zakończeniu procesu formowania, prowadzi się pomiar gęstości ładunku  $q_S(t)$  lub wielkości z nim związanych, jak napięcie zastępcze  $U_Z(t)$  czy prąd resorpcji. Pomiary charakterystyk zaniku na próbkach materiałów z krótszymi czasami zaniku ładunku wykonuje się zwykle w warunkach izotermicznych. Procesy zaniku ładunku w materiałach dielektrycznych o dobrych właściwościach elektretowych, w których ładunek w temperaturze pokojowej może być przechowywany przez okres kilku lat, badane są przede wszystkim metodami opartymi na termicznej stymulacji.

## 8.1. BADANIA PROCESU ZANIKU ŁADUNKU NA MATERIAŁACH Z DŁUGIMI CZASAMI RELAKSACJI

Badania szybkości zaniku ładunku w materiałach o długich czasach relaksacji dotyczyły przede wszystkim materiałów elektretowych. Ich celem było między innymi określenie bardzo istotnego parametru, zwłaszcza pod kątem technicznego zastosowania takich materiałów, a mianowicie czasu życia elektretu. Obserwacja rozładowania takich materiałów przez bezpośredni pomiar zmian gęstości ładunku  $q_S(t)$  lub napięcia zastępczego w funkcji czasu  $U_Z(t)$  jest w temperaturze pokojowej praktycznie niemożliwa w dostępnym czasie pomiaru. Podwyższenie temperatury skraca czas depolaryzacji, może jednak zmienić udział różnych mechanizmów relaksacyjnych. Pomiar w podwyższonej temperaturze może być prowadzony w warunkach izotermicznych oraz przy ciągłym i kontrolowanym narosie temperatury badanego obiektu.

### 8.1.1. BADANIA W WARUNKACH IZOTERMICZNYCH

Czas życia ładunku w materiałach o długich czasach zaniku można oszacować między innymi metodą opracowaną przez Collinsa [27]. Temperaturę badanego obiektu – próbki dielektryka – podnosi się do poziomu, kiedy daje się zaobserwować niewielkie (procentowe) zmiany gęstości ładunku  $q_S(t, T)$  lub napięcia  $U_Z(t, T)$ . Pomiary gęstości ładunku  $q_S(t)$  lub napięcia  $U_Z(t)$  wykonuje się w określonej temperaturze pomiaru  $T$  i – na podstawie założenia eksponencjalnego zaniku ładunku w funkcji czasu – wyznacza się stałą czasu zaniku  $\tau$  z zależności

$$\tau(T) = -\frac{d(\ln q_S)}{dt} \quad \text{lub} \quad \tau(T) = -\frac{d(\ln U_Z)}{dt}, \quad (8.2)$$

Procedurę tę powtarza się dla kilku temperatur  $T$  i wykreśla zależność  $\tau(T)$ . Okazuje się [94], że zależność  $\tau(T)$  ma charakter arrheniusowski, tzn.

$$\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{W}{kT}\right), \quad (8.3)$$

gdzie energia aktywacji  $W$  jest wielkością charakterystyczną dla danego materiału.

Przez kolejne wyznaczanie  $\tau(T)$  dla kilku wyższych temperatur można, na podstawie charakterystyki podanej zależnością (8.3), oszacować czas  $\tau$  dla interesującej nas temperatury  $T_1$  (pokojowej) w wyniku ekstrapolacji prostej  $\ln \tau(1/T)$  do właściwego przedziału (niższych) temperatur.

### 8.1.2. METODA PRĄDÓW TERMOSTYMULOWANYCH (TSDC)

Badanie procesów rozpraszania ładunku w warunkach zmieniającej się w funkcji czasu temperatury jest podstawowym zadaniem dziedziny badań pod wspólną nazwą badań przebiegów termostymulowanych. Badania przebiegów termostymulowanych można podzielić na badania prądów termostymulowanych, w tym prądów rozładowania (TSDC – *Thermo-Stimulated Discharge Current*) oraz termostymulowanego ładunku lub napięcia (TSQ). Podstawy techniki TSDC zostały przedstawione już w roku 1936 [61]. Od połowy lat 70. ubiegłego wieku techniki te znalazły powszechne zastosowanie w badaniach procesów gromadzenia i uwalniania ładunku i to zarówno w dielektrykach, jak i półprzewodnikach. Największą zaletą metod TSDC jest stosunkowo duża ilość informacji uzyskiwanych na potrzeby badań danego materiału w stosunkowo krótkim czasie. Duża liczba czynników wpływających na widmo TSD komplikuje jednak interpretację otrzymanych krzywych i spowodowała, że pojawiło się wiele modeli teoretycznych oraz technik pomiarowych. Teorii, modelom oraz zastosowaniom metod termostymulowanych poświęcono wiele prac, w tym monografii [203, 250, 261] opisujących ideę metody, najczęściej stosowane modele i techniki eksperymentalne czy interpretacyjne.

Badania przebiegów termostymulowanych znalazły zastosowanie również w ocenie mechanizmu zaniku ładunku w materiałach dielektrycznych o długim czasie życia ładunku. Zainteresowanie tymi metodami wynikało przede wszystkim z możliwości znacznego skrócenia czasu wykonywania badań.

Modelowy przebieg TSD przedstawiono na rysunku 8.2. Na powierzchni próbki, znajdującej się w temperaturze  $T_S$  w chwili  $t = 0$ , rozłożony jest ładunek o gęstości  $q_S(0)$ . Z powodu skończonej konduktywności dielektryka ( $\sigma > 0$ ) ładunek będzie neutralizowany na skutek przepływu prądu przewodnictwa, a jego gęstość będzie zależeć od czasu według zależności

$$q_S(t)|_{T=T_S} = -q_S(0) \exp\left[-\frac{t}{\tau_M(T_S)}\right], \quad (8.4)$$



w której:

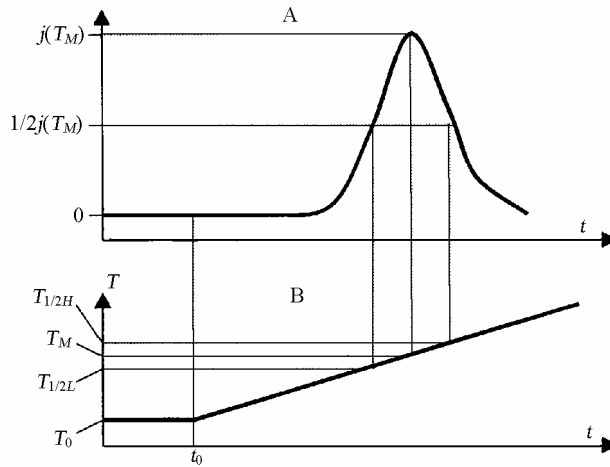
$q_S(0)$  – gęstość ładunku w chwili  $t = 0$ ,

$\tau_M(T_S) = \varepsilon \varepsilon_0 / \sigma(T_S)$  – maxwellowska stała czasu, będącą funkcją temperatury  $T$ , teraz dla  $T = T_S$ .

W warunkach rozładowania termostymulowanego równanie (8.4) przyjmie postać

$$q_S(t) \Big|_{T(t)} = -q_S(0) \exp \left\{ - \int_{t_0}^t \frac{dt}{\tau_M [T(t)]} \right\}, \quad (8.5)$$

gdzie  $t_0$  – czas rozpoczęcia pomiaru rozładowania TSDC.



Rys. 8.2. Czasowe przebiegi: gęstości prądu TSDC dla wykładniczej zależności czasu relaksacji ładunku od temperatury (A), temperatury próbki podczas analizy (B):

$T_{1/2H}, T_{1/2L}$  – charakterystyczne punkty odpowiednio dla aproksymacji Luščika (wzór (8.13)) i Grossweinerja (wzór (8.15))

Fig. 8.2. Time dependences of thermostimulated discharge current (A), and temperature of the sample (B):

$T_{1/2H}, T_{1/2L}$  – characteristic temperatures for Lusčik's (eq. (8.13)) and Grossweiner's (eq. (8.15)) approximations respectively

Gęstość prądu rozładowania  $j$  zwartej próbki

$$j = \frac{dq_S(t)}{dt} = - \frac{q_S(0)}{\tau_M [T(t)]} \left\{ - \int_{t_0}^t \frac{dt}{\tau_M [T(t)]} \right\}. \quad (8.6)$$

Po pominięciu wykładniczej zależności od temperatury konduktywności  $\sigma$

$$\sigma = \sigma_{\infty} \exp\left(-\frac{W}{kT}\right), \quad (8.7)$$

gdzie  $\sigma_{\infty}$  – stała,  
można dla  $\tau_M(T)$  napisać

$$\tau_M(T) = \tau_{M0} \exp\left(\frac{W}{kT}\right), \quad (8.8)$$

gdzie:

$W$  – energia aktywacji konduktywności  $\sigma$ ,

$\tau_{M0}$  – stała.

Po przyjęciu dalej liniowego narostu temperatury próbki w funkcji czasu

$$T = c + bt, \quad (8.9)$$

gdzie:

$c$  – stała,

$b = dT/dt$  – szybkość narostu temperatury,

wyrażenie określające gęstość prądu rozładowania próbki przyjmie postać

$$j(T) = \frac{dq_S(0)}{\tau_{M0}} \exp\left[-\frac{W}{kT} - \frac{1}{b\tau_{M0}} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{W}{kT}\right) dT\right]. \quad (8.10)$$

Zależność (8.10) wskazuje, że przebieg  $j(T)$  będzie miał maksimum takie, jak pokazane na rysunku 8.2. Po przyrównaniu do zera pochodnej  $dj(T)/dT$  można wyznaczyć temperaturę  $T_M$ , w której wystąpi maksimum prądu, oraz określić stałą  $\tau_{M0}$  z zależności

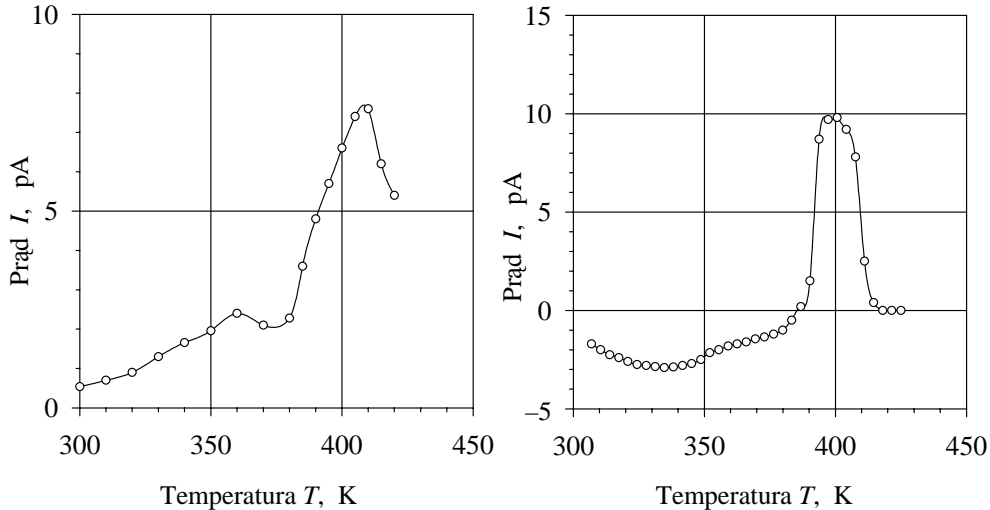
$$\tau_{M0} = \frac{kT_M^2}{bW} \exp\left(-\frac{W}{kT_M}\right). \quad (8.11)$$

Jak wynika ze wzoru (8.11), do wyznaczenia stałej  $\tau_{M0}$  niezbędna jest znajomość energii aktywacji procesu zaniku ładunku  $W$  (przy powyższych założeniach – energii aktywacji konduktywności  $\sigma$ ). Znajomość wartości  $\tau_{M0}$  pozwala z kolei oszacować stałą czasu zaniku ładunku  $\tau_M(T_S)$  w temperaturze przechowywania  $T_S$ .

Podobny kształt wyrażeń na wartość gęstości prądu rozładowania  $j(T)$  oraz stałej  $\tau_{M0}$  ( $\tau_0$ ) otrzymuje się dla innych mechanizmów rozpraszania ładunku lub zaniku polaryzacji, jeżeli zależą one w sposób podany zależnościami (8.4) i (8.8).

W powyższych rozważaniach wzięto pod uwagę pojedynczy mechanizm rozładowania. W rzeczywistości w każdym materiale występuje wiele różnych mechanizmów fizycznych o różnych czasach relaksacji, które dają wyraźne składowe do obserwowanych pików. Wzajemne nakładanie się pików powoduje, że rzeczywiste termogramy dla prądów TSDC są bardziej skomplikowane w stosunku do opisanego zależnością (8.10).

Przykładowe przebiegi krzywych TSDC otrzymane na próbkach z tworzywa polarnego – folii PET (Estrofol®) – różnymi metodami polaryzacji przedstawiono na rysunku 8.3A, B, [80, 205], a z tworzywa niepolarnego – folia poliimidowa (Kapton HN) – na rysunku 8.4 [137].



Rys. 8.3. Przebiegi prądów TSD na próbkach z folii PET (Estrofol 36  $\mu\text{m}$ ) polaryzowanej:  
 A – termoelektretowo ( $T_p = 390 \text{ K}$ ,  $U_p = 100 \text{ V}$ ,  $t_p = 1800 \text{ s}$ ),  
 B – ulotem ( $U_u = +4 \text{ kV}$ ,  $t_u = 30 \text{ min}$ ,  $T_u = 297 \text{ K}$ ). Próbki z elektrodą(ami) Al.  
 Szybkość podnoszenia temperatury  $b = 0,05 \text{ K/s}$  [80, 205]

Fig. 8.3. Thermostimulated discharge currents diagrams for PET foil (Estrofol 36  $\mu\text{m}$ )  
 A – thermoelectret ( $T_p = 390 \text{ K}$ ,  $U_p = 100 \text{ V}$ ,  $t_p = 1800 \text{ s}$ ),  
 B – corona charged ( $U_u = +4 \text{ kV}$ ,  $t_u = 30 \text{ min}$ ,  $T_u = 297 \text{ K}$ ).  
 Samples equipped with Al electrode(s). Temperature rise  $b = 0.05 \text{ K/s}$  [80, 205]

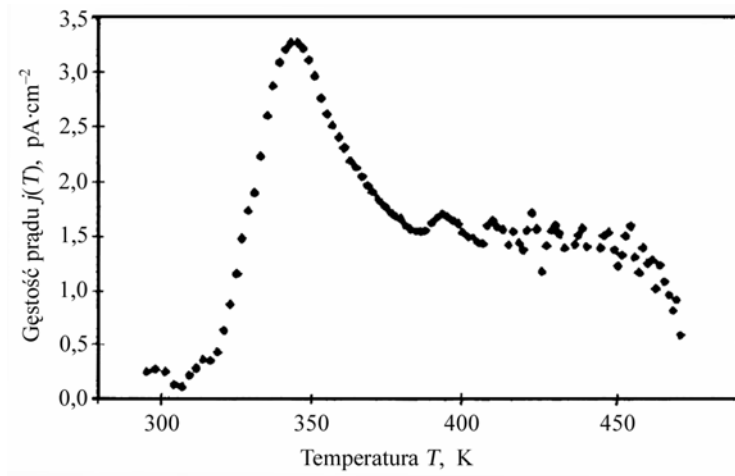
Ocena czasu życia ładunku wymaga znalezienia procesu i odpowiadającego mu piku dla mechanizmu relaksacji odpowiedzialnego za jego zanik. Zwykle czas życia (relaksacji) elektretu ocenia się na podstawie położenia (temperatury maksimum) i energii aktywacji piku występującego w najwyższej temperaturze, tzn. piku ładunkowego. Algorytmy procedur pozwalające izolować poszczególne piki oraz określać ich naturę można znaleźć w licznych monografiach (np. [203, 261]) czy artykułach i nie będą tu opisywane. Przy założeniu występowania jednego procesu relaksacji ładunku (izolowany pik prądowy) czas życia ładunku można ocenić na podstawie przedstawionych wcześniej wyrażeń.

Jak wynika z zależności (8.8) i (8.11), do wyznaczenia czasu relaksacji homoladunku konieczna jest znajomość energii aktywacji procesu depolaryzacji ładunku  $W$ . Wartość energii  $W$  można określić na podstawie kształtu przebiegu TSDC (charakte-

rystycznych punktów) według zależności przybliżonych. Jedną z nich jest przybliżony wzór Luščika [180]

$$W = \frac{0,967kT_M^2}{T_{1/2H} - T_M} \quad (8.12)$$

w którym  $T_{1/2H}$  jest temperaturą powyżej  $T_M$  (po przekroczeniu maksimum prądu TSDC), w której gęstość prądu rozładowania elektretu  $j(T)$  osiąga połowę wartości maksymalnej, tzn.  $j[T = T_{1/2H}] = 0,5 j(T_M)$ .



Rys. 8.4. Przebieg prądu TSD na folii PI (Kapton HN 25  $\mu\text{m}$ ) polaryzowanej ulotem – trioda powietrzna w warunkach:  $U_g = -1500$  V,  $t_u = 30$  min,  $T_u = 423$  K).

Próbka z elektrodą Al.

Szybkość podnoszenia temperatury  $b = 0,05$  K/s [137]

Fig. 8.4. Thermostimulated discharge currents diagrams for PI foil (Kapton HN 25  $\mu\text{m}$ ) corona charged (air triode,  $U_g = -1500$  V,  $t_u = 30$  min,  $T_u = 423$  K).

Sample equipped with Al electrode. Temperature rise  $b = 0.05$  K/s [137]

Po podstawieniu do wyrażenia (8.8) zależności (8.12) i (8.11) otrzymuje się dla elektretu przechowywanego w temperaturze  $T_S$

$$\tau(T_S) = \frac{T_{1/2H} - T_M}{0,976b} \exp \left[ \frac{0,976T_M^2 \left( \frac{1}{T_S} - \frac{1}{T_M} \right)}{T_{1/2H} - T_M} \right]. \quad (8.13)$$

Jeżeli w miejsce zależności (8.12) wprowadzi się przybliżony wzór Grossweine-ra [79]

$$W = \frac{1,41kT_{1/2L}T_M}{T_M - T_{1/2L}}, \quad (8.14)$$

w którym  $T_{1/2L}$  jest temperaturą poniżej  $T_M$  (przy naroście prądu – przed maksimum), w której gęstość prądu rozładowania  $j(T)$  osiąga połowę wartości maksymalnej, tzn.  $j(T_{1/2L}) = 0,5 j(T_M)$ , otrzymuje się

$$\tau(T_S) = \frac{T_M(T_M - T_{1/2L})}{1,41bT_{1/2L}} \exp \left[ \frac{1,41T_M T_{1/2L} \left( \frac{1}{T_S} - \frac{1}{T_M} \right)}{T_M - T_{1/2L}} \right]. \quad (8.15)$$

Zależności (8.13) i (8.15) wskazują, że do wyznaczenia czasu życia  $\tau(T_S)$  niezbędna jest znajomość wartości temperatury  $T_M$  i  $T_{1/2L/H}$  dla dobrze wykształconego piku (homoladunkowego) krzywej TSDC. Charakterystyczne punkty na krzywej TSDC, pozwalające na oszacowanie  $\tau(T_S)$  na podstawie zależności (8.13) i (8.15) przedstawiono też na rysunku 8.2.

### 8.1.3. METODA TERMOSTYMULOWANEGO ŁADUNKU (TSQ) (TERMOSTYMULOWANEGO NAPIĘCIA)

Jeżeli w warunkach rozładowania termostymulowanego gęstość ładunku  $q_S(t)$  będzie zadana równaniem (8.5), można je, po wprowadzeniu współczynnika

$$\alpha_t = \frac{\tau_M[T(t)]}{t_M(T_S)}, \quad (8.16)$$

sprowadzić do postaci

$$q_S(t) = -q_S(0) \exp \left\{ -\frac{1}{\tau_M(T_S)} \int_{t_0}^t \frac{dt}{\alpha_t[T(t)]} \right\}. \quad (8.17)$$

Założenie liniowego narostu temperatury z szybkością  $b = dT/dt$  pozwala wyrażenie (8.17) przekształcić do postaci

$$q_S(t) = -q_S(0) \exp \left\{ \frac{1}{b} \frac{-1}{\tau_M(T_S)} \int_{T_0}^T \frac{dT}{\alpha_t[T(t)]} \right\}, \quad (8.18)$$

gdzie  $T_0$  jest temperaturą początku rozładowania TSQ (odpowiada momentowi  $t_0$ ).

Po podstawieniu

$$t^* = \left(\frac{1}{b}\right) \int_{T_0}^T \frac{dt}{\alpha_T[T(t)]}. \quad (8.19)$$

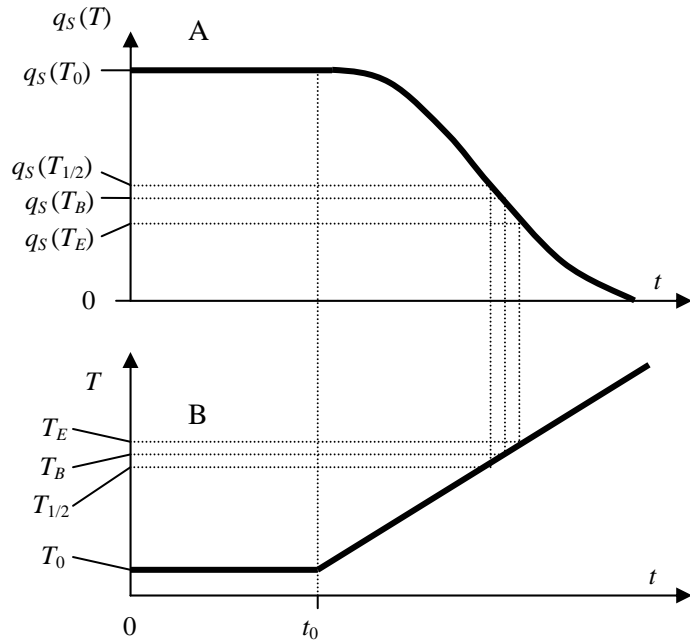
gdzie  $t^*$  ma wymiar czasu (tzw. czas zredukowany),  
równanie (8.18) będzie mieć postać

$$q_S(t) = -q_S(0) \exp\left[-\frac{t^*}{\tau_M(T_S)}\right]. \quad (8.20)$$

Wprowadzenie czasu zredukowanego  $t^*$  sprowadza do jednakowej postaci wyrażenia (8.20) i (8.4), uzyskane odpowiednio dla izo- i nieizotermicznego rozładowania elektretu. Przyjmując zależność  $\tau_M(T)$  zadaną równaniem (8.8), po zastosowaniu aproksymacji podanej przez Turnhouta [261] ostatecznie dla temperaturowej zależności gęstości ładunku otrzymuje się

$$q_S(T) = -q_S(T_0) \exp\left[\frac{-kT^2}{b\tau_{M0}W} \exp\left(-\frac{W}{kT_M}\right)\right]. \quad (8.21)$$

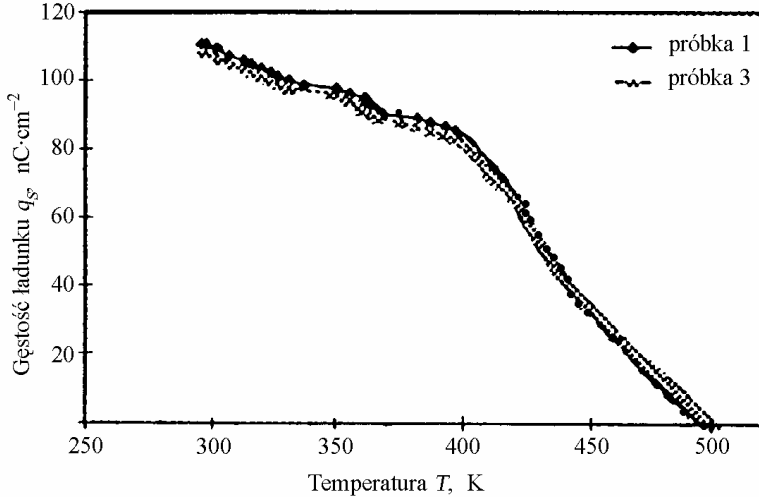
Wyrażenie (8.21) opisuje krzywą o charakterze malejącym, mającą punkt przegięcia w temperaturze  $T_B$  (rys. 8.5).



Rys. 8.5. Przebieg krzywej:  
A – rozładowania TSQ,  
B – temperatury próbki  
w czasie pomiaru

Fig. 8.5. Basic TSQ diagram  
(A), and time profile of the  
sample temperature (B)

Przedstawiony model dotyczy przypadku występowania pojedynczego, termicznie aktywowanego procesu relaksacji z jedną energią aktywacji. Obserwowane w praktyce przebiegi mogą znacznie odbiegać od przedstawionego na rysunku 8.5, zarówno z powodu występowania rozkładu czasów relaksacji  $\tau_{M0}$ , jak i ich energii aktywacji  $W$ . Przykładowe zależności otrzymane dla folii PI (Kapton HN) przedstawiono na rysunku 8.6.



Rys. 8.6. Przebieg TSQ dla próbki folii PI (Kapton HN), polaryzacja ulotem – trioda powietrzna ( $U_g = -2000$  V,  $t_u = 30$  min,  $T_p = 423$  K). Szybkość nagrzewania  $b = 0,085$  K/s [137]

Fig. 8.6. TSQ diagram for PI foil (Kapton NH) sample. Corona charging- air triode ( $U_g = -2000$  V,  $t_u = 30$  min,  $T_p = 423$  K). Temperature rise  $b = 0.085$  K/s [137]

Czas życia (czas relaksacji) ładunku na podstawie badań krzywych TSQ można ocenić przy założeniu, że gęstość mierzonego wypadkowego ładunku elektretu jest określona wyłącznie homoladunkiem (heteroladunek zanika zwykle w niższej temperaturze). Przyjmując założenia poczynione podczas wyprowadzania zależności (8.21), do oceny czasu życia można wykorzystać charakterystyczne punkty krzywej TSQ.

Jednym z punktów charakterystycznych jest tak zwana temperatura półzaniku  $T_{1/2}$ , w której

$$\frac{q_s(T_{1/2})}{q_s(0)} = \frac{1}{2}, \quad (8.22)$$

gdzie  $q_s(0) = q_s(T_0)$ .

Po połączeniu równań (8.20) i (8.22) otrzymuje się zależność wiążącą czas zredukowany z maxwellowskim czasem relaksacji

$$t^*(T_{1/2}) = 0,69 \tau_M(T_S), \quad (8.23)$$

w wyniku dalszych przekształceń, z uwzględnieniem zależności (8.19), otrzymuje się równanie

$$t(T_S) = \left( \frac{1,44}{b} \right) \int_{T_0}^{T_{1/2}} \frac{dt}{\alpha_t[T(t)]}. \quad (8.24)$$

Wzór (8.24) wiąże czas relaksacji homoladunku w ustalonej temperaturze  $T_S$  (po-kojowej) z temperaturą półzaniku ładunku  $T_{1/2}$ .

Jeżeli przyjmie się dalej, że czas relaksacji homoladunku może być określony wzorem Froelicha (zależność (8.8)), wyrażenie pod całką w równaniu (8.24) można aproksymować zależnością

$$\int_{T_0}^{T_{1/2}} \frac{dt}{\alpha_t[T(t)]} = \int_{T_0}^{T_{1/2}} \exp\left(-\frac{W}{k}\right) \left(\frac{1}{T_S} - \frac{1}{T_{1/2}}\right) dT = kT_{1/2}^2 \exp\left(-\frac{W}{k}\right) \left(\frac{1}{T_S} - \frac{1}{T_{1/2}}\right), \quad (8.25)$$

w której:

$W$  – energia aktywacji procesu rozładowania homoladunku,

$k$  – stała Boltzmannna.

Po podstawieniu wzoru (8.25) do wyrażenia (8.24) otrzymuje się ostatecznie [9]

$$\tau(T_S) = 1,44 \frac{kT_{1/2}^2}{bW} \exp\left(-\frac{W}{k}\right) \left(\frac{1}{T_S} - \frac{1}{T_{1/2}}\right). \quad (8.26)$$

Zależność ta wymaga do określenia stałej czasu rozładowania homoladunku  $\tau(T_S)$  znajomości energii aktywacji  $W$  procesu rozładowania elektretu, temperatury półzaniku  $T_{1/2}$  oraz szybkości nagrzewania  $b$ . Energię aktywacji  $W$  można wyznaczyć według krzywej  $q_S(T)$  [183] z zależności

$$W = \frac{kT_B^2}{bq_S(T_B)} \frac{dq_S(T)}{dT} \Big|_{T=T_B}. \quad (8.27)$$

W wyniku analizy zależności (8.21) stwierdzono, że temperatura  $T_B$ , w której występuje punkt przegięcia na krzywej  $q_S(T)$ , różni się od temperatury półzaniku ładunku  $T_{1/2}$ . Na podstawie znajomości temperatury  $T_{1/2}$  energię aktywacji  $W$  można wyznaczyć z zależności

$$W = \frac{1,44kT_{1/2}^2}{bq_S(T_{1/2})} \frac{dq_S(T)}{dT} \Big|_{T=T_{1/2}}. \quad (8.28)$$

Jeżeli znana jest temperatura  $T_E$ , w której

$$\frac{q_S(T_E)}{q_S(0)} = \frac{1}{e}, \quad (8.29)$$



gdzie  $e$  jest podstawą logarytmu naturalnego, zależność (8.26) zmienia postać [183]

$$\tau(T_S) = \frac{kT_E^2}{bW} \exp\left(-\frac{W}{k}\right) \left(\frac{1}{T_S} - \frac{1}{T_E}\right). \quad (8.30)$$

Charakterystyczne punkty temperaturowe, pozwalające wyznaczyć czas  $\tau(T_S)$  zaznaczono też na rysunku 8.5.

#### 8.1.4. UWAGI NA TEMAT BADAŃ PROCESÓW Z DŁUGIMI CZASAMI RELAKSACJI

Wyrażenia (8.13), (8.15), a także (8.26) wskazują, że po spełnieniu założeń poczynionych podczas ich wyprowadzania umożliwiają one, w stosunkowo krótkim czasie trwania eksperymentu (określonym czasem nagrzewania od temperatury  $T_0$  do temperatury całkowitego rozładowania próbki – powyżej  $T_M$ ), oszacować czas relaksacji  $\tau(T_S)$  elektretu utrzymywanego w temperaturze  $T_S$ . Wyniki badań doświadczalnych wskazują jednak na występowanie istotnych trudności w stosowaniu podanych wcześniej zależności. Wiązą się one z następującymi problemami:

↳ w dielektryku rzeczywistym występuje na ogół więcej niż jeden proces determinujący zanik ładunku,

↳ wobec dość szerokiego spektrum procesów relaksacyjnych występujących w stosowanych dielektrykach należy się liczyć z możliwością ich kolejnego uruchamiania w miarę podwyższania temperatury,

↳ trudności z jednoznacznym określeniem energii aktywacji  $W$  dla procesu charakteryzującego zanik ładunku w określonej temperaturze.

Ponieważ w przypadku materiałów z długimi czasami relaksacji istotna jest na ogół stabilność ładunku, ze względu na wymienione problemy stabilność tę charakteryzuje się zwykle nie za pomocą czasu relaksacji (życia), lecz za pomocą temperatury półzaniku  $T_{1/2}$  lub położenia maksimum piku ładunkowego  $T_M$ .

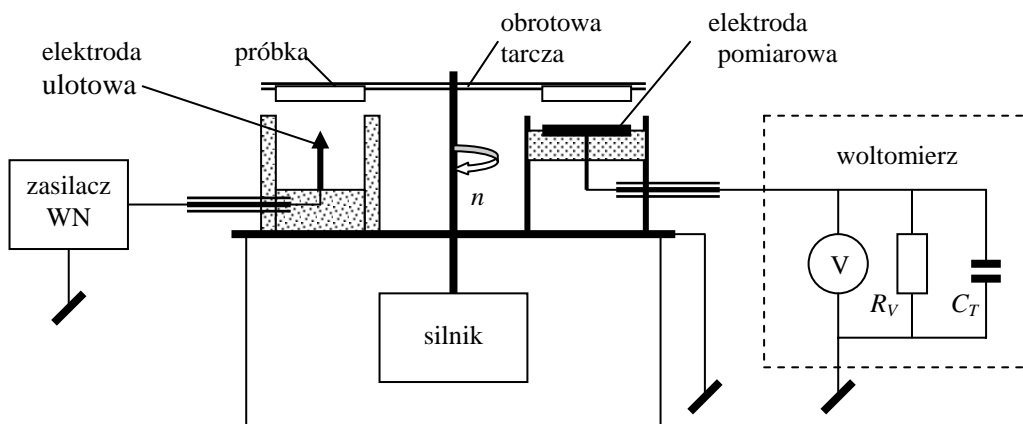
## 8.2. BADANIA CHARAKTERYSTYK ZANIKU NA MATERIAŁACH ZE ŚREDNIMI CZASAMI RELAKSACJI

Badania charakterystyk zaniku w materiałach ze średnimi czasami relaksacji, tzn. w zakresie  $10 \div 10^5$  s, wykonuje się na ogół w warunkach izotermicznych. Badania te prowadzi się zarówno ze względów poznawczych, jak i technicznych – porównawczych. W każdym przypadku istotnymi czynnikami wpływającymi na przebieg procesu relaksacji ładunku i ostatecznie na kształt charakterystyki jego zaniku są warunki

wstępnego ładowania próbek oraz ich rozładowania. Warunki te określają właściwości elektrod, metoda czy sposób ładowania, parametry ładowania i rozładowania, a także właściwości atmosfery, w jakiej jest prowadzony pomiar.

### 8.2.1. METODA WIRUJĄCEJ PRÓBKII

Metoda wirującej próbki należy do jednej z najprostszych i łatwych w realizacji metod badań charakterystyk zaniku ładunku. Stosuje się w niej przetwarzanie relatywnie wolno zmieniającej się gęstości ładunku badanego, wprowadzonego na próbki we wstępnej fazie pomiaru, na zmienne napięcie mierzone [109]. Szkic podstawowego układu pomiarowego pokazano na rysunku 8.7.



Rys. 8.7. Układ do pomiaru charakterystyk zaniku ładunku metodą wirującej próbki:  
 $R_V$ ,  $C_T$  – zastępcze, odpowiednio, rezystancja i pojemność wejściowa woltomierza

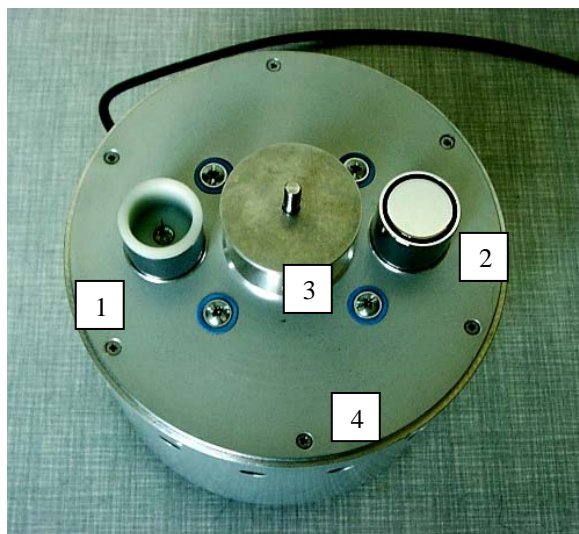
Fig. 8.7. Scheme of the set-up for the measurements of discharge characteristics by the rotating sample method:  $R_V$ ,  $C_T$  – equivalent input resistance and capacitance of the voltmeter, respectively

Przedstawiony układ pomiarowy działa w następujący sposób: Próbkę badanego materiału są zamontowane na metalowej tarczy i wirują nad elektrodami ulotową oraz pomiarową. Elektroda ulotowa jest wykonana w formie ostrza lub cienkiej struny (średnicy 0,03 mm) i dołączona do zasilacza wysokiego napięcia stałego. Do elektrody pomiarowej dołączony jest woltomierz napięcia zmiennego, stanowiący obciążenie  $R_V$ ,  $C_T$  dla źródła napięcia, jakim jest elektroda pomiarowa.

Proces badania charakterystyki zaniku ładunku (napięcia) przebiega w dwóch etapach. W pierwszym etapie wirujące próbki są poddawane procesowi wstępnej elektryzacji (formowania). Elektryzacja zachodzi podczas ich przesuwania przez obszar wyładowań wokół elektrody ulotowej i jest prowadzona przez określony czas ulotu  $t_u$  oraz przy określonej wartości i polarności napięcia ulotu  $U_u$ . Po upływie czasu elektryzacji (formowania)  $t_u$  napięcie  $U_u$  na elektrodzie ulotowej jest wyłączane i wprowa-

dzony ładunek zaczyna samoistnie zanikać. Zaczyna się drugi etap pomiaru, na który składa się ciągły pomiar i rejestracja napięcia indukowanego na elektrodzie pomiarowej. Zarówno w czasie elektryzacji, jak i po jej zakończeniu próbki przesuwają się nad elektrodą pomiarową, w której indukują napięcie przemienne.

Wartość napięcia jest mierzona woltmierzem lub też czytywana za pośrednictwem odpowiedniej karty do pamięci komputera. Zasilacz wysokiego napięcia powinien dostarczać regulowanego napięcia stałego w zakresie od (+) 10 kV do (–) 10 kV. Całość może mieć kontrolowaną atmosferę oraz temperaturę. Fotografie wewnętrznej części opracowanego przez autora przyrządu typu MRS-04 przedstawiono na rysunku 8.8.



Rys. 8.8. Przyrząd MRS-04 do badań charakterystyk zaniku ładunku metodą wirującej próbki. Widok po zdjęciu pokrywy górnej:

1 – elektroda ulotowa, 2 – elektroda pomiarowa,  
3 – oś do mocowania tarcz z próbką, 4 – obudowa z silnikiem

Fig. 8.8. MRS-04 instrument for the measurements of discharge characteristics by rotating sample method.

View with cover removed: 1 – Charging electrode,  
2 – measuring electrode, 3 – axis for mounting of discs for samples clamping, 4 – housing with a motor

Kształt uzyskiwanego przebiegu napięcia na elektrodzie pomiarowej jest ogólnie niesinusoidalny. Częstotliwość podstawowej harmonicznej  $f$  napięcia mierzonego  $U_{\omega}$  jest określona zależnością

$$f = \frac{nm}{60} \quad (8.31)$$

w której:

$m$  – liczba próbek umieszczonych na tarczy,

$n$  – prędkość obrotowa tarczy, obr/min,

$f$  – częstotliwość, na ogół nie przekraczająca 300 Hz.

Wartość amplitudy składowej zmiennej napięcia indukowanego na elektrodzie pomiarowej wiąże z gęstością ładunku wprowadzonego na próbkę  $q_s$  zależności podobne jak dla młynka polowego (podrozdz. 5.6). W sytuacji, kiedy obciążenie elektrody pomiarowej ma charakter czysto pojemnościowy, tzn. kiedy spełniony jest warunek  $\omega^2 R_V^2 C_T^2 \gg 1$ , amplituda napięcia na elektrodzie pomiarowej  $U_\omega$  nie zależy od częstotliwości sygnału  $f = \omega/2\pi$  i związana jest z gęstością ładunku na próbce  $q_s$  zależnością

$$U_\omega = \frac{q_s s}{2C_T(1 + \varepsilon \frac{l}{d})} \quad (8.32)$$

w której:

$C_T$  – pojemność obejmująca pojemność miernika napięcia, pojemność kabli wejściowych, pojemność elektrody pomiarowej do otoczenia i ewentualne pojemności dodatkowe,

$s$  – powierzchnia elektrody pomiarowej (w rozwiązaniach konstrukcyjnych powierzchnia próbki jest zwykle równa powierzchni elektrody pomiarowej),

$l$  – grubość szczeliny powietrznej między elektrodą pomiarową a próbką w chwili, gdy znajdują się jedna nad drugą,

$d$  – grubość próbki,

$\varepsilon$  – wartość względnej przenikalności elektrycznej próbki.

W przypadku pomiaru napięcia zastępczego próbek  $U_Z$  przekształcenia (8.32), przy zachowaniu (5.10) i założeniu  $d \ll l$ , prowadzą do zależności wiążącej je napięciem  $U_\omega$

$$U_\omega = \frac{U_Z s \varepsilon_0}{2C_T l}. \quad (8.33)$$

Jeżeli w miejsce próbek wprowadzić metalowe elektrody wzorcowe, przy zachowaniu odległości od powierzchni elektrody pomiarowej równej  $l$  oraz o tych samych powierzchniach co powierzchnie próbki –  $s$ , to – po spolaryzowaniu ich napięciem stałym o wartości  $U_P$  – zaobserwuje się wystąpienie na elektrodzie pomiarowej napięcia zmiennego o wartości amplitudy  $U_{op}$ . Znajomość obydwu napięć pozwala, na podstawie równania

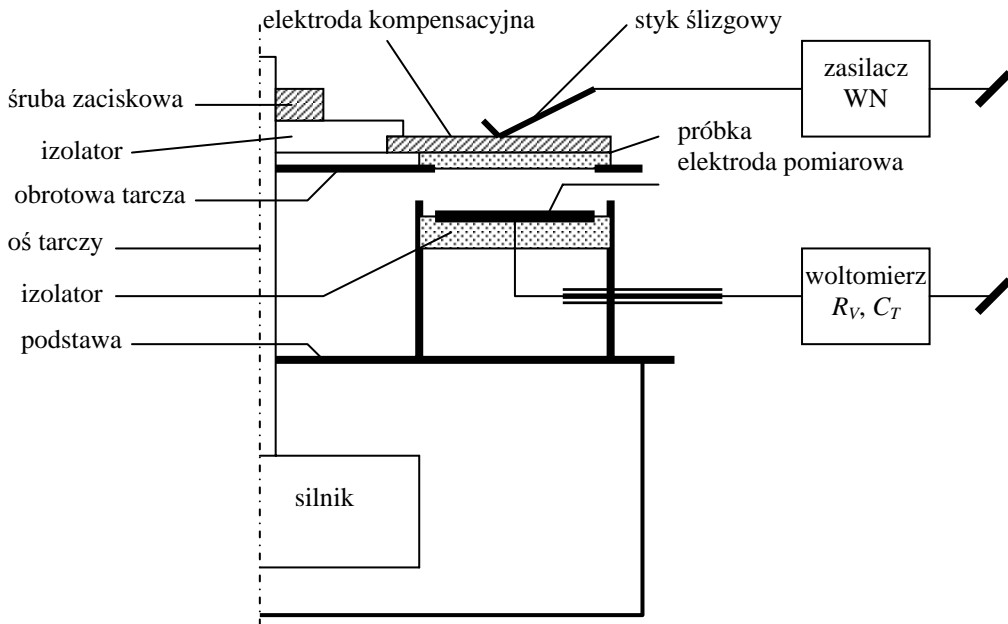
$$\frac{U_P}{U_{op}} = \frac{2C_T l}{s \varepsilon_0} \quad (8.34)$$

wyznaczyć wartość stałej, wiążącej napięcia  $U_\omega$  i  $U_Z$  według wzoru (8.33) i jednocześnie wyskalować tor pomiaru napięcia.

Często, zwłaszcza podczas oceny materiałów, najbardziej interesującym parametrem jest czas zaniku napięcia (ładunku) do określonej części wartości początkowej, a wartość i znak napięcia jest sprawą drugorzędną. W takiej sytuacji nie ma potrzeby

skalowania toru pomiaru napięcia. Ponieważ dla określonego rozwiązania konstrukcyjnego układu z wirującą próbką wartości napięcia początkowego  $U_\omega(0)$  na elektrodzie pomiarowej, jak pokazuje doświadczenie, nie zmieniają się w zbyt szerokich granicach, układ do pomiaru czasu zaniku można zautomatyzować [105].

W układzie pokazanym na rysunku 8.7 bezpośrednie pomiary napięcia na elektrodzie pomiarowej  $U_\omega$  pozwalają jedynie na wyznaczenie modułu gęstości ładunku  $q_S$  lub napięcia zastępczego  $U_Z$ . Znak ładunku naniesionego podczas formowania – wstępnej elektryzacji metodą ulotową – jest jednoznacznie określony polarnością elektrody ulotowej. W razie wykonywania pomiarów na próbkach elektryzowanych innymi metodami (np. tarciovą) określenie wartości i znaku ładunku lub napięcia zastępczego umożliwi zastosowanie metody kompensacyjnej. Układ pomiarowy z wirującą próbką w kompensacyjnej metodzie pomiaru napięcia zastępczego pokazano na rysunku 8.9.



Rys. 8.9. Schemat układu z wirującą próbką stosowanego w kompensacyjnej metodzie pomiaru napięcia zastępczego

Fig. 8.9. Scheme of the set-up with rotating samples, employing compensation method for equivalent voltage measurement

Układ przedstawiony na rysunku 8.9 działa w sposób zbliżony do zaprezentowanego na rysunku 8.7. Największa różnica polega na wprowadzeniu dodatkowego źródła pola elektrycznego, które kompensuje pole elektryczne w szczelinie powietrznej próbka–elektroda pomiarowa, wytwarzane przez naelektryzowane próbki. Pole wy-

padkowe indukuje na elektrodzie pomiarowej napięcie przemiennie, mierzone zewnętrznym woltomierzem. Wartość pola wypadkowego jest określona zależnością (5.9). Pomiar napięcia zastępczego próbki polega na takim dobraniu wartości i znaku napięcia polaryzującego elektrodę kompensacyjną  $U_B$ , aby miernik (lub wskaźnik) napięcia wskazywał zero. W takiej sytuacji natężenie pola elektrycznego w szczelinie jest równe zero i – zgodnie z zależnością (5.9) – napięcie zastępcze próbki  $U_Z = -U_B$ .

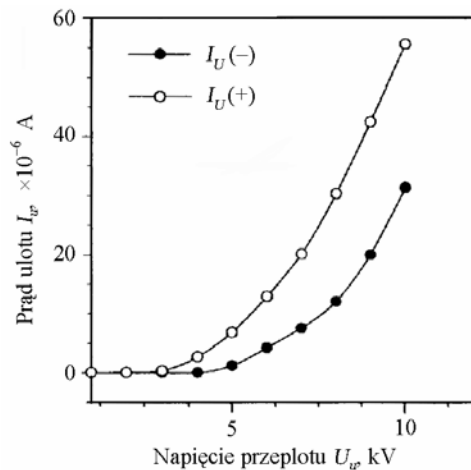
Zastosowanie takiego rozwiązania w przypadku stosunkowo szybkiego zaniku ładunku wymagałoby zastosowania układu automatycznej kompensacji.

W układzie z wirującą próbką, próbki zawsze są ładowane impulsowo w chwili, gdy wchodzi w „pole widzenia” elektrody ulotowej. Układ ładowania pokazany na rysunku 8.7 jest układem silnie nieliniowym i jako jeden z najprostszych nie pozwala na spolaryzowanie próbki do z góry zadanej wartości napięcia zastępczego  $U_Z$  lub gęstości ładunku  $q_S$ . Nieliniowość układu ładowania jest określona właściwościami wyładowczymi układu ostrze (struna)–płyta. Oprócz nieliniowości na charakterystykach prądowo-napięciowych  $I_u(U_u)$  układu wyładowczego pojawia się próg napięciowy. Ulot i ładowanie próbek rozpoczyna się po przekroczeniu napięcia progowego  $U_T$ . Typową zależność  $I_u(U_u)$ , obserwowaną w przypadku układu wyładowczego, stosowanego w rozwiązaniu uwidocznionym na rysunkach 8.8. i 8.9, w razie braku próbek na tarczy obrotowej, przedstawiono na rysunku 8.10. Wprowadzenie próbek łączy się z obniżeniem wartości prądu  $I_u$ .

Rys. 8.10. Charakterystyka  $I_u(U_u)$  dla układu wyładowczego stosowanego w przyrządzie pokazanym na rys. 8.8. Elektroda ulotowa w formie pojedynczego ostrza o promieniu 30 mm, grubość szczeliny powietrznej ostrze–tarcza – 20 mm

Fig. 8.10.  $I_u(U_u)$  characteristics for the corona discharge

set-up applied in equipment shown in Fig. 8.8. Point corona electrode with the diameter of 30  $\mu\text{m}$ , air gap thickness (between the discs and the corona electrode) – 20 mm



W powyższych układach jedynym elementem kontrolującym warunki ulotu oraz procesu ładowania próbek są znak i wartość napięcia polaryzującego  $U_u$  elektrodę ulotową oraz czas ładowania  $t_u$ .

Kontrolę gęstości ładunku nanoszonego w trakcie polaryzacji (wstępnej) umożliwia wprowadzenie do układu wyładowczego dodatkowej elektrody sterującej – siatki, co przekształca opisany układ do tzw. układu triody powietrznej. Właściwościom

układu triody powietrznej poświęcono wiele prac (np. [63, 74, 75, 169]), a ich omówienie wykracza poza ramy niniejszego opracowania. W układach pomiarowych, z zastosowaniem triody powietrznej wykorzystuje się głównie fakt, że w trakcie prowadzenia procesu ładowania-formowania do stanu nasycenia (ustalonego) napięcie zastępcze  $U_Z$  próbki (elektretu) jest praktycznie równe napięciu siatki triody  $U_G$ . Napięcie  $U_G$  może być ściśle kontrolowane i sterowane za pomocą zasilacza wysokiego napięcia stałego. Układ powietrznej triody nie znalazł jednak zastosowania w standardowych badaniach charakterystyk zaniku ładunku.

Jednym z problemów występujących w układzie z wirującą próbką są pomiary bardzo małych napięć i (lub) ładunków. Istotne stają się wówczas szумы generowane przez niestabilny kontakt między wirującą tarczą z próbkami a masą przyrządu w obecności niewielkiego, ale różnego od zera, napięcia kontaktowego. Wspomniane problemy występują jednak w przypadku napięć zastępczych rzędu pojedynczych woltów.



Rys. 8.11. Pełny układ do badania charakterystyk zaniku ładunku metodą wirującej próbki:

- 1 – część przetwarzająca z wirującymi próbkami – przyrząd MRS-04,
- 2 – woltomierz napięcia zmiennego z interfejsem typu IEEE-488,
- 3 – zasilacz regulowany wysokiego napięcia stałego,
- 4 – komputer personalny z kartą GPIB do akwizycji danych

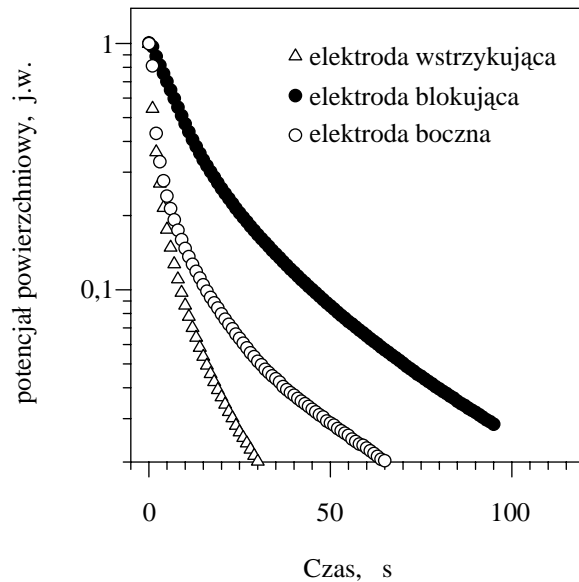
Fig. 8.11. A complete set-up for measurements of discharge characteristics by the rotating sample method: 1 – convering part – MRS-04 instrument,

2 – a.c. voltmeter with the IEEE-488 interface,

3 – high voltage d.c. regulated power supply, 4 – PC with GPIB card for data acquisition

Ze względu na fakt, że źródłem napięcia indukowanego na elektrodzie pomiarowej może być kilka próbek, podczas pomiaru następuje uśrednienie wyników z liczby oraz powierzchni każdej z próbek.

Fotografię jednego z opracowanych przez autora układów – układ z wirującą próbką przedstawiono na rysunku 8.11, a przykład charakterystyk zaniku otrzymanych dla obiektu rozładowywanego w różnych układach – na rysunku 8.12.



Rys. 8.12. Charakterystyki zaniku potencjału na próbkach tkaniny PP/PA po elektryzacji ulotem ( $U_U = +7$  kV,  $t_U = 200$  s,  $T = 295$  K). Widoczny istotny wpływ właściwości układu rozładowania (elektrody tylnej) na kształt charakterystyki [128]

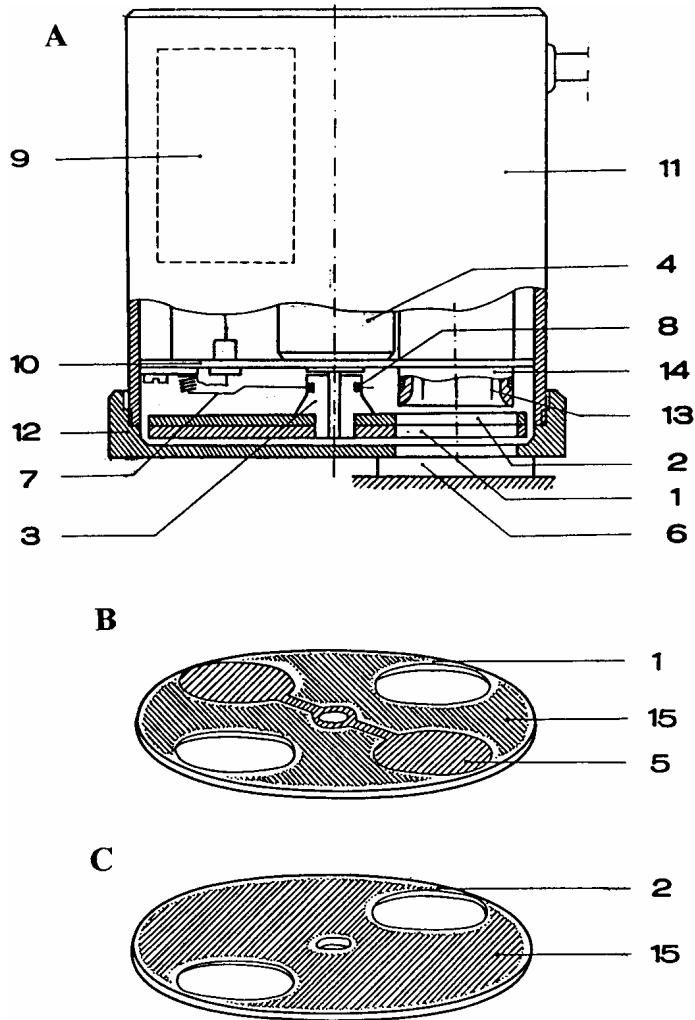
Fig. 8.12. Discharge characteristics for PP/PA fabric after corona charging ( $U_U = +7$  kV,  $t_U = 200$  s,  $T = 295$  K). There is visible a serious influence of the discharge circuit (rear electrode) properties on the shape of the decay curve [128]

### 8.2.2. METODA WIRUJĄCEJ ELEKTRODY POMIAROWEJ

Największą wadą metody przedstawionej w podrozdziale 8.2.1 jest konieczność preparowania próbki(ek), co uniemożliwia wykonywanie pomiarów na gotowych obiektach lub wymaga ich zniszczenia w celu pobrania próbek. Innym rozwiązaniem, pozbawionym wymienionej wady, jest opracowana przez autora głowica z wirującą elektrodą pomiarową [107, 111], której zasadę działania przedstawiono na rysunku 8.13A–C.

Wirująca tarcza pomiarowa (1) oraz ekranująca (2) są zamocowane za pomocą izolatora (3) na osi silnika (4). Tarcze wykonano z jednostronnie metalizowanego laminatu w sposób pokazany na rysunku 8.13B i C. Napięcie, indukowane na elektrodzie pomiarowej (5) przez ładunek na próbce (powierzchni) (6), jest podawane przez styk ślizgowy (7) (8) na przedwzmacniacz (9). Cały układ napędowy, za pomocą tarczy nośnej (10), jest przymocowany do obudowy (11), zamkniętej z dołu stopką (12). Na osi otworu w stopce (12) na tarczy (10) zamocowano układ ostrzy koronujących (13) ekranowany ekranem (14). W celu pełnego ekranowania elektrod pomiarowych (5) tarcze (1) i (2) wyposażono w dodatkowe ekrany (15), połączone z masą przyrządu.

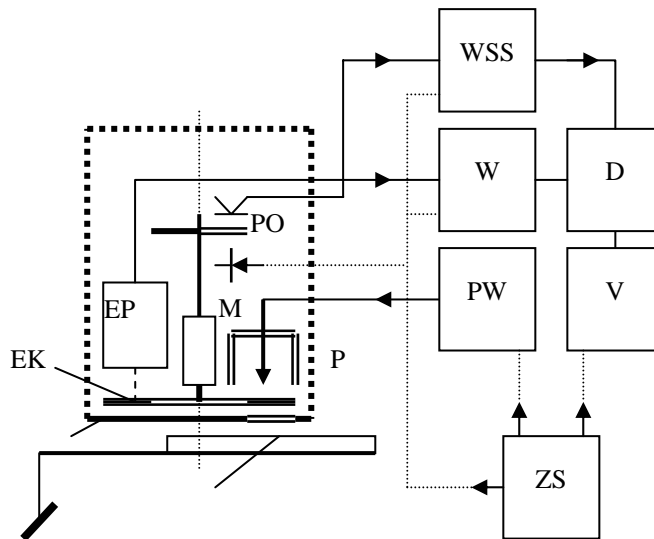




Rys. 8.13. Przekrój przez głowicę elektryzacyjno-pomiarową do badań charakterystyk zaniku ładunku (A), szkic tarczy pomiarowej (B) i ekranującej (C) [107]

Fig. 8.13. Cross-section of a charging-measuring head of the instrument for decay curves measurements (A), a sketch of measuring (B) and shielding (C) discs [107]

Podczas pomiaru stopkę (12) głowicy umieszcza się na powierzchni badanego obiektu (6). Pomiędzy próbkę (6) a elektrody ulotowe (13) jest okresowo wprowadzana przesłona, składająca się z tarcz (1) i (2). W chwili, gdy tarcza ekranująca całkowicie zasłania elektrody ulotowe, w „pole widzenia” próbki wchodzi elektroda pomiarowa (5), na której indukuje się ładunek proporcjonalny do ładunku wprowadzonego na powierzchnię (6). Schemat pełnego układu pomiarowego przedstawiono na rysunku 8.14.



Rys. 8.14. Schemat pełnego układu pomiarowego z głowicą elektryzacyjno-pomiarową.  
Objaśnienia w tekście [111]

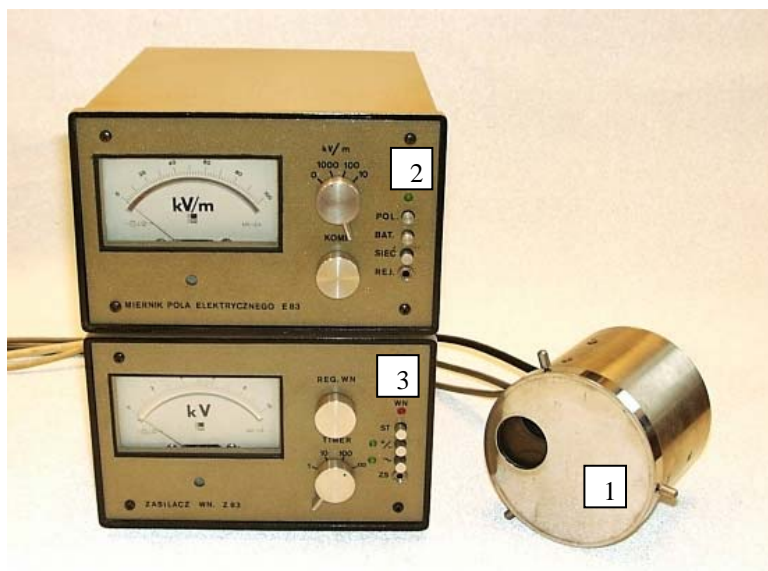
Fig. 8.14. Scheme of the complete measuring circuit employing charging-measuring head.  
Explanation in the text [111]

Wytwarzane przez próbkę (P) pole elektryczne wnika przez otwór w stopce (S) głowicy elektryzacyjno-pomiarowej, indukując na obracającej się elektrodzie pomiarowej (EP) zmienne napięcie pomiarowe. Napięcie to, po wzmocnieniu w przedwzmacniaczu (PW) o wysokiej impedancji wejściowej, jest dalej wzmacniane we wzmacniaczu zasadniczym (W) i poddane detekcji fazowej w detektorze (D) w celu określenia znaku mierzonego ładunku. Po detekcji napięcie stałe jest mierzone woltmierzem (V). Sygnał synchronizacji dla detektora fazowego jest uzyskiwany ze wzmacniacza (WSS), sterowanego z przetwornika optoelektronicznego, współpracującego z dodatkową tarczą umieszczoną na osi silnika (M).

Wstępna elektryzacja badanej powierzchni za pomocą ulotu wysokiego napięcia występuje w momentach, kiedy „widzi” ją, zasilana z zewnętrznego zasilacza wysokiego napięcia (ZWN), elektroda koronująca (EK). Zasilacz (ZWN) umożliwia podanie na określony czas  $t_u$  (czas elektryzacji) wymaganego napięcia  $U_u$  (0÷10 kV) obu polarności. Całość jest zasilana z zasilacza sieciowego (ZS).

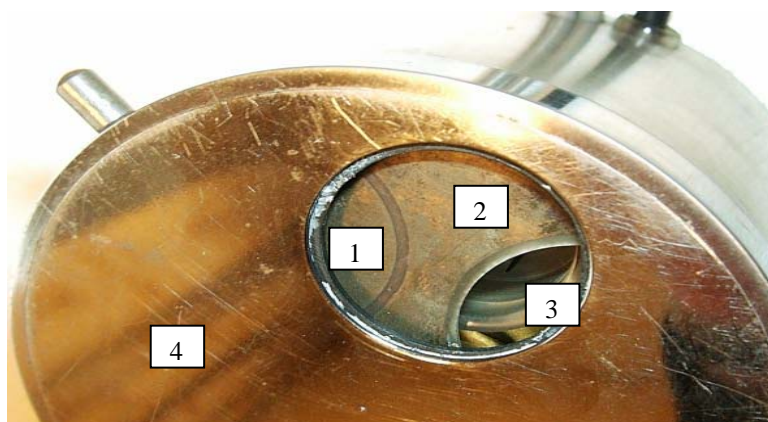
Zrealizowany przez autora zestaw pomiarowy typu EZ-83 przedstawiono na rysunku 8.15, a szczegóły tarczy z obrotowymi elektrodami – na rysunku 8.16.

Przykład charakterystyki zaniku ładunku otrzymanej za pomocą opisanej aparatury dla elektryzowanej ulotem powierzchni posadzki ceramicznej pokazano na rysunku 8.17.



Rys. 8.15. Fotografia zestawu typu EZ-83 z głowicą elektryzacyjno-pomiarową do badań charakterystyk zaniku potencjału: 1 – głowica elektryzacyjno-pomiarowa, 2 – panel pomiarowy, 3 – zasilacz regulowany wysokiego napięcia stałego z wyłącznikiem czasowym

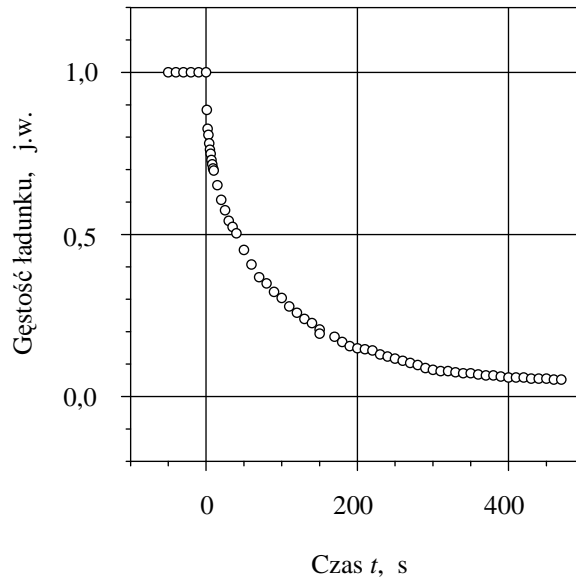
Fig. 8.15. View of the EZ-83 set-up with charging-measuring head for investigations of decay curves: 1 – charging-measuring head, 2 – measuring panel, 3 – high voltage d.c. regulated power supply with a timer



Rys. 8.16. Widok elektrod przez otwór w stopce głowicy elektryzacyjno-pomiarowej zestawu EZ-83:

1 – elektroda pomiarowa, 2 – ekran tarczy pomiarowej, 3 – jedno z ostrzy elektrody ulotowej, 4 – chromowana stopka

Fig. 8.16. View through the window in the foot of the charging-measuring head of EZ-83 set-up: 1 – measuring electrode, 2 – shielding of the measuring disc, 3 – one of corona point electrodes, 4 – chrom-plated foot



Rys. 8.17. Charakterystyka zaniku ładunku dla posadzki ceramicznej przy użyciu zestawu EZ-83. Elektryzacja wstępna ulotem ( $U_u = +10$  kV,  $t_u = 10$  s,  $T = 298$  K, wilgotność powietrza podczas kondycjonowania i pomiaru  $h = 45 \pm 5\%$ )

Fig. 8.17. Discharge characteristics obtained by means of EZ-83 set-up for ceramic plates floor. Corona charging ( $U_u = +10$  kV,  $t_u = 10$  s,  $T = 298$  K, relative humidity of air for measurement and floor conditioning  $h = 45 \pm 5\%$ )

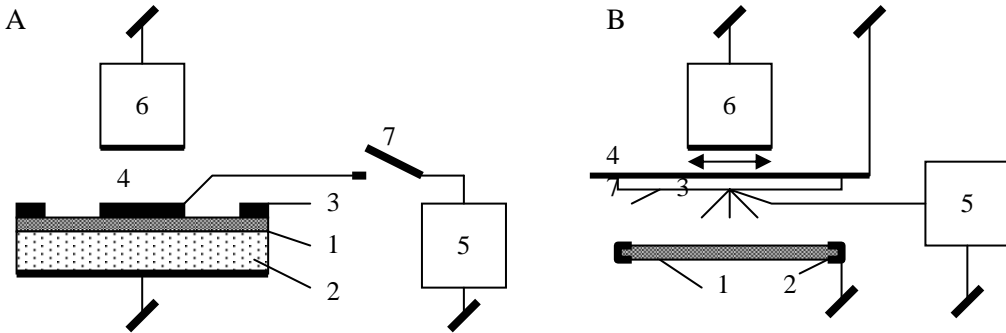
### 8.2.3. METODY Z ZASTOSOWANIEM MIERNIKÓW POLA

Omówione wcześniej mierniki pola z przetwarzaniem (młynki polowe) można stosować do wyznaczania charakterystyk zaniku ładunku w dielektrykach ze średnimi czasami relaksacji, w warunkach izotermicznych (na ogół w temperaturze pokojowej).

Na rysunku 8.18 przedstawiono schematycznie układy pomiarowe do badań charakterystyk zaniku, z zastosowaniem różnych metod wstępnej elektryzacji próbek [19].

W przypadku podanym na rysunku 8.18A próbka badanego dielektryka (1) jest ułożona na nieprzewodzącej podkładce (2), do której jest dociśnięta metalowymi elektrodami (3) i (4). Elektroda (4) jest przyłączana, za pomocą wyłącznika (7), na czas polaryzacji  $t_p$  do źródła wysokiego napięcia (5). W czasie polaryzacji miernik pola (młynek polowy) (6) wskazuje pole wytwarzane przez elektrodę (4) w szczelinie powietrznej elektroda–miernik. Wartość natężenia pola jest określona grubością szczeliny powietrznej oraz wartością napięcia polaryzacji elektrody (4)  $U_p$ . Elektroda (3) jest uziemiona, podobnie jak i druga końcówka źródła napięcia (5). Po odłączeniu napięcia  $U_p$  ładunek zgromadzony na elektrodzie (4) maleje z czasem, podobnie jak pole elek-

tryczne w szczelinie powietrznej, mierzone przez miernik pola (6). Rejestracja przebiegu natężenia pola w funkcji czasu umożliwia otrzymanie charakterystyki zaniku ładunku.



Rys. 8.18. Wyznaczanie charakterystyk zaniku ładunku za pomocą miernika pola:  
 A – układ z wstępnie polaryzowaną elektrodą, B – układ z ulotową elektryzacją próbki.  
 Objasnienia w tekście

Fig. 8.18. Discharge characteristic determination with application of a fieldmeter:  
 A – set-up with polarised electrode, B – set-up with corona charging of the sample.  
 Explanations in the text

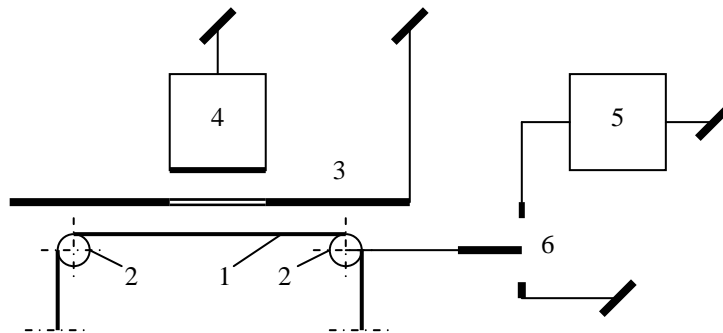
W przypadku przedstawionym na rysunku 8.18.B. próbka badanego materiału (1), umieszczona w uziemionym uchwycie (2), jest elektryzowana ulotem z przesuwanej elektrody ulotowej (3), zasilanej wysokim napięciem stałym z zasilacza (5). Elektroda (3) jest umieszczona na izolacyjnej płycie (7) z ekranem elektrostatycznym (4). Po upływie czasu elektryzacji  $t_u$  następuje szybkie przesunięcie elektrody ulotowej (3) wraz z ekranem (4) w taki sposób, aby w „pole widzenia” miernika pola (6) weszła próbka (1). Stosuje się również podobny układ pomiarowy, w którym zamiast elektrody ulotowej przesuwana jest badana próbka [218].

Mierniki pola znajdują zastosowanie również w układach przeznaczonych do innych metod wstępnego ładowania badanych próbek (np. ładowanie tarciami) [19, 40, 218].

Ze względu na możliwość precyzyjnego określenia początku lub końca procesu ładowania próbki, duże zastosowanie znalazły metody z indukcyjnym ich ładowaniem [16, 17, 263].

Uproszczony układ pomiarowy do badań charakterystyk zaniku ładunku z indukcyjnym ładowaniem próbki przedstawiono na rysunku 8.19. Próbka badanej folii (1) jest rozpięta między dwoma rolkami – izolowanymi, ekwipotencjalnymi elektrodami (2). Całość jest otoczona ekranem elektrostatycznym (3) z otworem, na przeciwko którego zamocowano miernik pola (4). Elektrody (2) podczas wstępnej elektryzacji są dołączane do źródła wysokiego napięcia (5). Na skutek skończonej rezystywności materiału folii, po upływie czasu elektryzacji  $t_p$ , następuje naładowanie pojemności

folia–ekran (częściowe lub całkowite). Miernik pola wskazuje wówczas maksymalną wartość pola w szczelinie próbki (1)–miernik (4). Po naładowaniu próbki (1) elektrody (2) są uziemiane i miernik pola (4) rejestruje czasowe zmiany natężenia pola w funkcji czasu. Umożliwiają one otrzymanie charakterystyki zaniku ładunku na próbce badanej folii.



Rys. 8.19. Układ do badania charakterystyki zaniku ładunku ze wstępnym ładowaniem próbek metodą indukcyjną [16].  
Objaśnienia w tekście

Fig. 8.19. A set-up for the charge decay characteristics determination with initial charging of samples by induction method [16].  
Explanations in the text

Przedstawione rozwiązania są stosowane przede wszystkim do badań materiałów ze średnimi czasami zaniku ładunku (materiały antystatyczne). Ograniczenie powodowane krótkimi czasami wynika głównie ze stałej czasowej mierników pola, która w przypadku większości typowych młynków polowych jest nie mniejsza niż 50 ms. Ze względu na długie czasy ograniczeniem jest tylko czas trwania eksperymentu.

Należy podkreślić, że w przedstawionych układach można stosować jedynie mierniki pola z przetwarzaniem, jako że tylko one zapewniają wystarczającą stabilność zera. Technika pomiaru wyklucza możliwość zastosowania przyrządów z układami próbkującymi (*sample & hold*). Ze względu na zjawisko płynięcia zera zastosowanie prostych sond indukcyjnych jest ograniczone do pomiarów na materiałach z krótkimi czasami relaksacji [17].

### 8.3. BADANIA NA MATERIAŁACH Z KRÓTKIMI CZASAMI RELAKSACJI

Badania obejmują pomiary ładunku lub napięcia z czasami relaksacji lub tzw. czasami połowicznego zaniku poniżej 1 s. Ze względu na stosunkowo krótki czas obserwacji zaniku ładunku stosuje się do jego pomiaru opisane w podrozdz. 5.1 proste son-

dy indukcyjne, dołączone do wejścia wzmacniaczy stałoprądowych o dużej impedancji wejściowej lub do elektrometrów pracujących w układzie mierników ładunku albo napięcia. Zastosowanie prostych sond indukcyjnych wiąże się przede wszystkim z ich bardzo krótkim czasem odpowiedzi i niewielkim wpływem (podczas krótkich czasów pomiaru) efektu dryftu zera. Proporcjonalny do gęstości ładunku (na obiekcie) sygnał napięciowy z sondy steruje, poprzez wzmacniacz elektrometryczny, oscyloskop pamięciowy lub kartę komputera prowadzącego zapis napięć próbkowanych z określoną częstotliwością.

Istotnym elementem układu pomiarowego może być układ synchronizacji momentu wyzwania podstawy czasu oscyloskopu (lub procesu próbkowania, pomiaru i zapisu) z końcem okresu wstępnej polaryzacji próbki. Zapis sygnału z sondy może być jednak w określonych przypadkach prowadzony również podczas procesu polaryzacji (np. przy polaryzacji metodą indukcyjną). W takiej sytuacji można uniknąć problemu synchronizacji. Wyłączenie pola polaryzującego w trakcie zapisu może się łączyć z generacją szybkich impulsów przejściowych, które mogą utrudnić zdejmowanie charakterystyki zaniku za pomocą przetwornika A/C. Ponieważ zakresy czasów analizy zaniku ładunku, wchodzące w zakres zainteresowań szeroko pojętej elektrostatyki, nie są zwykle krótsze niż  $10^{-4}$  s, dlatego obecnie nie obserwuje się ograniczeń aparaturowych spowodowanych szybkością zapisu.

W przypadku badań szybkich zmian natężenia pola zastosowanie układów z przetwarzaniem jest ograniczone stałą czasu stosowanego zwykle integratora, którego istnienie jest immanentną cechą tego typu przyrządów. Ponieważ częstotliwość przetwarzania jest na ogół nie większa niż 300 Hz, wspomniana stała czasu jest na poziomie co najmniej 30÷50 ms.

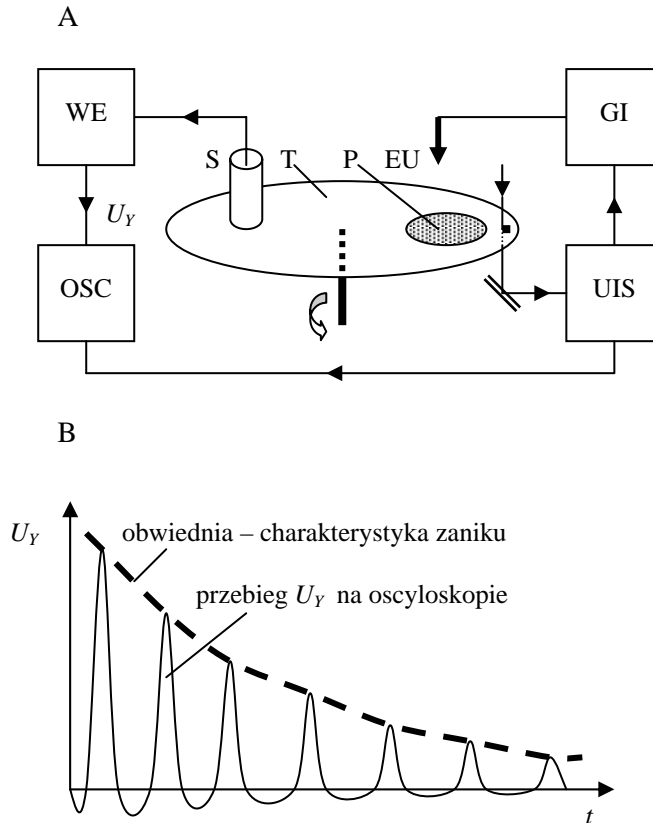
Innym elementem, ważnym podczas obserwacji szybkich zmian ładunku, jest konieczność zapewnienia jednoznacznego i powtarzalnego określenia momentu zakończenia elektryzacji wstępnej. Ostatni z warunków sugeruje jako najwygodniejszy sposób ładowania próbek metodę indukcji oraz ulotową.

### 8.3.1. METODA OKRESOWEGO PRÓBKOWANIA

Impulsową metodę ładowania ulotem i pomiaru zaniku potencjału na próbkach z krótkimi czasami zaniku przedstawiono między innymi w pracy [33]. Obserwację charakterystyki zaniku prowadzono za pomocą oscyloskopu oraz układu z tarczą, przetwarzającego ładunek wprowadzony na próbkę na ciąg impulsów o zmieniającej się amplitudzie. Szkic układu pomiarowego oraz obserwowane przebiegi przedstawiono na rysunku 8.20A i B.

Układ działa podobnie do opisanego w podrozdziale 8.2.1. Istotna różnica polega na innym obszarze analizy sygnału i polaryzacji próbki. W układzie przedstawionym na rysunku 8.20A próbka (P), umieszczona na obrotowej metalowej tarczy (T), przemieszcza się kolejno pod elektrodą ulotową (EU) oraz sondą pomiarową (S). Sonda (S) jest dołączona do szybkiego wzmacniacza elektrometrycznego (WE) i dalej do

wejścia Y oscyloskopu (OSC). Elektroda ulotowa (EU) natomiast jest dołączona do generatora impulsów wysokiego napięcia (GI). Zarówno generator (GI), jak i podstawa czasu oscyloskopu są wyzwalane impulsem z układu wyzwalającego (UIS), synchronizującego je z obrotami tarczy (T).



Rys. 8.20. Wyznaczanie charakterystyki zaniku ładunku metodą okresowego próbkowania (A), przebieg napięcia na sondzie (B). Objaśnienia w tekście  
 Fig. 8.20. Discharge characteristic determination by periodical sampling method (A), transient voltage on the induction probe (B). Explanations in the text

W tym układzie proces zaniku ładunku jest określony zmianą wysokości impulsów napięcia występujących na sondzie (S) podczas kolejnych przejść próbki (P) nad sondą, charakterystykę zaniku ładunku tworzy natomiast obwiednia obserwowanego sygnału – ciągu impulsów (rys. 8.20B). W metodzie tej nie ma pomiaru ciągłego, a ładunek jest przetwarzany (próbkowany) przez elektrodę – sondę indukcyjną – jedynie przez krótki okres z częstością równą częstości obrotów tarczy.



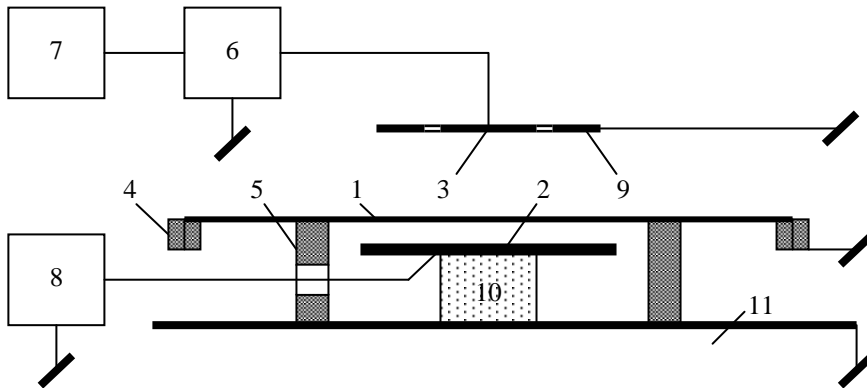
Należy zaznaczyć, że zastosowanie w układzie z rysunku 8.20A sondy indukcyjnej o dużej rozdzielczości, umieszczonej w małej odległości od próbki, umożliwi analizę rozkładu gęstości ładunku wzdłuż analizowanej „linii” (ściślej łuku).

Możliwości pomiarowe układu ze względu na krótkie czasy określa prędkość obrotowa tarczy. Dzięki zastosowaniu większej liczby jednakowych sond, czas między kolejnymi impulsami próbkowania można skrócić do 1 ms.

### 8.3.2. METODA OKNA POLOWEGO

Jednym z podstawowych obszarów zastosowań badań charakterystyk zaniku jest ocena materiałów antystatycznych. W materiałach tych czasy zaniku ładunku mogą przyjmować wartości znacznie krótsze niż 1 s. Jedną z metod oceny szybkości zmian gęstości ładunku podczas ładowania próbek badanego materiału jest metoda okna polowego [17, 50, 85].

W metodzie tej zastosowano indukcyjne ładowanie próbki przy ciągłej obserwacji krzywej zaniku ładunku indukowanego na elektrodzie pomiarowej. Schematyczny szkic układu pomiarowego, przeznaczonego do badania charakterystyk zaniku ładunku na tkaninach, przedstawiono na rysunku 8.21.



Rys. 8.21. Schemat układu pomiarowego przeznaczonego do badania charakterystyk zaniku ładunku metodą okna polowego [8.43]. Objasnienia w tekście

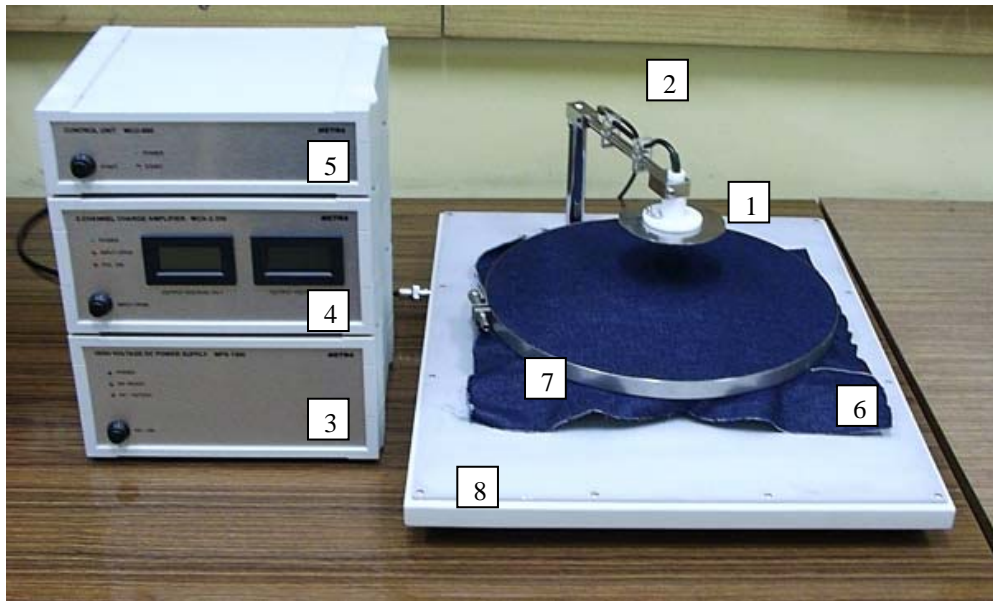
Fig. 8.21. Scheme of the set-up for charge decay characteristics investigations by field-window method [8.43]. Explanations in the text

Próbka badanego materiału (1) jest umieszczona pomiędzy elektrodami polaryzującą (2) i pomiarową (3). Próbka jest rozpięta na uziemionym pierścieniu (4) i wsparta uziemioną elektrodą cylindryczną (5). Elektroda pomiarowa (5) jest otoczona pierścieniem ochronnym (9) i dołączona do wzmacniacza ładunkowego (6). Napięcie z wyjścia wzmacniacza (6) steruje szybki rejestrator (7). Elektroda polaryzująca (2), wsparta izolatorem (10), jest zasilana z zasilacza wysokiego napięcia stałego (8). Cały system elektrod jest zamontowany na uziemionej podstawie (11).

W tej metodzie ładunek indukowany na elektrodzie pomiarowej (3) jest rezultatem działania pola elektrycznego występującego w szczelinie powietrznej próbka – elektroda. Pole to ma dwie składowe. Jedną jest pole wytwarzane między elektrodą pomiarową (3) (znajdującą się na potencjale bliskim zera) a elektrodą polaryzującą (2). Druga składowa pochodzi od ładunku gromadzącego się na powierzchni próbki (1), dopływającego z ziemi, na skutek skończonej rezystywności materiału próbki. Ładunek ten, w miarę narastania w czasie, kompensuje pole od elektrody polaryzującej (2). Próbka (1) tworzy zatem swego rodzaju „okno” lub ekran elektrostatyczny pomiędzy elektrodami (2) i (3), przez które działa pole od elektrody polaryzującej (2).

Proces zaniku ładunku indukowanego na elektrodzie (3) obserwuje się od chwili przyłożenia skoku potencjału (czas narostu napięcia polaryzacyjnego powinien być mniejszy niż  $30 \mu\text{s}$ ) do elektrody (2). Możliwość precyzyjnego określenia początku procesu polaryzacji pozwala dobrze określić początek procesu zaniku ładunku mierzonego, a także synchronizować nim zapis napięcia indukowanego na elektrodzie (3) [63, 275].

Fotografię opracowanego przez autora układu pomiarowego, działającego według przytoczonej wcześniej zasady, przedstawiono na rysunku 8.22.



Rys. 8.22. Fotografia układu do badania charakterystyki zaniku ładunku metodą okna polowego:  
 1 – zespół elektrody pomiarowej, 2 – uchylne ramie, 3 – zasilacz napięcia polaryzującego (MPS-1200),  
 4 – dwukanałowy wzmacniacz ładunku (MCA-2-200), 5 – układ sterująco-rejestrujący (MCU-800),  
 6 – próbka, 7 – pierścień zaciskowy, 8 – podstawa

Fig. 8.22. Photograph of a set-up for the measurements of charge decay curves by application of the field-window method: 1 – measuring electrode set, 2 – moving arm, 3 – dc power supply (MPS-1200), 4 – two-channel charge amplifier (MCA-2-200), 5 – control and data storage unit (MCU-800), 6 – sample, 7 – clamping ring, 8 – base

W skład układu wchodzi zespół elektrody pomiarowej (1) umieszczony na uchylnym ramieniu (2), zasilacz napięcia polaryzacyjnego z zewnętrznie sterowanym wyłącznikiem wysokiego napięcia (3), dwukanałowy wzmacniacz ładunkowy (4) oraz mikroprocesorowy układ sterowania i rejestracji ładunku (5). Próbką badanej tkaniny (6) jest rozpinana na metalowym, uziemionym pierścieniu (7) i oparta na uziemionej pierścieniowej elektrodzie wsporczej, wewnątrz której znajduje się elektroda polaryzująca. Obie elektrody, niewidoczne na rysunku, znajdują się pod powierzchnią próbki. Zespół elektrod wraz z próbką są zamontowane na uziemionej podstawie (8). Przebieg, zarejestrowany w pamięci rejestratora (5), może być wyświetlony na ekranie monitora współpracującego z PC (nieuwidocznionego na rysunku) lub przetworzony w innej formie, wraz z wyznaczeniem czasu półzaniku ładunku na badanej próbce.

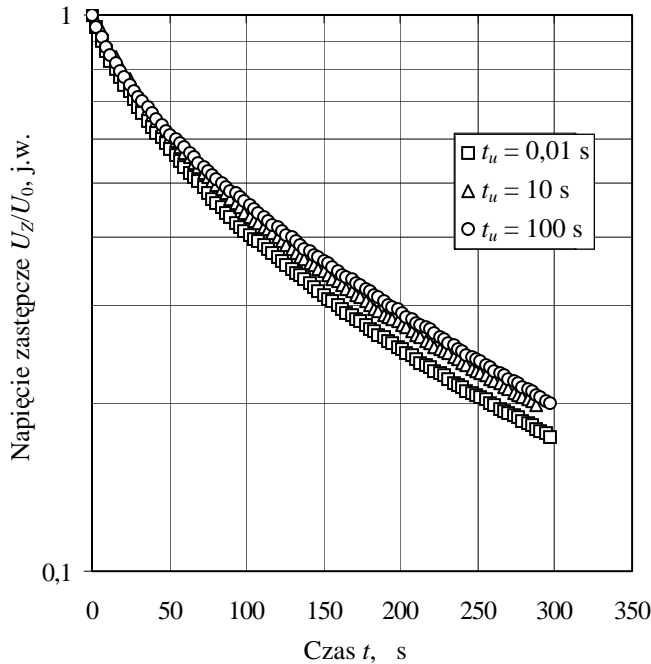
Opracowany układ pomiarowy umożliwia rejestrację przebiegów o czasach półzaniku kilku milisekund. Rozdzielczość pomiaru czasu, określona częstością próbkowania, jest równa 1 ms. Czas narostu napięcia na elektrodzie polaryzującej (o wartości 1200 V [50]) jest krótszy niż 30  $\mu$ s.

#### 8.4. WPŁYW WARUNKÓW ELEKTRYZACJI I POMIARU NA CHARAKTERYSTYKI ZANIKU ŁADUNKU NA OBIEKTACH ZE ŚREDNIMI I KRÓTKIMI CZASAMI RELAKSACJI

Przebieg efektywnej gęstości ładunku  $q_V$  lub napięcia zastępczego  $U_Z(t)$  w funkcji czasu jest uwarunkowany procesami transportu ładunku zarówno we wnętrzu próbki, jak i na jej powierzchniach. Należy się zatem spodziewać istotnego wpływu wszystkich czynników wpływających na właściwości objętościowe i powierzchniowe materiału na kształt charakterystyk zaniku ładunku w wykonanych z niego próbkach. Dodatkowym elementem wpływającym na charakterystyki zaniku jest sposób wstępnej elektryzacji próbek oraz określające go parametry. Wśród najistotniejszych czynników wpływających na proces ładowania oraz kształt charakterystyki zaniku można wymienić: temperaturę próbki i otaczającej ją atmosfery, wilgotność atmosfery, stan oświetlenia czy napromieniowania powierzchni próbki, a także rodzaj elektrod stosowanych podczas jej rozładowania.

Jednym z najczęściej stosowanych procesów wstępnej elektryzacji próbek jest ulot wysokiego napięcia stałego. Badania wykonywane na dielektrykach stałych zarówno polarnych, jak i niepolarnych wykazują, że przebieg charakterystyk zaniku nie zależy w istotny sposób od czasu elektryzacji – ulotu  $t_u$ . Obserwowane ze wzrostem czasu  $t_u$  zwiększenie napięcia początkowego  $U_{Z0}$  (na poziomie poniżej 10%) [272] wskazuje, że gęstość ładunku wprowadzonego na powierzchnię próbki osiąga stan nasycenia w czasie krótszym niż 1 s.

Przykładowe charakterystyki otrzymane dla antystatyzowanego polietylenu (antystatyk powierzchniowo czynny) dla różnych czasów ulotu  $t_u$  przedstawiono na rysunku 8.23. Należy zaznaczyć, że w przypadku znacznie dłuższych (od zaznaczonych) czasów ulotu mogą wystąpić na powierzchni próbki zmiany starzeniowe (wpływ silnie zjonizowanej atmosfery, ozonu, tlenków azotu), wpływające w bardziej widoczny sposób na kształt charakterystyk zaniku ładunku.



Rys. 8.23. Charakterystyki zaniku ładunku na antystatyzowanej folii PE w różnych czasach ulotu  $t_u$ . Folia PE:1% Polstat® o grubości 88  $\mu\text{m}$ .

Warunki elektryzacji i pomiaru:

$U_u = +7 \text{ kV}$ , elektroda ulotowa strunowa o średnicy 30  $\mu\text{m}$ , elektroda tylna – „wstrzykująca”,  $h = 46,5\%$ ,  $T = 24^\circ$ ,  $U_{Z0} = +2000 \pm 100 \text{ V}$

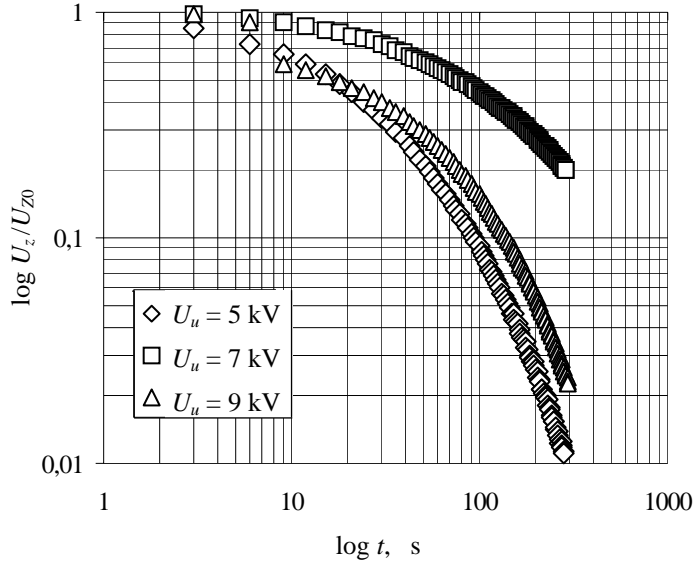
Fig. 8.23. Charge decay characteristics obtained for antistatized PE foil for different charging times  $t_u$ . PE:1% Polstat®, 88  $\mu\text{m}$  thick foil.

Corona charging and measurements conditions:

$U_u = +7 \text{ kV}$ , string corotron (string diameter – 30  $\mu\text{m}$ ), rear electrode – „injecting”,  $h = 46.5\%$ ,  $T = 24^\circ$ ,  $U_{Z0} = +2000 \pm 100 \text{ V}$

Znacznie większy wpływ na kształt charakterystyk zaniku ma wartość napięcia ulotu  $U_u$ . Na ogół wzrost napięcia ulotu  $U_u$  prowadzi do wolniejszego zaniku ładunku. Przykładowe charakterystyki  $U_Z(t)$  otrzymane dla różnych napięć  $U_u$  dla folii jak wyżej przedstawiono na rysunku 8.24.

Napięcie ulotu  $U_u$  ma również istotny wpływ na wartość napięcia początkowego  $U_{z0}$ . Po przekroczeniu charakterystycznego dla stosowanego układu wyładowczego napięcia progowego (zwykle na poziomie kilku kilowoltów – rys. 8.11) obserwuje się niemal liniową zależność napięcia  $U_{z0}(U_u)$  [272].



Rys. 8.24. Charakterystyki zaniku ładunku na antystatyzowanej folii PE przy różnych napięciach ulotu  $U_u$ . Folia jak na rys. 8.23.

Warunki pomiaru:  $t_u = 10$  s, elektroda ulotowa strunowa o średnicy 30  $\mu\text{m}$ , elektroda tylna – „wstrzykująca”,  $h = 56\%$ ,  $T = 22$  °C

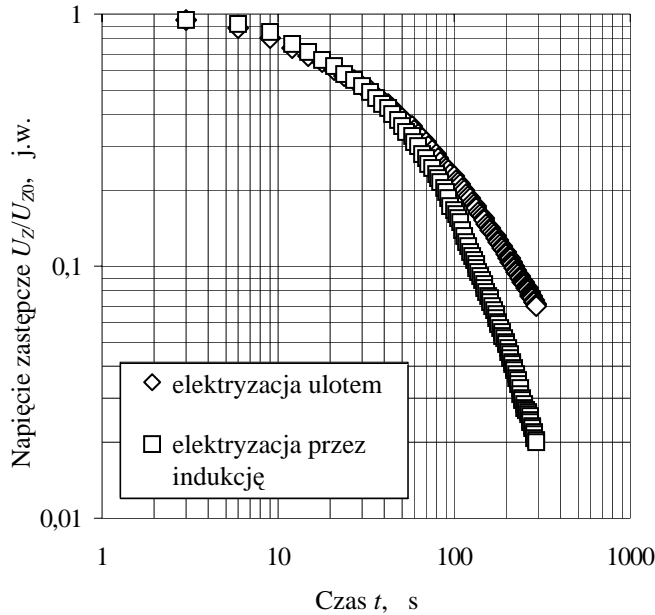
Fig. 8.24. Discharge characteristics obtained for antistatized PE foil for different corona voltage  $U_u$ . Foil sample like in Fig. 8.23.

Measurements conditions:  $t_u = 10$  s, string corotron with a diameter of 30  $\mu\text{m}$ , rear electrode – „injecting”,  $h = 56\%$ ,  $T = 22$  °C

W kontekście stosowania różnych metod wstępnej elektryzacji próbek istotne staje się porównanie odpowiednich charakterystyk. Przykłady charakterystyk zaniku ładunku w tych samych próbkach dielektryków, elektryzowanych ulotem oraz metodą indukcji, przedstawiono na rysunkach 8.25 i 8.26.

Na rysunku 8.25 pokazano charakterystyki otrzymane dla materiału wykazującego rozptył ładunku o charakterze głównie powierzchniowym (polietylen z dodatkiem antystatyka powierzchniowo czynnego PE:1% Polstat®), a na rysunku 8.26 podobne dla materiału z rozptyłem ładunku głównie przez objętość (PE z domieszką 35% wagowo sadzy). Charakterystyki dla elektryzacji metodą indukcji wykonano dla takiej samej wartości  $U_{z0}$  jak przy elektryzacji ulotem. W obu wypadkach obserwuje się podobny przebieg charakterystyk  $U_z(t)$ , zwłaszcza w początkowym okresie zmiany napięcia  $U_z$ . Pozwala to traktować parametry czasowe, takie jak  $t_{0,5}$  czy  $\tau$ , odczytane z obu rodzajów

charakterystyk, jako praktycznie równorzędne. Zbliżone przebiegi charakterystyk obserwuje się dla różnych właściwości elektrycznych elektrod tylnych [272].

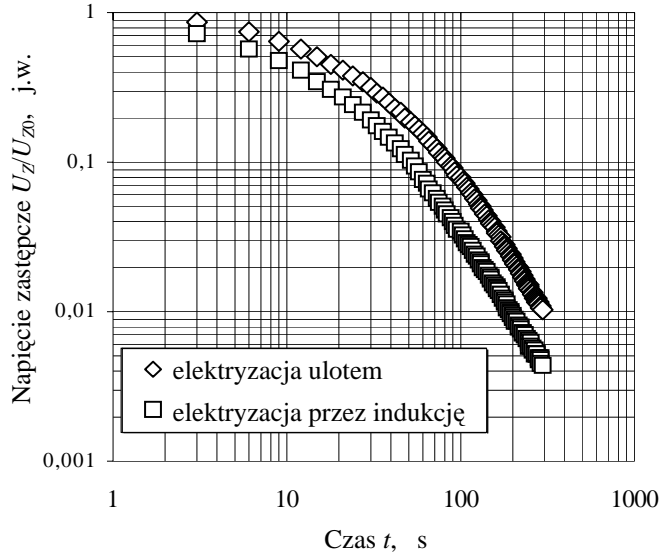


Rys. 8.25. Charakterystyki  $U_z(t)$  otrzymane dla próbki PE:1% Polstat® o grubości 88  $\mu\text{m}$  elektryzowanej metodą ulotową oraz indukcji. Warunki elektryzacji:  $U_u = +9$  kV,  $t_u = 10$  s,  $U_{z0} = +2800 \pm 100$  V, elektroda tylna – „wstrzykująca”

Fig. 8.25.  $U_z(t)$  characteristics obtained for 88  $\mu\text{m}$  thick PE:1% Polstat® foil charged by induction and corona method. Charging conditions:  $U_u = +9$  kV,  $t_u = 10$  s,  $U_{z0} = +2800 \pm 100$  V, „injecting” rear electrode

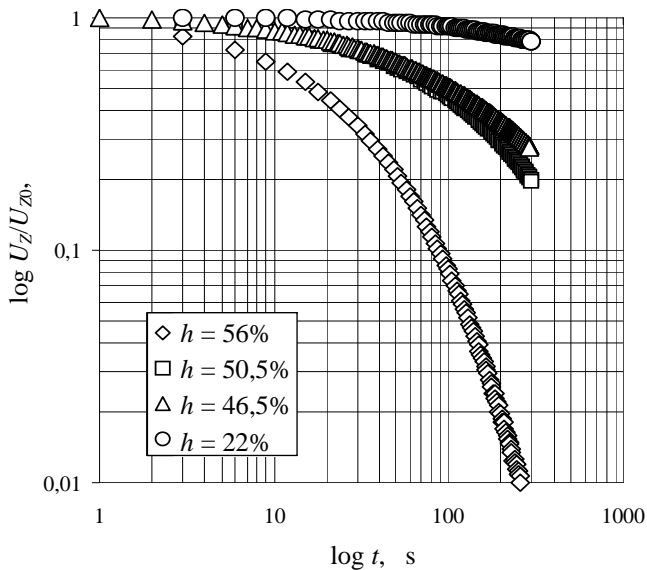
Czynniki środowiskowe mogą w znaczny sposób zmienić charakterystykę zaniku ładunku. Przykład wpływu wilgotności powietrza, kiedy próbka jest kondycjonowana i badana, przedstawiono dla tworzyw o zasadniczo różnych właściwościach powierzchniowych na rysunkach 8.27 i 8.28. W przypadku tworzywa hydrofilnego, w którym zanik ładunku zachodzi w znacznym stopniu na skutek przewodnictwa powierzchniowego (jak w przypadku tworzyw domieszkowanych antystatykami powierzchniowo czynnym) wilgotność względna atmosfery ma istotny wpływ na szybkość zaniku ładunku. Jak wynika z charakterystyk przedstawionych na rysunku 8.27, wzrost wilgotności względnej powyżej 50% prowadzi do istotnego zwiększenia przewodnictwa powierzchniowego i szybkości zaniku ładunku. W przypadku materiałów hydrofobowych wpływ wilgotności atmosfery nie jest tak krytyczny. Ilustrują to cha-

rakterystyki przedstawione na rysunku 8.28, otrzymane dla polietylenu domieszkowanego sadzą.



Rys. 8.26. Charakterystyki  $U_Z(t)$  otrzymane dla próbki PE: 35% sadzy o grubości 950  $\mu\text{m}$  elektryzowanej metodą ulotową oraz indukcji. Warunki elektryzacji:  $U_u = +9 \text{ kV}$ ,  $t_u = 10 \text{ s}$ ,  $h = 56\%$ ,  $T = 22 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $U_{Z0} = +2800 \pm 100 \text{ V}$ , elektroda tylna – „wstrzykująca”

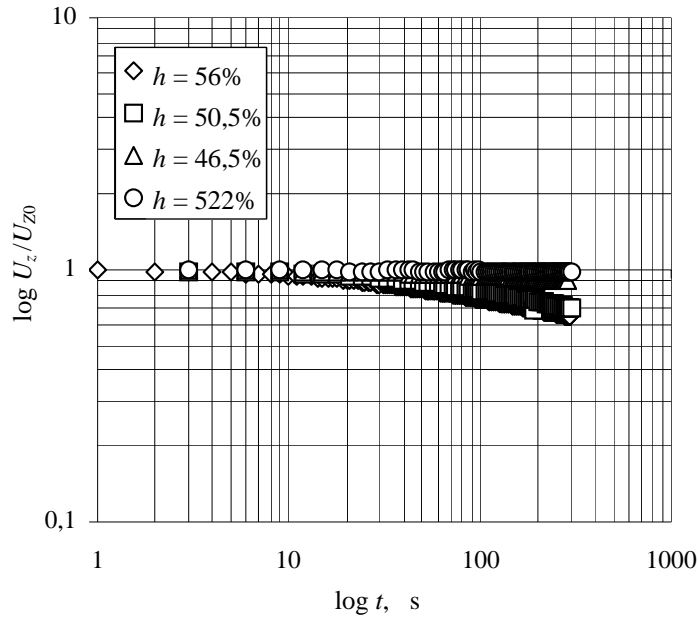
Fig. 8.26.  $U_Z(t)$  characteristics obtained for 950  $\mu\text{m}$  thick PE sample doped with 35% w/w carbon black, charged by induction and corona method. Charging conditions:  $U_u = +9 \text{ kV}$ ,  $t_u = 10 \text{ s}$ ,  $h = 56\%$ ,  $T = 22 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $U_{Z0} = +2800 \pm 100 \text{ V}$ , „injecting” rear electrode



Rys. 8.27. Wpływ względnej wilgotności powietrza  $h$  na charakterystyki  $U_Z(t)$  otrzymane dla próbki PE:1% Polstat® o grubości 88  $\mu\text{m}$ . Próbkę elektryzowaną ulotem w warunkach:  $U_u = +7 \text{ kV}$ ,  $t_u = 100 \text{ s}$ ,  $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$ , elektroda tylna – „wstrzykująca”

Fig. 8.27. Influence of the relative humidity of air  $h$  on  $U_Z(t)$  characteristics obtained for a 88  $\mu\text{m}$  thick sample made of PE:1% Polstat®.

The sample was corona charged in the following conditions:  $U_u = +7 \text{ kV}$ ,  $t_u = 100 \text{ s}$ ,  $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$ , „injecting” rear electrode



Rys. 8.28. Wpływ wilgotności powietrza na charakterystyki  $U_z(t)$  otrzymane dla próbki PE z domieszką 35% sadzy, o grubości  $950 \mu\text{m}$ .

Próbka elektryzowana ulotem w warunkach:

$U_u = +7 \text{ kV}$ ,  $t_u = 100 \text{ s}$ ,  $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$ . Elektroda tylna – „wstrzykująca”

Fig. 8.28. Influence of the relative humidity of air on  $U_z(t)$  characteristics obtained for a  $950 \mu\text{m}$  thick sample made of PE doped with 35% w/w carbon black.

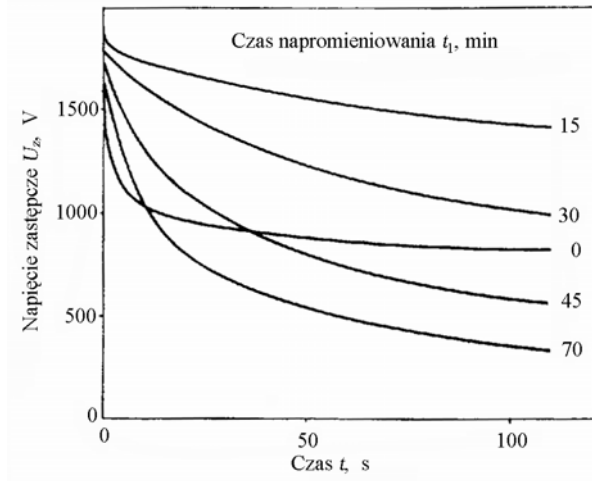
The sample was corona charged in the following conditions:

$U_u = +7 \text{ kV}$ ,  $t_u = 100 \text{ s}$ ,  $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$ , „injecting” rear electrode

Innym czynnikiem, mogącym wpłynąć w istotny sposób na charakterystyki zaniku ładunku, jest promieniowanie ultrafioletowe. Przykłady charakterystyk otrzymanych dla folii polipropylenowej (PP), poddanej działaniu różnych dawek promieniowania ultrafioletowego [134], przedstawiono na rysunku 8.29.

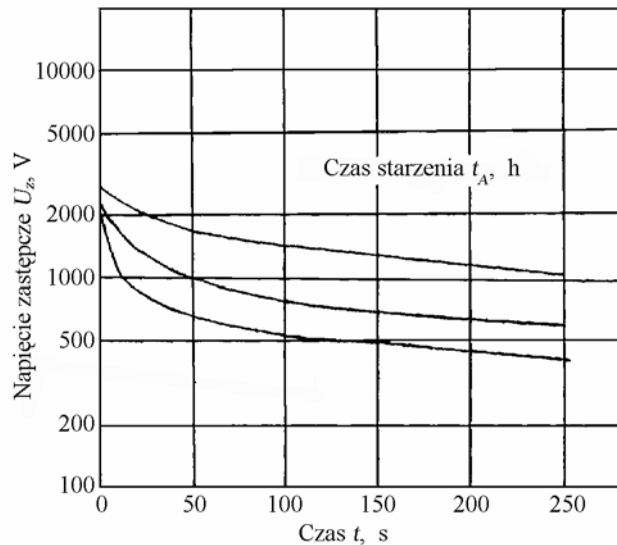
Kształt charakterystyki zaniku ładunku jest określony procesem transportu ładunku zarówno na powierzchni, jak i w objętości badanej próbki czy też zjawiskami elektrodowymi [24, 151, 201, 233, 271]. Zmiany w przewodnictwie elektrycznym materiału, będące na przykład skutkiem występujących w próbce procesów starzeniowych, będą wpływać na kształt charakterystyk zaniku. Zależność tę zilustrowano na rysunku 8.30, na którym pokazano wpływ starzenia termicznego folii poliestrowej (PET) na kształt charakterystyk zaniku [80]. Otrzymane wyniki wskazują, że badanie charakterystyk zaniku ładunku może być czułym narzędziem w badaniach procesów starzeniowych.





Rys. 8.29. Wpływ czasu napromieniowania UV na charakterystyki  $U_Z(t)$  otrzymane dla próbki folii PP, Hercules® o grubości  $25 \mu\text{m}$  [134]. Próbka elektryzowana ulotem w warunkach:  $U_u = +8 \text{ kV}$ ,  $t_u = 3 \text{ s}$ ,  $T = 105 \text{ }^\circ\text{C}$ , elektroda tylna – „wstrzykująca”

Fig. 8.29. Influence of the UV irradiation time on  $U_Z(t)$  characteristics obtained for a  $25 \mu\text{m}$  thick sample made of PP Hercules® foil [134]. The sample was corona charged in the following conditions:  $U_u = +8 \text{ kV}$ ,  $t_u = 3 \text{ s}$ ,  $T = 105 \text{ }^\circ\text{C}$ , “injecting” rear electrode



Rys. 8.30. Wpływ starzenia elektrotermicznego na charakterystyki  $U_Z(t)$  otrzymane dla próbki folii PET, Estrofol® o grubości  $36 \mu\text{m}$  [80].

Próbka elektryzowana ulotem w warunkach:  $U_u = +8 \text{ kV}$ ,  $t_u = 10 \text{ s}$ ,  $T = 19 \text{ }^\circ\text{C}$ , elektroda tylna – „wstrzykująca”. Starzenie termiczne w temperaturze  $T_A = 200 \text{ }^\circ\text{C}$

Fig. 8.30. Effect of thermal ageing on  $U_Z(t)$  characteristics obtained for a  $36 \mu\text{m}$  thick sample made of PET Estrofol® foil [80].

The sample was corona charged in the following conditions:

$U_u = +8 \text{ kV}$ ,  $t_u = 10 \text{ s}$ ,  $T = 19 \text{ }^\circ\text{C}$ , “injecting” rear electrode.

Sample thermally aged at  $T_A = 200 \text{ }^\circ\text{C}$

Szybkość zaniku ładunku wprowadzonego do objętości lub na powierzchnię dielektryka może być silnie zależna również od warunków rozładowania próbki. Warunki rozładowania określają między innymi właściwości elektrod(y) tylnej. Odpowiednie wyniki pomiarów, przeprowadzonych na tej samej próbce, dla identycznych warunków elektryzacji wstępnej i różnych właściwości elektrod (tylnej lub bocznej), przedstawiono na rysunku 8.12. Warty podkreślenia jest fakt, że we wszystkich dokumentach normalizacyjnych, wykorzystujących do oceny materiałów czy wyrobów badania charakterystyk zaniku ładunku, wyszczególnia się co najwyżej przypadki określone na rysunku 8.12 mianem elektrody „wstrzykującej” i „bocznej” (np. [50]). Doświadczenie pokazuje, że w przypadku elektrody tylnej, blokującej swobodny przepływ ładunku przez interfałę elektroda-próbka, szybkość zaniku ładunku może się znacznie zmniejszyć a charakteryzujące ją parametry czasowe ( $t_{0,5}$  czy  $\tau$ ) mogą wzrosnąć nawet o rząd wielkości [128, 272].

## 9. NIEPEWNOŚĆ POMIARU W BADANIACH ŁADUNKU I SZYBKOŚCI JEGO ZANIKU

Ze względu na wiele dostępnych metod pomiarowych stosowanych w badaniach ładunku czy też szybkości jego zaniku, trudno o całościową ocenę ich niepewności. Oceniać można konkretną metodę pomiarową. Przykładem może być pomiar tzw. ładunku nasypowego  $q/m$ , który wykonuje się metodą pomiarów pośrednich. Na pomiary cząstkowe składają się: pomiar masy naważki badanego medium  $m$ , pomiar napięcia  $U_M$  – na znanej (z określoną niedokładnością) lub zmierzonej – stałej pojemności klatki Faradaya  $C_T$  (do której zsypywano badane medium). Wartość współczynnika  $q_m = q/m$  wyznaczano z zależności

$$q_m = \frac{U_M C_T}{m}. \quad (9.1)$$

Jeżeli na każdej naważce wykonuje się jeden pomiar (wielokrotne zsypywanie tej samej naważki zmoże zmienić warunki jej tryboelektryzacji), możliwa do określenia jest tylko niepewność typu B [197]. Ponieważ wynik pomiaru jest funkcją trzech wielkości wejściowych nieskorelowanych, niepewność standardową bezwzględną (niepewność określona na poziomie ufności  $p = 0,68$ ) złożoną  $u(q_m)$  można, zgodnie z wytycznymi [175, 197] i obliczone pochodne cząstkowe wyrażenia (9.1), wyznaczyć ze wzoru

$$u(q_m) = \frac{U_M C_T}{m} \sqrt{[u_w(m)]^2 + [u_w(C_T)]^2 + [u_w(U_M)]^2}, \quad (9.2)$$

w którym:  $u_w(m)$ ,  $u_w(C_T)$ ,  $u_w(U_M)$  są względnymi niepewnościami całkowitymi pomiaru, odpowiednio: masy naważki, pojemności klatki Faradaya i mierzonego na niej napięcia.

Złożoną, rozszerzoną niepewność względną  $U_w(q_m)$  na poziomie ufności 0,95, dla pomiaru  $q/m$  można [174] wyznaczyć z zależności

$$U_w(q_m) = 1,15 \sqrt{[u_w(m)]^2 + [u_w(C_T)]^2 + [u_w(U_M)]^2} 100\%. \quad (9.3)$$

Po podstawieniu jako względnych niepewności  $u_w(m)$ ,  $u_w(C_T)$  oraz  $u_w(U_M)$  graniczne niedokładności zastosowanych przyrządów (tzn. wagi do pomiaru masy  $m$ , mostka do pomiaru pojemności  $C_T$  oraz woltomierza do pomiaru napięcia  $U_M$  na poziomie odpowiednio 2%, 3% i 1%) otrzymuje się ostatecznie dla względnej niepewności złożonej pomiaru  $q/m$  wartość  $U_w(q/m) = 4,3\%$ .

W opisanej sytuacji, kiedy na jednej próbce można wykonać tylko jeden pomiar, wynik pomiaru (charakteryzujący właściwości badanego medium) można podać w postaci wartości średniej  $\langle q_m \rangle$  i odchylenia standardowego  $s(q_m)$  lub współczynnika wariancji  $\nu(q_m)$ . Niepewność wartości średniej  $U_w(q_m)$  ładunku nasypowego  $q/m$  można wówczas określić [9.3, 9.6] z zależności

$$U_w(\overline{q_m}) = \pm \sqrt{[U_w(q_m)]^2 + \frac{1}{N} [t_{0,95,N} \nu(q_m)]^2} 100\%, \quad (9.4)$$

w której  $t_{0,95,N}$  jest kwantylem rozkładu  $t$ -Studenta na poziomie ufności 0,95, zależnym od liczby badanych próbek  $N$ .

W wyrażeniu (9.4) pierwszy składnik pod znakiem pierwiastka charakteryzuje wkład niepewności wynikającej z właściwości stosowanej metody i aparatury pomiarowej, drugi wynika z niejednorodności materiału, z którego są wykonane próbki. W wyniku zastosowania takiego układu pomiarowego do pomiarów ładunku nasypowego np. suszu traw [143] otrzymano dla  $(q/m)$  wartości umożliwiające wyznaczenie wartości współczynnika wariancji na poziomie  $\nu(q_m) = 0,26$ . Pozwala to, przy liczbie pomiarów  $N = 10$ , określić względną niepewność wartości średniej dla parametru  $q/m$  na poziomie 19%.

Przytoczony przykład ilustruje analizę niepewności pomiaru i wartości średniej dla jednego z najprostszych przypadków. Problem oceny niepewności pomiaru komplikuje się zwłaszcza w bardziej złożonych pomiarach, jak np. rozkładów ładunku powierzchniowego lub przestrzennego. Wynikiem pomiaru jest tu nie określona liczba, a zależność funkcyjna.

W przypadku badań rozkładu ładunku przestrzennego we wszystkich metodach zakłada się rozkład jednowymiarowy. W takiej sytuacji elementami charakteryzującymi możliwości metody pomiarowej jest jej rozdzielczość (rozumiana jako przedział głębokości, dla którego podaje ona wartość gęstości ładunku) oraz niepewność pomiaru tejże gęstości. Mimo że w niektórych metodach badań możliwe jest wielokrotne powtarzanie pomiaru, bez wpływu procesu pobudzania próbki na badany w niej rozkład (metody elektroakustyczne czy cieplne), są one zwykle pomiarami pojedynczymi i oszacowania dotyczą jedynie niepewności typu B.

W metodzie roztworowej [114] rozdzielczość jest określona przede wszystkim równomiernością rozpuszczania (podczas analizy rozpuszczanie lub trawienie zachodzi w kierunku grubości). W przypadku analizy elektretów woskowych pomiary na profilach przełomów pozwoliły ją oszacować na poziomie  $100 \div 120 \mu\text{m}$ . Jednorodność procesu rozpuszczania określa niepewność pomiaru położenia „elektrody ciekłej”  $x_0$ .

W metodzie roztworowej, w wersji z rozpuszczalnikiem przewodzącym, gęstość ładunku dla określonej głębokości  $x_0$  określa się według zależności (7.17), którą – ze względu na fakt pomiaru (w rzeczywistości) napięcia w funkcji czasu  $U(t)$ , a nie głębokości rozpuszczenia  $x_0$  – lepiej jest przedstawić w postaci

$$q_V(x_0) = \frac{C_T \varepsilon l}{s a_s^2} \frac{d}{dt} \left( \frac{dU(t)}{dt} \right), \quad (9.5)$$

gdzie  $a_s = (dx_0/dt)$  – prędkość rozpuszczania próbki, równa  $a_s = 21 \mu\text{m}/\text{min} \pm 6\%$ .

Wyrażenie określające względną niepewność standardową  $u_w(q_V)$  pomiaru gęstości ładunku przestrzennego  $q_V(x_0)$  będzie, zgodnie z zależnością (9.5), zawierać niepewność sześciu pomiarów cząstkowych

$$u_w(q_V) = \sqrt{4[u_w(a_s)]^2 + [u_w(C_T)]^2 + [u_w(\varepsilon)]^2 + [u_w(s)]^2 + [u_w(l)]^2 + \left[ u_w \left( \frac{d^2U}{dt^2} \right) \right]^2} 100\%. \quad (9.6)$$

Po podstawieniu, dla niepewności:  $u_w(a_s)$  – pomiaru szybkości rozpuszczania,  $u_w(C_T)$  – pojemności układu pomiaru napięcia,  $u_w(\varepsilon)$  – przenikalności elektrycznej materiału próbki,  $u_w(s)$  – jej powierzchni,  $u_w(l)$  – grubości szczeliny powietrznej i  $u_w(d^2U/dt^2)$  – pomiaru napięcia  $U(t)$ , wraz z operacją podwójnego różniczkowania, wartości odpowiednio: 6%; 10%; 2%; 3%; 5%; 15%, otrzymuje się  $u_w(q_V) = 22,5\%$ . Względna niepewność rozszerzona, na poziomie ufności  $p = 0,95$ , będzie zatem  $U_w(q_V) = 45\%$ .

Mimo że niepewności pomiarów gęstości ładunku przestrzennego mogą być dość znaczne, to pomiary te, traktowane nawet jako jakościowe, mogą mieć istotne znaczenie praktyczne. Przykładem może być ich wykorzystanie w konstrukcji izolacji kabla elektroenergetycznego [42].

Niepewność pomiaru stałej czasu zaniku ładunku  $\tau$  (czy też czasu półzaniku) można ocenić według procedury pomiaru zilustrowanej na rysunku 8.1. Wymaga ona pomiaru napięcia początkowego  $U_{Z0}$ , czasu  $t = \tau$ , po którym napięcie  $U_Z(t)$  zmaleje do wartości  $U_{Z1} = U_{Z0}(1/e)$ , a także napięcia  $U_{Z1}$ . Standardową względną niepewność złożoną  $u_w(\tau)$  będzie zatem określała zależność

$$u_w(\tau) = \sqrt{[u_w(t)]^2 + [u_w(U_{Z0})]^2 + [u_w(U_{Z1})]^2} 100\%, \quad (9.7)$$

w której:  $u_w(t)$ ,  $u_w(U_{Z0})$ ,  $u_w(U_{Z1})$  są – odpowiednio – względnymi niepewnościami pomiaru czasu  $t$  oraz napięć  $U_{Z0}$  i  $U_{Z1}$ .

Złożoną, rozszerzoną niepewność względną  $U_w(\tau)$  na poziomie ufności 0,95, dla pomiaru  $\tau$  można wyznaczyć z zależności [174]

$$U_w(\tau) = 1,15 \sqrt{[u_w(t)]^2 + [u_w(U_{Z0})]^2 + [u_w(U_{Z1})]^2} 100\%. \quad (9.8)$$

Po podstawieniu jako  $u_w(t)$ ,  $u_w(U_{Z0})$ ,  $u_w(U_{Z1})$  granicznych niedokładności miernika czasu oraz napięcia, równych 1%, otrzymuje się  $U_w(\tau) = 2\%$ .

Pomiary parametrów czasowych, takich jak  $t_{0,5}$  czy  $\tau$ , mogą się rozciągać na znaczne okresy. Charakterystyczną cechą materiałów z długimi czasami relaksacji ładunku jest stosunkowo duża wartość energii aktywacji procesu przewodnictwa  $W$ , często przekraczająca w temperaturze pokojowej wartość 1 eV. Cecha ta powoduje, że niewielka zmiana temperatury  $T$  obiektu badanego może w istotny sposób wpłynąć zarówno na wartość, jak i niepewność pomiaru czasu zaniku  $\tau$ . Jeśli nawet przyjąć, że wartość poprawki wynikającej ze zmiany temperatury próbki  $\Delta\tau_T = 0$ , to jej niepewność względną  $u_w(\Delta\tau_T)$ , związaną z niestabilnością temperatury podczas pomiaru, przy założeniu  $\tau = \tau_0 \exp(W/kT)$ , określa zależność

$$U_w(\Delta\tau_T) = 1,15 \left( \frac{W}{kT} \right) [u_w(T)] 100\%. \quad (9.9)$$

Jeśli pomiary czasu  $\tau$  wykonuje się w temperaturze pokojowej, na materiale, którego energia aktywacji przewodnictwa (i związanego z nim czasu  $\tau$ )  $W = 1,2$  eV (np. polipropylen), to łatwo pokazać, że niepewność pomiaru temperatury (w czasie trwania pomiaru) na poziomie  $0,5$  °C ( $u_w(T) = 0,017$ ) prowadzi do niepewności  $U_w(\Delta\tau_T) = 8,9\%$ . Jak wynika z powyższych rozważań, niepewność pomiaru parametrów czasowych ( $t_{0,5}$  czy  $\tau$ ) może bardziej zależeć od warunków pomiaru (stabilności temperatury) niż niedokładności użytej aparatury pomiarowej.

Warto podkreślić, że na wiarygodność wyników pomiarów ładunku czy też wielkości z nim związanych (zwłaszcza pomiarów wykonywanych w warunkach polowych) bardzo istotne znaczenie ma wpływ zewnętrznych pól elektrycznych oraz przewodzącego otoczenia [43, 115]. Bogactwo i złożoność wspomnianej problematyki znajduje swe odbicie w wielu pracach (np. [43, 95, 115, 117, 144, 148, 181, 230]).

## 10. PRAKTYCZNE ASPEKTY BADAŃ ŁADUNKU I SZYBKOŚCI JEGO ZANIKU

Zakres zastosowań badań ładunku i szybkości jego zaniku jest określony przestrzenią zajęta przez szeroko pojętą elektrostatykę stosowaną. Konieczność kontrolowania zarówno elektrostatycznych procesów technologicznych, jak i właściwości przetwarzanych materiałów wymaga obiektywnego pomiaru czy oceny odpowiednich parametrów charakteryzujących dany proces lub określone materiały.

Poniżej przedstawiono wybrane przykłady zastosowań badań ładunku, a także kinetyki jego zaniku, które znalazły zastosowanie w praktyce do oceny zagrożeń i do oceny technologicznej elementów (urządzeń czy ogólnie obiektów). Dotyczy to obiektów, w których występuje zjawisko magazynowania ładunku (np. mikrofony czy filtry elektretowe, tonery itp.), oraz obiektów, w których zachodzi przyspieszony proces jego rozplywu, tzn. obiektów, które ładunku magazynować nie powinny (np. tkaniny i wykładziny antystatyczne, opakowania specjalne itp.).

Pomiary można ogólnie podzielić na doraźne oraz ciągle – tzw. monitoring. Przykładem doraźnych pomiarów może być pomiar tzw. ładunku nasypowego [143]. Ładunek nasypowy jest ładunkiem całkowitym, mierzonym przy użyciu klatki Faradaya (rozdz. 4.), dla określonej naważki badanego medium, zsypywanego w znormalizowany sposób. Wyniki badań wspomnianego ładunku pozwalają na ocenę ewentualnego zagrożenia (w sensie właściwych norm), jakie może wystąpić w czasie pneumatycznego transportu badanych mediów.

Podobnie pomiar ładunku generowanego podczas przesuwania rotora kondensatora zmiennego z przekładką dielektryczną może być miarą jakości kondensatora. W ostatnim przypadku ładunek generowany w kondensatorze może być bezpośrednią przyczyną trzasków słyszalnych w odbiorniku radiowym AM, a jego pomiar umożliwia właściwą preparację kondensatora, minimalizującą efekt tryboelektryzacji [142].

Pomiar pola elektrycznego wytwarzanego przez strumień gazu zawierającego jony pozwala, dla określonej konfiguracji elektrod, oszacować całkowity ładunek jonów czy też ich koncentrację w strumieniu [118]. Pomiary gęstości jonów w strumieniu gazu wychodzącego z elektrofiltru umożliwiają optymalizację jego warunków pracy.

Powszechne są pomiary gęstości ładunku powierzchniowego. Można je stosować do optymalizacji procesu formowania elektretów (w celu uzyskania możliwie wysokich gęstości ładunku o dużej stabilności czasowej), do detekcji „słabych punktów”, jeśli chodzi o wytrzymałość elektryczną (punktów o wysokiej gęstości ładunku) folii polimerowych [133], do optymalizacji ustawienia neutralizatora nad przemieszczającą się, neutralizowaną taśmą [13] i do wielu innych badań.

Pomiary ładunku mogą być, w sposób pośredni, stosowane m.in. do oceny właściwości piezoelektrycznych materiałów czy struktur dielektrycznych. W przypadku niejednorodnych struktur warstwowych, charakterystyczny jest dla nich współczynnik piezoelektryczny  $d_{33}$ . Jego wartość można określić przez pomiar ładunku indukowanego na elektrodach struktury po przyłożeniu do nich znanego obciążenia (np. [130]). Obiektywna ocena współczynnika piezoelektrycznego  $d_{33}$  pozwala z kolei na właściwy dobór materiałów struktury [129, 130, 139–141], optymalizację warunków jej formowania [123–125] czy, ostatecznie, na opracowanie technicznie użytecznego wyrobu [126, 135].

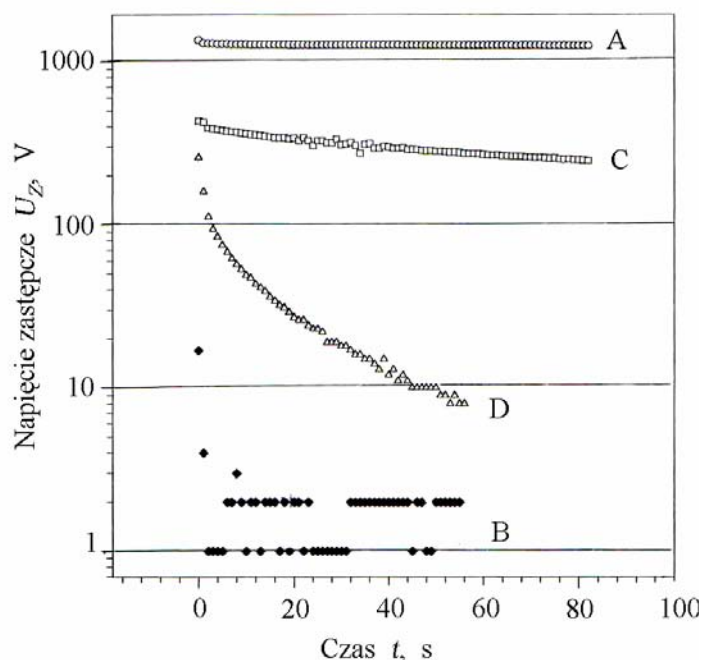
Powszechne zastosowanie praktyczne mają pomiary charakterystyk zaniku ładunku. W najprostszym przypadku można z nich korzystać do oceny zmian właściwości elektrycznych bez potrzeby nanoszenia elektrod. Mogą one być przydatne w badaniach materiałów biologicznie czynnych [254], antystatyzowanych i elektretowych [137, 149], poddanych procesom starzenia [7, 80, 134] czy prania [136].

Interesujący przykład wpływu otaczania drobin pigmentu mineralnego przez warstwę polistyrenu (PS) na szybkość zaniku ładunku (wprowadzonego na warstwę proszku metodą koronową) przedstawiono na rysunku 10.1. Próbę otoczenia ziaren pigmentu warstwą PS podjęto w celu zbadania możliwości nadania im właściwości zbliżonych dla ziaren tonera. Pigment ma postać ziaren z materiału o niskiej rezystywności i krótkim czasie zaniku ładunku – krzywa B. Krzywa zaniku C pokazuje, że po pełnym otoczeniu ziaren pigmentu warstwą PS szybkość zaniku ładunku gwałtownie maleje. Proces mielenia kompozytu pigment–PS niszczy jednak powierzchniową warstwę PS, co wydatnie zwiększa prawdopodobieństwo wystąpienia ścieżek przewodzących i w rezultacie przyspiesza szybkość zaniku ładunku – krzywa D.

W przypadku pomiarów ciągłych, prowadzonych zwykle w otoczeniu taśm czy na duktach instalacji transportu pneumatycznego, chodzi najczęściej o pomiary natężenia pola elektrycznego (efektywnej gęstości ładunku) w ich otoczeniu. Właściwym rozwiązaniem w takim przypadku jest zastosowanie odpowiednich głowic pomiarowych z przetwarzaniem wolnozmiennego pola wytwarzanego przez badany obiekt – taśmę na zmienny sygnał mierzony (np. młynków polowych [101, 267]). Pełny układ monitorowania może zawierać kilka głowic, element przełączający, element progowy, pozwalający na sygnalizowanie stanu przekroczenia wartości dopuszczalnej oraz rejestrujący.

W pomiarach na taśmach rzeczywistych (o rezystywnościach skrośnych w zakresie  $10^8 < \rho_v < 10^{12} \Omega\text{m}$ ) należy brać pod uwagę możliwość kumulacji [148] lub odpływu [144] ładunku elektrycznego w obszarze pomiarowym. Wymienione zjawisko, o wpływie zależnym od szybkości przemieszczania się monitorowanej taśmy [148], może prowadzić do silnego zniekształcenia wyników pomiaru.





Rys. 10.1. Krzywe zaniku ładunku dla: typowego tonera – A, pigmentu mineralnego – B, kompozytu pigment-PS (50:30) – C oraz kompozytu zmielonego – D. Pomiary wykonano na warstwie (proszku) grubości 0,5 mm w warunkach  $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $h = 56\%$ .

Warstwy elektryzowano ulotem w warunkach:  $U_U = +7\text{ kV}$ ,  $t_U = 20\text{ s}$

Fig. 10.1. Charge decay curves for: standard toner – A, mineral pigment – B, composite PS-pigment (30:50) – C and composite like in C ground – D. The measurements carried out on the powder layer (0,5 mm thick, corona charged at  $U_U = +7\text{ kV}$ ,  $t_U = 20\text{ s}$ ) in the following conditions:  $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $h = 56\%$

Do pomiarów ciągłych należą między innymi pomiary strumienia masy oraz szybkości przepływu gazu czy szybkości cząstek w transporcie pneumatycznym. W wymienionych pomiarach można z powodzeniem stosować pomiary ładunku indukowanego w elektrodzie pomiarowej przez ładunek znajdujący się na przemieszczających się w strumieniu gazu jonach [20, 150] lub cząstkach ciał stałych [66–68, 190, 216] czy też prądu tryboelektrycznego, generowanego w trakcie zderzania się cząstek materiałów stałych z metalową elektrodą [120, 121, 189]. W ostatnim przypadku można, dla określonych poziomów przepływu, zaobserwować proporcjonalną zależność między wartością prądu tryboelektrycznego a strumieniem masy [120], stosowaną już w urządzeniach komercyjnych [10.14].

Pomiary pól lub ładunków w warunkach polowych, wykonywane zwłaszcza na dużych obiektach, pokazują, że w każdym przypadku należy brać pod uwagę wpływ przewodzącego otoczenia, pól zakłócających jak również efektów brzegowych [43, 115].

## 11. PODSUMOWANIE

Przedstawione w niniejszym opracowaniu rezultaty działań, podjętych przez autora w obszarze szeroko pojętych badań ładunku, można podzielić na trzy grupy.

Pierwsza z nich dotyczy opracowania nowych, oryginalnych metod pomiarowych oraz rozwinięcia metod znanych wcześniej. Najistotniejsze w wymienionej grupie to:

- 1 – opracowanie roztworowej metody badania rozkładu ładunku przestrzennego w dielektrykach stałych,
- 2 – opracowanie laserowej metody okresowego nagrzewania do badań rozkładu efektywnej gęstości ładunku powierzchniowego,
- 3 – opracowanie metody LIMM (*Laser Intensity Modulation Method*) w wersji napięciowej,
- 4 – ujęcie teoretyczne, wraz z eksperymentalnym potwierdzeniem, efektów kumulacji i odpływu ładunku podczas pomiarów na ruchomych obiektach rzeczywistych,
- 5 – ujęcie teoretyczne, wraz z eksperymentalnym potwierdzeniem, wpływu układu rozładowania na charakterystyki zaniku ładunku.

Druga grupa obejmuje nowe opracowania aparaturowe o sprawdzonej przydatności w badaniach poznawczych i technicznych. Najistotniejsze w tej grupie to:

- 6 – opracowanie konstrukcji głowicy wibracyjnej do badań gęstości ładunku powierzchniowego,
- 7 – opracowanie konstrukcji głowicy elektryzacyjno-pomiarowej do badań charakterystyk zaniku ładunku,
- 8 – opracowanie konstrukcji mierników pól stałych i wolnozmiennych z przetwarzaniem do pomiarów doraźnych i monitoringu,
- 9 – opracowanie konstrukcji układu z wirującą próbką do badań charakterystyk zaniku ładunku,
- 10 – opracowanie układu pomiarowego do badań charakterystyk zaniku ładunku metodą okna polowego,
- 11 – opracowanie układu wzmacniacza elektrometrycznego z okresową kompensacją prądu wejściowego.

Trzecia grupa zagadnień, najskromniej zaznaczona w niniejszej pracy, wiąże się z praktycznym zastosowaniem opracowanych metod i aparatury pomiarowej oraz

uzyskanych za ich pomocą wyników. Do najistotniejszych osiągnięć w tym zakresie należą między innymi:

- 12 – zwrócenie uwagi na możliwość wytworzenia niejednorodnych dielektrycznych struktur warstwowych o silnych właściwościach piezoelektrycznych, opracowanie struktur i optymalizację procesu ich formowania,
- 13 – zwrócenie uwagi na niewłaściwą lub niepełną ocenę antystatycznych właściwości materiałów w świetle obecnie stosowanych norm.
- 14 – przygotowanie w poważnej części zaplecza pomiarowego dla elektrostatyki stosowanej.

Ad 1. Opracowano oryginalną metodę pomiarową umożliwiającą badania rozkładu ładunku przestrzennego w grubych próbkach dielektryków stałych, do których nie można zastosować metod impulsowych (cieplnych, fali ciśnienia czy akustycznych) [114]. Opracowana w trzech wersjach metoda pozwala na analizę rozkładu na próbkach z jedną lub z dwiema elektrodami, rozpuszczanych czy strawianych w rozpuszczalnikach (kąpielach) przewodzących i dielektrycznych. Metoda jest niszcząca, zarówno w sensie analizowanego ładunku, jak i próbki, co jest jej wadą. Niewątpliwymi zaletami metody są: prosta, niekosztowna realizacja układu pomiarowego, niewielkie potrzeby aparaturowe oraz prosta obróbka danych.

Ad 2. Opracowana oryginalna metoda pomiaru rozkładu efektywnej gęstości ładunku powierzchniowego na cienkich płasko-równoległych próbkach dielektryków stałych (foliach polimerowych) polegająca na okresowym nagrzewaniu badanego obiektu wiązką światła lasera [138]. Metodą tą można badać rozkłady z rozdzielczością porównywalną z grubością analizowanej folii. Zaletą metody jest z jednej strony duża jej rozdzielczość, z drugiej zaś możliwość użycia w układzie pomiarowym niekosztownej, standardowej aparatury (zasilaczy, woltomierzy selektywnych) oraz lasera (He-Ne czy półprzewodnikowego).

Ad 3. Opracowanie stanowi rozszerzenie znanej metody L IMM na przypadek, kiedy parametrem niosącym informację o rozkładzie ładunku przestrzennego w analizowanej próbce jest przebieg napięcia zmiennego w funkcji częstotliwości modulacji natężeniu światła lasera oświetlającego analizowaną powierzchnię próbki. Dzięki zastosowaniu w analizie sygnału napięciowego zamiast prądowego możliwe było uproszczenie układu pomiarowego [146].

Ad 4. Opracowano model teoretyczny wyjaśniający zjawisko gromadzenia się ładunku w sąsiedztwie uziemionego obiektu (np. miernika pola) w sytuacji, kiedy jest on elektryzowany w sposób ciągły, a materiał obiektu (taśmy) wykazuje niewielką, ale większą od zera konduktywność. Pokazano, że efekt kumulacji ładunku zależy od prędkości przemieszczania się taśmy i może prowadzić do bardzo poważnego (nawet kilkukrotnego) zwiększenia lokalnej gęstości mierzonego lub monitorowanego ładunku. Zjawisko może wystąpić w praktyce podczas kontroli lub monitorowania poziomu ładunku na powierzchni słabo przewodzących taśm. Pokazano również, że zastosowanie układu kompensacyjnego, wymuszającego zerowe pole elektryczne w obszarze taśma-miernik pola może powodować zjawisko odwrotne, tzn. lokalne zmniejszenie

gęstości ładunku. Zjawisko to zależy także od konduktywności materiału taśmy oraz prędkości jej przemieszczania. Efekt kumulacji ładunku został w pełni potwierdzony doświadczalnie [144, 148].

Ad 5. i 13. Rozpatrzono trzy modele teoretyczne układów rozładowania próbki, różniące się geometrią i właściwościami elektrod: układ z elektrodą tylną, umożliwiającą swobodny przepływ ładunku (tzw. elektrodą wstrzykującą), układ z elektrodą boczną oraz układ z elektrodą tylną, blokującą. Dwa pierwsze przypadki elektrod są podstawowe, stosowane w badaniach właściwości materiałów. Pokazano, że w sytuacji, gdy próbka jest wyposażona w elektrodę blokującą, rozptył ładunku może przebiegać wielokrotnie wolniej (charakterystyczne czasy zaniku mogą być o rząd dłuższe) niż w przypadku pozostałych układów elektrod. Podkreślono, że ostatni przypadek (który może z powodzeniem wystąpić w praktyce), jako najniekorzystniejszy ze względu na ochronę antystatyczną, powinien znaleźć miejsce we właściwych dokumentach normalizacyjnych. Rozważania teoretyczne zostały potwierdzone wynikami badań materiałów o różnych rezystywnościach i różnym udziale w zaniku ładunku rozptyłu powierzchniowego i objętościowego [128].

Ad 6. Opracowano oryginalną konstrukcję głowicy wibracyjnej z elektrodynamicznym napędem elektrody pomiarowej, przeznaczoną do precyzyjnych, laboratoryjnych badań gęstości ładunku na płasko-równoległych obiektach dielektrycznych [110]. Głowicę można stosować w pomiarach bezpośrednich, a także w charakterze detektora zera w układzie kompensacyjnym. Podobną konstrukcję zastosowano w głowicy z wibrującą prętową elektrodą pomiarową, używaną w badaniach rozkładu ładunku powierzchniowego [113]. Uzyskano patent krajowy [106].

Ad 7. Opracowano oryginalną głowicę elektryzacyjno-pomiarową pozwalającą zarówno na jednoczesną elektryzację płasko-równoległych obiektów elektryzowanych ulotem wysokiego napięcia stałego, jak i pomiar pola od naniesionego ładunku [111]. Połączenie obydwu elementów (wstępnej elektryzacji i pomiaru) w jednej głowicy nadało jej unikatową właściwość – możliwość pomiaru charakterystyk zaniku ładunku bez potrzeby pobierania próbek. Zestaw (EZ83), w skład którego wchodziła wymieniona głowica, był eksponowany na Międzynarodowej Wystawie Aparatury Naukowej „Naucpribor” Płowdiv, Bułgaria 1983. Uzyskano patent krajowy [107].

Ad 8. Opracowano kilka wersji mierników pola elektrycznego z odczytem cyfrowym do badań natężenia stałych i wolnozmiennych pól elektrycznych. W konstrukcji przyrządów zastosowano przetwarzanie badanego pola w zmienne napięcie mierzone [221]. Różnica w konstrukcjach jest uwarunkowana przeznaczeniem poszczególnych rozwiązań. W wersji uniwersalnej przyrząd (FM981), oprócz pomiaru natężeń i kierunku pól, po uzupełnieniu go dodatkowymi elementami (klatka Faradaya, zestaw elektrod), może być stosowany do pomiarów ładunku nasypowego czy badań skuteczności jonizatorów i neutralizatorów. W innej wersji (miernik MFM-200) wyniesiona cylindryczna głowica pomiarowa przyrządu (o większej częstotliwości przetwarzania i niewielkiej średnicy) może być łatwo zamontowana na linii produkcyjnej (na której wymagane jest monitorowanie poziomu ładunku) lub umieszczona na stanowisku pomiarowym [222].

Ad 9. Opracowano konstrukcję przyrządu (MRS-04) umożliwiającego badanie charakterystyk zaniku ładunku w zakresie średnich czasów zaniku [109]. W przyrządzie stosowanym w metodzie wirujących próbek, próbki elektryzuje się wstępnie łożem wysokiego napięcia stałego. Napięcie zastępcze próbek można mierzyć wprost (po wyskalowaniu toru pomiaru napięcia) lub pośrednio metodą kompensacyjną.

Ad 10. i 11. Opracowano oryginalny, mikroprocesorowy układ pomiarowy do badań charakterystyk zaniku ładunku na materiałach z krótkimi czasami zaniku. Układ pomiarowy, spełniający wymagania normy EN1149-3/2002, zawiera szybki, dwukanałowy elektrometryczny wzmacniacz ładunkowy (MCA-2-200) [44], sterowany zasilacz wysokiego napięcia (MPS-1200), panel sterująco-rejestrujący (MCU-800) oraz zespół standardowych elektrod pomiarowych do badań charakterystyk zaniku metodą okna polowego. We wzmacniaczu ładunkowym, umożliwiającym bezpośredni cyfrowy odczyt wielkości mierzonych dla każdego z kanałów, wykorzystano opracowaną przez autora ideę okresowej kompensacji prądu wejściowego wzmacniacza [116]. Pozwoliło to w zasadniczy sposób obniżyć poziom dryftu zera wzmacniacza. Konstrukcja unikatowa w skali kraju.

Ad 12. Rozważania dotyczące właściwości piezoelektrycznych laminatów dielektrycznych prowadzą do wniosku, że jednym z najistotniejszych parametrów wpływających na współczynnik piezoelektryczny  $d_{33}$  jest współczynnik sprężystości dla miękkiej warstwy dielektryka [130, 140, 141]. Poszukiwania materiału wykazującego z jednej strony dobre właściwości elektretowe, z drugiej niską wartość współczynnika sprężystości zwróciły uwagę na tzw. dielektryki rozproszone – „kompozyty” gaz-dielektryk stały. W charakterze wymienionego „kompozytu” zastosowano włókniyny polipropylenowe [125, 129]. Na ich bazie opracowano i zbadano struktury laminatowe, co w ostateczności umożliwiło skonstruowanie elastycznego (cecha charakterystyczna) przetwornika drgań. Opracowany przetwornik wykazuje czułość porównywalną lub lepszą w stosunku do innych rozwiązań wykorzystujących piezoelektryczne materiały polimerowe. Uzyskano patent krajowy [135].

Ad 14. Opracowano i sprawdzono przydatność konstrukcji wielu przyrządów czy układów pomiarowych, pozwalających wykonywać badania wielkości określonych między innymi wieloma normami krajowymi i europejskimi (np. mierniki pól). Wspomniane opracowania stanowią specjalistyczne zaplecze metrologiczne nie tylko dla obszaru nauki, ale także dla kadry inżyniersko-technicznej pracującej w tematyce związanej z elektrostatyką stosowaną. Do ostatniej uwagi upoważnia autora fakt stosowania przez niego wymienionej aparatury podczas opracowywania wielu ekspertyz z zakresu elektrostatyki.

Oprócz zebranych wyżej, w mniemaniu autora ważniejszych, wyników, w opracowaniu zacytowano bądź przedstawiono wiele innych, zarówno w zakresie metod pomiarowych (np. charakterystyka i ocena sondowej metody badania rozkładu ładunku – rozdział 7.), jak i praktycznych ich zastosowań (rozdział 9.). Umieszczenie innych wyników było podyktowane głównie potrzebą zilustrowania wielkości obszaru zajmowanego przez szeroko pojętą problematykę badań ładunku.

## LITERATURA

- [1] AKANDE A.R., LOWELL J., *Contact electrification of polymers by metals*. J. Electrostatics, Vol. 16, 1985, s. 147–156.
- [2] AL-BAWY I., FARISH O., *Charge Deposition on an Insulating Spacer under Impulse-Voltage Conditions*. IEE-Proc. A, Vol. 138, 1991, s. 145.
- [3] ALQUIE C., CHAPRAK G., LEWINER J., *Pulsed laser determination of surface electric charge distributions*. J. Phys. Letters, 43, 1982, L687–693.
- [4] ASTM, D 2679-73, *Standard Method of Test for Electrostatic Charge*.
- [5] BADIAN L., *Effect of Space charge on the Properties of Dielectrics*. Bull. Acad. Pol. Sci., Vol. 25, No. 1, 1977, s. 13–16.
- [6] BADIAN L., *Investigation of space-charge phenomena in dielectrics*. J. Electrostatics, Vol. 8, 1979, s. 1–11.
- [7] BADIAN L., KACPRZYK R., *Czas półzaniku jako współczynnik materiałowy*. Prace Naukowe Instytutu Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii. Politechnika Wroclawska nr 12, 1975, s. 90–92.
- [8] BADIAN L., GUBAŃSKI S.M., LEWIS T.J., *Anomalous conduction and ageing effects in rutile (TiO<sub>2</sub>) ceramics*. J. Phys. D, Appl. Phys., Vol. 10, 1977, s. 2513–2523.
- [9] BADIAN L., ŁOWKIS B., MOTYL E., GUBAŃSKI A., *Zastosowanie metod termostymulowanej depolaryzacji i siły termoelektrycznej do badania dielektryków. Etap II. Badania wkładek mikrofonowych*. Raport Politechniki Wroclawskiej nr I-7/R-221/78, Wrocław 1978.
- [10] BAJORSKI Z., DOŁŻYCKI S., KURDZIEL R., SKOPEC A., *Elektryczność i magnetyzm*. Wydawnictwo Politechniki Wroclawskiej, Wrocław 1983.
- [11] BAUM E.A., LEWIS T.J., TOOMER R., *Decay of electrical charge on polyethylene films*. J. Phys. D: Appl. Phys, Vol. 10, 1977, s. 487–97.
- [12] BEISER A., *Perspectives of modern physics*. McGraw-Hill, N.Y. 1970.
- [13] BLYTHE A.R., *A device for controlling static charge levels on film*. Inst. Phys. Conf. Sert. No. 27, Ch. 3, 1975, s. 238–245.
- [14] BOJEV S.G., *Opređenje električeskogo pola v tverdyh dielektrikach*. Prib. Techn. Eksp., No. 5, 1985, s. 184–185.
- [15] BOJEV S.G., PADIERIN V.A., *Diagnostika električeskogo pola v dielektrikach obučeniem tjaželymi zaražionnymi casticami*. Prib. Techn. Eksperim. No. 5, 1987, s. 191–193.
- [16] British Standard BS 2782, *Plastics. Part 2. Electricasl properties, Method 250A, Antistatic behaviour of film. Charge decay method*. BSI, 1976.
- [17] British Standard BS 2782, *Plastics. Part 2. Electricasl properties, Method 250C, Antistatic behaviour of film. Field window method*. BSI, 1976.

- 
- [18] British Standard **BS 7506: Part 2: Methods for Measurements in electrostatics**. Part 2. *Test Methods*. BSI, 1996.
- [19] British Standard **BS 7506, Methods for Measurements in Electrostatics**. Part 2. *Test Methods*. BSI, 1999.
- [20] CASTLE P.G.S., SEWELL M.R., *An Ionization Device for Air Velocity and Mass Flow Measurements*. IEEE Trans. on IA. Vol. IA-11, 1975, s. 119–123.
- [21] CHAPEAU F., ALQUIE C., LEWINER J., *Application of the Pressure Wave Propagation Method for the Analysis of Insulating Materials*. Proc. 5<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets (ISE-7), Heidelberg 1985, s. 559–564.
- [22] CHERIFI A., ABOU-DAKKA M., TOUREILLE A., *The validation of the thermal step method*. IEEE Trans. On Electr. Insul., Vol. 27, No. 6, 1992, s. 1152–1158.
- [23] CHOWDRY A., WESTGATE C.R., J. Phys. D: Appl. Phys. Vol. 7, 1974, s. 713–725.
- [24] CHUDLEICH P.W., *Charge transport through a polymer foil*. J. Appl. Phys., Vol. 48, No.11, 1977, s. 4591–4596.
- [25] COEHN A., Ann. Physik. Vol. 64, 1898, s. 217.
- [26] COLLINS R.E., *Application of Electrets to Electro-Acoustic Transducers*. AWA Technical Rev., Vol. 15, 1973, s. 53.
- [27] COLLINS R.E., *Production and Application of Long Life Electrets*. Prop. IREE, Oct. 1973, s. 381.
- [28] COLLINS R.E., *Distribution of Charge in Electrets*. Appl. Phys. Lett., Vol. 26, 1975, s. 675.
- [29] COLLINS R.E., *Analysis of spatial distributions of charges and dipoles in electrets by a transient heating technique*. J. Appl. Phys., Vol. 47, 1976, s. 4804–4808.
- [30] COLLINS R.E., *Measurement of charge distribution in electrets*. Rev. Sci. Instrum., Vol. 48, No. 1, 1977, s. 83–91.
- [31] COTTREL G.A., LOWELL J., ROSE-INNES A.C., *Charge transfer in metal-polymer contacts and the validity of „contact charge spectroscopy”*. J. Appl. Phys, Vol. 50, 1979, s. 374–376.
- [32] DAS-GUPTA D.K., HORNSBY J.S., *Laser Intensit Modulation Method (LIMM). An Analytical and Numerical Modification*. IEEE Trans. on Electr. Insul. Vol. 26, No. 1, 1991.
- [33] DAVIES D.K., *Trapped Charges on Dielectrics*. Nature, Vol. 203, 1964, s. 290–291.
- [34] DAVIES D.K., *The examination of the electrical properties of insulators by surface charge measurement*. J. Sci. Instrum., Vol. 44, 1967, s. 521–524.
- [35] DAVIES D.K., *Charge generation on dielectric surfaces*. Brit. J. Appl. Phys. (J. Phys. D), Ser. 2, Vol. 2, 1969, s. 1533–1537.
- [36] DAVIES D.K., *The measurement and interpretation of electrostatic fields*. Electrostatics Summer School '85, School of Electronic Eng. Sci. University College of North Wales, Bangor 11–13 Sept. 1985, s. 3.1–3.16.
- [37] DEKKER A.J., *Solid State Physics*. Macmillan, London 1960.
- [38] DENG X., ADAMIAK K., *The Electric Corona Discharge in the Triode System*. IEEE Trans. on Industrial Appl., Vol. 35, No. 4, 1999, s. 767–772.
- [39] DERVOS C., TRUSCOTT W.S., *Physical Process for Contact Charge Transfer*. J. Electrostatics, Vol. 16, 1985, s. 137–146.
- [40] Deutsche Norm DIN 53486, *VDE Bestimmungen für elektrische Prüfungen von Isolierstoffen. Beurteilung des elektrostatischen Verhaltens*.
- [41] DING H., XIA Z. *The field near the sample foil in the corona system with a grid*. Proc. 5<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets (ISE5), Castle of Heidelberg 4–6 Sept. 1985, s. 512–517.

- [42] DITCHI T., ALQUIE C., LEWINER J., FAVRIE R., JOCTEUR R., *Electrical properties of electrode-polyethylene-electrode structures*. Proc. 6<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets (ISE6), The Queen's College, Oxford 1–6 Sept. 1988, s. 7–12.
- [43] DURKIN W.J., *Electrostatic Measurements on Plastic Webs*. Conf. Rec. 28<sup>th</sup> Ann. Meeting IEEE-IAS, Toronto, Ontario, 2–8 Oct. 1993, s. 1728–1736.
- [44] *Dwukanałowy wzmacniacz ładunku MCA-2-200*. Instr. obsługi, PPHU „METRA”, Wrocław 2002.
- [45] EGUCHI M., *Further Researches on Permanently Polarized Dielectrics*. Proc. Phys.-Mat. Soc. Japan, Vol. 2, 1920, s. 169.
- [46] EISENMENGER W., HAARDT M., *Observation of charge compensated polarization zones in PVDF film by piezoelectric acoustic step wave response*. Solid State Commun., Vol. 41, 1982, s. 917–920.
- [47] *Electrometer Measurements*, Biuletyn informacyjny, Keithley Instruments, No. 4, s. 72–77.
- [48] *Electrostatic Field meter 101*. Karta katalogowa JCI John Chabb Instrumentation, 1985.
- [49] *Elektrometr Typ 219*. Instrukcja Techniczna. Unitra ZRK, Warszawa 1969.
- [50] European Standard EN 1149-3, *Protective clothing – Electrostatic properties – Part 3: Test methods for measurement of charge decay*. 2002.
- [51] FALCK M., DREYFUS G., LEWINER J., *Vapour induced depolarization currents. I. Models*. Phys. Rev. B, Vol. 25, No. 8, 1982, s. 5499–5508.
- [52] FARADAY M., *Eksperymentalnye issledovanija po električestvu*, t. 2. Izd. AN SSSR, Moskva 1947.
- [53] *Faraday Pail-JCI 151*, Karta katalogowa, John Chabb Instrumentation. U30, Lansdown Industrial Estate, Gloucester, Cheltenham, Glos. GL51 8PL, England.
- [54] FARISH O., AL-BAWY I., *Effect of Surface Charge on Impulse Flashover of Insulators in SF<sub>6</sub>*. IEEE Trans on Electrical Ins., Vol. 26, No. 3, 1991, s. 443–452.
- [55] FEASTER G.R., PROSSAK F.W., WIESMAN G.G., *An Automatic Charge Measuring and Recording Apparatus*. Rev. Sci. Instr. Vol. 23, 1952, s. 763.
- [56] FEDER J., *Storage and examination of high-resolution charge images in teflon foils*. J. Appl. Phys., Vol. 47, 1976, s. 1741–5.
- [57] *Fieldmeters, Models 255; 245, 171, Application Notes*. Katalog firmowy Monroe Electronics, 1985.
- [58] FOLLOWS G.W., LOWELL J., WILSON M.P.W., *Contact electrification of polyamides*. J. Electrostatics, Vol. 26, 1991, s. 261–273.
- [59] FORD T.R., *Measurement of the distribution of surface electric charge by use of capacitive probe*. J. Phys. E: Sci. Instrum., Vol. 2, 1969, s. 411–413.
- [60] FREEDMAN L.A., ROSENTHAL L.A., *An Apparatus for Study of Electrets*. Rev. Sci. Instr., Vol. 21, 1950, s. 896.
- [61] FREI H., GROETZINGER G., *The Electrical Energy Released in Melting Waxes*. Phys. Z., Vol. 37, 1936, s. 720–724.
- [62] FUHRMANN J., *Contact electrification of dielectric solids*. J. Electrostatics, Vol. 4, 1977/1978, s. 109–118.
- [63] FUJIBAYASHI K., MATSUI M., WATANABE T., MURASAKI N., *Distribution of Corona Ion Current Passed Through a Grid Electrode*. Proc. IEJ-ESA Joint Symp. Electrostatics, Kyodai Kaikan, Kyoto 25–26 Sept. 2000, s. 147–154.
- [64] GAJEWSKI A.S., *Elektryczność statyczna. Poznanie, pomiar, zapobieganie, eliminowanie*. Instytut Wydawniczy Związków Zawodowych, Warszawa 1987.



- [65] GAJEWSKI J.B., *Elektrostatyczna, bezkontaktowa metoda ciągłego pomiaru strumienia masy i średniej prędkości w przepływach dwufazowych gaz–ciało stałe*. Prace Naukowe Instytutu Techniki Ciepłej i Mechaniki Płynów Politechniki Wrocławskiej nr 49, Seria Monografie nr 26, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1995.
- [66] GAJEWSKI J.B., KACPRZYK R., *Application of the Electrical Modulation of a Charged Solid Particle Stream to the Mass Flow Rate Measurements by Means of any Noncontact Method*. Proc. 2<sup>nd</sup> Int. Conf. on Applied Electrostatics, Beijing 4–7 Nov. 1993, s. 454–462.
- [67] GAJEWSKI J.B., KACPRZYK R., ZUK J., *Electrostatic, Noncontact, Continuous and Real-Time Velocity Measurements in Pneumatic Transport Pipes*. Conf. Rec. of 1993 IEEE-IAS Ann. Meeting, Royal York Hotel, Part III, Toronto, Ontario 2–8 Oct. 1993, s. 1709–1713.
- [68] GAJEWSKI J.B., KACPRZYK R., ZUK J., *Field Mill and its Application for Measuring the Mass Flow Rate*. Conf. Rec. of 1993 IEEE-IAS Ann. Meeting, Royal York Hotel, Part III, Toronto, Ontario 2–8 Oct. 1993, s. 1769–1773.
- [69] GALLO C.F., *Corona-A brief status report*. IEEE Trans. Ind. Appl., Vol. IA-13, 1977, s. 550–557.
- [70] GARTON L.G., *Charge transfer from metal to dielectric by contact potential*, J. Phys. D, Vol. 7, 1974, s. 1814.
- [71] GERHARD-MULTHAUPT R., *Analysis of pressure-wafer methods for nondestructive determination of spatial charge or field distribution in dielectrics*. Phys. Rev. B, Vol. 27, No. 4, 1983, s. 2494–2503.
- [72] GERHARD-MULTHAUPT R., *Analysis of pressure-wafer methods for nondestructive determination of spatial charge or field distribution in dielectrics*. Conf. Proc. Amherst ROK?, s. 65–70.
- [73] GERHARD-MULTHAUPT R., PETRY W., *High-resolution probing of surface charge distribution on electrical samples*. J. Phys. E, Sci. Instrum., Vol. 16, 1983, s. 418.
- [74] GIACOMETTI J.A., CAMPOS J.S., *Constant Current Corona Triode with Bias Grid Voltage Control*. Proc. 6<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, ISE 6, 1–3 Sept. 1988, the Queen's College, Oxford, Ed. D.K. Das-Gupta, Oxford 1988, s. 404–408.
- [75] GIACOMETTI J.A., LEAL FERREIRA G.F., GROSS B., *A Summary of Corona Methods*. Proc. 6<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, ISE 6, 1–3 Sept. 1988, the Queen's College, Oxford, Ed. D.K. Das-Gupta, Oxford 1988, s. 87–91.
- [76] GIBSON N., *Static electricity – an industrial hazard under control?*, J. Electrostat., Vol. 40/41, 1997, s. 21–30.
- [77] GLOR M., SCHWANZFEUER K., *Occurrence of Cone Discharges in Production Silos*. J. Electrostatics, Vol. 40–41, 1997, s. 511–516.
- [78] GROSS B., SESSLER G.M., WEST J.E., *Charge Dynamics for Electron-Irradiated Polymer Foil Electrets*. J. Appl. Phys., Vol. 45, 1974, s. 2841.
- [79] GROSSWEINER L.I., *A note on the analysis of first order glow curves*. J. Appl. Phys., Vol. 24, 1953, s. 1306.
- [80] GUBAŃSKI S.M., KACPRZYK R., ZUBEL Z., *A new approach to ageing studies of polymeric foils*. 5<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Technical University Braunschweig, Braunschweig, 24–28 Aug. 1987, s. 1–4.
- [81] GUBKIN A.N., Prib. Techn. Eksperim. Vol. 4, 1959, s. 113.
- [82] GUBKIN A.N., *Elektrety*. Izd. Nauka, Moskva 1978.

- [83] GUZENKOV S.I., KLIMOVICH A.F., *On formation of electret state during friction of polymers*. Proc. 7<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, Berlin 25–27 Sept. 1991, s. 305–309.
- [84] HAARDT M., EISENMENGER W., *High Resolution Technique for Measuring Charge and Polarization Distributions in Dielectrics by Piezoelectrically Induced Pressure Step Waves (PPS)*. Conf. Proc. Amherst, **ROK?**, s. 46–51.
- [85] HAASE J., LOEBEL W., *Elektrostatistische Sicherheit von Schutz-kleidung und ihre Pruefung*. ITB Vliesstoffe. Technische Textilien, Nr. 3, 1995, s. 6–12.
- [86] HAENEN H.T.M., *Potential probe measurement analysis and charge distribution determination*. J. Electrostatics, Vol. 2, 1977, s. 203.
- [87] HAENEN H.T.M., HOSSELET L.M.L.F., *Messaufbau zum Registrieren der örtlichen Verteilung der Ladung auf statisch geladen flechen Dielektriken*. ATM (Archiv für technisches Messen), V-942-17, 1976, s. 23–26.
- [88] HARA Y., MURATA Y., *Enhancement of Frictional Charging Characteristics of Polymer Powder by Plasma Treatment*. Proc. Iej-ESA Joint Symp. Electrostatics, 2000, s. 244–249.
- [89] HARPER W.R., *The Generation of Static Charge*. Phil. Mag. Adv. in Physics, Vol. 6, No. 24, 1957, s. 202–417.
- [90] HARPER W.R., *Contact and frictional Electrification*. Clarendon Press, Oxford 1967.
- [91] HELMHOLTZ H., Ann. Physik und Chemie. Vol. 7, 1879, s. 337.
- [92] HENRY P.S.H., Brit. Journ. Appl. Phys., Suppl. 2, Vol. 31, 1953, s. 6–8.
- [93] HERSH S., MONTGOMERY D.J., Text. Res. J., Vol. 23, No. 3, 1955, s. 291–197.
- [94] HILCZER B., MAŁECKI J., *Elektrety i piezopolimery*. PWN, Warszawa 1992.
- [95] HORENSTEIN M.N., *Measuring Surface Charge with a Noncontacting Voltmeter*. Conf. Rec. 28<sup>th</sup> Ann. Meeting IEEE-IAS, Toronto, Ontario 2–8 Oct. 1993, s. 1811–1816.
- [96] HORENSTEIN M.N., STONE P.R., *A Micro-Aperture Electrostatic Field Mill Based on MEMS Technology*. Proc. IEJ-ESA Joint Symp. Electrostatics, Kyodai-Kaikan, Kyoto 2000, s. 183–192.
- [97] HUGHES J.F., *Fundamental Principles of Charging of Powders and Liquids*. 6<sup>th</sup> Int. Symp. on Theory and Trends in Electrostatic Coating Technology, Univ. of Southampton, Southampton 28–29 June 1990, s. 1–11.
- [98] HUGHES J. F., *Measurement techniques*. 6<sup>th</sup> Int. Symp. on Theory and Trends in Electrostatics Coating Technology, Univ. of Southampton, Southampton 28–29 June 1990.
- [99] HUGHES K.A., SECKER P.E., *A two-dimensional charge scanning instrument for flat insulating sheet*. J. Phys.E: Sci. Instrum, 1971, s. 362–365.
- [100] ILIUKOVIC A.M., *Technika elektrometrii*, Energia, Moskva 1976.
- [101] Instrukcja obsługi *Przyrząd do pomiaru natężenia stałych i wolnoziemnych pól elektrycznych MFM-200A*. PPHU „METRA”, Wrocław 2003.
- [102] IWAN S., *Metody pomiarów elektrostatycznych dielektryków stałych*. Rozprawa doktorska. Instytut Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii, Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1983.
- [103] JAWOREK A., *Metody pomiarowe elektrostatyki*. Zeszyty Naukowe Instytutu Maszyn Przepływowych PAN, nr 202/1104/85, Gdańsk 1985.
- [104] JONES J.E., DAVIES M., GOLDMAN A., GOLDMAN M., *A simple analytic alternative to Warburg's law*. J. Appl. Phys. Vol. 23, 1990, s. 542–552.
- [105] KACPRZYK R., *Układ do badania czasu półzaniku dielektryków stałych*. Przegląd Elektrotechniczny, nr 3, 1976, s. 293–295.

- [106] KACPRZYK R., *Sonda wibracyjna do pomiaru gęstości ładunku powierzchniowego*. Pat. PL nr 102615, 1977.
- [107] KACPRZYK R., *Głowica elektryzacyjno-pomiarowa*. Patent PL nr 226149, 07.08.1980.
- [108] KACPRZYK R., *A head for measurements of the surface charge density on solid dielectrics*. Polish Technical Review., No. 4, 1982, s. 32.
- [109] KACPRZYK R., *Badania elektrostatycznych właściwości dielektryków metodą wirującej próbki*. Pomiary, Automatyka, Kontrola, nr 3, 1984, s. 72–75.
- [110] KACPRZYK R., *Głowica wibracyjna do pomiaru gęstości ładunku powierzchniowego*. Pomiary, Automatyka, Kontrola, nr 4, 1984, s. 96.
- [111] KACPRZYK R., *Głowica elektryzacyjno-pomiarowa do badań gęstości ładunku i czasu półzaniku*. Pomiary, Automatyka, Kontrola, nr 5, 1984, s. 132–134.
- [112] KACPRZYK R., *Pomiary gęstości ładunku powierzchniowego metodą podnoszonej elektrody*. Pomiary, Automatyka, Kontrola, nr 11, 1984, s. 321.
- [113] KACPRZYK R., *Sonda do pomiaru rozkładu potencjału powierzchniowego i wielkości pochodnych*. Pomiary, Automatyka, Kontrola, nr 11, 1984, s. 321–322.
- [114] KACPRZYK R., *Determination of space charge distribution in thick dielectric samples*. J. Electrostatics, Vol. 22, 1989, s. 95–106.
- [115] KACPRZYK R., *Pomiary gęstości ładunki i pól elektrostatycznych na taśmach*. Mat. międzynarod. symp. „Elektryzacja a bezpieczeństwo stosowania wyrobów włókienniczych”, Instytut Włókiennictwa, Łódź–Arturówek, wrzesień 1994, s. 210–215.
- [116] KACPRZYK R., *Wzmacniacz do mikros sondy napięciowej*. Pomiary, Automatyka, Kontrola, nr 1, 1994, s. 6–7.
- [117] KACPRZYK R., *Problemy pomiaru natężeń pól elektrostatycznych*. Mat. IV symp. nauk.-techn. „Nowoczesne technologie elektrostatyczne”, Wydział Elektryczny, Politechnika Białostocka, Supraśl 8–9 grudnia 1995, s. 7–15.
- [118] KACPRZYK R., *Ocena koncentracji jonów na wyjściu przenośnego elektrofiltru*. Instytut Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej, Orzeczenie nr 1995.
- [119] KACPRZYK R., *Dobór wymiarów klatki Faraday’a*. Opracowanie dla KD Barbara – Mikołów, Wrocław 1996 (niepublikowane).
- [120] KACPRZYK R., *Wykorzystanie zjawiska tryboelektrycznego do pomiaru strumienia masy*. Mat. VI symp. nauk.-tech. „Technologie, procesy i urządzenia elektrostatyczne oraz jonowe”. Wydział Elektryczny Politechniki Białostockiej, Rajgród 1999, s. 18–22.
- [121] KACPRZYK R., *Electrification of Bar Probes by Particles in Gas-Solid Pipe Flow*. Proc. IEJ –ESA Joint Symp. Electrostatics, Kyodai Kaikan 25–26 Sept. 2000, s. 229–235.
- [122] KACPRZYK R., *Elektryczność statyczna w przemyśle elektronicznym*. Elektronika praktyczna, nr 3, 2001, s. 144–149.
- [123] KACPRZYK R., *Piezoelectricity in porous PE foil*. Proc. Int. Conf. on Processing, Testing and Application of Dielectric Materials, Przegląd Elektrotechniczny, Zeszyt Specjalny, R. LXXVII, Wrocław 17–19 Sept. 2001, s. 147–150.
- [124] KACPRZYK R., *Polarization of porous PE foil*. Proc. Of the 11<sup>th</sup>. Int. Symp. on Electrets, Melbourne 1–3 Oct. 2002, s. 207–210.
- [125] KACPRZYK R., *Non-conventional application of unwoven fabrics*. J. Electrostatics, Vol. 56, 2002, s. 111–119.
- [126] KACPRZYK R., *Soft electret transducer for human body natural rhythms observations*. Mat. konf. „Measurement and Control in Biomedicin”, Roznov pod Radhostem 2–4 Sept. 2003, s. 86–91.

- [127] KACPRZYK R., *Zagrożenia od elektryczności statycznej*. Mat. XIV konf. nauk.-techn. „Bezpieczeństwo elektryczne” i IV Szkoła Ochrony Przeciwporażeniowej ELSAF 2003, Wrocław, 10–12 września 2003, s. 267–272.
- [128] KACPRZYK R., *Influence of the discharge conditions on discharge characteristics*. J. Electrostatics (w druku) 2004
- [129] KACPRZYK R., DOBRUCKI A.B., KIN M.J., *Low frequency properties of double layer electret transducer*. Acta Acustica, Vol. 82, Suppl. 1, 1996, s. 176.
- [130] KACPRZYK R., DOBRUCKI A.B., GAJEWSKI J.B. *Double layer electret transducer*. J. Electrostatics, Vol. 39, 1997, s. 33–40.
- [131] KACPRZYK R., KEMPSKI A., *Sondowe metody badań rozkładu ładunku przestrzennego*. Ogólnokrajowe symp. „Ładunek przestrzenny w dielektrykach i jego wpływ na ich własności elektryczne”, Zielona Góra, czerwiec 1984, IEP WSI Zielona Góra, IPEiE Politechnika Wroclawska, PTETiS Zielona Góra, 1989, s. 50–59.
- [132] KACPRZYK R., KEMPSKI A., *Badanie rozkładu ładunku przestrzennego w dielektrykach stałych metodą sond napięciowych*. Ogólnokrajowe symp. „Ładunek przestrzenny w dielektrykach i jego wpływ na ich własności elektryczne”, Zielona Góra czerwiec 1984, IEP WSI Zielona Góra, IPEiE Politechnika Wroclawska, PTETiS Zielona Góra 1989, s. 60–72.
- [133] KACPRZYK R., KROWIŃSKI A., *Wpływ elektryzacji statycznej na zjawisko klejenia się folii*. Wiadomości Elektrotechniczne, R. LIII, nr 3–4, 1985, s. 69–71
- [134] KACPRZYK R., KROWIŃSKI A., WÓJCIK K., *UV influence on discharge characteristics of polymer foils*. Proceedings of 3<sup>rd</sup> Int. Conf. On Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, Trondheim 3–6 July 1989, s. 397–401.
- [135] KACPRZYK R., ŁOWKIS B., *Elektretowy przetwornik drgań*. Patent PL nr 181596, 1997.
- [136] KACPRZYK R., ŁOWKIS B., *High gradient fabrics*. Proc. of the 11<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, Melbourne 1–3 Oct. 2002, s. 302–305.
- [137] KACPRZYK R., ŁOWKIS B., BUGAJSKI M., *Ocena czasu życia elektretów foliowych*. Prace Naukowe Instytutu Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej nr 34, seria Konferencje, nr 10, 1998, s. 281–283.
- [138] KACPRZYK R., ŁOWKIS B., MOTYL E., *Application of a Modulated Light Beam for the determination of the Charge Pattern*. Conf. Rec. 10<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets ISE 10, Delphi 22–24 Sept. 1999.
- [139] KACPRZYK R., MOTYL E., *Piezoelectric properties of double layer electrets*. Proc. 2<sup>nd</sup> Int. Conf. on Applied Electrostatics, 4–7 Nov. 1993, Beijing, s. 193–197.
- [140] KACPRZYK R., MOTYL E., *Properties of PP-PS double layer electrets*. Proc of the 8<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets (ISE8), Paris 7–9 Sept. 1994, 703–708.
- [141] KACPRZYK R., MOTYL E., GAJEWSKI J.B., PASTERNAK A., *Piezoelectric properties of nonuniform electrets*. J. Electrostatics, Vol. 35, 1995, s. 161–166.
- [142] KACPRZYK R., PASTERNAK A., DUL M., POŻNIAK R., *Elektryzacja statyczna w kondensatorach zmiennych*. Mat. III symp. nauk.-techn. „Nowoczesne przemysłowe technologie elektrostatyczne”. Białystok 15–16 października 1993, s. 159–164.
- [143] KACPRZYK R., RUCKI E., *Ocena zagrożeń od elektryczności statycznej na terenie przedsiębiorstwa „Przem-Pasz”*. Opracowanie nr 65/025/99Wr, IR SEP, Wrocław 1999.
- [144] KACPRZYK R., SKOPEC A., STEC C., *Application of compensation method for the measurement of electric field in the vicinity of charged, partly conducting and moving webs*. J. Electrostatics (w druku) 2004.

- [145] KACPRZYK R., STAROŃ J., SAKAL P., *Elektryzacja powierzchni dielektryków metodą koronową*. Mat. II konf. nauk. „Postępy w elektrotechnologii”, Szklarska Poręba 4–6 września 1996, s. 205.
- [146] KACPRZYK R., STEC C., *Modification of L IMM Method of space charge distribution Determination. Part I, Theory*. Materials Science, Vol. 16, No. 1–3, 1990, s. 121–125.
- [147] KACPRZYK R., STEC C., *Modification of L IMM Method of space charge distribution Determination. Part II, Experiment*. Materials Science, Vol. 16, No. 1–3, 1990, s. 127–130.
- [148] KACPRZYK R., STEC C., *Measurement of the surface charge density on moving webs*. J. Electrostatics, Vol. 40–41, 1997, s. 455.
- [149] KACPRZYK R., ZIAJA J., *Properties of corona charged plasma vapor deposited PTFE films*. J. Electrostatics, Vol. 40–41, 1997, s. 319–323.
- [150] KACPRZYK R., ZIAJA J., *Wykorzystanie techniki znaczenia jonami w pomiarach przepływu gazu*. Mat. IV konf. nauk. „Postępy w elektrotechnologii” Inst. Elektrotechniki Oddz. Wrocław, Jamrozowa Polana 14–15 września 2000, s. 203–206.
- [151] KANAZAWA K.K., BATRA I.P., WINTLE H.J., *Decay of surface Potential in Insulators*. J. Appl. Phys. Vol. 43, No. 2, 1972, s. 719–720.
- [152] KAPCOV N.A., *Koronnyj razriad*. OGIZ, Gosenergoizdat, Moskva 1947.
- [153] KĘDZIA J. *Polaryzacja statyczna jako kryterium starzenia dielektryków*. Rozprawa doktorska. Instytut Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii. Politechniki Wrocławskiej. Wrocław 1972.
- [154] KEMPSKI A., *Metoda sond napięciowych w zastosowaniu do badania rozkładu ładunku przestrzennego w dielektrykach ceramicznych*. Rozprawa doktorska, Raport nr I-7/PRE-124/81, Instytut Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1981.
- [155] KHALIL M.S., HANSEN B.S., *Investigation of space charge in low density polyethylene using field probe technique*. Conf. Record, IEEE Int. Symp. on Electrical Insulation, Montreal June 11–13, 1984, s. 72–75.
- [156] KITTAKA S., MURATA Y., *Contact Charging and Photoemission of Anthracene Single Crystal*. Jap. J. Appl. Phys., Vol. 18, No. 2, 1979, s. 295–301.
- [157] KLEBER W., *Liquid atomization in electrostatic field and its technological application*. Proc. Of Int. Conf. On Industrial Electrostatics, Budapest 17–18 May 1984, s. 112–131.
- [158] KLIMOVICH A.F., *Study of Contact Electrification in Polymers*. DAN-BSSR, Vol. 29, No. 3, 1980, s. 238–241.
- [159] KUNIN V.J.A., FOMENKO L.N., CYKIN A.N., *Izmerenie elektroprovodnosti i raspredelenija potencjala električeskogo pola v rutilovoj keramike v processe ego starenija*. Fizika Tverdogo Tela. Vol. 4, No. 4, 1962, s. 972–976.
- [160] KWANG S., *Space charge behaviour of acrylic monomer-grafted PE*. Trans. on Electr. Insul., Vol. 6, No. 3, 1999, s. 282–287.
- [161] LABADZ A.F., LOWELL J., *Contact charge density and penetration depth*. J. Electrostatics, Vol. 26, 1991, s. 251–260.
- [162] LANG S.B., DAS-GUPTA D.K., *A Technique for Determining the Polarization Distribution in Thin Polymer Electrets Using Periodic Heating*. Ferroelectrics, Vol. 39, 1981, s. 1249–1252.
- [163] LANG S.B., DAS-GUPTA D.K., *A new technique for Determination of the Spatial Distribution of Polarization in Polymer Electrets*. Ferroelectrics, Vol. 60, 1984, s. 23–36.

- [164] LANG S.B., DAS-GUPTA D.K., *Laser intensity modulation method: A technique for determination of spatial distribution of polarization and space charge in polymer electrets*. J. Appl. Phys. Vol. 59, No. 6, 1986, s. 2151–2160.
- [165] LATOUR M., DONNET G., *Detection of internal field strength in PE by means of ionic dopants*. J. Electrostatics, Vol. 8, No. 1, 1979, s. 81–87.
- [166] LAURENCEAU P., DREYFUS G., LEWINER J., *New Principle for determination of Potential Distributions in Dielectrics*. Phys. Rev. Lett., Vol. 38, No. 1, 1977, s. 46–49.
- [167] LAW S.E., *Embedded-Electrode Electrostatic-Induction Spray-Charging Nozzle: Theoretical and Engineering design*. Trans. ASAE, Vol. 21, No. 6, 1978, s. 1096–1104.
- [168] LAW S.E., *Electrostatic Pesticide Spraying: Concepts and Practice*. IEEE Trans. Industry Appl., Vol. IA-19, No. 2, 1983, s. 160–168.
- [169] LEAL FERREIRA G.F., CHINAGLIA D.L., GIACOMETTI J.A., OLIVEIRA O.N., *Corona triode current-voltage characteristics: on effects possibly caused by the electronic component*. J. Phys. D: Appl. Phys., Vol. 26, 1993, s. 628–633.
- [170] LEHOVEC K., SHRIN G.A., *Conductivity injection and extraction in polycrystalline barium titanate*. Appl. Phys. Vol. 33, No. 6, 1962, s. 2036–2044.
- [171] LEWIS T.J., *Electrical effects at interfaces and surfaces*. Proc. 5<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, Heidelberg 1985, s. 75–87, lub IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 21, No. 3, 1986, s. 289–295.
- [172] LIM F.N., FLEMING R.J., NAYBOUR R.D., *Space charge accumulation in power cable XLPE insulation*. IEEE Trans. on Electr. Insul., Vol. 6, No. 3, 1999, s. 273–281.
- [173] LINDMANOWSKI W., *Zarys teorii wyladowań w dielektrykach*, WNT, Warszawa 1988.
- [174] LISOWSKI M., *Pomiary rezystywności i przenikalności dielektryków stałych*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004.
- [175] LISOWSKI M., MURACH G., *Szacowanie niepewności wyników pomiarów w badaniach międzylaboratoryjnych*. Mat. V symp. pt. „Międzylaboratoryjne badania porównawcze”, Łeba, 13–15 września 1999, Referaty i komunikaty, KPLB POLLAB, s. 141–153.
- [176] LOEB L.B., *Fundamental processes of electrical discharge in gases*. Wiley, N.Y. 1947.
- [177] LOEB L.B., *Static Electrification*. Springer Verlag, Berlin 1958.
- [178] LOWELL J., *Contact electrification of alkali halides*. J. Electrostatics, Vol. 29, 1992, s. 167–176.
- [179] LUŠČEJKIN G.A., *Polimernye elektrety*. Izd. Chimia, Moskva 1976.
- [180] LUŠČIK C.B., *K teorii termičeskogo vysvečivania*. Dokl. AN SSSR, Vol. 101, 1955, s. 641.
- [181] LUTTGENS G., GLOR M., *Understanding and Controlling Static Electricity*. Expert. Verlag, Ehingen bei Boblingen 1989.
- [182] ŁOWKIS B., *Ocena właściwości elektretowych folii polipropylenowej*. Mat. konf. „Postępy w elektrotechnologii”, Instytut Elektrotechniki Oddział we Wrocławiu, Instytut Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej, Polski Komitet Materiałów Elektrotechnicznych SEP, Szklarska Poręba 14–16 września 1994, s. 137–142.
- [183] ŁOWKIS B., MOTYL E., *Investigation of the organic electrets lifetime*. Materials Science, Vol. VII, No. 2–3, 1981, s. 251–255.
- [184] ŁOWKIS B., SZYMONOWICZ M., *Wpływ ładunku elektrycznego na adhezję składników krwi*. Raport serii Sprawozdania nr 179, Instytut Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1985.

- [185] MAKIN B., *Static electrification in supertankers*. Phys. in Technology, D, 1975, s. 109–116.
- [186] MALECKI J., *Electrical conductivity and electret stability. Why electrets are so stable?*. Proc 9<sup>th</sup> Symp. on Electrets, ISE 9, Eds. Xia Zhongfu, Zhang Hongyan, Shanghai 25–30 Sept. 1996, s. 110–116.
- [187] MALECKI J., *A Model of Long Time Decay of Space Charge in Polymers*. Proc. 10<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, ISE 10, Eds. A.A. Konsta et al., Delphi 22–24 Sept. 1999, s. 83–86.
- [188] MAPLESON W.W., WHITLOCK W.S., J. Atmos. Terr. Phys., Vol. 6, 1955, s. 61.
- [189] MASUDA H., MATSUSAKA S., NAGATANI S., *Measurements of powder flow rate in gas-solid pipe flow based on the static electrification of particles*. Adv. Powder Tech. Vol. 5, No. 3, 1994, s. 241–254.
- [190] MASUDA H., MATSUSAKA S., SHIMOMURA H., *Measurement of mass flow rate of polymer powder based on static electrification of particles*. Adv. Powder Tech. Vol. 9, No. 2, 1998, s. 169–179.
- [191] MATARE H.F. *Defect Electronics in Semiconductors*. Wiley, N.Y. 1971.
- [192] MATSUI M., FUJIBAYASHI K., MATSUOKA G., MURASAKI N., *Sensitivity of a Vibrating Electrode Type Field Meter Driven at Ultrasonic Frequency*. J. Electrostatics, Vol. 46, 1999, s. 131–141.
- [193] MATSUYAMA T., YAMAMOTO H., *Electrification of a Single Polymer Particles by Successive Impacting on to Metal Targets*. Conf. Rec. IEEE-IAS 28<sup>th</sup> Ann. Meeting, Royal York Hotel, Toronto, Ontario, 2–8 Oct. 1993, s. 1622–28.
- [194] MATUOLIS V., *Elektrizacija dielektrikov i sriedy*. Vilnius, Mokslas 1986.
- [195] McATEER O.J., *Electrostatic discharge control*. McGraw-Hill, N.Y. 1989.
- [196] MIRONOV V.S., *Triboelectret state of polymer composites*. Proc. 7<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, Berlin 25–27 Sept. 1991, s. 310–313.
- [197] MIZERSKI S., *Wytyczne do obliczania i wyrażania niepewności pomiaru*. Główny Urząd Miar, Zakład Metrologii Ogólnej, Warszawa 1994.
- [198] Monroe Electronics Inc. Karta katalogowa *Model 1017 Isoprobe*. 1985.
- [199] MONTEICH L.K., HAUSER J.R., *Space Charge Effect in Insulators Resulting from Electron Irradiation*. J. Appl. Phys., Vol. 38, 1967, s. 5355.
- [200] MOOR A.D., *Electrostatics and its applications*. Wiley, N.Y. 1973.
- [201] MORENO R.A., GROSS B., *Measurement of potential buildup and decay, surface charge density, and charging currents of corona-charged polymer foil electrets*. J. Appl. Phys., Vol. 47, 1976, s. 3397–3402.
- [202] MOTT N.F., DAVIES E.A., *Electronic processes in non-crystalline materials*. Clarendon Press, Oxford 1971.
- [203] MOTYL E., *Zastosowanie metod prądów termostymulowanej depolaryzacji do oceny własności niektórych materiałów elektroizolacyjnych*. Rozprawa doktorska. Instytut Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej. Wrocław 1975.
- [204] MOTYL E., *Ładunek przestrzenny w dielektrykach stałych. Analiza metod pomiarowych*. Prace Naukowe Instytutu Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej nr 35, Monografie nr 13, Wrocław 2000.
- [205] MOTYL E., KACPRZYK R., *Corona charging currents in polyethylene terephthalate films*. Proc. 2<sup>nd</sup> Int. Conf. Appl. Electrostatics, Bijing, 1993, s. 225–232.
- [206] MOTYL E., KACPRZYK R., *Corona charging of polypropylene films in the atmosphere of hydrogen*. Proc. 8<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, Paris 1994, s. 31–37.

- [207] MOTYL E., KACPRZYK R., *On the electrical conduction in polyimide*. Proc. 9<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, Shanghai 1996, s. 608–613.
- [208] MURATA Y., *Photoelectric Emission and Contact Charging of Some Synthetic High Polymers*. Jap. J. Appl. Phys., Vol. 18, No. 1, 1979, s. 1–8.
- [209] NIEWCZAS B., *Tryboelektryczna aparatura do pomiaru emisji pyłu*. IV konf. „Elektrofiltry '96” Bełchatów 5–7 września 1996, s. 205–210.
- [210] *Noncontacting Electrostatic Voltmeters*, Trek Standard Product Catalog, 1993.
- [211] NORDHAGE F., BACKSTROM G.J., *Electrification in an electric field as a test of the theory of contact charging*. Inst. Phys. Conf. Ser., No. 27, Ch. 2, 1975, s. 84–92.
- [212] NORDHAGE F., BACKSTROM G.J., *Oscillating probe for charge density measurement*. J. Electrostatics, Vol. 2, 1976, s. 91–95.
- [213] O'NEILL B.C., FOORD T.R., *Contact and tribo charging of polymer surfaces*. Inst. Phys. Conf. Ser. No. 27, Ch. 2, 1975, s. 104–111.
- [214] OHARA K., *Temperature and Friction Speed Dependence of Frictional Electrification between Metal and Polymers. Contribution of Molecular Motion of Polymers to Frictional Electrification*. Charge storage, Charge Transport and Electrostatics with their Applications, Eds. Y. Wada, M.M. Perlman, H. Kokado, Vol. 2, Elsevier, 1979, s. 30–34.
- [215] OREŠKIN P.T., *Fizika poluprovodnikov i dielektrikov*. Wysšaja Škola, Moskva 1977.
- [216] PATER A., *Badanie wpływu parametrów przepływu na tryboelektryczne ładowanie sond*. Praca magisterska, Wydział Elektryczny Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2000.
- [217] PLOSS B., EMMERICH R., BAUER S., *Thermal wave probing of pyroelectric distribution in the surface region of ferroelectric materials: A new method for the analysis*. J. Appl. Phys., Vol. 92, No. 11, 1992, s. 5363–5370.
- [218] PN-92/E-05201, *Ochrona przed elektrycznością statyczną. Metody oceny zagrożeń wywołanych elektryzacją materiałów dielektrycznych stałych. Metody oceny zagrożenia pożarowego i/lub wybuchowego*.
- [219] POLLARD I.E., CHABB J.N., *An instrument to measure electric fields under adverse conditions*. Inst. Phys. Conf. Ser., No. 27, Ch. 3, 1975, s. 182.
- [220] *Precision Electrostatic Fieldmeter*. Model 422; Handheld Electrostatic High Sensitivity Fieldmeter Model 107HS; Intrinsically Safe Fieldmeter Model 179; Karty Katalogowe Industrial Development Bangor (UCNW) Ltd. Wales, 1982.
- [221] *Przyrząd do pomiaru stałych i wolnozmiennych pól elektrycznych FM981*. Instr. obsługi, PPHU „METRA”, Wrocław 2000.
- [222] *Przyrząd do pomiaru stałych i wolnozmiennych pól elektrycznych MFM200A*. Instr. obsługi, PPHU „METRA”, Wrocław 2003.
- [223] *q/m- meter*, karta katalogowa, PES-Lab. Epping GmbH, Carl-Orff-Weg 7, D-85375 Neufahrn bei Freising, Germany 2001.
- [224] *Radioizotopowy miernik natężenia pola elektrostatycznego typu RMEL-Fi*. Instrukcja obsługi, ZUP „Polon”, Kraków 1973.
- [225] REEDYK C.W., PERLMAN M.M., *The Measurements of Surface Charge*. J. Electrochem. Soc. Vol. 115, 1968, s. 49.
- [226] ROBINS E.S., ROSE-INNES A.C., LOWELL J., *Are adsorbed ions involved in the contact charging between metals and insulators*. Inst. Phys. Conf. Ser. No. 27, Ch. 2, 1975, s. 115–121.
- [227] ROSE G.S., WARD S.G., *Brit. J. Appl. Phys.*, Vol. 8, No. 13, 1957, s. 23–30.



- [228] ROZNO A.G., GROMOV V.V., *Electric charge distribution and radiation effects in irradiated dielectrics*. IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 21, 1986, s. 417–425.
- [229] SCHAFFERT R., *Electrophotography*. New York, Focal, 1975.
- [230] SEAVER A.E., *Analysis of Electrostatic Measurements on Webs*. Conf. Rec. 28<sup>th</sup> Ann. Meeting IEEE-IAS, Toronto, Ontario 2–8 Oct. 1993, s. 1721–1727.
- [231] SECKER P.E., *The use of field-mill instruments for charge density and voltage measurements*. Inst. Phys. Conf. Ser., No. 27, Ch. 3, 1975, s. 173–181.
- [232] SEGGERN H. von, WEST J.E., KUBLI R.A., *Determination of charge centroids in two-side metallized electrets*. Rev. Sci. Instrum., Vol. 55, No. 6, 1984, s. 964–967.
- [233] SEGGERN H. von, WEST J.E., *Stabilization of positive charge in fluorinated ethylene propylene copolymer*. J. Appl. Phys., Vol. 55, No. 7, 1984, s. 2754–2757.
- [234] SESSLER G.M., *Spatial Depth and Density of Charge in Electrets*. J. Appl. Phys., Vol. 43, 1972, s. 408.
- [235] SESSLER G.M., *Research in Polymer Electrets*. Phot. Sci. Eng., Vol. 18, 1974, s. 162.
- [236] SESSLER G.M., *Electrets*. Topics in Applied Physics, Vol. 33, Springer Verlag, Berlin 1980.
- [237] SESSLER G.M., GERHARD-MULTHAUPT R., *Charge and Polarization Profiles in Polymer Electrets*. Proc. 5<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets (ISE-7), Heidelberg 1985, s. 565–570.
- [238] SESSLER G.M., WEST J.E., *Method for Measurement of Surface Charge Densities on Electrets*. Rev. Scient. Instrum. Vol. 42, No. 1, 1971, s. 15.
- [239] SESSLER G.M., WEST J.E., *Trap-Modulated Mobility of Electrons and Holes in Teflon FEP*. J. Appl. Phys., Vol. 15, 1976, s. 1665.
- [240] SESSLER G.M., WEST J.E., BERKLEY D.A., MORGENSTERN G., *Determination of Spatial Distribution of Charges in Thin Dielectrics*. Phys. Rev. Lett., Vol. 38, 1977, s. 368.
- [241] SESSLER G.M., WEST J.E., GERHARD-MULTHAUPT R., SEGGERN H. von, *Direct Measurement of trapped-charge profiles in irradiated polymer films*. Conf. Proc. Amherst ROK?, s. 58–64.
- [242] SHASHOUA V.E., *Journal of Polymer Sci.*, Vol. 33, 1958, s. 65.
- [243] SHELLIN R., HESS G., KRESSMANN R., WASSMUTH P., *Micromachined silicon subminiature microphones with piezoelectric P(VDF/TRFE)–layers and silicon-nitride-membranes*. Proc. 8<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, Paris 7–9<sup>th</sup> Sept. 1994, s. 1004–1009.
- [244] SHENG S.J., HANSON D.M., *Spectroscopic Measurement of the Space Charge Distribution in Insulators, Semiconductors and Photoconductors*. J. Appl. Phys., Vol. 45, No. 11, 1974.
- [245] SILINSH E.A., *Organic molecular crystals*. Springer, Berlin 1980.
- [246] SIMORODA J., STAROBA J., *Elektryczność statyczna w przemyśle*. WNT, Warszawa 1970.
- [247] SKALAUSKAS S.Ju., DOBROVOLSKIS A.T., *Izmeritel raspredelenija poverchnostnogo električeskogo potencjala*. Prib. Techn. Eksperim., nr 3, 1978, s. 165–168.
- [248] SONNOSTINE T.J., PERLMAN M.M., *Surface potential decay in insulators with field dependent mobility and injection efficiency*. J. Appl. Phys., Vol. 46, 1975, s. 3975–3981.
- [249] STEC C., KACPRZYK R., *Space charge investigation in PET foil*. Proc. 3<sup>th</sup> Int. Symp. of Applied Electrostatics, Niss 23–26 Oct. 1990, 158–163.
- [250] SUH K.S., TANAKA J., DAMON D., *What is TSC?* IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 8, No. 6, 1992, s. 13–20.

- [251] SUZUOKI Y., MUTO H., MIZUTANI T., IEDA M., *Investigation of Space Charge in High-Density Polyethylene Using Thermal-Pulse Response*. Jap. Journ. of Appl. Phys., Vol. 24, No. 5, 1985, s. 604–609.
- [252] SVIRIDYONOK A.I., KLIMOVICH A.F., GUZENKOV S.I., *Electrification and electret effect in polymer friction*. Proc. 6<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, 1–3 Sept. 1988, The Queen's College, Oxford 1988, s. 565–569.
- [253] SYNORADZKI L., WISIALSKI J., *Projektowanie procesów technologicznych, cz. III, Bezpieczeństwo procesów chemicznych. Elektryczność statyczna w procesach technologicznych*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2001.
- [254] SZARSKA S., KACPRZYK R., JANKÓW A., *Wpływ płynu tkankowego na powierzchnię implantów kości*. I symp. Centrum Biomonitoringu, Biotechnologii i Ochrony Ekosystemów Dolnego Śląska, Politechnika Wrocławska, Wrocław 4–5 kwietnia 2001, s. 137–141.
- [255] TANAKA A., MAEDA M., TAKADA T., *Observation of Charge Behaviour in Organic Photoconductor Using Pressure-wave Propagation Method*. IEEE Trans. On Electrical Insul., Vol. 27, No. 3, 1992, s. 440–444.
- [256] TAYLOR D.M., *Electrostatic charge generation*. Static Electrification, Fundamental Concepts, Hazards and Applications. Univ. College of North Wales, Bangor 1976, s. 1–12.
- [257] TAYLOR D.M., *Sources of Static*. Electrostatics Summer School '85, School of Electronic Eng. Sci., Univ. College of North Wales, Bangor 11–13<sup>th</sup> Sept. 1985, s. 2.1–2.9.
- [258] TOUREILLE A., REBOUL J.P., *The thermal-step-technique applied to the study of charge decay in polyethylene thermoelectrets*. Proc. 6<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets (ISE-6), Eds. D.K. Das-Gupta, A.W. Patullo, Oxford 1–3 Sept. 1988, s. 23–27.
- [259] TOUREILLE A., VELLA N., *The thermal step method: results and prospects*. J. Electrostatics, Vol. 40–41, 1997, s. 247–252.
- [260] Trek. Standard Product Catalog, *Probe 6000B*. 1993.
- [261] TURNHOUT J. van, *Thermally stimulated discharge of polymer electrets*. Ph. D Thesis, Leiden 1972.
- [262] TURNHOUT J. van, STAAL R.E., WUEBENHORST M., de HAAN P.H., *Distribution and Stability of Charges in Porous Polypropylene Films*. Proc. Int. Symp. on Electrets (ISE-10), Delphi 22–24 Sept. 1999, s. 785–788.
- [263] US Federal Test Standard, FTS 101C, *Method 4046.1*, 8 Oct. 1982.
- [264] VELLA N., JOUMHA A., TOUREILLE A., *Space charge measurement by the thermal step method and TSDC in PMMA*. Proc. 8<sup>th</sup> Int. Symp. on Electrets, Eds. J. Lewiner, D. Morisseau, C. Alquié, Paris 7–9 Sept. 1994, s. 230–235.
- [265] VICK F., A., ***Theory of contact electrification*. Brit. J. Appl. Phys., Suppl., Vol. 4, 1953, s. 1–12.**
- [266] VIERTOPRAKHOV V.N., SALMAN E.G., *Termostimulirovannye toki v neorganicheskikh veschestvach*. Izd. Nauka, Novosibirsk 1979.
- [267] VOSTEEN R.E., *D.C. Electrostatic Voltmeters and Fieldmeters*. Conf. Records of the 9th Annual Meeting of IEEE IAS, 1974.
- [268] WALKER D.K., JEFIMENKO O., *A Technique for Measuring Real Volume Charges in Wax Electrets*. Electrets, Charge storage and transport in dielectrics. Ed. M.M. Perlman, Dielectrics and Insulation Div. The Electrochemical Society Inc., Princeton, 1973, s. 455–461.
- [269] WALKER D.K., JEFIMENKO O., *Volume Charge Distribution in Carnauba Wax Electrets*. J. Appl. Phys., Vol. 44, No. 8, 1973, s. 3459–3464.

- 
- [270] WHITE H.J., *Industrial Electrostatic Precipitation*. Pergamon Press, Oxford 1963.
- [271] WINTLE H.J., *Surface-Charge Decay in Insulators with Nonconstant Mobility and with Deep Trapping*. J. Appl. Phys., Vol. 43, 1972, s. 2927–2930.
- [272] WRZASKOWSKI J., *Analiza porównawcza metod i wyników badań szybkości zaniku ładunku*. Praca magisterska. Wydział Elektryczny Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2001.
- [273] YU ZHAO-ZHI, WATSON K., *Two-step model for contact charge accumulation*. J. Electrostatics, Vol. 50–51, 2001, s. 313–318.
- [274] ZAHN M., HIKITA H., WRIGHT K.A., COOKE C.M., *Kerr Electro-Optic Field Mapping Measurements in Electron-Beam Irradiated Polymethylmethacrylate*. Proc. 2<sup>nd</sup> Int. Conf. On Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, Erlangen 7–10 July 1986, s. 489–493.
- [275] ZAWADZKA-MICHALAK L., *Ocena właściwości elektrostatycznych płaskich wyrobów włókienniczych na podstawie pomiarów czasu półzaniku ładunku*. Międzyn. symp. „Elektryzacja a bezpieczeństwo stosowania wyrobów włókienniczych”, Łódź –Arturówek wrzesień 1994, s. 179–192.
- [276] ZHAO H., CASTLE G.S.P., INCULET I.I., *The Measurement of Bipolar Charge in Polydisperse Powders Using a Vertical Array of Faraday Pail Sensors*. Proc. IEJ-ESA Joint Symp. Electrostatics, Kyodai-Kaikan, Kyoto 2000, s. 209–223.
- [277] ZICHY E.L., *Electrostatic charges associated with dielectric surfaces*. Adv. Static Electricity, Vol. 1, 1970, s. 42–45.
- [278] ZISMAN W.A., *A New Method for Measuring Contact Potential Differences in Metals*. Rev. Sci. Instr., Vol. 3, 1932, s. 366.

# CHOSEN PROBLEMS ENCOUNTERED IN INVESTIGATION OF CHARGE AND DECAY CHARACTERISTICS IN SOLID DIELECTRICS

Mechanisms that are of most practical importance in electrification, of solid dielectrics, have been described. Chosen problems associated with investigation of the charge introduced into solid dielectrics as well as determination of the intensity discharge processes have been considered. Methods for investigation of the total charge, surface and space charge densities as well as their spatial distribution have been characterised. The ideas of some measuring methods, basics of their applications as well as measuring techniques are given. Some remarks about the construction of elements and complete measuring circuits have also been added. Emphasis has been put at methods applying conversion of steady or slowly changing electrical quantities (charge or field) into alternating electrical signals to be recorded. Special attention was given to original methods for determination of surface and space charge density distributions developed by the author. Methods used to characterise the dynamics of discharge processes for objects with relaxation time in a wide range of values have also been described. Widely applied isothermal methods are supplemented by thermo-stimulated methods, used for accelerated investigation of the charge or polarisation relaxation time. Some examples of uncertainty analysis in the case of charge measurements as well as application of the charge investigation in industrial practice are also described.

?

Mechanisms that are of most practical importance in electrification of solid dielectrics have been described

## SPIS RZECZY

1. Wstęp.....	3
2. Zakres pracy .....	6
3. Elektryzacja ciał stałych .....	9
3.1. Specyfika gromadzenia i transportu ładunku w dielektrykach stałych .....	10
3.2. Elektryzacja kontaktowo-tarciowa .....	14
3.3. Elektryzacja koronowa .....	20
3.4. Inne rodzaje elektryzacji.....	25
4. Badania ładunku całkowitego.....	26
4.1. Klatka Faradaya.....	26
4.2. Pomiar ładunku za pomocą mierników pola .....	31
4.3. Wyznaczanie ładunku całkowitego dla obiektów ekranowanych .....	33
5. Badania efektywnej gęstości ładunku.....	35
5.1. Pomiar gęstości ładunku metodą indukcji .....	36
5.2. Metoda podnoszonej elektrody.....	37
5.3. Metoda ze szczeliną powietrzną.....	38
5.4. Sondy wibracyjne .....	39
5.5. Metoda kompensacyjna z sondą wibracyjną .....	41
5.6. Pomiar gęstości ładunku za pomocą mierników natężenia pola .....	43
5.7. Układy pomiarowe z autokompensacją.....	49
5.8. Problemy pomiaru gęstości ładunku na taśmach rzeczywistych w ruchu .....	50
6. Badania powierzchniowego rozkładu ładunku .....	53
6.1. Sondy indukcyjne bez przetwarzania .....	54
6.2. Sondy indukcyjne z przetwarzaniem.....	57
6.3. Metoda impulsu ciśnienia.....	59
6.4. Metoda okresowego nagrzewania .....	62
7. Badania rozkładu ładunku przestrzennego .....	68
7.1. Metody sond potencjałowych.....	69
7.2. Metoda skrawania.....	73
7.3. Metody lokalnej neutralizacji ładunku .....	75
7.3.1. Metoda wirtualnej elektrody .....	75
7.3.2. Metody roztworowe .....	78
7.4. Badania rozkładu ładunku przestrzennego metodami propagacji zaburzeń.....	82

7.4.1. Metoda indukowanej laserem fali ciśnienia (LIPP) .....	82
7.4.2. Metoda modulacji natężenia światła lasera (LIMM) .....	86
7.5. Inne metody badań przestrzennego rozkładu ładunku .....	92
8. Badania szybkości zaniku ładunku.....	93
8.1. Badania procesu zaniku ładunku na materiałach z długimi czasami relaksacji .....	95
8.1.1. Badania w warunkach izotermicznych.....	95
8.1.2. Badania metodą prądów termostymulowanych (TSDC).....	96
8.1.3. Badania metodą termostymulowanego ładunku (TSQ) .....	101
8.1.4. Uwagi odnośnie badań procesów z długimi czasami relaksacji.....	105
8.2. Badania procesu zaniku ładunku na materiałach ze średnimi czasami relaksacji .....	105
8.2.1. Metoda wirującej próbki .....	106
8.2.2. Metoda wirującej elektrody pomiarowej.....	112
8.2.3. Metody z zastosowaniem mierników pola .....	116
8.3. Badania procesu zaniku ładunku na materiałach z krótkimi czasami relaksacji .....	118
8.3.1. Metoda okresowego próbkowania .....	119
8.3.2. Metoda okna polowego .....	121
8.4. Wpływ warunków elektryzacji i pomiaru na charakterystyki zaniku ładunku dla obiektów ze średnimi i krótkimi czasami relaksacji.....	123
9. Niepewność pomiaru w badaniach ładunku i szybkości jego zaniku .....	131
10. Praktyczne aspekty badań ładunku i szybkości jego zaniku.....	135
11. Podsumowanie.....	138
Literatura .....	142
Chosen problems of charge and decay characteristics investigations in solid dielectrics (Summary) .....	156