

# 高温条件下材料表面电阻率测试方法研究

王雷, 魏明

(陆军工程大学 静电与电磁防护研究所, 石家庄 050003)

**摘要:** 飞行器在空中飞行时因为各种原因产生的静电放电可能导致其油箱的起火爆炸, 静电放电产生的辐射还会对飞行器的通讯和导航系统造成干扰, 这就需要飞行器的表面材料具有一定的防静电性能; 表面电阻率是衡量材料防静电性能的一个重要参数, 飞行器在空中高速运动过程中会因与大气摩擦而产生很高的热量, 因此, 测量高温条件下材料的表面电阻率尤为重要; 对于常温态下材料的表面电阻率的测试有三电极法、两电极法等测试方法; 通过对比分析三电极法和两电极法, 在两电极法的基础上提出了高温条件下表面材料电阻测试方法, 并构建了高温条件下材料表面电阻率测试系统; 通过对某材料随温度升高的表面电阻率的测试, 证明该方法的可行性。

**关键词:** 高温; 表面电阻率; 三电极法; 两电极法

## Researching the Test Method of Surface Resistivity in High Temperature Conditions

Wang Lei, Wei Ming

(Electrostatic and Electromagnetic Protection Research Institute, Army Engineering University, Shijiazhuang 050003, China)

**Abstract:** When the aircraft was flying in the air, the electrostatic discharge could be occurred because of various reasons, which may lead the fuel tank fire explosion. And the radiation produced by the electrostatic discharge would cause interference to the aircraft communications and navigation systems. So the aircraft surface material would require a certain antistatic performance. The surface resistivity of materials was an important parameter to measure the antistatic performance. At the same time, in the process of the high speed movement the aircraft in the air could produce high heat due to friction with the atmospheric, so it was especially important to measure the surface resistivity of the material in high temperature condition. The test methods of material surface resistivity in normal temperature were three electrode method and two electrode method. In this paper, through the analysis of three electrode method and two electrode method, test method of material surface resistance in high temperature conditions was put forward on the basis of the two electrode method. The test system of material surface resistivity in the high temperature conditions was constructed. The feasibility of this method was proved by testing the surface resistivity of a material with the elevation of temperature.

**Keywords:** high temperature; surface resistivity; three electrode method; two electrode method

## 0 引言

飞行器在空中飞行时因为各种原因产生的静电放电可能导致其油箱的起火爆炸, 静电放电产生的辐射还会对飞行器的通讯和导航系统造成干扰<sup>[1-2]</sup>, 这就需要飞行器的表面材料具有一定的防静电性能。同时, 飞行器在空中高速运动过程中会因与大气摩擦而产生很高的热量, 尤其是在临近空间的环境下飞行器表面温度可达上千度<sup>[3-5]</sup>, 为此飞行器表面会覆盖隔热层。对于隔热层的防静电性能如何, 尤其是在高温条件下的防静电性能是否达标, 这就需要有一个重要的参数来衡量, 即材料的表面电阻率<sup>[6]</sup>。然而, 材料的表面电阻率会随着温度的变化而发生改变, 因此, 测量高温条件下材料的表面电阻率尤为重要。

## 1 材料表面电阻率测试方法

### 1.1 常温条件下表面电阻率测试方法

介质材料的电阻值直接影响介质材料的起电、消散和电荷转移等变化规律, 是评价材料静电性能的主要指标之一, 实用中一般用面电阻率和体电阻率来分别表示。目前, 对于常温态下材料的表面电阻率的测试有三电极法、两电极法等测试方法<sup>[7]</sup>。

为评价材料的静电特性, 通常把电压  $U$  与表面泄漏电流  $I_s$  的比值作为表面电阻  $R_s$ , 而把电压  $U$  与体内电导电流  $I_v$  的比值称作体积电阻  $R_v$ , 即:

$$\begin{aligned} R_s &= \frac{U}{I_s} \\ R_v &= \frac{U}{I_v} \end{aligned} \quad (1)$$

材料导静电时, 表面电阻和体积电阻同时起作用, 二者是并联关系, 测量体积电阻时要排除表面电阻的影响, 测量表面电阻时也要排除体积电阻的影响。这就要选择适当的测量方法、电极结构和形状, 可以采用三电极法进行测试。

图 1 中, 上电极  $A$  的直径  $D_A$  为  $50 \pm 0.1$  mm; 下电极  $B$  的直径  $D_B$  大于 70 mm; 环形电极  $C$  的内径  $D_C$  为  $54 \pm 0.1$  mm。

收稿日期: 2017-10-19; 修回日期: 2017-11-15。

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51277181)。

作者简介: 王雷(1981-), 男, 河北人, 博士, 讲师, 主要从事静电与电磁测试和信号处理方向的研究。

mm、径向宽度不小于 10 mm; 试样  $M$  直径  $D_M$  为  $100 \pm 2$  mm、厚度  $t$  建议为  $2 \pm 0.1$  mm 或  $4 \pm 0.1$  mm, 放在上、下电极之间。

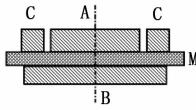


图 1 平板试样三电极测试装置

表面电阻与电极尺寸的关系是:

$$R_s = \int_{\frac{D_C}{2}}^{\frac{D_C}{2}} \rho_s \frac{dr}{2\pi \cdot r} = \frac{\rho_s}{2\pi} \ln \frac{D_C}{D_A} \quad (2)$$

将电极的尺寸参数代入上式可得被测材料的表面电阻率为:

$$\rho_s = 81.6 R_s \quad (3)$$

但是, 由于三电极系统对被测材料的表面平整度要求高, 需要制作标准试样才能测试, 不能对被测材料进行无损测试。实际应用中, 材料表面的电荷不仅仅通过表面进行泄漏, 而是表面泄漏与体泄漏均起作用。因此, 在三电极法基础上, 改进形成了二电极测试法, 被国内外标准采用, 其中应用最广的是平行电极测试系统: 电极长度为  $L$ , 两电极之间的距离为  $d$ , 通常要求  $L = (3 \sim 7)d$ , 若用高阻计测得试样在平行电极之间的电阻  $R_s$ , 则试品的表面电阻率为:

$$\rho_s = \frac{L}{d} R_s \quad (4)$$

本文在两电极法的基础上提出高温条件下材料表面电阻率的测试方法。

### 1.2 高温条件下材料表面电阻率测试方法

隔热材料作为直接和空气微粒发生接触分离的飞行器表面蒙皮物质, 其静电特性参数对飞行器的静电安全性评估具有重要意义, 但目前对于这种热防护材料的静电特性研究缺乏报道, 本文在现有二电极法的基础上, 提出高温条件下材料表面电阻率测试方法。

为测试材料表面电阻率随温度的变化, 构建了高温条件下材料表面电阻率测试装置, 如图 2 所示。

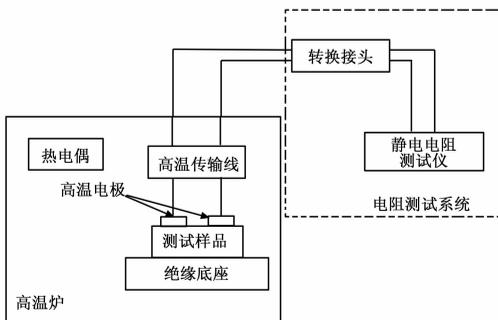


图 2 高温条件下材料表面电阻率测试装置示意图

参见图 2, 该测试系统由高温环境及传输系统、常温电阻测试系统组成。高温环境由高温控制箱来实现, 高温控制箱采用天津华北实验仪器有限公司生产的 SX2-8-13 型箱式控制器, 额定温度为  $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ , 温度控制精度  $1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。利用热电偶检

测高温炉内温度变化, 即材料表面温度变化。依据两电极法设计耐高温的测试电极, 高温电极采用耐高温的石墨电极, 耐高温传输线采用石墨线, 长度为  $1 \text{ m}$ , 确保高温不传递给测试仪器。石墨线嵌入高温炉, 连接外部测试系统, 实现对高温条件下材料表面电阻率的在线监测。高温电极采用石墨材料制作, 制成长条型, 长度为  $12 \text{ cm}$ , 高和宽均为  $1 \text{ cm}$ ; 按压重锤用高温砖制作成圆柱体, 直径  $10 \text{ cm}$ , 高  $10 \text{ cm}$ , 其底部挖出一个大小与电极一致的凹槽, 使电极恰好卡于凹槽内; 绝缘底座由高温砖组成; 转换接头用来连接高温传输线和表面电阻测试仪器, 确保测试方便。电阻率测试仪为 ACL800; 该仪器符合 IEC 标准, 用于测量导电型、抗静电型及静电泄放材料的阻抗或电阻, 表面电阻率测量范围为  $10^3 \sim 10^{12} \text{ } \Omega/\square$ , 测试电压可手动选择  $10 \text{ V}$  和  $100 \text{ V}$  两档。

## 2 某硅基材料表面电阻率测试

硅基复合热防护材料广泛应用于导弹、空天飞机航空器的表面热防护, 作为直接和空气微粒发生接触分离的航空器表面蒙皮物质, 其静电起电特性对飞行器的静电安全性评估具有重要意义, 但目前对于这种热防护材料的静电起电特性的研究, 缺乏相关报道, 因此研究这一问题具有重要的科学意义和实际应用价值。本文所研究的硅基热防护材料为氧化硅/酚醛树脂基复合材料, 主要由玻璃纤维和酚醛树脂复合而成, 具有较低的热传导系数、良好的抗烧蚀性能和隔热性能、工艺简单、造价低廉等特点, 目前正逐步取代黑色金属、有色金属等传统材料, 广泛应用于超高速飞行器如火箭、导弹、再入式飞行器等领域。

### 2.1 常温条件下材料表面电阻率测试

实验前, 将临近空间飞行器表面隔热材料原始样本在调温调湿箱内进行环境同化处理。保持试验箱内部环境维持在温度  $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ , 相对湿度  $(12 \pm 3)\%$ , 试验样品在此条件下放置  $48 \text{ h}$ 。测试时, 利用两电极测试系统对材料的不同表面进行不同方向的电阻率测试, 如图 3 所示。每个位置进行三次测试, 测试仪器为 ACL800 电阻测试仪。常温下的表面电阻率测试结果如表 1 所示。

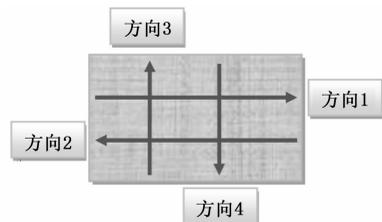


图 3 常温条件下表面电阻率测试方向

表 1 常温条件下表面电阻率测试结果

测试方向	表面电阻率( $\Omega/\square$ )		
	1	2	3
正面方向	1	$5.25 \times 10^{10}$	$1.99 \times 10^{10}$
	2	$1.12 \times 10^{11}$	$> 2 \times 10^{12}$
	3	$2.30 \times 10^{10}$	$> 2 \times 10^{12}$
	4	$8.30 \times 10^{11}$	$5.36 \times 10^{11}$
反面方向	1	$8.66 \times 10^{11}$	$9.86 \times 10^{10}$
	2	$> 2 \times 10^{12}$	$> 2 \times 10^{12}$
	3	$1.85 \times 10^{12}$	$1.96 \times 10^{12}$
	4	$1.17 \times 10^{12}$	$1.95 \times 10^{12}$

由接触一分离过程的分析可知,最终两物体分离后的净带电量,受多种因素影响,其中材料的电阻率作为电荷移动和中和的关键因素之一,对物体的摩擦起电具有极重要的影响。

由表 1 可知,常温状态下该材料表面电阻率均大于  $10^{10}$   $\Omega/\square$ ,可近似认为是静电绝缘材料。此时因摩擦起电而在材料表面积大量的静电荷后,电荷很难移动。当材料表面临近位置因带电量差异较大而形成很强的电势差时,就很容易发生沿面放电,产生强烈的电磁辐射,对航空器的设备产生干扰。若机载设备较为敏感,则很容易发生主控计算机的意外翻转和堵塞,导致姿态失控、通信失变、导航紊乱等情况。为此应当考虑使用低电阻率的材料,以增加航空器的可靠性和电磁兼容性能。

考虑到该隔热材料主要工作在高温条件下,很有必要考量下该材料在高温条件下的表面电阻率,从而评价其工作状态下的防静电特性。

## 2.2 高温条件下材料表面电阻率测试

测试时,将某待测材料按照附图 2 所示布置,安放在高温炉内,连接好测试电极,利用按压重锤压住石墨电极,通过高温传输线和转换接头连接至表面电阻测试仪;将高温炉升温到指定温度,保持五分钟,确保材料充分受热,记录测试温度和材料表面电阻率。逐步升高温度,连续测试随温度升高的材料表面电阻率。利用高温加热炉分别对材料加热  $300^{\circ}\text{C}$ 、 $400^{\circ}\text{C}$ 、 $500^{\circ}\text{C}$ 、 $600^{\circ}\text{C}$ 、 $700^{\circ}\text{C}$  及  $800^{\circ}\text{C}$ ,测试材料表面电阻率随温度变化规律。

取六块材料,标记为试样 1 到试样 6,利用图 2 所示的装置对该材料的表面电阻率进行测试,将试样放置于高温炉内,高温炉加温,随着温度的升高记录表面电阻率 and 对应温度。对于试样 1 到试样 6 分别加热到  $300^{\circ}\text{C}$ 、 $400^{\circ}\text{C}$ 、 $500^{\circ}\text{C}$ 、 $600^{\circ}\text{C}$ 、 $700^{\circ}\text{C}$  及  $900^{\circ}\text{C}$ ,取出材料,降到室温,取其中加热到  $900^{\circ}\text{C}$  的测试数据,画出曲线图,如图 4 所示。

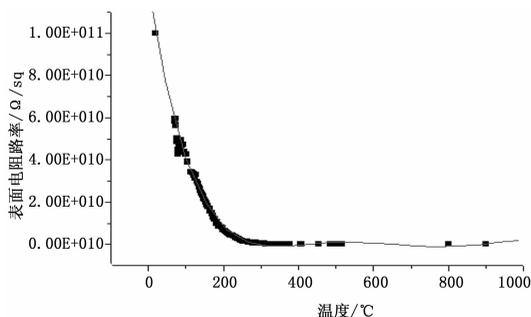


图 4 某材料随温度变化的曲线图

根据实验数据拟合该材料随温度变化的曲线如上图所示,同时拟合表达式如下式。

$$\rho_s = 1.35E12e^{-t/94.29} \quad (5)$$

通过测试可以得到如下结果:

- 1) 试样材料的表面电阻率随着温度的升高而降低;
- 2) 材料加热到  $300^{\circ}\text{C}$ 、 $400^{\circ}\text{C}$ 、 $500^{\circ}\text{C}$  和  $600^{\circ}\text{C}$  时,其表面电阻率分别达到  $10^{10}$   $\Omega/\text{sq}$ 、 $10^9$   $\Omega/\text{sq}$ 、 $10^8$   $\Omega/\text{sq}$  和  $10^7$   $\Omega/\text{sq}$  量级。当材料温度降至室温时,测试材料表面电阻率,材料恢复

其原有的电阻特性;

3) 材料加热到  $700^{\circ}\text{C}$  时,其表面电阻率达到  $10^4$   $\Omega/\text{sq}$  量级,且材料恢复到室温时,测量其表面电阻率为  $10^5$   $\Omega/\text{sq}$  量级,不能恢复其初始电阻特性,防静电性能变好;

4) 将材料加热至大于  $900^{\circ}\text{C}$  时,其表面电阻率小于  $1$   $\text{k}\Omega/\text{sq}$ ,当材料温度降低到常温,其表面电阻率仍小于  $1$   $\text{k}\Omega/\text{sq}$ ,具有良好的防静电性能。当材料温度降至室温时,材料的表面电阻率小于  $1$   $\text{k}\Omega/\text{sq}$ ,不能恢复其初始电阻特性。

烧蚀后的硅基热防护材料表面电阻率发生显著减小,从  $10^{12}$   $\Omega/\square$  左右降低为  $1$   $\text{k}\Omega/\square$  左右,降低了九个数量级。这是由于高温加热使材料工作时,其表面在高温高速气流的作用下开始升温。表面温度较低时,材料仅吸收热量而不发生熔融,材料内的水分开始蒸发,并发生轻微的热膨胀;随着温度的升高,热量通过对流、辐射等方式向内传递,达到一定温度时,材料内的酚醛树脂开始热解,发生相变反应并释放气体;温度再升高,超过  $700^{\circ}\text{C}$  时,硅基热防护材料开始熔融,并覆盖在材料表面形成二氧化硅液态层。在气流的冲击下,当液态层粘附力小于气流的气动剪切力时,液态层会以玻璃珠的形式沿气流方向滚动,此时,碳化层便暴露在高温高速气流中,与高温气体发生氧化、碳化等化学反应,发生烧蚀,且随着气流速率和温度的增大,表面烧蚀效应也增大。最终返回地面时,在材料表面残留大量的碳化层。由于材料表面电阻率此时为  $1$   $\text{k}\Omega/\square$  左右,完全可视为静电导体,能够减小航空器的静电带电量 and 因此受到的沉积静电干扰。

## 3 结论

本文在对常温条件下材料表面电阻率测试方法分析研究的基础上,提出了高温条件下表面材料电阻测试方法,构建了高温条件下材料表面电阻率测试系统,并测试了某材料随温度升高的表面电阻率特性,得到该材料表面电阻率随温度变化的规律,证明了该方法的可用于测试材料高温条件下的表面电阻率。

### 参考文献:

- [1] 刘浩,刘尚合,魏明,等. 高空低气压电晕放电特性模拟试验研究 [J]. 高电压技术, 2015, 41 (5): 1704-1708.
- [2] 朱利,郑会志,张冬雪,等. 蒙皮材料静电起电理论分析及实验验证 [J]. 高电压技术, 2014, 40 (9): 2778-2782.
- [3] Canfield A, Armour W, Clinton R. Development of improved ablative materials for ASRM [A]. 27th Joint Propulsion Conference [C]. Sacramento, 1991: 24-26.
- [4] Bethe H A, Adams M C. A theory for ablation of glassy material [J]. Journal of Aero/Space Science, 1959, 26 (6): 560-564.
- [5] Blumenthal J L, Santy M J. Kinetic studies of high-temperature carbon-silica reactions in charred silica-reinforced phenolic resins [J]. AIAA Journal, 1966, 4 (6): 1053-1057.
- [6] Fedorov V A. Triboelectrification of a rocket during its launch and motion in the atmosphere along active part of the trajectory [J]. Cosmic Research, 2011, 49 (4): 374-381.
- [7] 刘尚合,魏光辉,刘直承,等. 静电理论与防护 [M]. 北京:兵器工业出版社, 1991.