

# 陶瓷电绝缘材料高温电阻测量技术研究

陈圣杰<sup>1</sup>, 郑剑平<sup>1</sup>, 杨继材<sup>1</sup>, 季春峰<sup>2</sup>, 曾桂生<sup>2</sup>

(1. 中国原子能科学研究院反应堆工程研究设计所, 北京 102413; 2. 北京真空电子技术研究所, 北京 100016)

## Study of the Measurement of High Temperature Resistance of Ceramic Insulated Materials

CHEN Sheng-jie<sup>1</sup>, ZHENG Jian-ping<sup>1</sup>, YANG Ji-cai<sup>1</sup>, JI Chun-feng<sup>2</sup>, ZENG Gui-sheng<sup>2</sup>

(1. Institute of Reactors Design, Chinese Academe of Atomic Science, Beijing 102413, China;

2. Beijing Vacuum Electronics Research Institute, Beijing 100016, China)

**Abstract:** The measurement of high temperature and high resistance of ceramic is an important measurement technique, this paper mainly introduces the development of high temperature and high resistance ceramic equipments, and measurements of high temperature and high resistance techniques. Through measurements of a high resistance, ceramic technique problem and solving methods can summarize. Understanding ceramic resistance and temperature, the measuring heat resistance of a few ceramic insulated materials can provide the technique support for ceramic using under high temperature.

**Key words:** High temperature and high resistance; Ceramic; Measure

**摘要:** 陶瓷高温高电阻测量技术是一项重要的电测技术, 本文主要介绍了陶瓷高温高电阻测量设备的研制及高温高电阻测量技术。通过具体的陶瓷高电阻测量, 总结出陶瓷测量技术可能遇到的问题和解决方法, 了解陶瓷电阻与温度的一般规律, 测量了几种陶瓷电绝缘材料的高温电阻, 为陶瓷电绝缘材料在高温条件下的使用提供技术支持。

**关键词:** 高温高阻; 陶瓷; 测量

中图分类号: TQ174 文献标识码: A 文章编号: 1002-8935(2010)01-0053-03

常温下陶瓷材料的电阻很大, 通常被看作绝缘体, 被广泛应用于科研和生产中。但是, 在很多情况下, 陶瓷绝缘材料必须在高温下进行工作, 比如, 当高压电力传输接点产生火花时, 绝缘子周围的温度可达 900 ℃。因此, 研究高温下陶瓷的电阻性能, 具有重要的实际意义<sup>[1]</sup>。

高电阻测量通常采用伏安法, 其基本原理是欧姆定律, 即向待测电阻两端施加一定的电压, 通过测量电阻的电流来间接获得待测电阻。这一方法原理简单, 但具体实现起来却较为困难, 因为高纯陶瓷等高电阻材料的电阻率可达  $10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$  数量级, 所以流过待测电阻的电流极小, 易受到各种因素的影响而无法准确测得。目前国内在高温高阻测量方面所做的工作还比较少, 现存的高电阻测量设备主要针对常温电阻进行测量。所以, 研制一套高温高阻测量系统并进行高纯陶瓷的电阻测量是一项很有意义的工作。

## 1 高温高阻测量系统的研制

高温高阻系统主要由数字高阻计、带电磁屏蔽通气保护加热炉、温度测量系统及样品测量接头和屏蔽电缆组成。根据欧姆定律, 被测量电阻  $R_x = V/I$ 。由于在交流电路中(特别是频率高)时, 电阻所呈现的并不是纯电阻特性, 而是由电阻、电感、电容复合后产生的综合特性, 为了简化分析的复杂性, 所选用的数字高阻计采用直流电压, 测量电压分 DC10V, 50V, 100V, 250V, 500V, 1000V 六档。该数字高阻计的最大特点是可以同时测出电阻两端的电压  $V$  和流过电阻的电流  $I$ , 通过内部大规模集成电路完成电压除以电流的计算, 然后把所得结果进行 A/D 转换, 以数字显示出电阻值。采用同时测量电压和电流的方式可以避免因测试电压细微变化而对测量结果产生影响。数字高阻计的电阻量限从  $1 \times 10^4 \sim 1 \times 10^{18} \Omega$ , 电流测试范围为  $2 \times 10^{-4} \sim$

$1 \times 10^{-16}$  A, 测量系统的设计使用温度为室温到  $800 \pm 5$   $^{\circ}\text{C}$ , 其中在室温到  $600$   $^{\circ}\text{C}$  范围内, 样品的误差为  $\pm 1$   $^{\circ}\text{C}$ , 待测样品为  $\Phi 20$  的标准样品。根据高温高阻测量中可能出现的问题, 该测量系统从设计上进行了很多改进, 具有如下功能与特点:

(1) 加热方式: 测量系统的加热丝放置在测量磁盘与密封磁盘之间, 在测量磁盘上打有几十个导热孔, 此种结构可以使试样避免受到加热元件的直接辐射, 试样的整个体积都能均匀受热。这一设计保证了试样温度的准确稳定。恒温装置采用 PID 控制方式, 热电偶输入信号进行线性放大及非线性校正后, 经 A/D 转换, 由 LED 作温度显示, 并与给定值比较后进行比例 P、积分 I、微分 D 调节输出, 控制可控硅对加热炉的加热电流大小, 实现较好的恒温。

(2) 通气方式: 本测量系统的测量腔体通过通入惰性气体的方式进行保护, 在惰性气体充入炉体前使用气体干燥器对充入的惰性气体进行了预干燥, 充入干燥气体一方面可以防止电极接头在高温下遇到水汽而氧化, 另一方面可以减小炉体内气体的湿度, 提高测量值的准确性。

气体在加热炉下方进入炉体, 将温度接近室温的气体先经过加热器预加热再进入恒温区, 可以使恒温区温度较为稳定, 测量数据输出稳定准确。

(3) 测温元件: 测温设计成方向可变的结构, 测量电极与引出线路均采用铂金丝, 不氧化, 散热好, 强度高。测量电极与引出线座的连接均采用面接触, 且更换方便。

(4) 系统屏蔽: 该设备要测量超高阻, 测量电流微小, 电磁屏蔽的好坏是关系到测量值是否准确的关键因素。电磁屏蔽系统主要包括数字高阻计、加热炉体及测试导线 3 个方面的屏蔽。数字高阻计生产厂家本身从结构上已经设置了必要的屏蔽措施和屏蔽连接机构, 本装置的屏蔽首先在加热炉体内外两层使用了不锈钢板, 这两层不锈钢板一方面起到结构支撑和保温作用, 另一方面也对炉体起到电磁屏蔽作用。对屏蔽电缆最主要的电学要求有 3 项:

表 1 氧化钪陶瓷温度电阻数据

| 温度/ $^{\circ}\text{C}$ | 16                   | 100                  | 200                  | 300                  | 400                  | 500               | 600               |
|------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|-------------------|-------------------|
| 电阻/ $\Omega$           | $2.9 \times 10^{11}$ | $4.1 \times 10^{11}$ | $3.5 \times 10^{14}$ | $6.5 \times 10^{12}$ | $3.1 \times 10^{10}$ | $2.5 \times 10^9$ | $6.6 \times 10^7$ |

## 2.2 测量时间的影响

对于小容量的试品, 绝缘电阻测量只需几秒钟的时间, 绝缘电阻读数即稳定下来不再上升。对于大容量的试品, 则有非常明显的热吸收现象, 绝缘电阻读数需要经过较长时间才能上升到稳定值。所以在测量

①屏蔽层编织紧密, 没有中断; ②屏蔽电缆内芯线的直径足够大, 以避免微弱电流信号的传输损失; ③屏蔽层与内芯线之间要有相当高的绝缘度。本测量系统的导线采用带高密度屏蔽层的同轴电缆制作, 在电缆线的聚四氟绝缘层的外面套上了特制的 95 号氧化铝陶瓷管, 在瓷管的外面再套上与瓷管外径相匹配的屏蔽线, 保证了导线的屏蔽效果<sup>[2]</sup>。

## 2 测量方法与测量技巧

在测量的过程中很多因素都可能对测量结果产生重大影响, 本文对此进行了分析讨论和试验研究。

### 2.1 湿汽对测量结果的影响

在空气湿度大的条件下对陶瓷材料进行测试, 其测试结果与实际差别较大。主要原因有两个, 一个是水膜的影响, 另一个是电场畸变的影响。当电场畸变较大时, 绝缘物表面将出现一层水膜, 导致表面绝缘电阻降低而漏电流增加<sup>[3]</sup>。

表 1 是氧化钪样品在整个测量过程中的温度-电阻测量数据, 样品为高纯氧化钪陶瓷, 规格为  $\Phi 20 \times 1.5$ 。从图中可以看出在整个的升温过程中, 测得的电阻值经历了一个先上升后下降的过程, 电阻值的上升段为潮气逐渐被驱除的过程。传统的高阻加热方式有连续加热法和分段加热法, 连续加热法无法保证在加热的过程中湿气充分去处, 分段加热法需要在每一个温度段结束的温度点长时间保温, 这样会大大延长试验时间, 导致效率低下。连续升温分段降温的试验方法首先将温度直接升到  $600$   $^{\circ}\text{C}$ , 这个过程中样品表面的水分已经充分的蒸发, 然后分段降温。在各待测温度点停留, 待温度稳定之后就可以准确地测量出各温度点的电阻值。采用此种方法一方面克服了连续加热法样品干燥不彻底, 测量结果偏大的缺点, 另一方面与分段加热法相比又大大提高了试验效率。同时, 采用此种加热方式可以在高温下祛除试样表面吸附的气体, 消除其对待测样品表面电场的影响。

数据时应至少等待 1 min, 待稳定之后再读数。

### 2.3 剩余电荷的影响

高绝缘材料在外加电压以后, 容易产生极化现象, 在试样内存在剩余电荷, 即使切断电源, 电荷也会存在一段时间。若不进行足够的接地放电, 测量

结果会有很大的偏差,故要求在测量之后要进行至少 2 min 的放电试验。一般规定放电时间应大于充电时间,必须注意要充分放电,否则剩余电荷值可能会淹没真实的电流值,产生错误结果<sup>[4]</sup>。

## 2.4 感生电流的影响

在测量过程中,可能会有感生电流产生,感生电流会叠加到测量电流上,造成测量误差,必须避免感生电流的产生。感生电流主要产生于仪器外部和内部,内部的影响在仪器的制造中已经进行了处理。外部感生电流的产生途径主要有以下几个方面:①电缆弯曲或者振动使电缆中导体和绝缘体之间产生摩擦,从而产生电流,所以必须保证试验设备的稳定 and 环境的安静。②污染物在潮湿的环境中可能会发生电化学反应,产生电流。所以,在试验前要做好试验样品的清洁工作。为了防止在试验过程中引入二次污染,通入加热炉体的保护气体采用高纯氩气,纯度大于 99.999%,杜绝了气体中杂质的引入<sup>[6]</sup>。

## 2.5 试验样品的光洁度和平整度

本试验采用的试验样品采用  $\Phi 20$  的标准试验样品,试验样品的光洁度和平整度对试验结果的影响很大,只有试验样品和电极充分接触才能得到准确的试验结果,所以在加工试验样品时一定要严格要求,确保良好的表面光洁度和平整度。具体样品加工的技术要求参照了 GB5594.5-85《电子元器件结构陶瓷材料性能测试方法》。

## 3 试验数据与结果

电介质理论和实际应用表明:绝缘介质的绝缘电阻是随温度的变化而变化的,一般来说,它是随温度上升而上升的。

在前期对设备的调试,总结试验方法和技巧的基础上,测试了 4 种不同陶瓷样品在不同温度下的体电阻,测量的温度点分别选择 200, 300, 400, 500, 600  $^{\circ}\text{C}$ ,每种材料最少测试 3 个样品,根据测得的电阻值计算得到各种材料的体电阻率,通过数据对各种陶瓷材料的性能进行对比研究。

图 1 在同一坐标下绘制了四种陶瓷的体电阻率-温度曲线,可以看出,四种陶瓷材料的高温电阻率都比较大,具有良好的绝缘性能,其中 YAG 单晶的体电阻率略大,其他三种材料的试验数据差别不大。为了证实试验结果的准确性,将其中多晶氧化铝的试验结果与俄罗斯相关试验进行了比较。俄罗斯的多晶氧化铝在 400  $^{\circ}\text{C}$  测得的体电阻率值为  $3 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ ,而本试验的三个多晶氧化铝样品在同

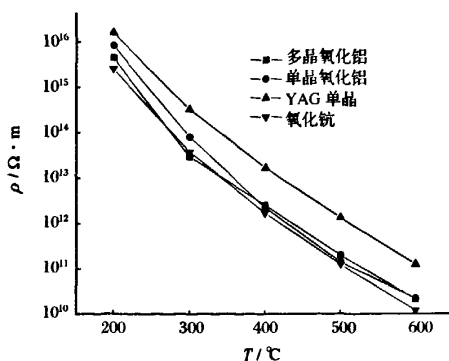


图 1 陶瓷电阻率-温度曲线对比

样温度测体电阻率平均值为  $2.6 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ ,测试结果非常吻合,对于高电阻来说,在同一数量级的测量值都可以认为是比较准确的,这证明了测量设备和测量技术的可靠性。

从图中还可以看出,在对数坐标下陶瓷的体电阻率-温度曲线十分接近于一条直线,这说明随着温度的升高,电导以指数形式升高,电阻以相应速率降低。利用这一规律可以对陶瓷材料的高温体电阻率进行估算。

## 4 结论

(1)实现精确的高电阻值测量所用高温高电阻测量系统必须具备 3 个基本条件:灵敏稳定的高阻计;良好的屏蔽系统;良好的加热装置,升降温稳定,结构紧凑合理。

(2)加热方式建议采用先加热到最高测量温度,保温一段时间使样品充分干燥,然后分段降温测量的方法,这样可以尽量减少水汽对测量值的影响。

(3)对于陶瓷材料本身,测量的四种陶瓷材料在高温下都有较高的体电阻率,在对数坐标下陶瓷的体电阻率-温度曲线十分接近于一条直线,利用这一规律可以对陶瓷材料的高温体电阻率进行一定温度条件下的拟合与估算。

## 参 考 文 献

- [1] 姜世昌,王大新. 陶瓷材料的高温电阻温度特性探索[C]. 2000 年工业仪表与自动化学术会议, 2000.
- [2] 郑金焱,巨化养,杨庆文. 高阻测量与屏蔽[J]. 工业计量, 2004, 14(6): 56.
- [3] 欧阳润泽. 湿度对绝缘电阻的影响及解决方式[J]. 电气时代, 2001, (12): 45-46.
- [4] 徐萍. 绝缘电阻的测量及影响绝缘电阻的主要因素[J]. 煤矿开采, 2001, (4): 79-80.
- [5] 郑会志,武占波. 高值电阻测量的分析及研究[C]. 中国物理学会静电专业委员会第十三届学术年会, 2006: 49-52.

收稿日期: 2009-11-14