

УДК 621.3.0296

А. Л. Демура

*Дніпропетровський національний університет ім. Олесь Гончара*

## ДОСЛІДЖЕННЯ ДІЕЛЕКТРИЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ КОНСТРУКЦІЙНОГО СКЛОПЛАСТИКУ, ОТВЕРДЖЕНОГО ПІД ВПЛИВОМ ЕМП НВЧ

Досліджено діелектричні властивості склопластику на основі епоксидного зв'язуючого, отвердженого під впливом електромагнітного поля надвисокої частоти (ЕМП НВЧ) протягом 14 хвилин за температурами 120...160 °С. Для порівняння зразки отверджували за стандартною технологією в термокамерній печі з конвекційним підведенням тепла. Визначено діелектричні властивості згідно ГОСТ 22372-77 при частоті електромагнітного поля 10<sup>6</sup> Гц.

Показано, що надвисокочастотний метод у порівнянні з термокамерним приводить до зменшення діелектричної проникності приблизно на 19 %, тангенса кута діелектричних втрат на 37 %, фактору діелектричних втрат на 49 %.

Дана оцінка структури отвердженого епоксидного зв'язуючого. Зменшення діелектричних властивостей пояснюється тим, що при отвердінні під впливом ЕМП НВЧ епоксидне зв'язуюче утворює тримірний полімер з більшою кількістю шивок і, відповідно, більш жорсткий зв'язок у макромолекулах. Це підтверджено і тим, що з підвищенням температури обробки НВЧ-методом збільшується ступінь отвердіння, який за температури 130 °С має найбільше значення і становить 97,5 %, за конвекційним методом при цій же температурі – 94,8...96,7 %.

**Ключові слова:** діелектричні властивості, епоксидне зв'язуюче, електромагнітне поле надвисокої частоти, структура.

Исследованы диэлектрические свойства стеклопластика на основе эпоксидного связующего, отвержденного под влиянием электромагнитного поля сверхвысокой частоты (ЭМП СВЧ) в течение 14 минут при температуре 120...160 °С. Для сравнения образцы отверждали по стандартной технологии в термокамерной печи с конвекционным подведением тепла. Определены диэлектрические свойства по ГОСТ 22372-77 при частоте электромагнитного поля 10<sup>6</sup> Гц.

Показано, что сверхвысокочастотный метод по сравнению с термокамерным приводит к уменьшению диэлектрической проницаемости приблизительно на 19 %, тангенсу угла диэлектрических потерь на 37 %, фактора диэлектрических потерь на 49 %.

Дана оценка структуры отвержденного эпоксидного связующего. Уменьшение диэлектрических свойств объясняется тем, что при отверждении под влиянием ЭМП СВЧ эпоксидные связующие образуют трёхмерный полимер с большим количеством шивок и, соответственно, более жёсткую связь в макромолекулах. Это подтверждено и тем, что с повышением температуры обработки СВЧ-методом увеличивается степень отверждения, которая при температуре 130 °С имеет наибольшее значение и составляет 97,5 %, а при конвекционном методе при той же температуре – 94,8...96,7 %.

**Ключевые слова:** диэлектрические свойства, эпоксидное связующее, электромагнитное поле сверхвысокой частоты, структура.

The dielectric properties of the glass fibre plastics on the base of epoxy binder which is hardened under the effect of electromagnetic field of microwave frequency in course 14 minutes and temperatures 120...160 °C were investigated. For compared models at hardening according to standard technique in thermochamberfurnaces with convective heating. The dielectric properties according to ГОСТ 22372-77 with frequency electromagnetic field 10<sup>6</sup> Hz were investigated.

It is shown that hardening under effect of an electromagnetic field as compared to hardening in thermochamberfurnaces gives to decrease dielectric properties: permittivity approximately on 19 %, dielectric loss tangent – 37 %, Dielectric loss factor on 49 %.

It was assessed the structure of the hardened epoxy binder. Decrease dielectric properties explain hardening under effect of an electromagnetic field of microwave frequency epoxy binder gives in obtaining more hightstitched composite and more rigid bond in macromolecule. It is established that with rising of treatment temperature on an electromagnetic field increase degree at hardening with the temperature 130 °C is 97,5 %, but hardening in thermochamberfurnaces – 94,8...96,7 %.

**Key words:** dielectric properties, epoxy binder, electromagnetic field of microwave frequency, structure.

## Вступ

Конструкційні склопластики на основі епоксидного зв'язуючого широко використовуються у вітчизняній і закордонній ракетно-космічній техніці, літакобудуванні та інших галузях [1].

Проблеми підвищення якості і надійності виробів із композиційних матеріалів пов'язані з процесом отвердіння [2], в результаті якого матеріали отримують кінцеві фізико-механічні властивості.

Оптимальними параметрами для контролю процесу отвердіння є діелектрична проникність  $\epsilon'$  і тангенс кута діелектричних втрат  $\text{tg}\delta$ . Визначення діелектричних властивостей склопластиків у процесі отвердіння представляє науковий і практичний інтерес.

Сучасні теорії діелектричної поляризації і втрат дозволяють у ряді випадків пов'язувати  $\epsilon'$ ,  $\text{tg}\delta$  і параметри, які характеризують їх залежність від температури і частоти електромагнітного поля, із будовою полімеру і характером теплової рухливості макромолекул. Це дає можливість використати замір зазначених величин для отримання відомостей про його структуру.

Відомі [3; 4], присвячені вивченню діелектричних втрат в епоксидних смолах. Найбільший внесок до значення діелектричної проникності полімеру вносять електронна і дипольна поляризації [3]. Але, на жаль, у роботах з вивчення діелектричних характеристик отверджених епоксидних зв'язуючих недостатньо з'ясований механізм впливу електромагнітного поля надвисокої частоти на  $\epsilon'$  і  $\text{tg}\delta$ , а також на процес отвердіння склопластиків.

Метою даної роботи є дослідження діелектричних характеристик (діелектричної проникності, тангенса кута діелектричних втрат та фактора діелектричних втрат  $\epsilon''$ ) конструкційного склопластику, отвердженого під впливом ЕМП НВЧ за різними температурними режимами.

### Матеріали і методика досліджень

В якості матеріалу, що досліджувався використовувався склопластик, в якому наповнювачем була склотканина Т – 11 переплетінням сатин 8/3, в якості замаслювача застосовували парафінову емульсію. Для підвищення адгезії до скловолкна та підвищення технологічності наповнювачів після вилучення з замаслювача поверхню волокон обробляють апретом, який складається з багатофункціональних сполук, що взаємодіють зі зв'язуючим і скловолкном. До склотканини Т – 11 додають апрет ГВС – 9 у кількості, що не перевищує 0,5 %.

Другим компонентом, який входить до композиту і впливає на його властивості, є зв'язуюче. Аналіз великої кількості різноманітних зв'язуючих і переліку вимог до них показав, що найбільш повно їм відповідають епоксидні смоли. Для проведення досліджень було використано зв'язуюче ЕДТ – 10П, яке складається з епоксидної смоли ЕД – 20, аліфатичної смоли ДЕГ – 1 і отверджувача триетаноламініотитанат ТЕАТ – 1.

Для дослідження діелектричних властивостей склопластику виготовляли зразки методом ручного контактного формування. Просочування склотканини Т – 11 зв'язуючим ЕДТ – 10П проводили на просочувальній машині ПМГ – 3, а оснасткою для виготовлення склопластикових плит використовували два листи алюмінію. В

якості адгезиву застосовували плівку фторопласту. Рівномірний тиск при формуванні, який складав  $1,2 \text{ кг/см}^2$ , створювали гідравлічним пресом і контролювали за допомогою манометра. Однакову товщину склопластикових пакетів забезпечували за рахунок стягування бовтів за периметром оснастки шаблону.

Значення діелектричної проникності ( $\epsilon'$ ) і тангенсу кута діелектричних втрат  $\text{tg}\delta$  склопластиків визначали згідно ГОСТ 22372–77 при частоті  $10^6$  Гц за допомогою стандартного вимірювача добротності (Q-метра) ВМ 560, робочий діапазон частот якого 50 кГц...35 МГц.

Зразки для визначення діелектричної проникності мали прямокутну форму, з розмірами приблизно  $15 \times 20 \times 3$  мм. Електроди з мідної фольги кріпили до поверхні склопластику за допомогою клею. Оскільки склопластик і клей є добрими діелектриками, а товщина останнього під електродом набагато менша товщини склопластику, тому вважали, що активний опір зразка в цілому визначається тільки склопластиком. Аналогічний висновок можна зробити і для реактивного опору, тому що обидва матеріали мають приблизно рівні значення  $\epsilon'$  і у відповідності з формулою плоского конденсатора ємність, яка визначається шаром клею набагато більша ємності склопластику. Таким чином, у даному випадку така технологія нанесення електродів є цілком допустимою.

Вимірювання проводили за паралельною схемою. Контур Q-метра настраювали в резонанс без зразка і фіксували значення добротності  $Q_1$  і ємності  $C_1$ . При підключенні невідомого конденсатора  $C_x$  паралельно до конденсатора, взятого за зразок, збільшується сумарна ємність, яка включена в контур. Таким чином, при незмінній частоті для відновлення резонансу ємність конденсатора для підстроювання ( $C_2$ ) необхідно зменшити на величину  $C_x$ :

$$C_x = C_1 - C_2,$$

де  $C_1$  і  $C_2$  – ємність конденсатора для підлаштування у налаштованому на резонанс контурі до і після підключення вимірювального конденсатора  $C_x$  відповідно.

Унаслідок вимірювання було отримано значення ємності зразка ( $C_x$ ) і добротностей контуру при резонансі  $Q_1$ ,  $Q_2$ , де  $Q_1$  – добротність без зразка,  $Q_2$  – добротність при підключеному зразку. За визначеними величинами розраховували значення дійсної ( $\epsilon'$ ) і уявної ( $\epsilon''$ ) частин комплексної діелектричної проникності

$$\epsilon' = C_x / C_T = \epsilon,$$

де  $C_T$  – геометрична ємність зразка.

Геометрична ємність зразка визначається за формулою

$$C_T = \epsilon_0 S/d,$$

де  $\epsilon_0$  – електрична стала ( $8,85 \cdot 10^{-12}$  Ф/м);  $S$  – площа мідних електродів на склопластику;  $d$  – товщина зразка.

Фактор втрат визначається за формулою

$$\epsilon'' = 1/(\omega \cdot R \cdot C_T),$$

де  $\omega = 2\pi \cdot f$ ;  $R$  – опір зразку.  $R = Q_1 \cdot Q_2 / 2\pi \cdot f \cdot C_1 \cdot (Q_1 - Q_2)$ .

Тангенс кута діелектричних втрат розраховували за формулою:

$$\text{tg}\delta = \epsilon''/\epsilon'.$$

### Результати досліджень

Раніше в роботах [5; 6] отвердіння зв'язуючого ЕДТ – 10П під впливом ЕМП НВЧ оцінювали вмістом смоли і ступенем отвердіння. Довели, що процес полімеризації відбувається в інтервалі температур 120...160 °С і визначили, що оптимальним і достатнім часом обробки електромагнітним полем є 14 хв. Тому вивчення зміни характеристик  $\epsilon'$  і  $\text{tg}\delta$  виконували при отвердінні зразків конструкційного пластику на епоксидній основі під впливом ЕМП НВЧ протягом 14 хвилин за температур 100, 120, 130, 140, 150, 160 °С. З метою порівняння, аналогічні зразки склопластику отверджували впродовж 860 хвилин за стандартною технологією в термокамерній печі за конвекційним методом з поступовим підвищенням температури до 130 °С, потім при вимкнутій печі охолоджували до 60 °С.

Результати визначення  $\epsilon'$  і  $\text{tg}\delta$  за частоти 1 МГц наведені в таблиці.

Аналіз даних таблиці свідчить, що діелектричні властивості в зразках, отверджених за температурою 100 °С перевищують значення необхідного рівня згідно вимог ОСТ 92 – 0956 – 74. Це можна пояснити недостатньо повним протіканням процесу отвердіння і, як наслідок, низьким рівнем ступеня отвердіння [5, 7].

Дані таблиці показують, що діелектричні властивості ( $\epsilon'$ ,  $\epsilon''$ ,  $\text{tg}\delta$ ) склопластику зменшуються з підвищенням температури отвердіння до 130 °С. Подальше підвищення температури призводить до незначного підвищення цих характеристик. Звертає на себе увагу те, що діелектричні характеристики за температурою отвердіння 120...160 °С мають значно менші значення ніж ті, що вимагає галузевий стандарт і які отримують за конвекційним методом.

Оскільки максимальна температура отвердіння за конвекційним методом 130 °С, то порівнювали діелектричні властивості при отвердінні під впливом ЕМП НВЧ також при 130 °С.

Таблиця

Діелектричні властивості склопластику ВПС – 7

Метод отвердіння	Режим отвердіння	Діелектрична проникність*, $\epsilon'$	Фактор діелектричних втрат, $\epsilon''$	Тангенс кута діелектричних втрат*, $\text{tg}\delta$
конвекційний метод $\tau = 840$ хв.	максимальна температура 130 °С	5,4	0,143	0,027
Під впливом ЕМП НВЧ $\tau = 14$ хв.	100 °С	6,3	0,202	0,032
	120 °С	4,7	0,132	0,028
	130 °С	4,3	0,073	0,017
	140 °С	4,6	0,092	0,020
	150 °С	4,7	0,094	0,020
	160 °С	4,8	0,100	0,021

\* – Примітка. Згідно з ОСТ 92 – 0956 – 74  $\epsilon' = 5,4$ ;  $\text{tg}\delta = 0,02 \div 0,03$

У результаті досліджень показано, що НВЧ метод у порівнянні з конвекційним дає зменшення  $\epsilon'$  приблизно на 19 %,  $\epsilon''$  – на 49 %,  $\text{tg}\delta$  на 37 %. Зменшення діелектричних властивостей пояснюється тим, що при отвердінні під впливом ЕМП НВЧ епоксидне зв'язуюче утворює тримірний полімер з більшою кількістю зшивок і, відповідно, більш жорсткий зв'язок у макромолекулах. Це підтверджують і результати, наведені в [5 – 7], які показують, що з підвищенням температури обробки збільшується ступінь отвердіння, яка при температурі 130 °С має найбільше значення, а саме 97,5 %. За конвекційним методом для зразків склопластику цієї ж партії ступінь отвердіння склала 94,8...96,7 %. Галузевий стандарт передбачає забезпечення ступеню отвердіння на рівні не менше 95 %.

Таким чином, результати визначення діелектричних характеристик підтверджують дані з вивчення ступеню отвердіння [6; 7].

### Висновки

1. Визначено діелектричні властивості конструкційного склопластику на основі епоксидного зв'язуючого, отвердженого під впливом ЕМП НВЧ протягом 14 хвилин за температурами 120...160 °С.
2. Діелектричні властивості ( $\epsilon'$ ,  $\epsilon''$ ,  $\text{tg}\delta$ ) склопластику зменшуються з підвищенням температури отвердіння до 130 °С, а при подальшому нагріванні до 160 °С має місце незначне їх підвищення.
3. Використання НВЧ нагрівання в порівнянні з конвекційним методом дає суттєве зменшення діелектричних властивостей.
4. Зменшення діелектричних властивостей в порівнянні з конвекційним методом свідчить про збільшення ступеню зшивання і утворення полімеру із значно гущішою просторовою сіткою, що утворюється при отвердінні.

### Бібліографічні посилання

1. Джур Є. О. Полімерні композиційні матеріали в ракетно-космічній техніці /Є. О. Джур, Л. Д. Кучма, Т. А. Манько, В. Г. Сігало [та ін.] – К., 2003. – 399 с.
2. Санін Ф. П. Твердопаливні ракетні двигуни. Матеріали і технології: [підруч. для студ. вищ. закл. освіти] / Ф. П. Санін, Л. Д. Кучма, Є. О. Джур, А. Ф. Санін. – Д., 1999. – 320 с.
3. Электрические свойства полимеров / [Сажин Б. И, Лобанов А. М, Романовская О. С и др.]: под ред. Б. И Сажина. – [3-е изд. перераб.]. –Л., 1986. – 224с.
4. Чернин И. З. Эпоксидные полимеры и композиции / И.З. Чернин, Ф. М. Смехов, Ю. В. Жердев. – М., 1982. – 232с.
5. Санін Ф. П. Використання інфрачервоних спектрів для дослідження епоксидних смол, отверджених електромагнітним полем надвисокої частоти / Ф. П. Санін, А. Л. Демура, О. Ю. Нестерова // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні. Науковий журнал.– 2005. – № 2. – С.17 – 20.
6. Демура А. Л. Використання електромагнітного поля надвисокої частоти в технологічному процесі виготовлення виробів з полімерних композиційних матеріалів / А.Л. Демура // Вестник двигателестроения. – 3 – 2006. – № 4. – С.76 – 79.
7. Декларативний патент на винахід 73709 А Україна. МПК 7В29С35/00. Спосіб затвердіння виробів з полімерних композиційних матеріалів / Санін Ф.П., Демура А.Л.; заявник та патентотримувач Дніпропетровський національний університет. – № 20031212931; заявл. 29.12.2003; опубл. 15.08.2005. Бюл. № 8.

Надійшла до редколегії 07.06.2011