

А. Л. Демура

*Головне управління освіти і науки Дніпропетровської облдержадміністрації***ЗАЛЕЖНІСТЬ ДІЕЛЕКТРИЧНОЇ ПРОНИКНОСТІ СКЛОПЛАСТИКУ
ВІД ТЕМПЕРАТУРИ ОТВЕРДІННЯ ПІД ВПЛИВОМ ЕМП НВЧ**

Досліджено діелектричну проникність склопластику на основі епоксидного зв'язуючого, отвердженого протягом 14 хвилин під впливом електромагнітного поля надвисокої частоти (ЕМП НВЧ) за температурами 100...160 °С. Для порівняння зразки отверджували в термокамерній печі з конвекційним підведенням тепла. Визначено діелектричну проникність при частоті електромагнітного поля 21500 МГц. Показано, що при температурах 120...160 °С для склопластиків, отверджених під впливом ЕМП НВЧ, діелектрична проникність має менші значення, ніж при конвекційному методі. Діелектрична проникність склопластиків, отверджених при 130 °С під впливом надвисоких частот, має на 39 % менші значення ніж при конвекційному методі. Дана оцінка структури отвердженого епоксидного зв'язуючого. Показано, що загальний характер залежності діелектричної проникності від температури залишається незмінним для частоти поля 1 МГц та 21500 МГц: при нагріванні до 130 °С діелектрична проникність різко зменшується, а подальший нагрів приводить до її незначного підвищення. Зменшення діелектричної проникності пояснюється тим, що при отвердінні під впливом ЕМП НВЧ епоксидне зв'язуюче утворює тримірний полімер з більшою кількістю швів і, відповідно, більш жорсткий зв'язок в макромолекулах.

Ключові слова: діелектрична проникність, епоксидне зв'язуюче, електромагнітне поле надвисокої частоти, склопластик, термокамерний метод.

Исследована диэлектрическая проницаемость стеклопластика на основе эпоксидного связующего, отвержденного на протяжении 14 минут под влиянием электромагнитного поля сверхвысокой частоты (ЭМП СВЧ) при температуре 100...160 °С. Для сравнения образцы в термокамерной печи с конвекционным подведением тепла. Определена диэлектрическая проницаемость при частоте электромагнитного поля 21500 МГц. Показано, что при температурах 120...160 °С для стеклопластиков, отвержденных под влиянием ЭМП СВЧ, диэлектрическая проницаемость имеет меньшее значение, чем при конвекционном методе. Диэлектрическая проницаемость стеклопластиков, отвержденных при температуре 130 °С под влиянием сверхвысоких частот, имеет на 39 % меньшее значение в сравнении с конвекционным методом. Дана оценка структуры отвержденного эпоксидного связующего. Показано что общий характер зависимости диэлектрической проницаемости от температуры остается неизменным для частоты поля 1 МГц и 21500 МГц: при нагревании до температуры 130 °С диэлектрическая проницаемость резко уменьшается, а дальнейшее нагревание приводит к ее незначительному повышению. Уменьшение диэлектрической проницаемости объясняется тем, что при отверждении под влиянием ЭМП СВЧ эпоксидные связующие образуют трёхмерный полимер с большим количеством швов и, соответственно, более жёсткую связь в макромолекулах.

Ключевые слова: диэлектрическая проницаемость, эпоксидное связующее, электромагнитное поле сверхвысокой частоты, стеклопластик, термокамерный метод.

The permittivity 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 100...160°C were investigated. For compared models at hardening according to standard technique in thermochamberfurnaces with convective heating. The permittivity with frequency electromagnetic field 21500 MHz were investigated. It is shown that hardening under effect of an electromagnetic field with the 120...160 °C as compared to hardening in thermochamberfurnaces gives to decrease permittivity. The permittivity of the glass fibre plastics is hardened with the temperatures 130 °C under the effect of electromagnetic field on 39 % to decrease as compared to hardening in thermochamberfurnaces. The structure of hardened epoxy binder was assessed. It is shown that the common character of permittivity dependence on temperature remains invariable towards frequency field 1MHz and 21500 MHz: reating up to 130 °C permittivity essentially decreases and further it is rises insignificantly. Decrease permittivity explain hardening under the effect of microwave frequency epoxy binder gives in obtaining more rigid bond in macromolecule.

Key words: permittivity, epoxy binder, electromagnetic field of microwave frequency, glass fibre plastics, thermochamberfurnaces.

Вступ

Склопластики широко використовуються в різних галузях виробництва, проте одним із вузьких місць виготовлення конструкцій з них є отвердіння зв'язуючого. Для прискорення процесу отвердіння і отримання необхідних властивостей автори запропонували застосовувати електромагнітне поле надвисокої частоти (ЕМП НВЧ) [1].

При отвердінні під впливом надвисоких частот зв'язуюче набуває твердий склоподібний стан з утворенням тримірного полімеру. Зшивання молекул при отвердінні зв'язуючого в склопластику призводить до суттєвого зменшення діелектричної проникності (ϵ') і тангенсу кута діелектричних втрат ($\text{tg}\delta$). Тому оптимальним параметром контролю процесу отвердіння є саме визначення діелектричних втрат [2; 3].

Автор [4] дослідив діелектричні властивості конструкційного склопластику, отвердженого під впливом ЕМП НВЧ за різними температурними режимами при частоті 1МГц, згідно ГОСТ 22372-77.

Варто зауважити, що за наявності достатньої кількості робіт з визначення діелектричних властивостей склопластику, в них недостатньо з'ясовано механізм впливу ЕМП НВЧ на ϵ' і на сам процес отвердіння.

Метою даної роботи є дослідження залежності діелектричної проникності склопластику, отвердженого під впливом ЕМП НВЧ за різними температурними режимами при частотах до 21500 МГц.

Матеріали і методика досліджень

Для дослідження застосовували склопластик ВПС-7, який складається з епоксидного зв'язуючого ЕДТ-10П, отверджувача ТЕАТ-1, а в якості наповнювача – склотканина Т-11 з переплетінням сатин 8/3.

Дослідження діелектричної проникності склопластику проводили вимірювально-обчислювальним комплексом (ВОК), що працює в НВЧ-діапазоні дискретних частот [5] та дозволяє провести неруйнівний контроль властивостей діелектричного матеріалу.

Для отримання абсолютних значень коефіцієнта відбиття від зразка проводили калібрування на зразок з відомим коефіцієнтом відбиття. В якості такого зразка використали металевий лист, для якого проводили вимірювання за тією ж схемою, як і для звичайного зразка. Результати вимірювання застосували для отримання нормованого значення коефіцієнта відбиття від зразка. Ця частотна залежність коефіцієнта відбиття від зразка дозволила при переході у просторову (часову) область визначити величину відбиття від границі розділу «повітря–зразок».

У просторових сигналах відбиття від зразка виділили пік відбиття з найбільшою амплітудою. Амплітуду цього відбиття ділили на амплітуду піка відбиття від металу і отримали значення R_r , що дозволило визначити діелектричну проникність зразка.

У зв'язку з тим, що положення будь-якого піка на часовій осі 0,2 мм, а амплітуда імпульсу (запізнення імпульсу від границі розподілу) 2 %, похибка вимірювання на хвилеводній рефлектометричній установці складає 2...3 % [6].

Результати досліджень

Вивчення зміни характеристик ϵ' 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.

В зв'язку з поставленою метою в даній роботі діелектричну проникність визначали для склопластику ВПС-7 при частоті 21500 МГц. Для визначення ε' готували по три зразки склопластику розміром $100 \times 200 \times 10$ мм.

Для одержання каліброваних значень попередньо була визначена характеристика відбиття $R_{\text{мет}}(f)$ від металевого листа, розташованого на відстані 100 мм від апертури антени, а також калібрована характеристика $R_{\text{омер}}(f)$ у відсутності металевого листа (тут і далі – в присутності елементів кріплення цього металевого листа в межах вимірювального тракту).

Для видалення неінформативних відображень від антенно-фідерного і вимірювального тракту з характеристики $R_{\text{мет}}(f)$ віднімали характеристику $R_{\text{омер}}(f)$. Таким чином отримали частотну характеристику відбиття від металевого листа $R(f) = R_{\text{мет}}(f) - R_{\text{омер}}(f)$.

Часовий спектр $r(t) = \text{ifft}\{R(f)\}$ представлений на рис. 1. у вигляді суцільної чорної лінії з круглими маркерами.

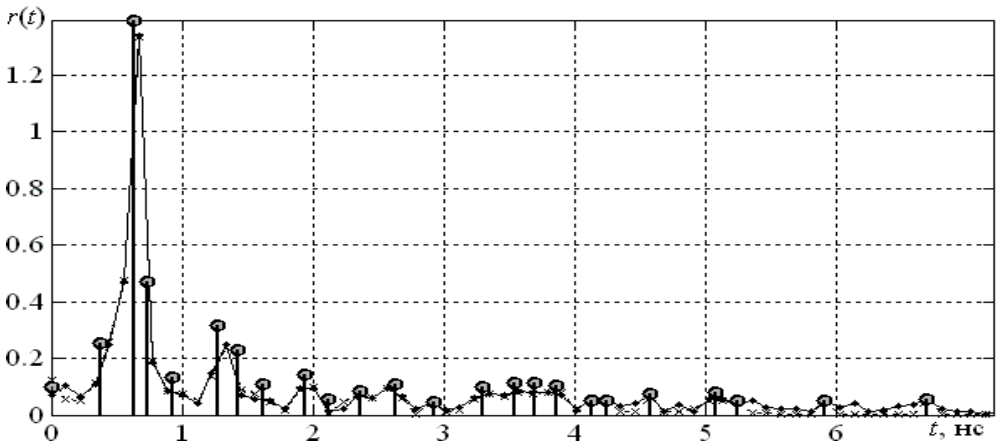


Рис. 1. Часовий спектр відбиття від металевого листа і результати обробки за допомогою методу ДРІ

Отриману в такий спосіб частотну характеристику відображення від металевого листа $R(f)$ обробляли за допомогою методу параметричного спектрального аналізу на основі дрібно-раціональної інтерполяції (ДРІ) у спектрально-сполученій області [7] для одержання $\{r_m, \tau_m\}$ оцінок параметрів адитивної експонентної моделі, що описує відбиття від дискретних елементів вимірювального тракту

$$R(f) = \sum_{m=1}^M r_m \exp(-j2\pi f \tau_m), \quad (1)$$

де r_m – величина відбиття від елемента, що відбиває, з часом запізнення τ_m .

Для обробки даних цього і подальших вимірювань використовували порядок моделі $M = 24$. Результати оцінювання параметрів моделі (1) за допомогою методу ДРІ наведено на рис. 1 за допомогою стеблової діаграми (вертикальні лінії, обмежені зверху навкруги: місце розташування лінії за віссю абсцис відповідає $\text{Re}(\tau_m)$, а її висота відповідає $|r_m|$). Часовий спектр представлений на рис. 1 також у виді пунктирної лінії з х – маркерами.

З отриманих оцінок відбирали пік відбиття з найбільшою амплітудою, значення якого і приймалося за каліброване відбиття від металевого листа. В якості такого було відібрано компоненту з індексом $m = 3$.

Відібрані в такий спосіб параметри каліброваного відбиття від металевого листа склали: $r_M = 1.394$; $z_M = 95.8$ мм, де $z_M = c\tau_3/2$ (c – швидкість світла).

Досліджувані зразки зі склопластику розміщували на відстані 100 мм від апертури антени вимірювально-обчислювального комплексу. Визначили вихідну частотну характеристику відбиття від зразка склопластику, отвердженого під впливом ЕМП НВЧ при температурі 130 °С, $R_{\text{вим}}(f)$ і калібровану характеристику $R_{\text{оввим}}(f)$, отриману у відсутності зразка.

Після видалення неінформативних відображень із урахуванням калібровочних характеристик отримали результуючу частотну характеристику відбиття $R(f)$ від зразка склопластику, отвердженого під впливом ЕМП НВЧ при температурі 130 °С.

Отримана в такий спосіб частотна характеристика відбиття $R(f)$ для склопластику оброблялася за допомогою методу параметричного спектрального аналізу на основі пошуку квазірішення (ПКР) [7] для одержання оцінок параметрів адитивної експонентної моделі (1). Якість підведення експонентної моделі $RM(f)$ під об'єднані дані $R(f)$ оцінювали за значенням цільової функції [6]

$$\rho = \frac{\|R(f) - R_M(f)\|_2^2}{\|R(f)\|_2^2}. \quad (2)$$

Оцінювання параметрів моделі (1) з використанням методу ПКР представлені на рис. 2 за допомогою стеблевої діаграми. Якість припасування складала $\rho = 0.11$. Частотна характеристика, відновлена за отриманими параметрами моделі (1), а її часовий спектр – на рис. 2 у виді пунктирної лінії з х-маркерами.

Часовий спектр $r(t) = \text{ifft}\{R(f)\}$ представлений на рис. 2. у виді суцільної лінії з круглими маркерами.

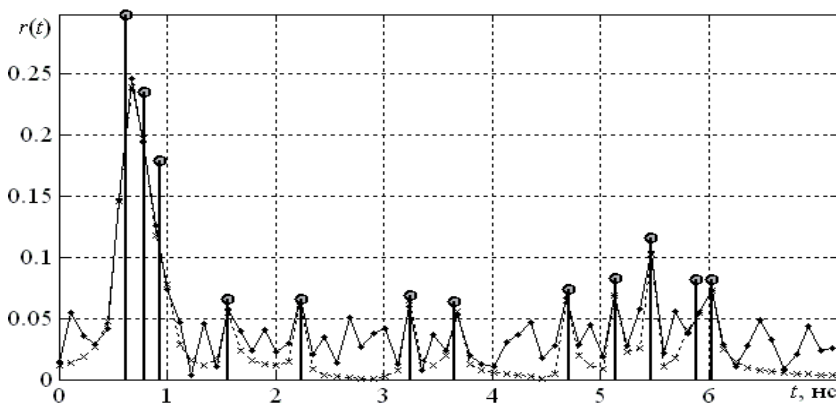


Рис. 2. Часовий спектр відбиття від зразка склопластику, отвердженого під впливом ЕМП НВЧ при температурі 130 °С і результати обробки за допомогою методу ПКР

Для переходу від параметрів адитивної експонентної моделі (1) до параметрів діелектричного шару використали наступну методику. З отриманих оцінок параметрів $\{r_m, \tau_m\}$ вибирали дві компоненти з найбільшим значенням $|r_m|$, що і розглядали як відбиття від передньої і задньої грані діелектричного шару. Їх упорядковували за місцезросташуванням і нумерували як $\{r_1, \tau_1\}$ і $\{r_2, \tau_2\}$. Для визначення абсолютного значення величини відбиття від передньої і задньої грані діелектричного шару використали нормування на величину відбиття від металевого листа r , отриману раніше

$$R_1 = -\frac{|r_1|}{r_M}, \quad R_2 = -\frac{|r_2|}{r_M}. \quad (3)$$

Діелектричну проникність шару визначали як

$$\varepsilon' = \frac{(1 - R_1)^2}{(1 + R_1)^2} \quad (4)$$

Результати переходу від параметрів адитивної експонентної моделі (1) до параметрів діелектричного шару представлені в табл. 1.

Таблиця 1

Оцінки параметрів діелектричного шару за частотною характеристикою відбиття для зразка склопластику, отвердженого під впливом ЕМП НВЧ за температури 130°C

ε'	z_m , мм	$ r_m $	$ r_m/r_M $
3.2	92.97	0.32	0.27
	119.5	0.24	0.17

Таким чином, для досліджуваного зразка склопластику $\varepsilon' = 3.2$.

Аналогічно були визначені значення діелектричної проникності для зразків склопластиків отверджених під впливом ЕМП НВЧ при температурах 100 °C, 120 °C, 140 °C, 150 °C, 160 °C. А також для порівняння визначили діелектричну проникність зразків склопластику отвердженого за конвекційним методом. Результати визначення діелектричної проникності при частоті 21500 МГц для різних температур і методів отвердіння наведені в табл. 2, а на рис. 3 - залежності діелектричної проникності від температури отвердіння склопластику при частотах 1 МГц та 21500 МГц.

Таблиця 2

Діелектрична проникність при частоті 21500 МГц для склопластику, отвердженому під впливом ЕМП НВЧ і за конвекційним методом

Метод отвердіння	Конвекційний метод, max температура 130 °C	Під впливом ЕМП НВЧ за температур, °C					
		100	120	130	140	150	160
Діелектрична проникність	5,2	5,6	4,0	3,2	3,4	3,5	3,6

Наведені в табл. 2 результати свідчать, що при температурах 120...160 °C для склопластиків, отверджених під впливом ЕМП НВЧ, діелектрична проникність також має значення менші, ніж при конвекційному методі. Порівняння діелектричної проникності для склопластиків, отверджених при температурі 130 °C під впливом ЕМП НВЧ, дає зменшення цієї характеристики на 39 % у порівнянні із конвекційним методом.

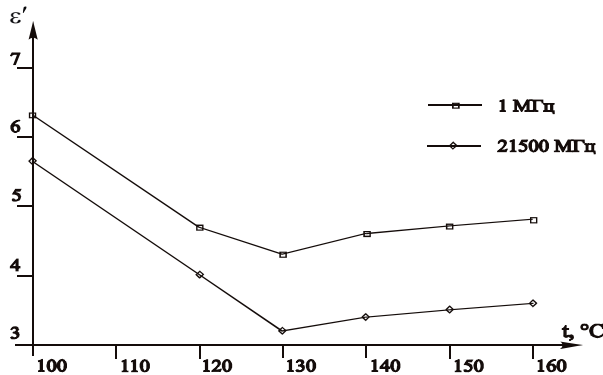


Рис. 3. Залежність діелектричної проникності ε' від температури отвердіння склопластику під впливом електромагнітного поля надвисокої частоти

Таким чином, аналіз результатів дослідження дає можливість оцінити вплив частоти на величину діелектричної проникності, при цьому слід відзначити, що загальний характер залежності $\varepsilon' = f(f)$ залишається незмінним: при нагріванні до температури 130 °С діелектрична проникність різко зменшується, а подальший нагрів призводить до її незначного підвищення.

Оскільки полімерні молекули епоксидного зв'язуючого складаються із великої кількості ланок, то, внаслідок дії електромагнітного поля, починає орієнтуватися не вся макромолекула, а її окремі ланки. Ступінь рухливості ланок визначає енергію, яка необхідна для орієнтації в змінному електромагнітному полі, тобто показує діелектричні втрати. Зшивання макромолекул при отвердінні зв'язуючого зменшує рухливість ланок і, як наслідок, суттєво зменшується їх діелектрична проникність. Чим більша ступінь зшивання, тим суттєвіше зменшується ε' . Тобто, зменшення діелектричних властивостей свідчить про збільшення ступеню зшивання і в результаті при отвердінні утворюється значно густіша просторова сітка.

Висновки

1. Визначено при частоті поля 21500 МГц діелектричну проникність склопластику на основі епоксидного зв'язуючого, отвердженого під впливом надвисоких частот протягом 14 хвилин за температурами 100...160 °С; і для порівняння – за конвекційним методом.

2. Показано, що діелектрична проникність при температурах отвердіння до 120...160 °С має менші значення, ніж при конвекційному методі.

3. Діелектрична проникність склопластиків зменшується з підвищенням температури отвердіння до 130 °С, а при подальшому нагріванні до 160 °С має місце незначне їх підвищення;

4. Загальний характер залежності діелектричної проникності від температури залишається незмінним для частот 1МГц [4] та 21500МГц

5. Доведено, що при збільшенні частоти поля діелектрична проникність зменшується, що свідчить про збільшення ступеню зшивання та утворення більш густої просторової сітки.

Бібліографічні посилання

1. Санін Ф.П. Обґрунтування використання електромагнітного поля надвисокої частоти для отвердіння полімерних композиційних матеріалів. / Ф.П.Санін, А.Л.Демура// Вісник Дніпропетр. ун-ту. Серія: «Ракетно-космічна техніка». – 2003. – Вип. 7. – С. 129-133.

2. Электрические свойства полимеров / [Б.И. Сажин, А.М. Лобанов, О.С. Романовская и др.]: под ред. Б.И. Сажина. - [3-е изд. перераб.]. – Л., 1986. – 224 с.

3. Чернин И.З. Эпоксидные полимеры и композиции / И.З. Чернин, Ф.М. Смехов, Ю.В. Жердев. – М., 1982. – 232 с.

4. Демура А.Л. Дослідження діелектричних властивостей конструкційного склопластику отвердженого під впливом ЕМП НВЧ/ А.Л. Демура// Вісник Дніпропетр. ун-ту. Серія: «Фізика. Радіоелектроніка». – 2011. – Т.19. – Вип. 18, № 2. – С. 69-73.

5. Дробахин О.О. Измерительно-вычислительный комплекс радиоволнового неразрушающего контроля изделий из диэлектрика: аппаратное и программное обеспечение/ О.О. Дробахин, Е.В. Кондратьев// Дефектоскопия. Наука РАН. Радиоволновые и оптические методы. – 2003. – № 2. – С. 52-60.

6. Alekseev V.V. Microwave Introspectyusing Multifrequency Measurements and Transversal Scan / V.V. Alekseev, O.O. Drobakhin, Ye.V. Kondratyev // IEEE Aerospace and Electronic Systems, February 2006. – № 2. – P. 24-26.

7. Дробахин О.О. Применение концентрации квазирешения для оценки параметров многослойных диэлектрических структур по характеристике отражения измеренной на сетке дискретных частот. / О.О. Дробахин, М.В. Андреев, В.Ф. Борулько// Дефектоскопия. – 1996. – № 9. – С. 47-60.