

Ewelina LITWINOWICZ

Instytut Podstawowych Problemów  
Elektrotechniki i Energoelektroniki  
Politechniki Śląskiej

PRZEBIEGI ZMIAN  $\tan \delta$  W TRAKCIE PRASOWANIA PŁYT PAPIEROWO-  
FENOLOWYCH REJESTROWANE MIERNIKIEM POMIARÓW CIĄGLYCH

**Streszczenie.** W pracy przedstawiono wyniki badań przebiegów zmian współczynnika stratności dielektrycznej płyt warstwowych papierowo-fenolowych. Pomiary wykonywano prototypowym miernikiem współczynnika stratności i pojemności. Miernik ten jest przystosowany do badania materiałów elektroizolacyjnych w trakcie procesu prasowania. Uzyskane wyniki porównano z badaniami statystycznymi. Proces prasowania płyt odbywał się zgodnie z ustalonym planem dla dwóch temperatur prasowania  $T = 125^{\circ}\text{C}$ ,  $T = 150^{\circ}\text{C}$  dla czterech różnych zawartości żywicy w nośniku w przedziale 34 % - 59 %. Badania wykonywano w skali półtechnicznej.

## 1. WSTĘP

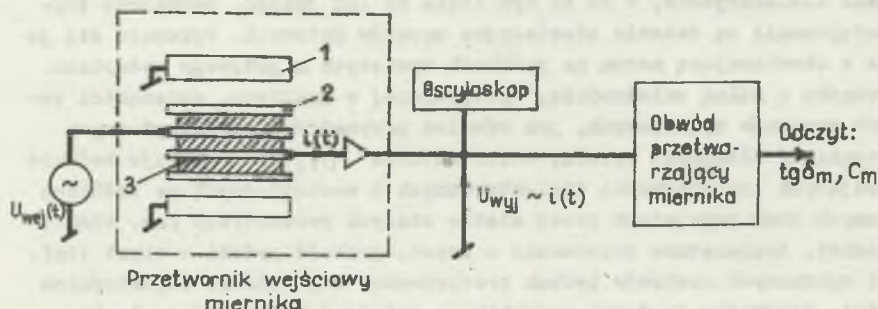
O jakości wyrobów z tworzyw termoutwardzalnych decydują, poza surowcami wyjściowymi, parametry technologiczne. Aby ocenić wpływ tych parametrów na własności dielektryczne, a co za tym idzie na ich jakość, normalnym trybem postępowania są badania statystyczne wyrobów gotowych. Wykonuje się je zgodnie z obowiązującą normą na próbkach wyciętych z gotowego materiału.

W związku z silną zależnością, występującej w praktyce, zmienności parametrów surowców wyjściowych, jak również parametrów technologicznych wytwarzania na własności wyrobu, wielu autorów [1], [2] wykonuje badanie interesujących ich własności dielektrycznych i mechanicznych na próbkach prasowanych przy przyjętych przez siebie stałych parametrach (np. ciśnienie = const, temperatura prasowania = const, grubość próbki = const itp.). Dla tak wykonanych zestawów próbek przeprowadza się badania odpowiednich własności, uzyskując tą drogą poszukiwane zależności funkcyjne. Są to w przeważającym stopniu badania w skali laboratoryjnej. Inne podejście prezentują prace [4], [5], [6] wykazujące efektywność statystycznego planowania eksperymentu, przy badaniach własności dielektrycznych wyrobów prasowanych oraz możliwości jakie planowany eksperyment stwarza dla prognozowania własności dielektrycznych tych wyrobów w szerszym, niż badany, zakresie zmienności parametrów technologicznych. Wspomniane prace opisują badania wykonywane w skali półtechnicznej.

Niemniej interesujące są, przedstawione w niniejszej pracy, obrazy zmienności  $\operatorname{tg} \delta$  uzyskane na podstawie ciągłych pomiarów wartości współczynnika stratności dielektrycznej wykonywane w trakcie procesu formowania płyt. Pomiar był przeprowadzony prototypowym miernikiem  $\operatorname{tg} \delta$  i  $C$ , który został wykonany w Instytucie Metrologii Elektrycznej i Elektronicznej Politechniki Śląskiej [7].

## 2. SPOSÓB WYKONANIA BADAŃ

Wszystkie badania, których wyniki przedstawiono poniżej zostały wykonane miernikiem pomiarów ciągłych specjalnie przystosowanym do pomiarów współczynnika stratności w trakcie procesu prasowania. Rolę elektrod pomiarowych spełniły blachy przekładkowe (rys. 1). Prasowano równocześnie trzy płyty. Prasowano płyty papierowo-fenolowe grubości 3 mm każda o wymiarach 400 x 500 mm. Półprodukt otrzymano w skali technicznej stosując pojedynczą szarżę standardowej żywicy rezolowej oraz papier elektroizolacyjny do nasyczeń o masie jednostkowej 80 g/m<sup>2</sup>. Wykonano cztery partie półproduktu dla założonych czterech różnych wagowych zawartości żywicy ( $\alpha$ ) w osadniku. Pozostałe parametry powlekania utrzymano stałe. Prasowanie półproduktu wykonano w skali półtechnicznej w prasie hydraulicznej 2,45 MN przy stałym ciśnieniu jednostkowym dla wszystkich płyt  $p = 7,85 \text{ MN/m}^2$  dla dwóch temperatur prasowania  $\vartheta = 125^\circ\text{C}$  i  $\vartheta = 150^\circ\text{C}$ .



Rys. 1

Schemat układu pomiarowego, (1-półka grzewcza, 2-blacha przekładkowa-elektroda, 3-prasowana płyta)

The meter circuit scheme (1-heating press shelf, 2-electrode, 3-the pressed plate)

Zastosowany do pomiarów współczynnika strątności  $tg \delta$  miernik pomiarów ciągłych wyposażono dodatkowo w oscyloskop obserwując odpowiedź prądową obiektu badanego przy zadenym wymuszeniu sinusoidalnym napięcia wejściowego. Uzyskano w ten sposób dodatkową informację o zachowaniu się prasowanego materiału - jako dielektryku - w całym zakresie zmienności temperatury wssdu, tzn. przez czas podgrzewania do wymaganej eksperymentem temperatury prasowania  $\psi = \text{const.}$  przez cały czas utwardzania w tej temperaturze i w czasie chłodzenia. Mimo znacznego zakresu pomiarowego miernika ( $tg \delta = 0,01 \div 13,4$ ) nie można było wykonać pomiarów w kilku punktach. Dotyczyło to próbek utwardzonych w temperaturze  $125^{\circ}\text{C}$  i  $150^{\circ}\text{C}$  przy  $\alpha = 50\%$  oraz  $\alpha = 59\%$  w czasie odpowiadającym maksimum krzywej  $tg \delta$ . Przebiegi  $tg \delta = f(\alpha)|_{\psi = \text{const.}}$  w różnych momentach czasu prasowania przedstawiają rys. 2, 3 i 4 zaś rys. 5 przedstawia wartości  $tg \delta$  uzyskane z statekacji tych próbek zgodnie z obowiązującą normą.

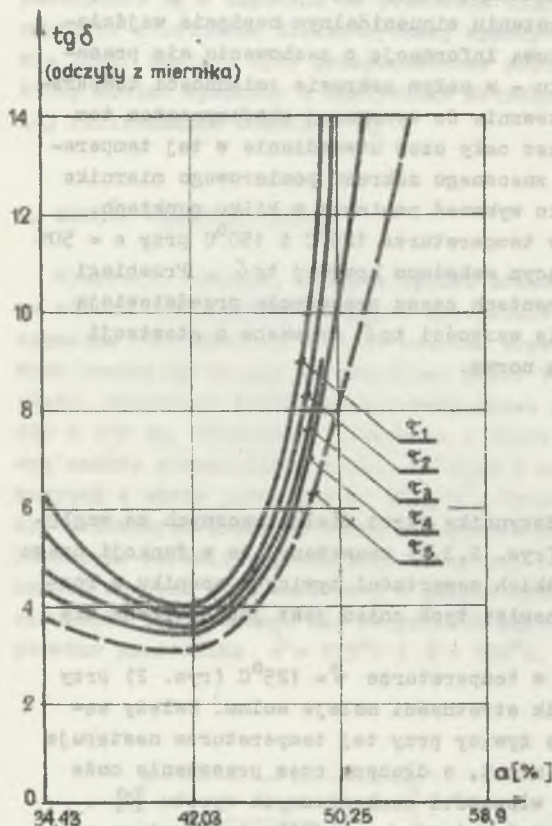
### 3. WYNIKI BADAŃ I WNIOŚKI

Analizując zachowanie się współczynnika strątności dielektrycznych ze względu na zawartość żywicy w nośniku (rys. 2, 3, 4) zauważamy, że w funkcji czasu utwardzenia  $tg \delta$  maleje dla wszystkich zawartości żywicy w nośniku w rozprzetywanym interwale czasowym. Dynamika tych zmian jest jednak różna dla różnych  $\psi$  oraz  $\alpha$ .

W przypadku próbek prasowanych w temperaturze  $\psi = 125^{\circ}\text{C}$  (rys. 2) przy  $\alpha = 34\%$  oraz  $\alpha = 42\%$  współczynnik strątności maleje wolno. Należy sądzić, że główny proces utwardzenia żywicy przy tej temperaturze następuje w stosunkowo krótkim czasie 30, 40 minut, a dłuższy czas prasowania może wpłynąć już tylko na podniesienie własności mechanicznych wyrobu [2]. Wynika z tego, że dla małych zawartości żywicy w nośniku temperatura prasowania  $\psi = 125^{\circ}\text{C}$  była wystarczająca, a przedłużenie czasu prasowania nie wpłynęło istotnie na zmianę wartości  $tg \delta$ . Główną rolę dla wyników końcowych odgrywają tu przede wszystkim parametry samego nośnika, bo proces polikondensacji przebiegał sprawnie i powstające produkty uboczne łatwo dyfundowały z próbki.

Należy zauważyć w tym miejscu, że krzywe z rysunków 2 i 3 wykreślono na podstawie wyników uzyskanych z miernika pomiarów ciągłych z tych prób, których efektem finalnym był materiał o dobrych, zgodnych z normą, własnościach dielektrycznych i mechanicznych.

Analizując nadal wykresy z rys. 2 dla  $\alpha = 50\%$  oraz  $\alpha = 59\%$  przy  $\psi = 125^{\circ}\text{C}$  współczynnik  $tg \delta$  był bardzo duży i po czasie prasowania 60 minut był jeszcze znacznie wyższy niż dla próbek o zawartości żywicy  $\alpha = 34 \div 42\%$ . Główną przyczyną tego faktu jest zbyt krótki czas utwardzenia w tej temperaturze dla tak dużych zawartości żywicy. W jednej z prób zaobserwowano np. że dopiero w 90 minucie prasowania  $tg \delta$  spadł do 4,2 przy  $\psi = 125^{\circ}\text{C}$  i  $\alpha = 50\%$ .



Rys. 2

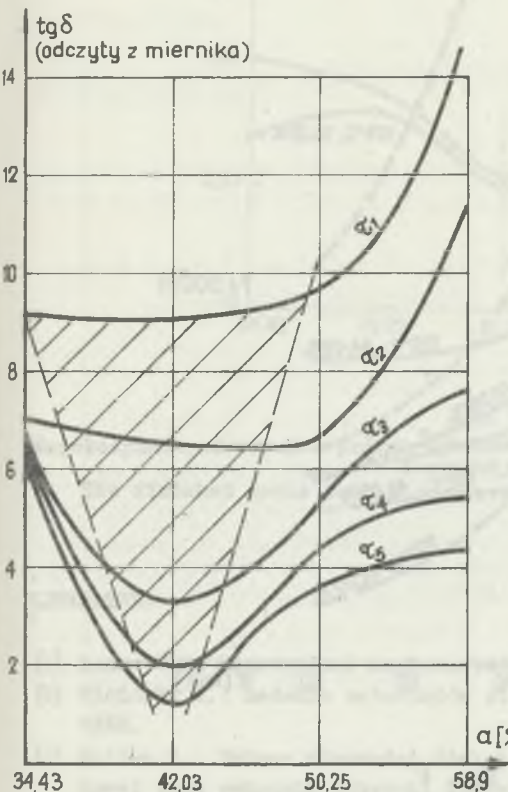
Obraz zmienności  $\text{tg } \delta$  w funkcji zawartości żywicy w nośniku dla  $\dot{v} = 125^\circ\text{C}$ ,  $f = 500 \text{ Hz}$

( $t_1 = 20 \text{ min}$ ,  $t_2 = 30 \text{ min}$ ,  $t_3 = 40 \text{ min}$ ,  
 $t_4 = 50 \text{ min}$ ,  $t_5 = 60 \text{ min}$ )

The  $\text{tg } \delta$  variation in the function of resin content in the carrier  $\dot{v} = 125^\circ\text{C}$ ,  $f = 500 \text{ Hz}$  ( $t_1 = 20 \text{ min}$ ,  $t_2 = 30 \text{ min}$ ,  
 $t_3 = 40 \text{ min}$ ,  $t_4 = 50 \text{ min}$ ,  $t_5 = 60 \text{ min}$ )

Inny jest obraz zmienności  $\text{tg } \delta$  próbek utwardzonych w temperaturze  $150^\circ\text{C}$  (rys. 3). Gdy dla  $\alpha = 34 \%$  spadek  $\text{tg } \delta$  po 30 minucie prasowania był już nieznaczny, podobnie jak przy  $\dot{v} = 125^\circ\text{C}$  (rys. 2 i 4), to dla  $\alpha = 42 \%$  zmiany wartości  $\text{tg } \delta$  w rozpatrywanych interwałach czasowych były bardzo duże, zaś początek stabilizacji procesu utwardzania obserwowano dopiero po 40 - 50 minutach prasowania. Równocześnie jednak uzyskano najniższe wartości  $\text{tg } \delta$  w porównaniu z innymi próbkami [rys. 3 i 4]. W miarę wzrostu wagowej zawartości żywicy, decydującą rolę w procesie utwardzania zaczyna odgrywać temperatura prasowania. Dla wyższych poziomów żywicy w nośniku  $\alpha = 50 - 60 \%$  już po 20 minucie prasowania w temperaturze  $150^\circ\text{C}$   $\text{tg } \delta$  był dużo niższy niż przy  $\dot{v} = 125^\circ\text{C}$  i obserwowano jego szybszy spadek. Ekstrapolując przebiegi z rys. 4 dla  $\alpha = 50 \%$  przy  $150^\circ\text{C}$  można przewidzieć, że główny proces utwardzania dobiega końca, gdy tymczasem przy  $\dot{v} = 125^\circ\text{C}$  stwierdzenie takie byłoby nieprawdziwe.<sup>2)</sup> Innymi słowy dla wyższych zawartości żywicy w nośniku wymagane są wyższe temperatury prasowania. Początkowa, dużo większa wartość  $\text{tg } \delta$  przy  $150^\circ\text{C}$  jest spowodowana mniejszą lepkością żywicy. Następnie ob-

<sup>2)</sup> Przyjęto zgodnie z pracą [3], że "miarą czasu koniecznego do zakończenia procesu utwardzenia może być tylko czas, począwszy od którego następują małe zmiany strukturalne..."



Rys. 3

Obraz zmienności  $\text{tg } \delta$  w funkcji zawartości żywicy w nośniku dla  $\psi = 150^\circ\text{C}$ ,  
 $f = 500 \text{ Hz}$

( $\bar{t}_1 = 20 \text{ min}$ ,  $\bar{t}_2 = 30 \text{ min}$ ,  $\bar{t}_3 = 40 \text{ min}$ ,  
 $\bar{t}_4 = 50 \text{ min}$ ,  $\bar{t}_5 = 60 \text{ min}$ )

The  $\text{tg } \delta$  variation in the function of resin content in the carrier  $\psi = 150^\circ\text{C}$ ,  
 $f = 500 \text{ Hz}$

( $\bar{t}_1 = 20 \text{ min}$ ,  $\bar{t}_2 = 30 \text{ min}$ ,  $\bar{t}_3 = 40 \text{ min}$ ,  
 $\bar{t}_4 = 50 \text{ min}$ ,  $\bar{t}_5 = 60 \text{ min}$ )

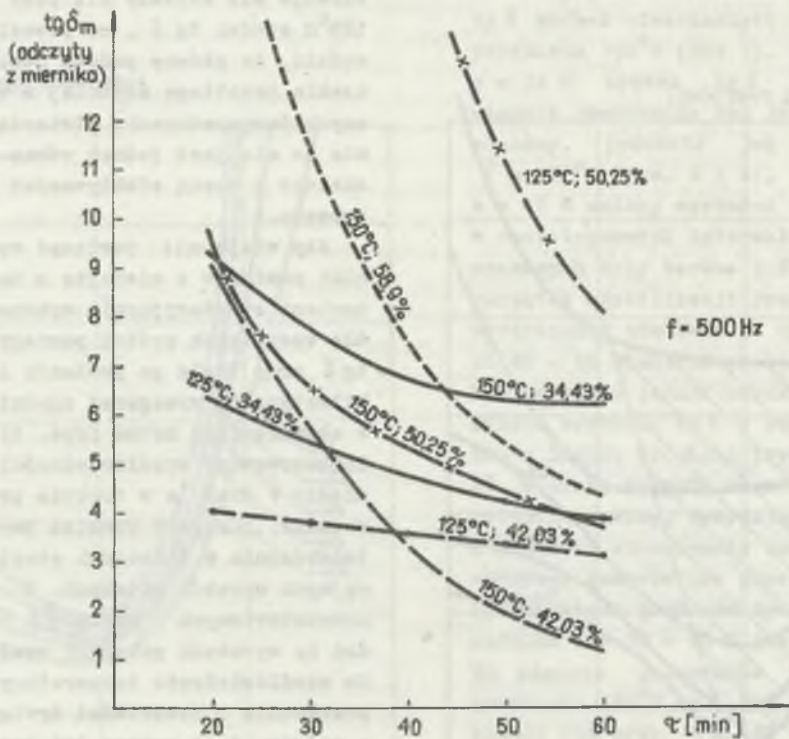
serwuje się szybszy niż przy  $125^\circ\text{C}$  spadek  $\text{tg } \delta$ , co pozwala sądzić, że główny proces utwardzenia przebiega szybciej w wyższych temperaturach. Stwierdzenie to nie jest jednak równoznaczne z oceną efektywności procesu.

Aby wzajemnie powiązać wyniki pomiarów z miernika z badaniami estetycznymi, wykonano dla wszystkich próbek pomiary  $\text{tg } \delta$  przy  $50 \text{ Hz}$  po poddaniu ich klimatyzacji wymaganej zgodnie z obowiązującą normą (rys. 5). Zaobserwowane współzależności między  $\psi$  oraz  $\alpha$  w trakcie prasowania, znalazły również potwierdzenie w badaniach estetycznych wyrobów gotowych. Z przedstawionych w pracy [5] badań na wyrobach gotowych wynika, że współdziałanie temperatury prasowania i zawartości żywicy w nośniku jest wysoce istotne

$\alpha$  [%] i wpływa wyraźnie na wyniki końcowe  $\text{tg } \delta$ , jak i takich parametrów jak: chłonność wody, stała dielektryczna, napięcie przebicia itp. Końcowe wartości  $\text{tg } \delta$  jako funkcji  $\psi$  oraz  $\alpha$  były najmniejsze przy temperaturze prasowania w przedziale  $125 - 130^\circ\text{C}$  oraz przy zawartości żywicy średnio  $40\%$  [5], [6].

Omówione powyżej, pierwsze badania wykonane miernikiem pomiarów ciągłych wykazały, że przebiegi zmian  $\text{tg } \delta$  w trakcie prasowania odwzorowują w sposób właściwy procesy polikondensacji

zachodzące w prasowanych materiałach [4]. Obserwacje tych przebiegów pozwala na przeszlizowanie zachowanie się materiału przy różnych kombinacjach parametrów prasowania i tym samym umożliwić wyciągnięcie wniosków



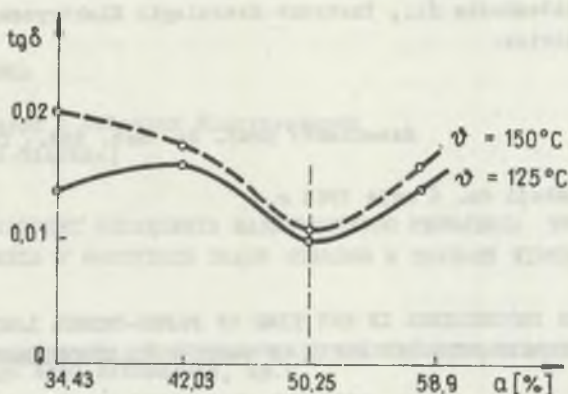
Rys. 4

Zmiany współczynnika stratności w czasie prasowania dla przebiegów z rysunków 2 i 3

Variations of loss coefficient in the time of the pressing for of the fig. 2 and 3 proceedings

co do istotności wpływu tych lub innych parametrów. Jednakże jak stwierdzono, porównując wyniki badań z miernika z wynikami stęstw, same obserwacje przebiegów nie pozwala na natychmiastowe podejmowanie decyzji co do kierunku optymalizacji procesu.

Pozytywne wyniki uzyskane na tym etapie zachęcają do przeprowadzenia dalszych badań z zwłaszcza badań, które umożliwiłyby zastosowanie miernika do bieżącej optymalizacji procesu, co przyniosłoby w praktyce niewątpliwie korzyści ekonomiczne.



Rys. 5

Współczynnik stratności próbek wyrobów gotowych stwierdzonych zgodnie z obowiązującą normą

The finished goods test pieces attested according to the standard

## LITERATURA

- [1] Renne W.T: Elektryczne kondensatory, Gosenergoizdat, Leningrad 1959,
- [2] Siciński Z.: Badanie materiałów elektroizolacyjnych, WNT, Warszawa 1968.
- [3] Sulima T.: Zmiany własności dielektrycznych utwardzonej żywicy epoksydowej jako wskaźnik kinetyki utwardzenia jej bezwodnikiem ftalowym, Przegląd Elektrotechniczny, z. 8, 1963.
- [4] Litwinowicz E.: Zmiany współczynnika stratności w funkcji czasu prasowania płyt warstwowych. Zeszyty Nauk. Pol. Śl. s. Elektryka. Nr 64, 1979.
- [5] Litwinowicz E.: Zastosowanie analizy regresji do badania własności dielektrycznych płyt papierowo-fenolowych, Zeszyty Nauk. Politechniki Śl., s. Elektryka, Nr 86, 1984.
- [6] Litwinowicz E.: Analiza powierzchni regresji aproksymującej zależność współczynnika stratności dielektrycznej w funkcji rozprętwianych zmiennych, Zeszyty Nauk. Politechniki Śl., s. Elektryka, Nr 98, 1986.

- [7] Miernik współczynnika stratności i pojemności 1/1976. Instrukcja techniczna. Politechnika Śl., Instytut Metrologii Elektrycznej i Elektrotechnicznej, Gliwice.

Recenzent: prof. dr hab. inż. Tadeusz Sulima

Wpłynęło do redakcji dn. 6 maja 1985 r.

THE  $\text{tg } \delta$  CHANGES PROCEEDINGS IN THE TIME OF PAPER-PHENOL LAMINAR PLATES PRESSING, REGISTRATED WITH THE METER OF CONTINUOUS MEASUREMENTS

S u m m a r y

The results of the proceedings of dielectric loss coefficient in paper-phenol laminar plates investigations are presented in the paper. The prototypical meter of the loss coefficient and capacity has been used. This meter has been adapted for dielectric material investigation during the pressing process. The results have been compared to the attest investigations. The pressing process has passed for two pressing temperatures  $t = 125^{\circ}\text{C}$  and  $t = 150^{\circ}\text{C}$  and for four different resin contents in the carrier, between 34 % and 59 %. The investigations has been carried out in the half-technological scale.

РЕЗУЛЬТАТЫ НЕПРЕРЫВНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ БУМАЖНО - ФЕНОЛОВЫХ ПЛАСТИН ВО ВРЕМЯ ПРЕССОВАНИЯ

Р е з ю м е

В статье представлены результаты измерения коэффициента диэлектрической потери бумажно-феноловых слоистых пластин. Измерения производились прибором приспособленным к непрерывному измерению во время прессования. Полученные результаты сопоставлены с результатами аттестационных исследований. Прессовка производилась в температурных условиях  $t = 125^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 150^{\circ}\text{C}$  для содержания смолы в носителе 34% - 59%.