



Aleksandra PIETRZAK, Lech SUBOCZ

Politechnika Szczecińska, Instytut Wysokich Napięć i Elektrotechnologii

Zastosowanie spektroskopii dielektrycznej w badaniach wpływu starzenia na zmiany współczynnika strat dielektrycznych napełnianych mieszanek recyklatowych

Streszczenie. W ostatnich latach obserwuje się znaczny wzrost zastosowań spektroskopii dielektrycznej w zakresie niskich częstotliwości. Jedną z gałęzi zastosowań spektroskopii dielektrycznej jest badanie właściwości dielektrycznych materiałów w celu monitorowania procesów starzenia (w tym np. procesów uwalniania i wchłaniania wody, stopnia polimeryzacji i usieciowania materiałów wysokocząsteczkowych itp.). Przedmiotem prowadzonych badań było monitorowanie procesów starzenia napełnianych mieszanek recyklatowych powstałych na bazie recyklatu folii PA/PE oraz recyklatu kabli PE oraz określenie wpływu napełniacza PL (popioły lotne) na zmiany współczynnika strat dielektrycznych.

Abstract. (Application of the dielectric spectroscopy to examine influence of aging on changes dispersal factor in filler waste polymer materials). Nowadays the dielectric spectroscopy of the low frequencies is widely used in many areas of material research. Dielectric spectroscopy can be also used to study the aging mechanisms (water absorption, degree of polymerization). The main aim of the research presented in this paper was examination of the influence of aging time on electrical properties of filler waste polymer materials.

Słowa kluczowe: polietylen, spektroskopia dielektryczna, recykling.
Keywords: polyethylene, dielectric spectroscopy, recycling.

Wstęp

Materiały termoplastyczne, jak polietylen, polipropylen, polistyren, czy politereftalan etylenu są znane i stosowane w wielu różnych gałęziach przemysłu. Parametry elektryczne, fizyczne, chemiczne jak i mechaniczne wszystkich tych materiałów są doskonale znane. Aktualne badania nie polegają na potwierdzaniu ich dobrych właściwości, ale na sprawdzeniu, czy utrzymują się one na dobrym poziomie również po recyklingu materiałowym.

Przedstawione w artykule badania stanowią kontynuacją badań współczynnika strat dielektrycznych w funkcji starzenia w komorze klimatycznej WGS. Badania były przeprowadzone dla dwóch częstotliwości 1 i 5 kHz [1]. Spektroskopia dielektryczna przeprowadzona w zakresie od 20 Hz do 1 MHz pozwoli określić wpływ częstotliwości i starzenia na zmiany w strukturze napełnianych recyklatowych mieszanek polimerowych bazujących na polietylenie.

Innym ważnym problemem jest określenie jakości materiałów recyklatowych oraz możliwości i zakresu ich stosowania. Niniejsze badania stanowią fragment badań naukowych na ten temat prowadzonych w Zakładzie Wysokich Napięć i Elektrotechnologii Politechniki Szczecińskiej.

Przenikalność elektryczna i współczynnik strat dielektrycznych [3, 4, 5]

Z istnieniem prądu upływu, podobnie jak z istnieniem prądu przesunięcia, wiążą się straty dielektryczne. Przy zmianach sinusoidalnych natężenia pola elektrycznego, sumaryczną gęstość przepływającego przez dielektryk prądu J (1) można wyrazić w postaci zespolonej zależności:

$$(1) \quad \underline{J} = \gamma \underline{E} + j\omega \epsilon_0 (\epsilon_r' - j\epsilon_r'') \underline{E}$$

lub po przekształceniach:

$$(2) \quad \underline{J} = j\omega \epsilon_0 \left[\epsilon_r' - j \left(\frac{\gamma}{\omega \epsilon_0} + \epsilon_r'' \right) \right] \underline{E}$$

gdzie: $(\gamma/\omega \epsilon_0) + \epsilon_r''$ jest uogólnioną postacią składowej urojonej przenikalności elektrycznej względnej (3):

$$(3) \quad \underline{\epsilon}_r = \epsilon_r' - j \left(\frac{\gamma}{\omega \epsilon_0} + \epsilon_r'' \right)$$

Wyrażenie w nawiasie charakteryzuje wszelkie straty energii pola elektrycznego w dielektryku, włącznie z energią zużywaną w procesach wzbudzeniowych i jonizacyjnych.

Składowa rzeczywista przenikalności elektrycznej ϵ_r' (4) dielektryka jest natomiast stosunkiem pojemności C kondensatora wypełnionego dielektrykiem do pojemności C_0 tego kondensatora w próżni:

$$(4) \quad \epsilon_r' = \frac{C}{C_0}$$

W kondensatorze wypełnionym dielektrykiem, poza prądem ładowania płynie prąd pochodzący od strat w dielektryku, stąd zmiana natężenia prądu $\Delta I = I - I_0$ spowodowana wprowadzeniem dielektryka do kondensatora, w ogólnym wypadku będzie wynosiła:

$$(5) \quad \Delta I = \Delta i + i_s = \left(j\omega \Delta C + \frac{1}{R} \right) U$$

a rezystancja R będzie przedstawiała straty dielektryka. W obwodzie elektrycznym bez strat na kondensatorze prąd elektryczny wyprzedza w fazie napięcie o $\pi/2$. W momencie pojawienia się strat różnica faz Φ między przyłożonym napięciem i zmianą natężenia będzie mniejsza od $\pi/2$, a kąt Ψ , dopełniający do kąta Φ , nazywamy kątem stratności

dielektryka. Często używaną miarą strat dielektrycznych jest tangens kąta stratności:

$$(6) \quad \operatorname{tg}\Psi = \frac{i_s}{\Delta i} = \frac{1}{\omega R \Delta C}$$

Jednak częściej spotyka się tangens kąta strat δ , który jest zdefiniowany jako stosunek natężenia prądu i_s związanego ze stratami w dielektryku do całkowitego natężenia $I_0 + \Delta i$ prądu płynącego w obwodzie kondensatora, czyli:

$$(7) \quad \operatorname{tg}\delta = \frac{i_s}{I_0 + \Delta i} = \frac{1}{\omega RC} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$$

Wartości ε' , $\operatorname{tg}\delta$, C można wyznaczyć z pomiarów dokonywanych za pomocą mostka Scheringa lub mostkiem Hawlett Packard 4284A – tak jak to było w przypadku przedstawionych dalej badań.

Cel badań i materiał badawczy

Celem badań było określenie zmian współczynnika strat dielektrycznych i przenikalności dielektrycznej w funkcji starzenia w komorze WGS (wilgotne – gorące – stałe). Temperatura i wilgotność były utrzymywane na stałym poziomie i wynosiły: $40 \pm 2^\circ\text{C}$ i $96 \pm 2\%$.

Badania parametrów elektrycznych wykonano mostkiem Hawlett-Packard 4284A w zakresie częstotliwości od 20 Hz do 1 MHz.

Granulaty podstawowego materiału do przygotowania próbek otrzymano z: wyeksploatowanych osłon kabli polietylenowych – PE_{rec}, trójwarstwowej folii poliamidowo-polietylenowej – PA/PE3. Napelniaczem był odpad elektrowniany, czyli popiół lotny – PL.

Mieszanki wykonywano na urządzeniu typu BRABENDER oraz na wylączarce jednoślindakowej. Próbkę wykonano metodą wtrysku na wtryskarce typu MONOMAT 80 (temperatura wtrysku 463-473 K, czas wtrysku ~ 2 min, ciśnienie wtrysku ~ 0,9 MPa, temperatura formy-373 K, chłodzona).

Poniżej przedstawiono skład procentowy mieszanek:

Tabela 1. Skład procentowy mieszanek

Symbol	Tworzywo		
	PAPE ₃	PL	PE _{rec}
A	75%	10%	15%
B	50%	10%	40%
C	25%	10%	65%
D	100%	-	-

Wyniki badań

Kontrolą zmian objęto współczynnik strat dielektrycznych ($\operatorname{tg}\delta$) dla częstotliwości w zakresie od 20 Hz do 1MHz. Wszystkie badania zostały wykonane zgodnie z Polskimi Normami.

Rysunki 1–4 przedstawiają zależności $\operatorname{tg}\delta$ od czasu starzenia i częstotliwości. Opisy do wykresów zawierają literowe oznaczenie próbki, tydzień badania i badany parametr, czyli A0 $\operatorname{tg}\delta$ – oznacza próbkę A, zerowy tydzień badań, czyli badania wstępne i parametr - $\operatorname{tg}\delta$.

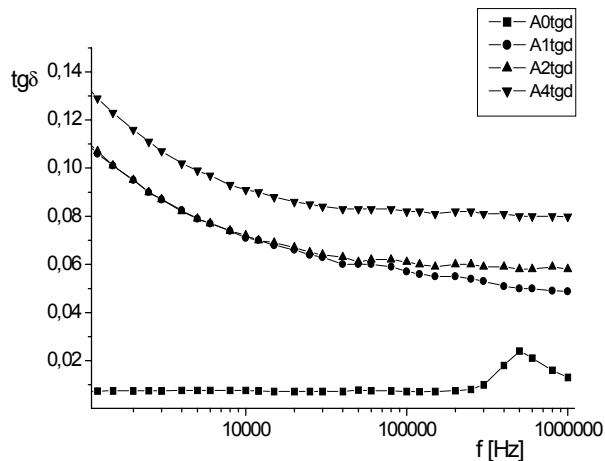
Wnioski

– Współczynnik strat dielektrycznych dla materiałów składających się z polietylenu i poliamidu silnie zależy od częstotliwości i wilgotności.

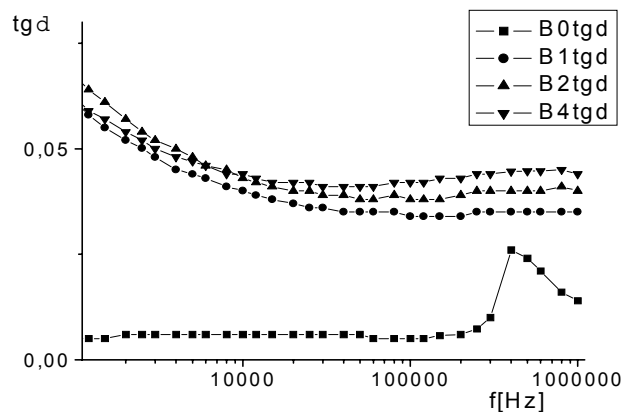
– Polietylen jest polimerem niepolarnym, natomiast poliamid polarnym, dlatego też w niskich częstotliwościach najlepsze parametry do 3 tygodnia starzenia zachowuje

mieszanka C (25%PAPE₃, 10%PL, 65%PE_{rec}), później uwidacznia się duży wpływ wilgoci i wysoki wzrost współczynnika strat dielektrycznych.

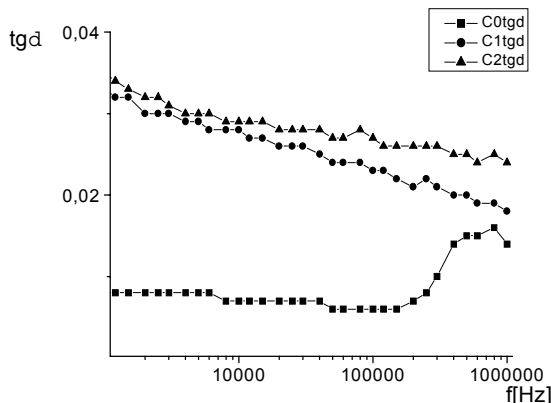
– Mieszanki A, B, D w małych częstotliwościach mają wysoki współczynnik strat dielektrycznych. Wszystkie te mieszanki, mają wysoką zawartość PAPE₃ (polamid jest polimerem polarnym $\operatorname{tg}\delta \approx 10^{-1}$), czyli w niskich częstotliwościach zachodzi zjawisko polaryzacji i szybkie przemieszczanie się ładunków przestrzennych.



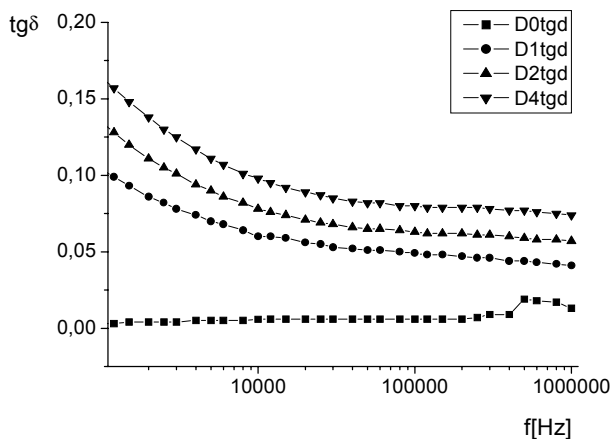
Rys. 1 Zmiany wartości współczynnika strat dielektrycznych w funkcji częstotliwości i czasu starzenia, próbka A.



Rys. 2 Zmiany wartości współczynnika strat dielektrycznych w funkcji częstotliwości i czasu starzenia, próbka B.



Rys. 3 Zmiany wartości współczynnika strat dielektrycznych w funkcji częstotliwości i czasu starzenia, próbka C.



Rys. 4 Zmiany wartości współczynnika strat dielektrycznych w funkcji częstotliwości i czasu starzenia, próbka D

– Badane materiały są materiałami odpadowymi, a przede wszystkim są polimerami, dlatego dalsze starzenie komorze WGS, może ustabilizować matrycę polimerową, a w konsekwencji spowodować spadek współczynnika strat dielektrycznych.

LITERATURA

- [1] Pietrzak A., Badanie wpływu napelnacza popiołowego na właściwości elektryczne materiałów polimerowych; Instytut Elektrotechniki Politechniki Szczecińskiej – *Praca dyplomowa magisterska*, Szczecin 1999 r.
- [2] Michalski J., Tartakowski Z., Recyklingowe kompozycje polimerowe, *Materiały III Seminarium Naukowo-Technicznego Recykling tworzyw sztucznych*, Szczecin, 1999, 44-47
- [3] Chełkowski A., Fizyka dielektryków; PWN Warszawa, 1993
- [4] Das-Gupta D. K., Scarpa P. C. N., Polarization and Dielectric Behavior of AC-aged Polyethylene; *IEEE Trans. on DEI*, Vol.3 No. 3, June 1996, 366-374
- [5] Jonscher A. K., The Universal Dielectric Response and its Physical Significance; *IEEE Trans. on EI*, Vol. 27 No. 3, June 1992, 407-423
- [6] Flisowski Z., Technika wysokich napięć, *WNT*, Warszawa 1988

Autorzy: mgr inż. Aleksandra Pietrzak, Politechnika Szczecińska, Instytut Elektrotechniki, ul Sikorskiego 37, 70-313 Szczecin, E-mail: olunia@poczta.onet.pl; dr hab. Lech Subocz prof. n. PS, Politechnika Szczecińska, Instytut Elektrotechniki, ul Sikorskiego 37, 70-313 Szczecin, E-mail: lsubocz@ps.pl