

PROTOKÓŁ 6/2018

Badania absorpcji dielektrycznej w temperaturze pokojowej w zakresie częstotliwości 10^{-1} Hz – 10^7 Hz

dla Kompozytów Klej/Matryca ADR Technology

Klient: ADR Technology Stanisław Wosiński
Autorzy: Dr hab. Ewa Markiewicz
Dr Andrzej Hilczer
Protokół autoryzował: Dr hab. Bartłomiej Andrzejewski, prof. IFM PAN

1. Cel badań: wyznaczenie okna absorpcji dielektrycznej dla różnych Kompozytów Klej/Matryca ADR Technology w zakresie częstotliwości 10^{-1} Hz – 10^7 Hz w temperaturze pokojowej. Próbkki zostały dostarczone przez ADR Technology Stanisław Wosiński.

2. Metoda pomiaru: wielkością charakteryzującą dielektryk jest względna zespolona przenikalność elektryczna:

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'', \quad (1)$$

gdzie "względna" oznacza normalizację względem stałej dielektrycznej próżni $\varepsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12}$ F/m. Straty dielektryczne:

$$\varepsilon'' = \varepsilon_p'' + \frac{\sigma_{dc}}{\varepsilon_0 f}, \quad (2)$$

są sumą strat związanych z polaryzacją dielektryczną ε_p'' i strat na przewodnictwo omowe $\sigma_{dc}/\varepsilon_0 f$ (σ_{dc} oznacza przewodnictwo stałoprądowe, f jest częstotnością pola mierzącego). Zarówno przenikalność elektryczna ε^* jak i tangens kąta strat dielektrycznych

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} = \frac{(\varepsilon_p'' + \frac{\sigma_{dc}}{\varepsilon_0 f})}{\varepsilon'} \quad (3)$$

zależą od częstotliwości pola mierzącego. W zakresie częstotliwości f od 1×10^{-1} Hz do 1×10^7 Hz własności dielektryczne mierzy się w układzie, w którym próbka wypełnia kondensator pomiarowy (zwykle kondensator płaski).

3. Aparatura i eksperyment odpowiedź dielektryczną próbki badano za pomocą Alpha-A High Performance Frequency Analyzer (Novocontrol GmbH). Próbkę stanowił wypełniony Kompozytem kondensator płaski o średnicy 20 mm i grubości 0.13 – 0.36 mm, umieszczony w temperaturze pokojowej (293 K). Impedancję Z' (od $10^{-3} \Omega$ do $10^{15} \Omega$), pojemność C (10^{-15} F do 1 F) oraz tangens kąta strat dielektrycznych $\tan \delta$ mierzono w przedziale 8 dekad częstotliwości (1×10^{-1} Hz do 1×10^7 Hz) przy napięciu próbkującym 1V. Rzeczywistą część przenikalności elektrycznej ε' próbki wyliczano z zależności:

$$\varepsilon' = \frac{d}{\varepsilon_0 S} C, \quad (4)$$

gdzie d – oznacza grubość próbki (w m), S jest powierzchnią próbki (w m^2), C – oznacza jej pojemność (w F) a $\varepsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12}$ F/m jest stałą dielektryczną próżni. Urojona część ε'' zespolonej przenikalności elektrycznej próbki wynosi:

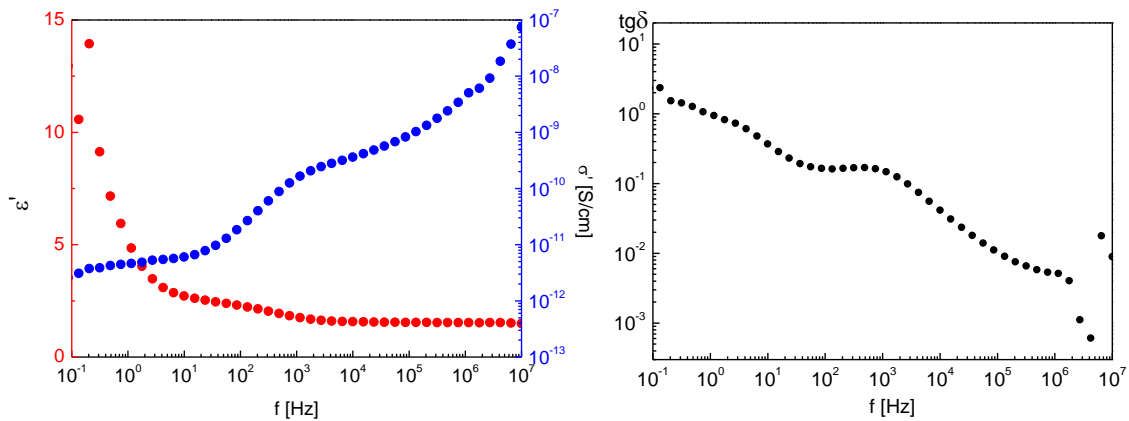
$$\varepsilon'' = \varepsilon' \tan \delta. \quad (5)$$

Mierzone wielkości były gromadzone w pamięci a wielkości charakteryzujące próbkę wyliczano za pomocą programów WinDETA impedance analysis software oraz WinFit V 3.2. Program.

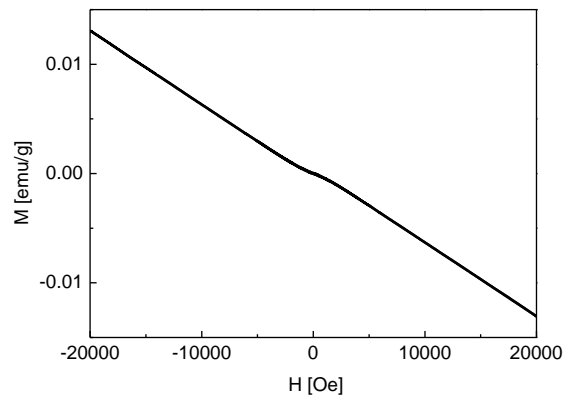
4. Wyniki. Wykonano 4 serie pomiarów dielektrycznych (3 pomiary) dla każdej próbki ADR Technology.

Seria I – Kompozyt Klej/Matryca 1

Pomiary wykonano w otwartej przestrzeni o wilgotności względnej $\sim 20\%$ w temperaturze pokojowej (293 K) dla próbki dostarczonej przez ADR Technology. Przedstawione wyniki są średnią z 3 pomiarów. Oprócz technologii ADR próbkę stanowiły: klej firmy Saltadis oraz folia firmy Lenko S.A.

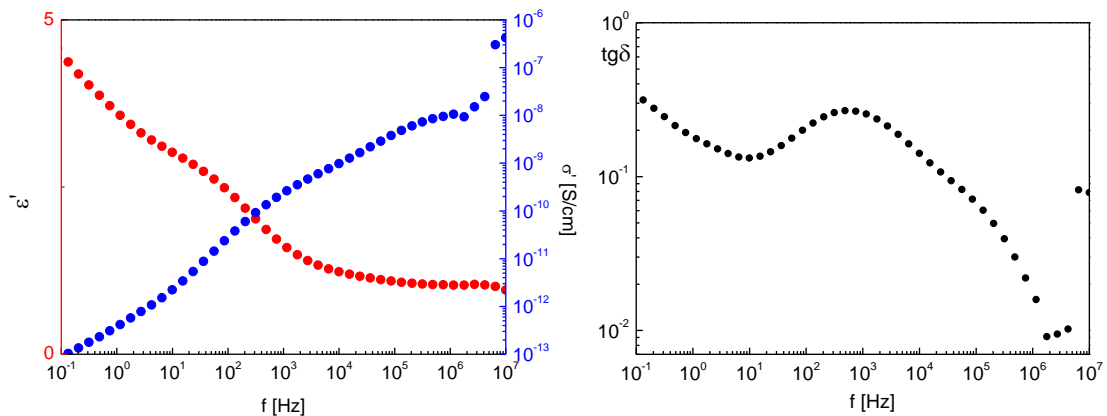


Dla Serii I wykonano również pomiar pętli histerezy magnetycznej w temperaturze pokojowej. Badany materiał wykazuje własności diamagnetyczne.



Seria II – Kompozyt Klej/Matryca 2

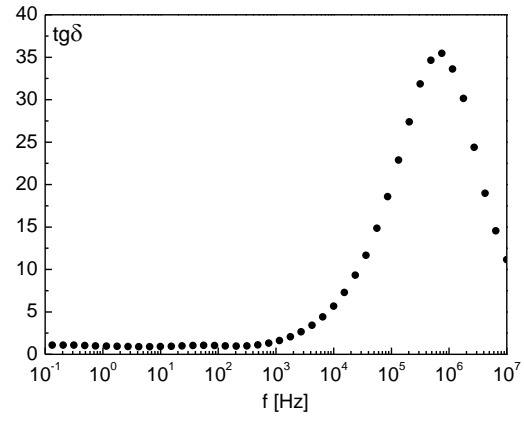
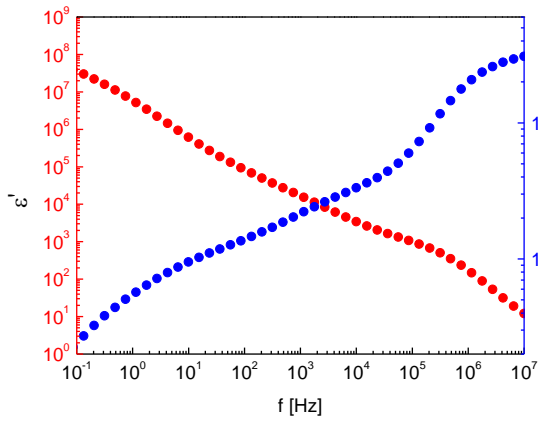
Pomiary wykonano w otwartej przestrzeni o wilgotności względnej ~20% w temperaturze pokojowej (293 K) dla próbki dostarczonej przez ADR Technology. Przedstawione wyniki są średnią z 3 pomiarów. Oprócz technologii ADR próbkę stanowił klej firmy Saltadis.



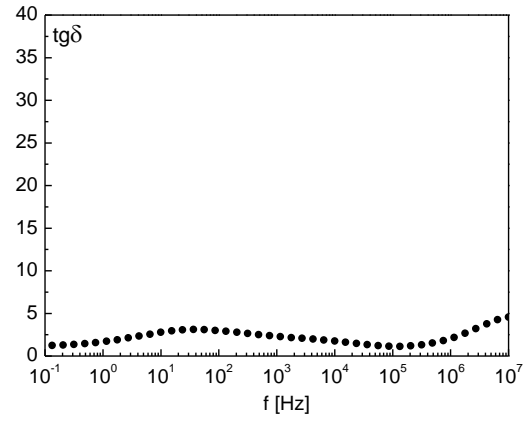
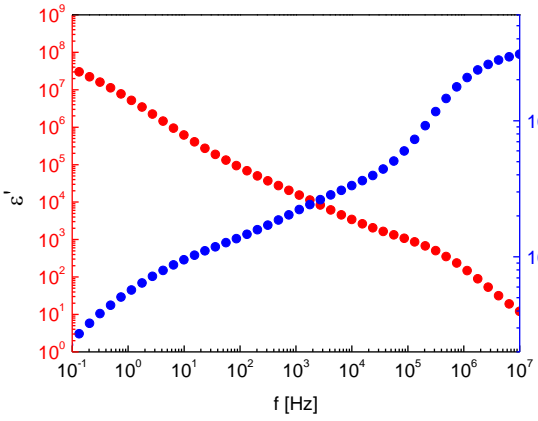
Seria III/IV Kompozyt Klej/Matryca 3

Pomiary wykonano w otwartej przestrzeni o wilgotności względnej ~20% w temperaturze pokojowej (293 K) dla próbki dostarczonej przez ADR Technology. Oprócz technologii ADR próbkę stanowił klej firmy Saltadis. Serie III i IV wykonano w odstępie 30 min. Pierwszy pomiar każdej serii różni się od pozostałych w obu przypadkach.

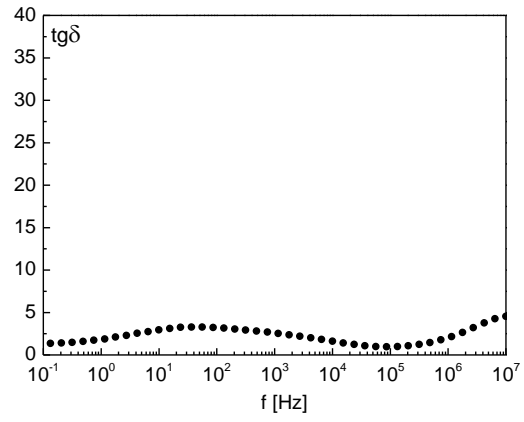
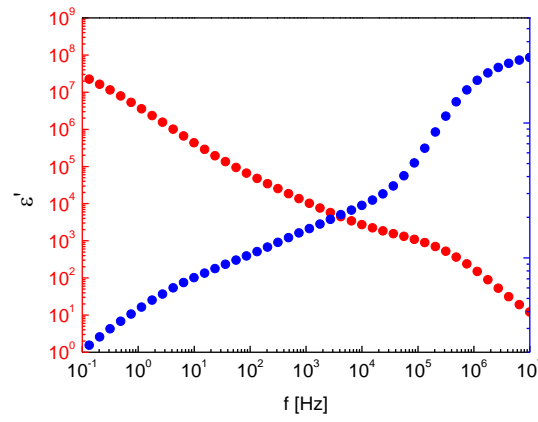
Seria III – pomiar 1



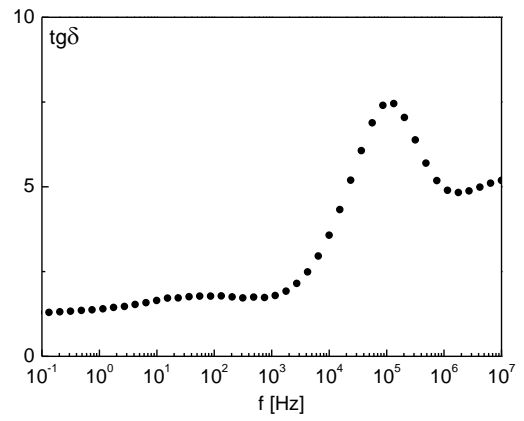
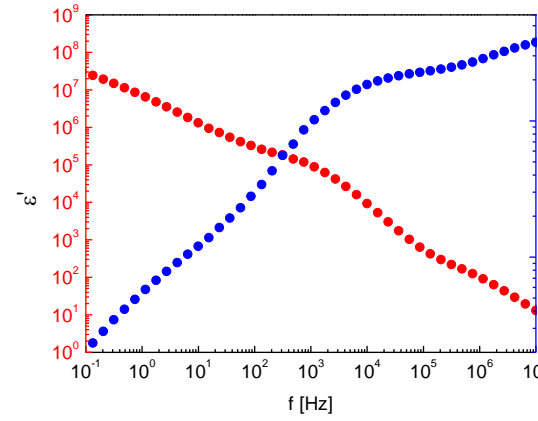
Seria III – pomiar 2



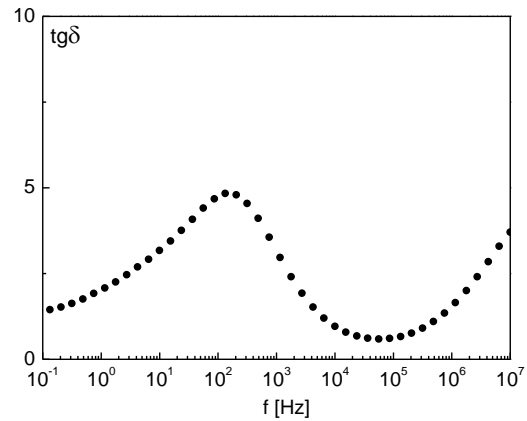
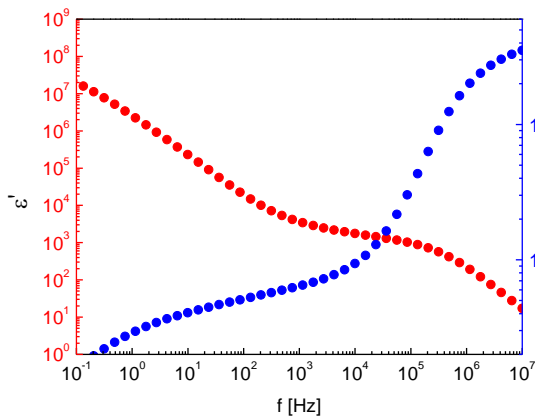
Seria III – pomiar 3



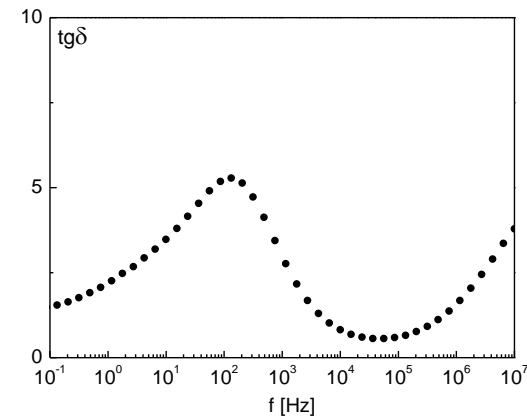
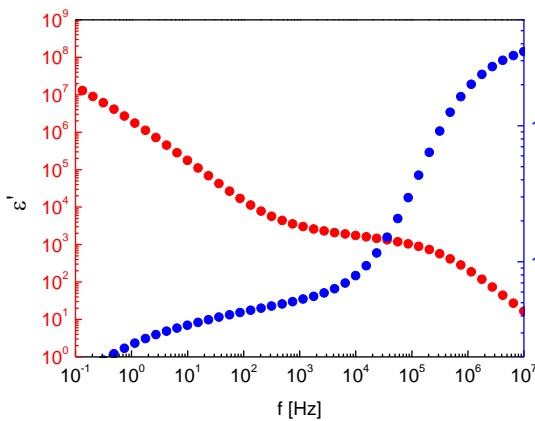
Seria IV – pomiar 1



Seria IV – pomiar 2



Seria IV – pomiar 3



5. Podsumowanie

- i) Klej firmy Saltadis z technologią ADR umieszczony pomiędzy metalowymi elektrodami (Serie III oraz IV) ma przydatne dla ekranowania PEM własności dielektryczne w całym zakresie częstości 0.1 Hz – 10 MHz. Pomiary wskazują jednak, że był on mierzony w stanie nieustabilizowanym (niestarzonym).
- ii) Kompozyty klej firmy Saltadis z technologią ADR/folia firmy Lenko S.A. wykazują b. małe wartości ϵ' oraz małe straty dielektryczne. Ze względu na własności dielektryczne kleju proponujemy ponowne pomiary tego układu z innymi elektrodami.
- iii) Kompozyty klej firmy Saltadis z technologią ADR/folia firmy Lenko S.A. mają własności diamagnetyczne.
- iv) Uważamy, że zarówno klej jak i cały układ wymaga badań procesu stabilizacji (starzenia).

PROTOKÓŁ 2/2017

Badania absorpcji dielektrycznej w temperaturze pokojowej w zakresie częstotliwości 10^{-2} Hz – 10^7 Hz dla Kompozytu KlejBA/Papier ADR Technology

Klient: ADR Technology Stanisław Wosiński
Autorzy: Dr inż. Paweł Ławniczak
Dr Andrzej Hilczer
Protokół autoryzował: Dr hab. Bartłomiej Andrzejewski, prof. IFM PAN

1. Cel badań: wyznaczenie okna absorpcji dielektrycznej dla swobodnego (nie zaciśniętego) Kompozytu KlejBA/Papier ADR Technology w zakresie częstotliwości 10^{-2} Hz – 10^7 Hz w temperaturze pokojowej w atmosferze o wilgotności względnej 50%. Próbkę Kompozytu razem z elektrodami zostały dostarczone przez ADR Technology Stanisław Wosiński.

2. Metoda pomiaru: wielkością charakteryzującą dielektryk jest względna zespolona przenikalność elektryczna:

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (1)$$

gdzie "względna" oznacza normalizację względem stałej dielektrycznej próżni $\varepsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12}$ F/m. Straty dielektryczne:

$$\varepsilon'' = \varepsilon_p'' + \frac{\sigma_{dc}}{\varepsilon_0 f} \quad (2)$$

są sumą strat związanych z polaryzacją dielektryczną ε_p'' i strat na przewodnictwo omowe $\sigma_{dc}/\varepsilon_0 f$ (σ_{dc} oznacza przewodnictwo stałoprądowe, f jest częstotliwością pola mierzącego). Zarówno przenikalność elektryczna ε^* jak i tangens kąta strat dielektrycznych

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} = \frac{\left(\varepsilon_p'' + \frac{\sigma_{dc}}{\varepsilon_0 f}\right)}{\varepsilon'} \quad (3)$$

zależą od częstotliwości pola mierzącego. W zakresie częstotliwości f od 1×10^{-2} Hz do 1×10^7 Hz własności dielektryczne mierzy się w układzie, w którym próbka wypełnia kondensator pomiarowy (zwykle kondensator płaski).

3. Aparatura i eksperyment odpowiedź dielektryczną próbki badano za pomocą Alpha-A High Performance Frequency Analyzer (Novocontrol GmbH). Próbkę stanowił wypełniony Kompozytem kondensator płaski o średnicy 15.5 mm i grubości ~ 0.5 mm, umieszczony w temperaturze pokojowej (293K). Impedancję Z' (od $10^{-3} \Omega$ do $10^{15} \Omega$), pojemność C (10^{-15} F do 1 F) oraz tangens kąta strat dielektrycznych $\tan \delta$ mierzono w przedziale 9 dekad częstotliwości (1×10^{-2} Hz do 1×10^7 Hz) przy napięciu próbkującym 1V. Rzeczywistą część przenikalności elektrycznej ε' próbki wyliczano z zależności:

$$\varepsilon' = \frac{d}{\varepsilon_0 S} C, \quad (4)$$

gdzie d – oznacza grubość próbki (w m), S jest powierzchnią próbki (w m^2), C – oznacza jej pojemność (w F) a $\varepsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12}$ F/m jest stałą dielektryczną próżni. Urojona część ε'' zespolonej przenikalności elektrycznej próbki wynosi:

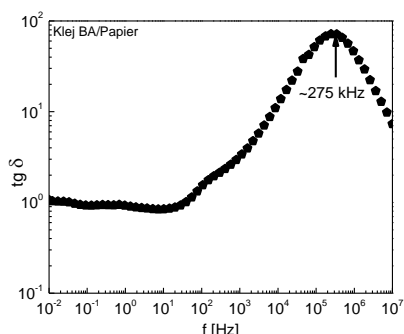
$$\varepsilon'' = \varepsilon' \tan \delta. \quad (5)$$

Mierzone wielkości były gromadzone w pamięci a wielkości charakteryzujące próbkę wyliczano za pomocą programów WinDETA impedance analysis software oraz WinFit V 3.2. Program.

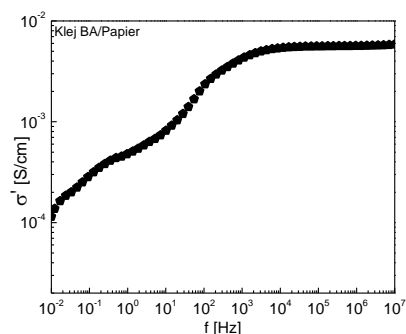
4. Wyniki. Wykonano 3 serie pomiarów dielektrycznych Kompozytu Klej BA/Papier ADR Technology.

Seria I

Pomiary wykonano w otwartej przestrzeni o wilgotności względnej $\sim 50\%$ w temperaturze pokojowej (293 K) dla świeżo przygotowanej próbki.



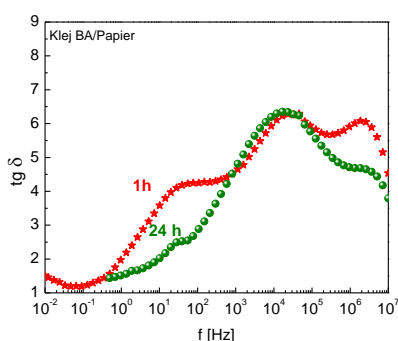
Rys. 1.



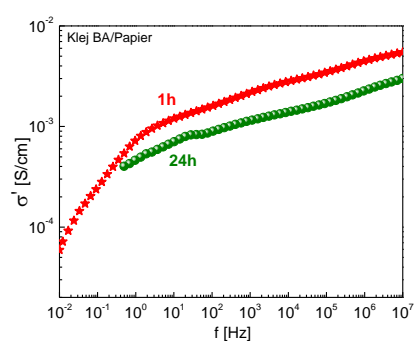
Rys. 2.

W czasie pomiarów częstotliwość od 10^{-2} Hz do 10 MHz skanowano w ciągu 30 min. Próbkę wykazuje szerokie pasmo absorpcji z maksimum przy ~ 275 kHz. Maksimum absorpcji odpowiada plateau przewodnictwa elektrycznego o wartości ~ 6 mS/cm.

Seria II



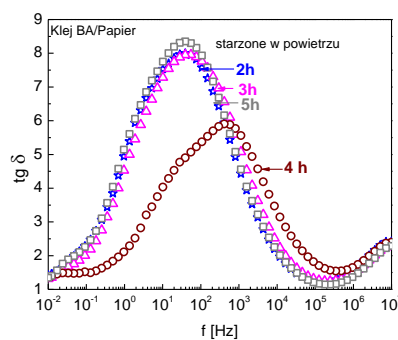
Rys. 3.



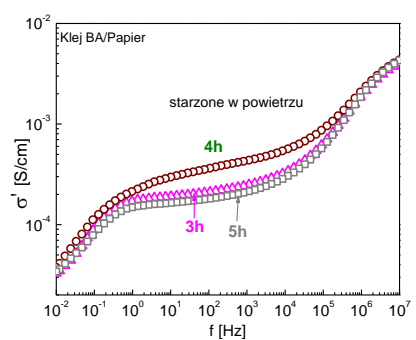
Rys. 4.

Z rysunku 3 widać, że w procesie starzenia Kompozyt Klej BA/Papier ADR Technology zmienia swoje własności dielektryczne: po 1 h od wytworzenia pojawiają się maksima strat dielektrycznych przy ~ 40 Hz, przy ~ 28.5 kHz oraz przy ~ 2.3 MHz które powoli zanikają w czasie.

Seria III



Rys. 4.



Rys. 5.

Z rysunku 4 widać, że dalsze starzenie w powietrzu przebiega w stanie nierównowagowym (wpływ mają niewielkie wahania temperatury i wilgotności). Maksimum absorpcji odpowiada plateau przewodnictwa elektrycznego na poziomie 0.5 mS/cm.

5. Podsumowanie

Kompozyt Klej BA/Papier ADR Technology po kilku godzinach suszenia w otwartej przestrzeni w atmosferze o wilgotności względnej $\sim 50\%$ w temperaturze pokojowej wykazuje szerokie pasmo absorpcji dielektrycznych z maksimum ~ 40 Hz. W całym zakresie częstotliwości od 100 mHz do 10 MHz kompozyty Klej BA/Papier (celuloza) ADR Technology mają $\tan \delta > 1$ i mogą być stosowane do ekranowania PEM w otwartej przestrzeni. Są one jednak wrażliwe na zmianę wilgotności. Ze zmniejszeniem wilgotności maleje nieco ich efektywność ekranowania w zakresie częstotliwości od ~ 1 Hz do 1 kHz.