

На правах рукописи

ЗВОЛИНСКАЯ Анастасия Юрьевна

РАЗРАБОТКА ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ ОСНОВ СПОСОБА
НЕПРЕРЫВНОГО КОНТРОЛЯ ПРОПИТОЧНЫХ
КОМПАУНДОВ ДЛЯ ВЫСОКОВОЛЬТНОЙ
ТЕРМОРЕАКТИВНОЙ ИЗОЛЯЦИИ

Специальность 05.09.02 – Электротехнические материалы и изделия

Автореферат
диссертации на соискание ученой
степени кандидата технических наук

Санкт-Петербург
2005

Работа выполнена в Государственном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет» (ГОУ ВО «СПбГПУ»).

Научный руководитель: доктор физико-математических наук,
профессор Сажин Борис Иванович

Официальные оппоненты: доктор технических наук,
Пак Владимир Моисеевич
кандидат технических наук,
доцент Бондаренко Петр Николаевич

Ведущая организация: Филиал ОАО «Силовые машины- Электросила»
(г. Санкт-Петербург)

Защита состоится «___» _____ 200_ г. в ___ часов на заседании диссертационного совета К 212.229.03 при ГОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет» по адресу: 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, Главное здание, ауд. ___.

С диссертацией можно ознакомиться в фундаментальной библиотеке ГОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет».

Автореферат разослан «___» _____ 200_ г.

Ученый секретарь
диссертационного совета, к.т.н., доцент

Гумерова Н.И.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Современная электроэнергетика развивается по пути ввода новых энергоблоков в основном средней и относительно малой единичной мощности. При этом существенно увеличивается количество изготавливаемых единиц оборудования, и решающую роль в условиях обострившейся конкуренции приобретает снижение стоимости систем изоляции.

Одним из наиболее эффективных способов решения этой задачи является использование технологии вакуум-нагнетательной пропитки (ВНП). При этом способе изготовления существенно упрощается и ускоряется укладка обмотки в сердечник и снижается стоимость изоляционной системы. Качество изоляции, ее электрические и теплофизические характеристики, и, особенно ее долговечность, определяются, в значительной степени, качеством пропитки – степенью заполнения больших и малых пор в изоляции пропиточным компаундом. При ВНП компаунд глубже проникает в обмотку, чем при других способах пропитки, а также происходит более глубокое удаление влаги из пор обмотки, что способствует качественной пропитке.

Для технологии ВНП важнейшей проблемой является обеспечение максимально полной пропитки слоев, снижение вероятности образования внутри изоляции дефектов, в виде недопропитанных участков между слоями изоляционного материала, и воздушных включений. Такие дефекты являются причиной электрического старения изоляции (возникновение и развитие частичных разрядов), а также резко снижают влагостойкость, механическую прочность и теплопроводность изоляционных систем.

Ухудшение пропитки связано, как правило, с изменениями свойств материалов, в частности пропиточного состава (ПС), как в состоянии поставки, так и в процессе его использования.

Свойства компаунда, постепенно и необратимо изменяющиеся при многократном использовании (технологическом старении), не только определяют степень заполнения им пор изоляции, но и существенно влияют на параметры процесса отверждения – температуру начала создания сетчатой структуры, скорость этого процесса и цементирующую способность ПС.

При производстве пропитанных изоляционных систем, как правило, единственной контролируемой характеристикой ПС является его вязкость в исходном состоянии. Неопределенность условий пропитки, связанная с изменением вязкости, приводит к ухудшению качества пропитанных изделий. В связи с этим актуальными являются вопросы, связанные с организацией непрерывного контроля вязкости ПС в процессе многократного использования и длительного хранения.

Цель работы. Разработка физико-технических основ способа непрерывного автоматического контроля состояния пропиточных компаундов.

Для достижения указанной цели представляется необходимым решить следующие задачи:

- исследование электрофизических характеристик (кинематической вязкости (ν), полной проводимости (Y_n), емкости (C), тангенса угла диэлектрических потерь ($\operatorname{tg} \delta$), сопротивления (R) и диэлектрической проницаемости (ϵ)) современных ПС;

- установление наличия корреляционной связи между кинематической вязкостью и одной из электрических характеристик;
- изучение влияния технологического старения на электрофизические характеристики компаундов;
- исследование изменения характеристик термоотверждения (температуры начала отверждения ($T_{н.о.}$) и постоянной скорости этого процесса (τ)) различных ПС при многократном использовании и длительном хранении;
- создание измерительного комплекса на основе методики непрерывного автоматического контроля исследуемых ПС.

Научная новизна.

1. В результате исследования электрофизических свойств шести пропиточных компаундов различных классов нагревостойкости в процессе технологического старения установлено наличие тесной корреляционной связи между кинематической вязкостью и полной проводимостью для пропиточных составов как в исходном состоянии, так и при длительном технологическом старении (до 500 часов) при $T=50^{\circ}\text{C}$. На основании этих данных разработаны физико-технические основы способа непрерывного автоматического контроля вязкости четырех компаундов, таких как: ПК-11 (DER), ПК-11 (ЭД-22), Элпласт-220 ИД и КП-99 ИД.

2. Исследованы изменения диэлектрических характеристик в процессе термоотверждения; экспериментально установлено, что наиболее информативным является измерение коэффициента полной проводимости ($\kappa_{\text{пл}}$). Измерения $\kappa_{\text{пл}}$ позволяют определить температуру начала реакции отверждения и оценить постоянные скорости этого процесса при разных температурах.

3. Выяснено, что старение компаундов при рабочей температуре 50°C не только ухудшает их пропиточную способность из-за повышения вязкости, но существенно влияют на параметры термоотверждения ($T_{н.о.}$ и τ).

4. Установлено, что у компаундов полярного типа (эпоксидных, имидных), наиболее широко используемых в технологии ВМП, связь между кинематической вязкостью и полной проводимостью на частоте 100 Гц описывается эмпирическим соотношением $\nu \cdot \gamma = \text{const}$, примерное постоянство которого соблюдается в исследуемом диапазоне температур от 20 до 50°C в исходном состоянии и в процессе технологического старения компаундов.

Практическая значимость.

1. Разработаны физико-технические основы способа непрерывного автоматического контроля основной технологической характеристики термореактивных компаундов – вязкости по величине полной проводимости.

2. В рамках выбранной среды программирования LabWindows/CVI создан измерительный комплекс на базе персонального компьютера (ПК) с использованием платы аналогово-цифрового преобразователя (АЦП), позволяющий непрерывно контролировать вязкость компаундов.

3. Создана версия компьютерной программы и представлена в виде установочного файла.

На защиту выносятся:

1. Результаты исследования электрофизических характеристик (кинематической вязкости (ν), полной проводимости (Y_n), емкости (C), тангенса угла диэлектрических потерь ($\operatorname{tg} \delta$), сопротивления (R) и диэлектрической проницаемости (ϵ)) современных ПС в исходном состоянии и при длительном технологическом старении;

2. Установление тесной корреляционной связи между кинематической вязкостью и полной проводимостью для пропиточных компаундов как в исходном состоянии, так и при длительном технологическом старении (до 500 часов) при температуре 50°C .

3. Результаты исследования влияния длительности технологического старения на параметры термоотверждения ($T_{н.о.}$ и τ), свидетельствующие об ухудшении технологических свойств компаундов (пропиточная и цементирующая способность).

Достоверность результатов обеспечивается корректным использованием современных методов измерения электрофизических характеристик исследуемых материалов; значительным количеством образцов; проведением многократных испытаний.

Личный вклад автора определяется участием в постановке задачи исследований, в проведении экспериментальных исследований, обработке, обобщении и анализе полученных результатов. Все приведенные в работе результаты получены лично автором, либо при его непосредственном участии. В процессе работы автор пользовался консультациями к.т.н. Ваксер Н.М., к.т.н. Старовойтенкова В.В. и к.т.н. Потиеенко А.А.

Апробация работы.

Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях:

1. III Международная конференции «Электрическая изоляция – 2002», С.-Петербург, 2002.
2. Всероссийская межвузовская научно-техническая конференция «XXXI неделя науки СПбГПУ», С.-Петербург, 2003.
3. V Международная конференция «Электромеханика, электротехника и электро-материаловедение», Алушта, 2003.
4. Политехнический симпозиум «Молодые ученые – промышленности Северо-Западного региона», С.-Петербург, 2003.
5. V Международная конференция «Электротехнические материалы и компоненты», Алушта, 2004.
6. 15th International Conference «Dielectric and insulating systems in electrical engineering», Casta-Pila, 2004.

Публикации. Основное содержание диссертации изложено в восьми печатных работах.

Структура и объем диссертационной работы.

Работа состоит из введения, трех глав, заключения, списка литературы, включающего 131 работу отечественных и зарубежных авторов, пяти приложений, в том числе акты внедрения и использования результатов диссертационной работы. Общий объем диссертации 173 страницы, в том числе 100 страниц основного текста, 38 страниц с рисунками и 35 страниц приложения.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы, определена цель диссертационной работы, приведены основные научные и практические результаты исследований, сформулированы положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен обзор работ, отражающих современный взгляд на применение новых пропиточных составов для технологии ВМП систем изоляции (СИ) высоковольтных электрических машин; описаны конструкции, технологии изготовления и пропитки СИ; описаны ПС, наиболее часто используемых в технологии ВМП.

Описываются физические и химические процессы, происходящие в жидких диэлектриках под длительным воздействием температуры.

Отмечается, что увеличение вязкости компаунда в процессе многократного использования и длительного хранения ухудшает не только его пропиточную способность, но и значительно может изменить технологические свойства, в частности – температуру начала процесса отверждения, его скорость, а также цементирующую способность.

Обосновывается необходимость контроля состояния пропиточного состава.

Ставится задача разработки физико-технических основ способа непрерывного автоматического контроля состояния современных пропиточных компаундов.

Во второй главе описаны объекты исследований и методика проведения экспериментов.

В данной работе объектами исследования являются современные ПС повышенной нагревостойкости. Компаунды имеют разное химическое строение и различаются по основному компоненту ПС – смоле, которая имеет разную химическую природу. В неотвержденном состоянии составы имеют разную диэлектрическую проницаемость (ϵ) и полярность.

Исследуемые компаунды можно разделить на три группы, каждая из которых включает близкие по химической природе компоненты:

1. Эпоксидные компаунды типа ПК-11: ПК-11 (ЭД-22) на основе эпоксидной смолы ЭД-22 и ПК-11 (DER) на основе эпоксидной смолы DER-330. Отвердитель – изометилтетрагидрофталевый ангидрид (и-МТГФА). $\epsilon = 6,2-6,4$ (в неотвержденном состоянии).

Класс нагревостойкости F (155 °C).

2. Имидные компаунды: Элпласт-220 ИД на основе полиэфиримида и КП-99 ИД на основе олигоэфиризоциануратимида. Отвердитель – 50 % раствор перекиси дикумина в дибутилфталате. $\epsilon = 8,0-8,2$ (в неотвержденном состоянии).

Класс нагревостойкости H (180 °C).

3. Кремнийорганические составы: смола 3551 фирмы Isola на основе фенилметилвинил-водородполисилоксана со встроенным катализатором и КО-50 Э. $\epsilon = 2,3-2,4$ (в неотвержденном состоянии).

Класс нагревостойкости C (220 °C).

Исследование параметров термоотверждения проводилось на стеклослюдяных лентах, содержащих ускоритель, соответствующий компаунду (таблица 1). Пропитка образцов проводилась при температуре 50°C.

Состав исследуемых систем изоляции

Компаунд	Наименование пропитываемого материала
ПК-11(ЭД-22) ПК-11 (DER)	Элмикапор 53309 · 0,3У
Элпласт-220 ИД КП-99 ИД	Элмикапор 53309 без ускорителя отверждения
Смола 3551 (Isola)	Самикапор
КО-50 Э	Элмикапор 53509 · 0,3У

Измерение кинематической вязкости компаундов проводилось при помощи капиллярного вискозиметра ВПЖ - 2 с диаметром капилляра 2 мм. Испытание проводилось в интервале температур 20-95°C в исходном состоянии; дальнейшие измерения проводились в диапазоне температур от 20-50°C с шагом 10°C. Выбор диапазона температур обусловлен требованиями производства, а также снижением жизнеспособности компаундов при более высоких температурах. Нагрев и поддержание заданной температуры проводились при помощи ультратермостата UTU - 2/77, с точностью поддержания температуры $\pm 0,5$ °C. При каждой температуре производилось не менее трех измерений. Кинематическая вязкость вычислялась по формуле:

$$\nu = \frac{g \cdot \tau}{980,7} \cdot 1,213 \cdot 10^{-6}, \quad (1)$$

где ν - кинематическая вязкость жидкости в м²/с; τ - время истечения жидкости в с; g - ускорение силы тяжести в месте измерения в м/с²; 1,213 - постоянная вискозиметра ВПЖ - 2.

Определение полной проводимости ПС производилось в ячейках - специальных металлических сосудах из нержавеющей стали с цилиндрическими и плоско-параллельными электродами. Для измерений проводимости использовалась схема, состоящая из генератора напряжения (U_r) и последовательно включенного с исследуемым образцом (C_x) измерительного конденсатора (C_n), имеющего емкость, на несколько порядков превышающую C_x . Это позволяет определить величину полной проводимости как:

$$Y_n = \frac{U_n \omega C_n}{U_r}, \quad (2)$$

где U_n – напряжение на измерительном конденсаторе, ω - угловая частота, $C_n = 0,1$ мкФ – измерительная емкость-эталон, $U_r = 20$ В – напряжение на генераторе.

В дальнейшем в качестве характеристики полной проводимости использовалась пропорциональная ей величина U_n , т.к. во всех измерениях соблюдалось условие $U_r = \text{const}$.

Емкость (С) и тангенс угла диэлектрических потерь ($\text{tg } \delta$) определялись при помощи автоматического цифрового измерителя Е7-8 на частоте 1 кГц; сопротивление R - при помощи тераомметра Е6-13А.

При определении относительной диэлектрической проницаемости (ϵ) жидких электроизоляционных материалов можно не прибегать к определению размеров электродов. Предварительно измерялась емкость C_b между электродами без жидкости, т.е. с воздушным заполнением. После этого измерялась емкость C_k при тех же электродах, но с жидким материалом. Тогда $\epsilon = C_k/C_b$.

С целью изучения влияния технологического старения на электрофизические характеристики компаундов были проведены опыты по тепловому старению. Условие старения определялось выбором уровня температуры и времени выдержки при этой температуре. Режим, в котором проводилось старение, соответствовал рабочим условиям, т.е. максимальной температуре пропитки. Для данных компаундов она составляла 50 °С.

Старение проводилось непосредственно в измерительных ячейках, которые помещались в полость ультратермостата, благодаря чему обеспечивался равномерный нагрев компаундов, а температура поддерживалась с достаточной точностью.

В процессе теплового старения через определенные промежутки времени проводились измерения температурных зависимостей вязкости и полной проводимости компаундов в соответствии с методиками, описанными выше.

Для изучения процесса отверждения исследуемых компаундов проводились измерения диэлектрических характеристик: величины полной проводимости (Y_n) на напряжении постоянного тока, емкости (C), тангенса угла диэлектрических потерь ($\operatorname{tg} \delta$) на частоте 1кГц и коэффициента полной проводимости ($\kappa_{пп}$), равного отношению полной проводимости при низкой частоте (100 Гц) к полной проводимости на высокой частоте (100 кГц).

В соответствии со схемой, описанной выше, ток, протекающий в измерительной цепи, определяемый проводимостью образца ($C_n \gg C_x$), равен $I = U_n \cdot 2\pi f \cdot C_n$, где U_n - напряжение на измерительном конденсаторе (C_n).

Для определения $\kappa_{пп}$ измерялся ток, протекающий через образец при двух частотах ($f_{н.ч.} = 100$ Гц и $f_{в.ч.} = 100$ кГц), что позволяет просто вычислить коэффициент полной проводимости $\kappa_{пп}$:

$$\kappa_{пп} = \frac{I_{н.ч.} / f_{н.ч.}}{I_{в.ч.} / f_{в.ч.}} = \frac{U_{н.ч.}}{U_{в.ч.}}. \quad (3)$$

Измерение $\kappa_{пп}$ в динамическом режиме (при подъеме температуры со скоростью ~ 1 °С/мин позволяет по максимуму $\kappa_{пп}$ определить температура начала интенсивного отверждения ($T_{н.о.}$). Измерение $\kappa_{пп}$ в стационарном режиме (при постоянной температуре, выше $T_{н.о.}$) позволяет определить постоянную скорости химической реакции (τ).

Если допустить, что отверждение происходит как реакция первого порядка, то концентрация реакционно-способных групп ($C_{р.с.}$) описывается экспоненциальным уравнением:

$$C_{р.с.} = A \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right), \quad (4)$$

где τ - постоянная скорости химической реакции, зависящая от температуры по закону

$$\tau = B \cdot \exp\frac{W}{R \cdot T}, \quad (5)$$

где W - энергия активации; T - абсолютная температура; R - универсальная газовая постоянная; A, B - постоянные.

Предполагая пропорциональность концентрации реакционно-способных групп ($C_{р.с.}$) величине $\kappa_{пп}$ и построив зависимость $\ln \kappa_{пп} = f(t)$ можно определить постоянную скорости химической реакции (τ) как: $\tau = \Delta t / \Delta \ln \kappa_{пп}$.

Таким образом, для исследования кинетики процесса отверждения измерения $k_{пп}$ проводились в двух режимах:

- в динамическом, при определенной скорости подъема температуры, что позволяет определить температуру начала отверждения ($T_{н.о.}$);

- в стационарном, на нескольких уровнях температуры ($T > T_{н.о.}$), что позволяет определить постоянную скорости реакции отверждения (τ).

В третьей главе приведены основные экспериментальные результаты, их анализ и обсуждение, а также представлены физико-технические основы способа непрерывного контроля пропиточных компаундов с использованием данных настоящего исследования.

В первом разделе экспериментальной части содержатся сведения по исследованию температурных зависимостей кинематической вязкости и удельной полной проводимости - γ_v (с учетом геометрических размеров электродной ячейки) различных компаундов, а также о наличии тесной корреляционной связи между этими характеристиками. Полученные температурные зависимости кинематической вязкости и полной проводимости для компаундов ПК-11 (ЭД-22) и ПК-11 (DER) представлены на: рис.1,2. Установлено, что в полулогарифмических координатах полученные данные представляются линейными зависимостями вида $\ln v$ ($\ln \gamma_v$) = $a - b/T$, причем коэффициент корреляции во всех случаях имел величину не менее 0,998. Это позволяет представить связь между величинами кинематической вязкости и полной проводимости для каждого состояния компаунда (степени состаренности) в виде функции $\ln v = \alpha - \beta \ln U_n$ или $v \cdot U_n^\beta = e^\alpha = A$ (6).

Зависимости $\ln v = f(\ln U_n)$ при различных временах старения полярных компаундов (эпоксидный и полиэфиримидный) приведены на рис.3.

Значения коэффициентов β и A представлены в таблице 2.

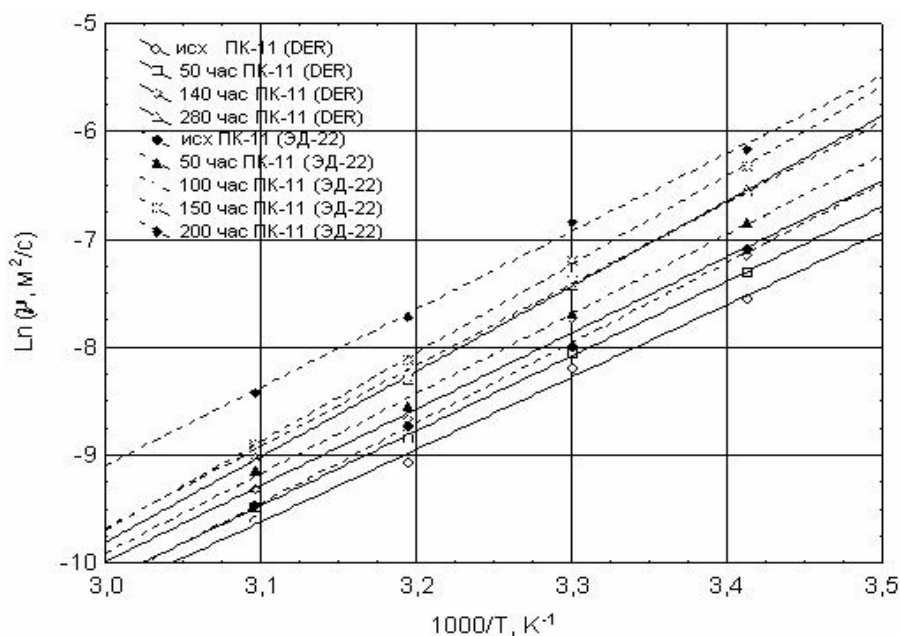


Рис.1. Зависимости $\ln v = f(1/T)$ для компаунда ПК-11 (DER) и ПК-11 (ЭД-22).

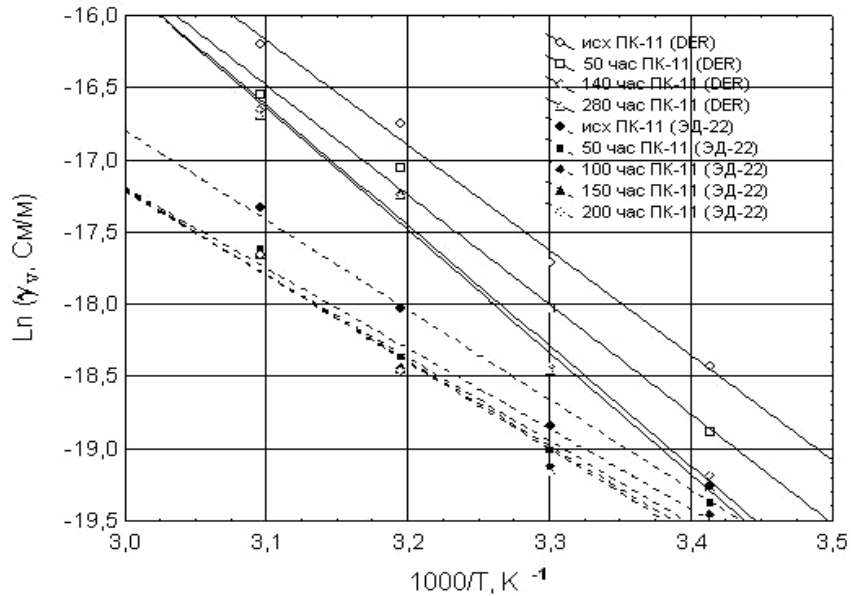


Рис.2. Зависимости $\ln \gamma_v = f(1/T)$ для компаунда ПК-11 (DER) и ПК-11 (ЭД-22).

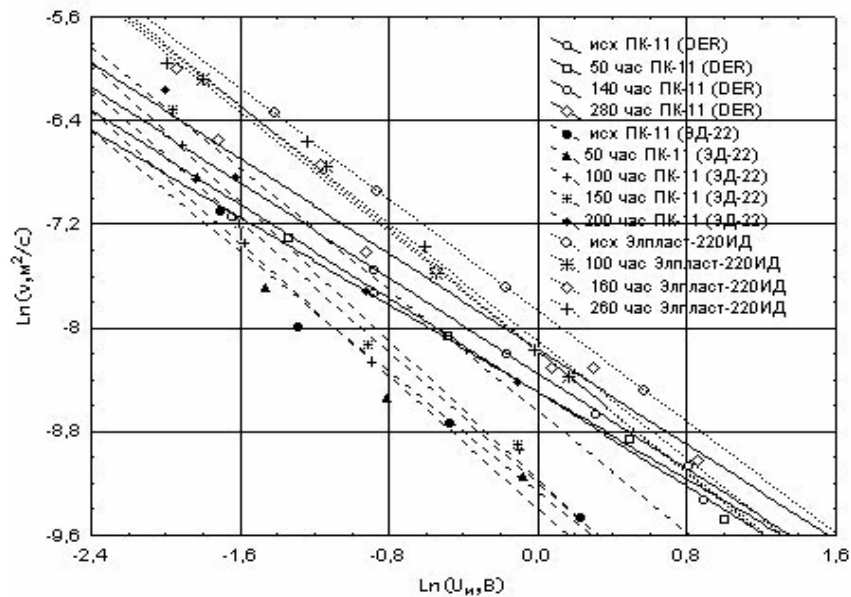


Рис. 3. Зависимости $\ln v = f(\ln U_{и})$ для компаунда ПК-11 (DER), ПК-11 (ЭД-22) и Элпласт-220 ИД.

Таблица 2.

Значения коэффициентов β и A для различных компаундов

Тип компаунда	Эпоксидный		Имидный		Кремний-органический состав 3551
	ПК-11 (ЭД-22)	ПК-11 (DER)	Элпласт-220 ИД	КП-99 ИД	
β (для всех времен старения)	1,2	0,9	1,1	1,1	95
A	$8,8 \cdot 10^{-5}$ ($t=0-150$ ч.) $1,9 \cdot 10^{-4}$ ($t=200$ ч.)	$2,2 \cdot 10^{-4}$ ($t=0-280$ ч.)	$3,2 \cdot 10^{-4}$ ($t=0-260$ ч.)	$2,8 \cdot 10^{-4}$ ($t=0-170$ ч.)	$1,1 \cdot 10^{-95}$ ($t=0$ ч.) $7,0 \cdot 10^{-45}$ ($t=100$ ч.) $8,5 \cdot 10^{-45}$ ($t=200$ ч.) $10,2 \cdot 10^{-45}$ ($t=350$ ч.)

Из представленных на рис. 3 и в таблице 2 данных видно, что у всех компаундов степенной коэффициент β в формуле (1) сохраняется постоянным независимо от длительности старения. При этом у полярных компаундов величина β близка к 1, для них характерно существенное изменение диэлектрической проницаемости и потерь в диапазоне относительно низких температур (20-50°C), наблюдается почти обратно пропорциональная связь между ν и U_n , что определяет возможность использование U_n для оценки вязкости, и, следовательно, состояния (состаренности) компаунда. Для кремнийорганических составов такой пропорциональной связи не наблюдается, показатель β велик ($\beta=95$), что объясняется очень малой величиной диэлектрических потерь ($\text{tg}\delta = 0,005-0,015$), вследствие чего величина полной проводимости определяется только диэлектрической проницаемостью компаунда, слабо зависящей от его температуры и вязкости.

Во втором разделе главы 3 изучено влияние технологического старения при $T=50^\circ\text{C}$ на электрофизические параметры материалов. Подтверждено необратимое изменение вязкости в процессе теплового старения. При этом, критическое, с точки зрения возможности использования, значение вязкости для ПК-11(ЭД-22) достигается за время 230 часов, в то время как, для ПК-11(DER) в конце исследования (420 час) оставался достаточный запас. На рис. 4 представлены зависимости вязкости от времени старения для эпоксидных компаундов ПК-11 (DER) и ПК-11 (ЭД-22).

Исследования параметров термоотверждения в процессе старения полярных компаундов (эпоксидных, полиэфиримидных) показали, что характер температурных зависимостей исследованных диэлектрических характеристик ($\text{tg}\delta$, C , $\kappa_{\text{пп}}(T)$) одинаков. Температуры, соответствующие максимуму зависимостей $\text{tg}\delta(T)$ и $\kappa_{\text{пп}}(T)$ совпадают. Очевидно, при этой температуре ($T_{\text{н.о.}}$) начинается интенсивное отверждение. Старение компаундов при 50°C приводит к значительному изменению характера отверждения.

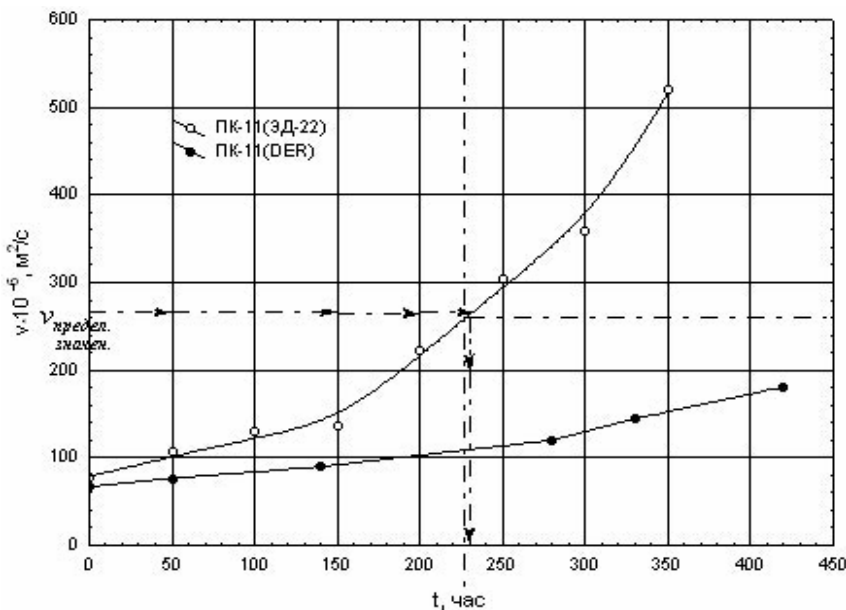


Рис. 4. Зависимости вязкости от времени старения для компаунда ПК-11 (DER) и ПК-11 (ЭД-22).

Для полиэфиримидного компаунда Элпласт-220 ИД (рис. 5) было установлено, что при времени старения превышающем 150 часов максимум в зависимости $k_{пп}(T)$ становится «размытым», величина его снижается более, чем вдвое (с 7 до 3). Величина постоянной скорости реакции (τ), определенная при 160°C, возрастает вдвое, а при 180°C – на порядок, причем резкое изменение τ происходит при времени, превышающем 200 часов старения. Эти данные хорошо согласуются с результатами исследований в динамическом режиме и свидетельствуют о значительном изменении химической структуры.

Исследования эпоксидных компаундов показали, что влияние старения на параметры процесса термоотверждения различно. Для компаунда ПК-11 (DER) постоянные скорости реакции практически не изменяются вплоть до 500 часов старения, тогда как для ПК-11 (ЭД-22), даже при времени старения 100 часов, τ возрастает в 1,5 раза при 130°C и приблизительно в 4 раза - при 150°C (таблица 3).

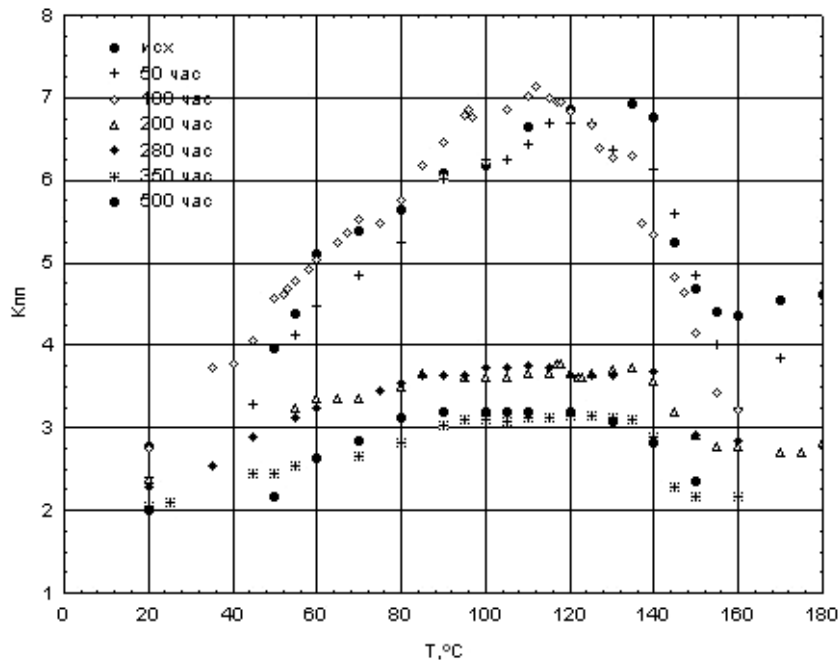


Рис. 5. Зависимость $k_{пп} = f(T)$ для Элпласт-220ИД.

Таблица 3.

Изменение постоянной скорости реакции от времени старения компаунда.

T, °C	τ, (мин) при различных временах старения в часах для ПК-11(DER)				
	0	48	186	233	520
130	6,5	6,6	7,4	7,5	8,1
150	4,8	5,1	7,6	8,2	8,2
T, °C	τ, (мин) при различных временах старения в часах для ПК-11(ЭД-22)				
	0	50	100		
130	4,5	5,8	6,7		
150	1,5	1,6	5,7		

Третий раздел экспериментальной части диссертационной работы посвящен автоматизации методики непрерывного контроля вязкости пропиточных компаундов и созданию измерительного комплекса. Комплекс условно можно разделить на 3 части: аппаратная часть, внешние датчики и программная часть.

Для создания контролирующего комплекса использован аналогово-цифровой преобразователь L305 (АЦП) фирмы LCARD. Платы серии L305 можно рассматривать и как удобное средство для многоканального сбора информации, и как законченную систему с собственным процессором, позволяющую пользователю реализовать свои собственные алгоритмы обработки сигналов на уровне программирования установленного на платах сигнального процессора американской фирмы Analog Devices.

Внешние датчики являются источниками электрических сигналов, подаваемых на входы платы АЦП и преобразуемых в дальнейшем по определенному алгоритму.

В разрабатываемом комплексе определение вязкости ПС должно производиться на основе данных о текущей температуре и величине напряжения, пропорциональной значению полной проводимости. В качестве датчика температуры предлагается использовать стандартные термопары. В интересующем температурном диапазоне (20-50°C) термоЭДС наиболее часто используемых термопар составляет единицы милливольт. Точность измерения платы L305 составляет ~ 0,6 мВ. При этом погрешность измерения термоЭДС недопустимо высока. Поэтому применен высокостабильный усилитель Ф7024М/5 с коэффициентом усиления $K = 500$.

Измерение полной проводимости нами проводилось в системах конденсаторного типа, как с коаксиальными электродами, так и с плоскопараллельными. Эксперименты показали возможность использования датчиков любого типа. Однако для производственных условий предпочтение следует отдать плоскопараллельной системе электродов. Данная система может быть помещена в ёмкость с компаундом, при этом обеспечивается свободное протекание компаунда между электродами при его перемешивании. Переменный сигнал, снимаемый с датчика, может достигать единиц вольт, при этом обеспечивается достаточно высокая точность измерений, и поэтому дополнительные усилители не применялись.

Работа платы L305 происходит под управлением специальной программы, которая была создана на базе пакета LabWindows/CVI фирмы National Instruments. Данный пакет позволяет наиболее полно реализовать все возможности устройств АЦП за счет программного конструирования собственных «виртуальных приборов», которые отсутствуют в стандартных библиотеках. Графическая оболочка созданной управляющей программы представлена на рис. 6. На лицевую панель виртуального прибора выведены необходимые индикаторы, а также кнопки настройки и управления.

Для одного из выбранных каналов, к которому подключён ёмкостной датчик, находящийся в объёме с контролируемым компаундом, выбираем соответствующий файл базы данных, при этом все данные, содержащиеся в базе, появляются на графиках справа. Перед измерениями, в соответствующем окне задаём частоту синусоидального сигнала, который генерирует плата - 100 Гц. Проводим начальную калибровку, при этом определяется градуировочный коэффициент. Нажимая кнопку "Пуск", начинаем непрерывные измерения.

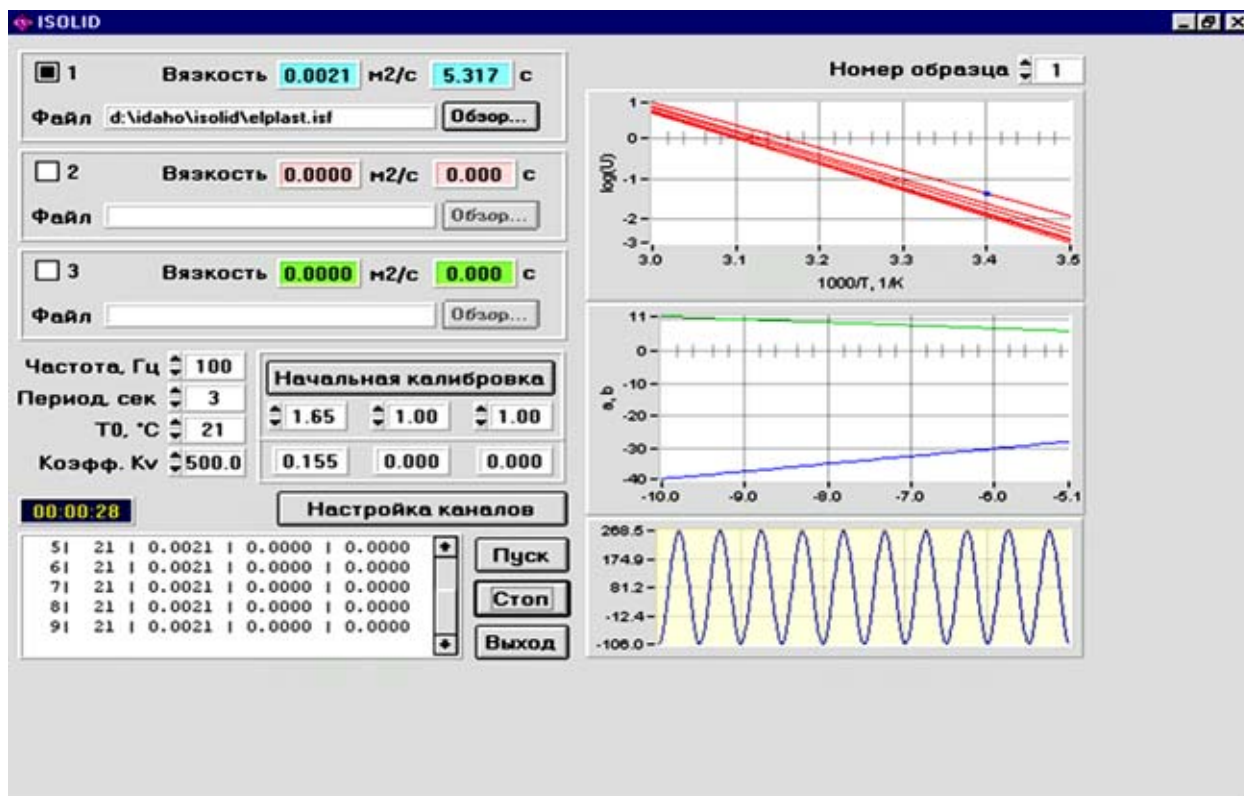


Рис.5. Панель управления комплексом.

При этом в соответствующем окне появляется значение напряжения, оно же отмечается на графике. По описанному выше алгоритму рассчитывается кинематическая вязкость. Все измеряемые данные заносятся в таблицу. Далее процесс автоматически повторяется с заданной периодичностью.

Для работы комплекса необходимо создание базы данных для различных ПС. Основой базы являются полученные результаты по исследованию характеристик компаундов, которые являются эталонными. Из представленного ранее соотношения было видно, что величина измеряемого сигнала может зависеть от ряда параметров испытательной установки; в том числе от электродной системы. Проведённые измерения показали, что при испытаниях в различных ячейках, зависимости располагаются практически параллельно с постоянным коэффициентом сдвига. На рис. 7 зависимость построена для компаунда Элпласт-220ИД для исходного состояния. В работе имеются данные, свидетельствующие о том, что при всех временах старения данная закономерность сохраняется. Поэтому, определив один раз градуировочный коэффициент, все вновь получаемые данные приводятся к эталонным зависимостям, путём домножения на этот коэффициент.

База данных организуется в виде отдельных файлов для каждого компаунда. На рис. 8 приведён пример для компаунда Элпласт-220ИД. В первой строке задаётся количество эталонных зависимостей "напряжения полной проводимости" от температуры; далее задаются параметры каждой из зависимостей, начиная с исходного состояния. В последних двух строчках содержатся данные для определения параметров температурной зависимости вязкости.

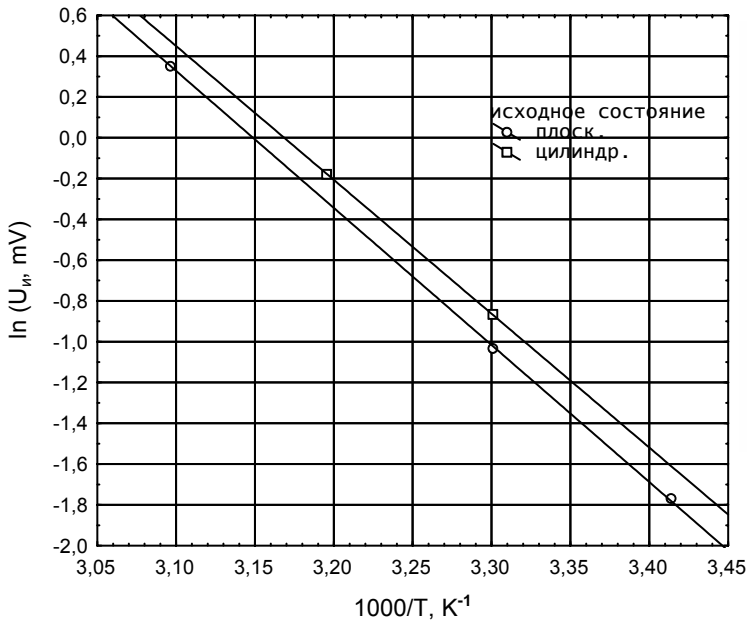


Рис. 7. Зависимости $\ln U_{и} = f(1/T)$ для компаунда Элпласт-220ИД (плоская и цилиндрическая измерительные ячейки).



Рис. 8. Файл исходных данных.

Основные выводы и результаты работы.

1. В результате исследования электрофизических характеристик шести современных ПС в исходном состоянии и при длительном технологическом старении установлено наличие тесной корреляционной связи между величинами кинематической вязкости и полной проводимости, как в исходном состоянии, так и при длительном технологическом старении (до 500 часов) при рабочей температуре, равной 50°C. На основании этих данных разработаны физико-технические основы способа непрерывного автоматического контроля вязкости компаундов, таких как: ПК-11 (DER), ПК-11 (ЭД-22), Элпласт-220 ИД и КП-99 ИД.

2. Исследование диэлектрических характеристик в процессе отверждения показали, что наиболее информативным является измерение коэффициента полной проводимости. Измерения $k_{пл}$ позволяют определить температуру начала реакции отверждения и оценить постоянные скорости этого процесса при разных температурах.

3. Выяснено, что старение компаундов при рабочей температуре 50°C не только ухудшает их пропиточную способность из-за повышения вязкости, но существенно влияет на параметры термоотверждения ($T_{н.о.}$ и τ).

4. Экспериментально установлено, что у компаундов полярного типа (эпоксидных, имидных), наиболее широко используемых в технологии ВМП, связь между кинематической вязкостью и полной проводимостью на частоте 100 Гц описывается эмпирическим соотношением $\nu \cdot \gamma = \text{const}$, примерное постоянство которого соблюдается в исследуемом диапазоне температур от 20 до 50°C в исходном состоянии и в процессе технологического старения компаундов.

5. Создан измерительный комплекс на основе методики непрерывного автоматического контроля исследуемых ПС; версия компьютерной программы для управления измерительным комплексом представлена в виде установочного файла.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Зволинская А.Ю., Бенда Я., Ваксер Н.М. и др. Исследование свойств компаундов повышенной нагревостойкости. Труды III Международной конференции «Электрическая изоляция – 2002». 18-21 июня 2002. СПб.: Нестор, 2002. С. 267 – 268.
2. Зволинская А.Ю., Кокцинская Е.М., Сажин Б.И. Исследование свойств современных пропитывающих составов. Материалы Всероссийской межвузовской научно-технической конференции «XXXI неделя науки СПбГПУ». 25-30 ноября 2002. Ч.2. СПб.: СПбГПУ, 2003. С. 20-21.
3. Зволинская А.Ю., Ваксер Н.М., Старовойтенков В.В. и др. Исследование свойств терморезистивных компаундов. Труды V Международной конференции «Электромеханика, электротехника и электроматериаловедение». МКЭЭЭ-2003. Ч.1. 22-26 сентября 2003, Крым, Алушта. М.: Институт электротехники МЭИ (ТУ), 2003. С. 78-79.
4. Зволинская А.Ю., Сажин Б.И. Оценка жизнеспособности современных пропитывающих составов. Материалы семинаров Политехнического симпозиума «Молодые ученые – промышленности Северо-Западного региона». Октябрь-ноябрь 2003. СПб.: СПбГПУ, 2003. С. 23-24.
5. Зволинская А.Ю., Ножевникова Т.Е., Старовойтенков В.В. и др. Влияние старения на технологические характеристики пропиточных терморезистивных компаундов. Труды V Международной конференции «Электротехнические материалы и компоненты». МКЭМК – 2004. 20-25 сентября 2004. Крым, Алушта. М.: Институт МЭИ(ТУ), 2004. С.70-72.
6. Zvolinskaya A., Vakser N., Lavrentieva M., Starovoitenkov V. Investigation of properties of modern compounds during thermal ageing. Abstracts of 15 th International Conference «Dielectric and insulating systems in electrical engineering». DISEE-2004. 08-10 September 2004. Slovak Republik, Casta-Pila: FEISTU, 2004. P. 241 -243.
7. Зволинская А.Ю. Разработка методики непрерывного контроля за состоянием компаунда на всех этапах его использования. Сборник научно-технических отчетов «Студенты, аспиранты – малому наукоемкому бизнесу – инновационные разработки». 2003-2004. СПб.: ИТЦ СПбГПУ, 2005. С. 171-180.
8. Зволинская А.Ю., Ваксер Н.М., Лаврентьева М.Ю., Сажин Б.И., Старовойтенков В.В. Использование диэлектротметрии для оценки технологических характеристик терморезистивных компаундов. Электротехника. 2005. № 3. С. 16 - 22.