

КОМПЛЕКСНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК КОМПОЗИЦИОННЫХ ЭЛЕКТРОБОГРЕВАТЕЛЕЙ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Т.М. Халина (г. Барнаул, Россия)

В настоящее время низкотемпературный поверхностно-распределительный нагрев является наиболее эффективным видом электронагрева в сельском хозяйстве.

Расширение областей его использования (обогрев молодняка домашних животных, подогрев зерноподающих шнеков в системе зерноочистки, подогрев индукционных трехфазных счетчиков учета электроэнергии) достигается созданными многоэлектродными композиционными электрообогревателями (МКЭ) на основе бутилкаучука с дисперсными наполнителями в виде технического углерода промышленных марок и ряда ингредиентов. Состав резиновой смеси определяет физико-механические, электрофизические и эксплуатационные характеристики изделий. Для проектирования МКЭ с заранее заданными свойствами и выявления влияния на них ингредиентов композиции был проведен комплекс электрофизических измерений образцов с достаточной степенью точности.

Определение удельного объемного сопротивления ρ_v для партии образцов из композиционного материала (КМ) проводилось двумя методами [1,2]. Исследовались образцы, изготовленные с применением промышленных марок технического углерода (ТУ) П-234 и П-324, различающихся по степени диспергирования и структурности. Образцы изготавливались путем каландрования резиновой смеси заданного состава с последующей вулканизацией.

Для исследования были отобраны четыре вулканизата резиновой смеси: два вулканизата с ТУ П-234 (один вулканизат вырезан в направлении каландрования, другой - в перпендикулярном) и два вулканизата с ТУ П-324, вырезанные аналогично первым.

Перед испытанием вулканизаты были тщательно очищены от пыли и различных загрязнений, при внешнем осмотре не имели видимых дефектов производственного или какого-либо другого характера. До испытания вулканизаты хранились при нормальных условиях и не подвергались механическим, химическим, электрическим, тепловым, или каким-либо другим воздействиям.

Перед испытанием была замерена толщина и ширина вулканизатов в пяти точках по всей длине образца с погрешностью до 0,01

мм (по толщине) и до 0,05 мм (по ширине). За значения толщины и ширины были приняты средние арифметические значения соответствующих пяти измерений.

Метод измерения состоял в следующем. На вулканизат в виде полоски, размером 130x70x2 мм, накладывались шесть электродов: четыре «токовых» – по концам с обеих сторон вулканизата и два в виде узких поперечных полос – «потенциометрических» (рисунки 1).

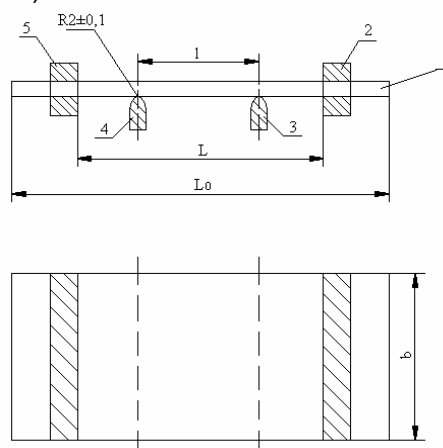


Рисунок 1 – Расположение электродов на образце при методе измерения ρ_v по ГОСТ 20214 – 74: 1 – образец; 2 и 5 – токовые электроды; 3 и 4 – электроды напряжения

Расстояние L между токовыми электродами – 100 мм, расстояние l между потенциальными электродами – 40 мм. Длины токовых и потенциальных электродов равны 80 мм. Токовые электроды имели прямоугольную форму, а электроды напряжения – прямоугольную, скругленную радиусом $R = 2$ мм в месте прилегания к образцу.

Основная сложность в проведении измерения состоит в том, что контактное сопротивление на границе полимер – электрод сравнимо, а иногда и больше объемного сопротивления самого полимера. Поэтому необходимо измерять падение напряжения на определенном участке образца при пропускании через образец постоянного тока. Основное условие правильности измерений – входное сопротивление вольтметра должно быть значительно выше, чем возможное контактное сопротивление, поэтому вольтметр, применяемый для

измерений, должен обладать входным сопротивлением не ниже 10^{10} Ом [1].

Электроды должны быть изготовлены из материала, электрическое сопротивление которого в 100 раз меньше, чем у испытуемого материала. В нашем случае материалом для электродов служит медь. «Токовые» электроды должны зажиматься винтовым прессом до жесткого закрепления концов образца в электродном устройстве. Давление на «потенциометрические» электроды должно составлять 10 кПа. Критерием выбора величины подаваемого постоянного напряжения являлось то, что напряжение не должно вызывать нагрев образца, а напряжение на потенциометрических электродах не должно превышать 10 В, так как только на этом пределе используемый в измерениях вольтметр обеспечивает нужное входное сопротивление ($2 \cdot 10^{10}$ Ом). Пульсация напряжения источника питания не должна превышать 1% [1]. В соответствии с вышеизложенным было выбрано постоянное напряжение ($50 \pm 0,1$) В. Максимальная инструментальная погрешность измерения напряжения не должна превышать 2%, а тока – 5% [1]. Снятие показаний происходило после 1 мин с момента подачи напряжения на образец. Падение напряжения измерялось на центральном участке образца, а также на соседних уча-

стках – перемещением потенциальных электродов. На каждом образце измерения проводились десять раз, за значение удельного объемного электрического сопротивления принималось среднее арифметическое значение десяти измерений.

Результаты эксперимента

Удельное объемное электрическое сопротивление ρ_{Vi} , Ом·м отдельного измерения рассчитывалось по формуле

$$\rho_{Vi} = \frac{U \cdot h \cdot b}{I \cdot l}, \quad (1)$$

где I и U значения тока, протекающего через образец, и падения напряжения на участке образца соответственно; h – толщина образца; b – ширина образца; l – расстояние между электродами напряжения. Среднее значение ρ_V определялось по формуле

$$\rho_V = \frac{\sum_{i=1}^n \rho_{Vi}}{n}, \quad (2)$$

где n – число измерений (в данном случае $n = 10$).

Результаты испытаний представлены в таблицах 1 – 4.

Таблица 1 – Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-234, вырезанный по направлению каландрования

Толщина h , мм	Ширина b , мм	Ток I , мА	Напряжение U , В	ρ_V , Ом·м	$\rho_{V \text{ ср}}$, Ом·м
2,03	69,31	3,04	9,59	11,10	12,27
		3,17	11,12	12,34	
		2,81	9,39	11,75	
		3,22	11,81	12,90	
		3,05	9,78	11,28	
		2,88	10,62	12,97	
		3,28	11,69	12,54	
		3,25	10,02	10,84	
		3,12	11,45	12,91	
		2,94	11,78	14,09	

Таблица 2 – Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-234, вырезанный поперечно направлению каландрования

Толщина h , мм	Ширина b , мм	Ток I , мА	Напряжение U , В	ρ_V , Ом·м	$\rho_{V \text{ ср}}$, Ом·м
1,97	70,71	1,27	9,78	26,82	29,38
		1,19	10,29	30,11	
		1,24	9,34	26,23	
		1,31	11,97	31,82	
		1,23	11,37	32,19	
		1,35	10,39	26,80	
		1,21	11,51	33,13	
		1,30	9,89	26,49	
		1,38	11,62	29,32	
				1,24	

**КОМПЛЕКСНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК
КОМПОЗИЦИОННЫХ ЭЛЕКТРООБОГРЕВАТЕЛЕЙ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО
НАЗНАЧЕНИЯ**

Таблица 3 – Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-324, вырезанный по направлению каландрования

Толщина h, мм	Ширина b, мм	Ток I, мА	Напряжение U, В	ρ_V , Ом·м	ρ_V ср, Ом·м
1,92	70,45	4,94	7,09	4,85	4,99
		5,12	7,87	5,20	
		4,87	6,94	4,82	
		5,19	7,95	5,18	
		5,40	7,89	4,94	
		4,71	8,03	5,77	
		5,03	6,58	4,42	
		5,38	7,39	4,64	
		5,45	8,76	5,44	
		4,82	6,65	4,67	

Таблица 4 – Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-324, вырезанный поперечно направлению каландрования

Толщина h, мм	Ширина b, мм	Ток I, мА	Напряжение U, В	ρ_V , Ом·м	ρ_V ср, Ом·м
2,02	69,68	5,79	7,63	4,64	5,33
		5,82	8,93	5,40	
		5,94	9,97	5,91	
		5,36	7,95	5,22	
		5,55	8,44	5,35	
		5,89	8,70	5,20	
		6,18	9,59	5,46	
		5,30	8,32	5,52	
		5,80	7,97	4,84	
		6,08	9,93	5,75	

Инструментальная погрешность косвенных измерений определялась по следующей формуле:

$$\delta_{\rho_V} = \sqrt{(\sigma_U)^2 + (\sigma_I)^2 + (\sigma_h)^2 + (\sigma_b)^2 + (\sigma_l)^2} \cdot 100\%, \quad (3)$$

где σ_U , σ_I , σ_h , σ_b , σ_l – относительные систематические погрешности измерений напряжения, силы тока, толщины вулканизата, ширины вулканизата, расстояния между электродами напряжения соответственно.

Относительные систематические погрешности измерений рассчитывались по следующим формулам:

$$\sigma_U = [0,01 + 0,002 \left(\frac{10}{U_X} - 1 \right)] / 100, \quad (4)$$

где U_X – измеренное значение напряжения, В.

$$\sigma_I = \frac{[0,002 \cdot I_X + 40 \text{ед.мл.разр}]}{I_X}, \quad (5)$$

где I_X – измеренное значение силы тока, мА.

Толщина вулканизата:

$$\sigma_h = \frac{0,005}{h_X}, \quad (6)$$

где h_X – измеренное значение толщины вулканизата, мм.

Ширина вулканизата:

$$\sigma_b = \frac{0,05}{b_X}, \quad (7)$$

где b_X – измеренное значение ширины вулканизата, мм.

Расстояние между электродами:

$$\sigma_l = \frac{0,05}{l_X}, \quad (8)$$

где l_X – расстояние между потенциальными электродами, мм.

Для всех вулканизатов значение суммарной инструментальной погрешности не превысило 0,5 %.

Для оценки степени рассеяния результатов измерений были вычислены среднеквадратические отклонения и коэффициенты вариации по следующим формулам:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n(n-1)}}, \quad (9)$$

$$V = \frac{S}{\bar{X}} \cdot 100\%, \quad (10)$$

где S – среднеквадратическое отклонение; X_i – значения отдельных измерений; \bar{X} – средние арифметические значения; n – количество измерений; V – коэффициент вариации. Результаты вычислений приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты статистической обработки измерений по ГОСТ 20214-74

Образец	Среднее значение ρ_v , Ом·м	Среднее квадратическое отклонение	Коэффициент вариации, %
Вулканизат П-324, вырезанный по направлению каландрования	10,31	0,86	8,31
Вулканизат П-324, вырезанный поперечно направлению каландрования	24,48	2,19	8,94
Вулканизат П-234, вырезанный по направлению каландрования	4,99	0,40	8,11
Вулканизат П-234, вырезанный поперечно направлению каландрования	5,31	0,41	7,69

Оценивая результаты измерений, можно сделать вывод о том, что разброс значений измеренного удельного объемного электрического сопротивления на одном и том же образце составил около 8%, суммарная инструментальная погрешность - 0,5%. Данный факт можно объяснить следующими причинами: неоднородностью электрических свойств в пределах измеряемого вулканизата, а также различными факторами, обусловленными несовершенством метода измерения.

Учитывая вышеизложенное, проведены измерения удельного объемного электрического сопротивления потенциометрическим методом с несколькими потенциальными электродами[2].

Метод измерения состоял в следующем. На вулканизат в виде полоски, размером 130x70x2 мм, накладывались восемь электродов: четыре «токовых» – по концам с обеих сторон вулканизата и четыре в виде узких поперечных полос – «потенциометрических» – посередине (рисунок 2).

Расстояние L между токовыми электродами – 100 мм, расстояние l между токовым электродом и ближайшем к нему потенциальным электродом, а также между потенциальными электродами – 18,5 мм. Длины токовых и потенциальных электродов равны 80 мм. Токовые электроды имели прямоугольную форму, а электроды напряжения – прямоугольную, скругленную радиусом $R = 2$ мм в месте прилегания к образцу.

Удельное объемное электрическое сопротивление определялось согласно [3] методом с несколькими электродами.

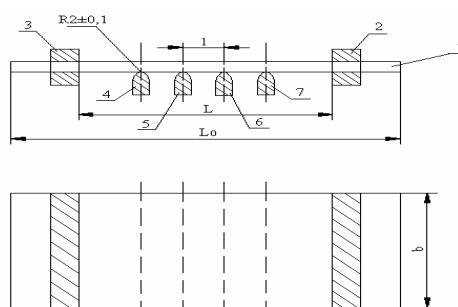


Рисунок 2 – Положение электродов на образце при потенциометрическом методе: 1 – образец; 2 и 5 – токовые электроды; 3, 4, 5, 6 – электроды напряжения

Необходимо отметить, что значение постоянного напряжения, подаваемого на вулканизат, в данном опыте составило не 50 В, а 25 В. Этот факт обусловлен тем, что в данной методике измерения при подаче на образец постоянного напряжения в 50 В напряжение между токовым электродом и последним потенциальным превышало 10 В, а значение измеряемого напряжения не должно превышать 10 В, так как только на этом пределе используется в измерениях вольтметр обеспечивает нужное входное сопротивление ($2 \cdot 10^{10}$ Ом).

Результаты эксперимента представлены в таблицах 6-9. Для всех четырех вулканизатов значение суммарной инструментальной погрешности не превысило 0,6%. Для оценки степени рассеяния результатов измерений были вычислены среднеквадратические отклонения и коэффициенты вариации (таблица 10).

**КОМПЛЕКСНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК
КОМПОЗИЦИОННЫХ ЭЛЕКТРООБОГРЕВАТЕЛЕЙ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО
НАЗНАЧЕНИЯ**

Таблица 6 – Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-324, вырезанный продольно направлению каландрования

Толщина h, мм	Ширина b, мм	Ток I, мА	Напряжение U, В	ρ_v , Ом·м	ρ_v ср, Ом·м
2,03	69,31	1,03	7,25	9,90	10,09
		1,06	7,47	9,92	
		0,98	6,99	10,04	
		1,07	7,12	9,36	
		1,01	7,21	10,04	
		0,89	6,94	10,97	
		1,02	7,32	10,10	
		1,01	7,37	10,27	
		1,04	7,01	9,48	
		0,95	7,29	10,80	

Таблица 7 – Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-324, вырезанный поперечно направлению каландрования

Толщина h, мм	Ширина b, мм	Ток I, мА	Напряжение U, В	ρ_v , Ом·м	ρ_v ср, Ом·м
2,03	69,31	0,64	11,41	25,08	24,61
		0,59	11,24	26,80	
		0,62	10,92	24,78	
		0,66	11,47	24,45	
		0,62	11,29	25,62	
		0,70	11,72	23,56	
		0,61	10,82	24,96	
		0,65	11,35	24,57	
		0,69	10,92	22,27	
				0,63	

Таблица 8 – Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-234, вырезанный продольно направлению каландрования

Толщина h, мм	Ширина b, мм	Ток I, мА	Напряжение U, В	ρ_v , Ом·м	ρ_v ср, Ом·м
2,03	69,31	2,91	10,57	5,11	4,76
		3,01	9,68	4,52	
		2,86	10,26	5,05	
		3,05	10,89	5,02	
		3,12	10,67	4,81	
		2,78	9,39	4,75	
		2,96	9,84	4,68	
		3,16	9,97	4,44	
		3,21	10,45	4,58	
				2,87	

Таблица 9 – Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-324, вырезанный поперечно направлению каландрования

Толщина h, мм	Ширина b, мм	Ток I, мА	Напряжение U, В	ρ_v , Ом·м	ρ_v ср, Ом·м			
2,03	69,31	2,89	11,38	5,54	5,55			
		2,72	11,34	5,87				
		2,97	11,08	5,25				
		2,68	10,94	5,74				
		2,77	10,89	5,53				
		2,92	11,22	5,41				
		3,09	11,05	5,03				
		2,65	11,17	5,93				
		2,91	11,74	5,68				
				3,04		11,85	5,48	

Таблица 10 – Результаты статистической обработки результатов измерений ρ_V потенциометрическим методом

Образец	ρ_V , Ом·м	Среднее квадратическое отклонение	Коэффициент вариации, %
Вулканизат П-324, вырезанный продольно направлению каландрования	10,09	0,50	4,98
Вулканизат П-324, вырезанный поперечно направлению каландрования	24,61	1,21	4,93
Вулканизат П-234, вырезанный продольно направлению каландрования	4,76	0,23	4,94
Вулканизат П-234, вырезанный поперечно направлению каландрования	5,55	0,28	4,97

Анализ результатов измерений, проведенный вышеизложенными методами, показал предпочтительность потенциометрического метода для измерения ρ_{Vi} дисперснонаполненных полимерных материалов.

Необходимость обеспечения стабильности электрофизических характеристик полимерных материалов на основе бутилкаучука требует обеспечить технологически идеально перемешанную резиновую смесь, т.е. получить систему со случайным распределением частиц. С целью определения закона распределения ρ_V вулканизатов, вырезанных из одного и того же листового материала, были проведены следующие исследования.

Была отобрана партия из двухсот вулканизатов резиновой смеси: сто вулканизатов с ТУ П-234 (пятьдесят вулканизатов вырезаны в направлении каландрования и пятьдесят - в перпендикулярном направлении) и сто вулканизатов с ТУ П-324, изготовленные аналогичным образом. Каждая партия из пятидесяти вулканизатов была изготовлена из одного и того же листа.

Методика определения удельного объемного электрического сопротивления вулканизатов аналогична вышеизложенной.

На каждом образце измерения проводились 3 раза, за значение удельного объемного электрического сопротивления принималось среднее арифметическое трех измерений.

Таким образом были определены значения удельного объемного электрического сопротивления всех двухсот образцов (четыре партии по пятьдесят образцов).

Для проверки гипотезы о нормальном законе распределения ρ_V , были вычислены средне-

квадратические отклонения для всех выбранных групп вулканизатов (таблица 11).

По результатам обработки эксперимента можно утверждать с достоверностью 0,95, что распределение удельного объемного электрического сопротивления внутри каждой исследованной группы вулканизатов с ТУ П-234 и ТУ П-324 подчиняется нормальному закону. Данный факт свидетельствует о том, что при производстве композиционных материалов с ТУ промышленных марок достигается однородность распределения наполнителя в каучуковой матрице.

Определение температурного коэффициента удельного сопротивления КМ

Для решения задач выбора состава композиции полимерного материала с целью обеспечения заданных свойств МКЭ необходимо выявить зависимость удельного объемного сопротивления от температуры и температурный коэффициент удельного объемного сопротивления α_p КМ.

Методика испытания состояла в следующем. Вулканизат с системой измерительных электродов помещался в электропечь, где происходил его нагрев от температуры 20 °С до температуры 120 °С (данный диапазон выбран в связи с тем, что он является рабочим для МКЭ). Через каждые 10 °С снимались значения тока, проходящего через образец, и падения напряжения на нем. Температурный коэффициент удельного объемного электрического сопротивления определялся по формуле

$$\alpha_p = \frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial T}, \quad (11)$$

где ρ – значение удельного объемного электрического сопротивления.

Таблица 11

Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-234			Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-324		
№ образцов	ρ_V ср, Ом·м	СКО	№ образцов	ρ_V ср, Ом·м	СКО
Образцы, вырезанные по направлению каландрования					
1-50	4,85	0,48	101-150	13,08	1,51
Образцы, вырезанные поперечно направлению каландрования					
51-100	5,26	0,53	151-200	31,35	2,24

КОМПЛЕКСНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК
КОМПОЗИЦИОННЫХ ЭЛЕКТРООБОГРЕВАТЕЛЕЙ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО
НАЗНАЧЕНИЯ

Таблица 12 – Температурная зависимость удельного объемного сопротивления

Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-234			Вулканизат резиновой смеси с ТУ П-324		
Температура, °С	ρ_v , Ом·м	α_p	Температура, °С	ρ_v , Ом·м	α_p
Образцы, вырезанные по направлению каландрования					
20	10,55	0,0255	20	3,13	0,0125
30	11,98		30	3,44	
40	13,56		40	3,85	
50	16,12		50	4,33	
60	18,03		60	4,77	
70	20,42		70	5,10	
80	22,09		80	5,35	
90	24,12		90	5,73	
100	25,35		100	5,97	
110	26,37		110	6,12	
120	27,52		120	6,24	
Образцы, вырезанные поперечно направлению каландрования					
20	18,99	0,0248	20	3,95	0,019
30	21,72		30	4,46	
40	24,71		40	4,99	
50	28,46		50	5,78	
60	33,10		60	6,60	
70	37,40		70	7,26	
80	40,23		80	7,90	
90	43,46		90	8,42	
100	45,77		100	8,73	
110	47,97		110	8,9	
120	48,77		120	9,33	

Для вычисления температурного коэффициента удельного объемного электрического сопротивления необходимо было установить функциональную зависимость между значениями удельного объемного электрического сопротивления и значениями температуры по экспериментальным данным. Обработка результатов проводилась методом наименьших квадратов, для всех четырех испытуемых вулканизатов были получены линейные зависимости в заданном диапазоне температур.

Достоверность аппроксимации во всех случаях составила не менее 0,95.

Результаты экспериментов представлены в таблице 12.

Проведенный комплекс экспериментальных исследований электрофизических характеристик различных составов резиновой смеси КМ положен в основу проектирования

и технологии производства МКЭ с заданными эксплуатационными характеристиками [4].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ 20214-74. Пластмассы электропроводящие. Метод определения объемного электрического сопротивления при постоянном напряжении»
2. Гуль В.Е., Шенфиль Л.З. Электропроводящие полимерные композиции. – М.: Химия, 1984. – 240 с.
3. Луцейкин Г.А. Методы исследования электрических свойств полимеров. – М.: Химия, 1988. – 160 с.
4. ТУ 3468-007-02067824-2003. Многоэлектродные композиционные электрообогреватели (МКЭ). № гос.рег. 004026 / Разработчик Т.М. Халина. – Барнаул, 2003. – 24 с.