На правах рукописи

# ВОЛОХИН ВЛАДИСЛАВ АЛЕКСАНДРОВИЧ

# ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ДЕНДРИТООБРАЗОВАНИЯ ВЫСОКОВОЛЬТНОЙ ПОЛИМЕРНОЙ ИЗОЛЯЦИИ

Специальность 05.14.12 – Техника высоких напряжений

Автореферат диссертации на соискание учёной степени кандидата технических наук Работа выполнена в лаборатории Института физики высоких технологий ГОУ ВПО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Научный руководитель:	Лебедев Сергей Михайлович доктор технических наук.
Официальные оппоненты:	Овсянников Александр Георгиевич доктор технических наук, профессор.
	<b>Днепровский Сергей Никитович</b> кандидат технических наук.
Ведущая организация:	Сибирский Федеральный университет, г. Красноярск.

Защита состоится «30» марта 2011г. в 15 часов на заседании совета по защите докторских и кандидатских диссертаций Д212.269.10 при ГОУ ВПО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке ГОУ ВПО ТПУ

Автореферат разослан «25» февраля 2011г.

Ученый секретарь совета по защите докторских и кандидатских диссертаций Д212.269.10, д.т.н., профессор

А.В. Кабышев

# ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

#### Актуальность работы

Исследование влияния остаточных механических напряжений (ОМН), возникающих при различных способах и технологических режимах переработки термопластичных материалов, на характер зарождения и развития разрушений в полимерных диэлектриках в сильном электрическом поле является актуальной задачей не только с научной, но и практической точки зрения. Такие исследования позволят получить новые знания о физических процессах, происходящих в механически напряжённых диэлектриках в сильном электрическом поле, и оптимизировать технологические режимы изготовления высоковольтной изоляции на основе установленной взаимосвязи технология–свойства полимера.

#### Цель диссертационной работы и задачи исследования

Целью данной работы являлось исследование закономерностей изменения параметров процесса дендритообразования от способа переработки полимеров, а также от направления течения расплава полимерных диэлектриков при литье под давлением и разработка основ технологии изготовления высоковольтной изоляции из поликарбонатных смол на основе обнаруженных закономерностей.

Для достижения поставленной в диссертационной работе цели были сформулированы и решены следующие задачи.

- 1. Исследованы параметры дендритообразования поликарбоната (ПК), полистирола (ПС) и полиметилметакрилата (ПММА) в резконеоднородном электрическом поле при различных способах их переработки.
- 2. Разработаны методики создания направленного течения расплава в образцах из поликарбоната с электродами остриё-плоскость.
- 3. Установлены основные закономерности влияния направления течения расплава на параметры дендритообразования и физико-механические характеристики ПК.
- 4. Разработаны практические рекомендации по регулированию параметров дендритообразования путем создания заданного распределения остаточных механических напряжений.
- 5. Разработаны основы технологии изготовления изоляционных изделий из поликарбоната.

#### Методы исследования

Для достижения поставленной цели и решения задач исследования в работе использованы следующие экспериментальные методы: оптической микроскопии, поляризационно-оптический метод, метод регистрации частичных разрядов (ЧР), ИК-спектроскопии, дифференциальной сканирующей калориметрии, методы физико-механических и высоковольтных испытаний.

### Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов подтверждается применением стандартных и традиционно применяемых современных методов исследования, оценкой доверительных вероятностей и погрешностей измерений с помощью методов математической статистики.

## Научная новизна и основные положения, выносимые на защиту

- 1. Установлено, что характеристики дендритообразования полимерных диэлектриков, перерабатываемых методом литья под давлением, зависят от направления течения расплава.
- 2. Предложена эмпирическая модель для оценки линейных размеров области разрушения по параметрам частичных разрядов и известным значениям показателей преломления полимерных материалов.
- 3. Установлено, что при одинаковой максимальной напряжённости внешнего электрического поля скорость разрушения поликарбоната, полистирола и полиметилметакрилата на начальной стадии электрического старения имеет обратную корреляционную связь с пределом текучести при растяжении, а средняя скорость разрушения полимеров имеет прямую корреляционную связь с коэффициентом температуропроводности материалов.
- Установлено, что время зарождения дендрита τ<sub>∂</sub> зависит от начальных условий формирования первичного канала разрушения и имеет корреляционную связь с модулем комплексного показателя преломления материалов, что позволило предложить эмпирическую модель оценки τ<sub>∂</sub> по параметрам частичных разрядов.
- 5. Предложена эмпирическая модель прогнозирования времени до пробоя полимерных диэлектриков τ<sub>np</sub> по времени зарождения дендрита τ<sub>d</sub> с учётом коэффициента неоднородности электрического поля.

### Практическая значимость работы

- 1. На основании обнаруженных экспериментальных закономерностей сформулированы основы технологии изготовления высоковольтной изоляции из поликарбонатных смол.
- Разработаны технологические принципы, позволившие организовать производство крупногабаритных изделий и заготовок из поликарбоната в лаборатории № 9 Института физики высоких технологий ГОУ ВПО «Национального исследовательского Томского политехнического университета» (ИФВТ ГОУ ВПО НИ ТПУ, г. Томск).
- 3. Предложен экспресс-способ определения качества крупногабаритных изделий и заготовок из поликарбоната по результатам оценки ударной вязкости и относительного удлинения при разрыве.
- 4. Показано, что времена до зарождения первичного канала разрушения, до зарождения дендрита и до пробоя полимерных диэлектриков, перерабатываемых способом литья под давлением, могут быть повышены на 23-80 % за счёт оптимизации параметров процесса литья.

#### Реализация результатов

Перечисленные выше задачи решались при выполнении хоздоговорных и госбюджетных исследований, проводившихся по плану научноисследовательских работ ИФВТ ГОУ ВПО НИ ТПУ, в рамках программы Минобразования РФ "Фундаментальные исследования высшей школы в области естественных и гуманитарных наук. Университеты России", аналитической ведомственной целевой программы Минобразования и науки РФ "Развитие научного потенциала высшей школы (2006–2008 годы)", федеральной целевой программы "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013 гг." в рамках государственных контрактов № П407, П1913 и грантов молодых ученых ИФВТ ГОУ ВПО НИ ТПУ.

### Личный вклад автора

Диссертационная работа выполнена в рамках исследований, проводимых в лаборатории №9 ИФВТ ГОУ ВПО НИ ТПУ при непосредственном личном участии автора. Автор внёс определяющий вклад в выбор методов исследований, проведение основной части измерений, анализ и интерпретацию полученных данных.

### Апробация работы

Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на 5 Международных и 6 Всероссийских конференциях и симпозиумах.

### Публикации

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 18 печатных работах, в том числе в 7 статьях в журналах, рекомендованных ВАК и 2 патентах РФ.

### Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, списка литературы, включающего 101 наименование, и приложения. Работа изложена на 128 страницах, включая 51 рисунок и 18 таблиц.

# СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении приведено обоснование актуальности темы диссертационной работы, сформулированы цели и задачи исследования, научная новизна и практическая значимость.

В первом разделе приведён литературный обзор работ, посвященных исследованию влияния ОМН на свойства полимеров. Формирование ОМН обусловлено свойствами полимерного материала, технологическими параметрами переработки, а в некоторых случаях и геометрией изоляционной конструкции.

Совместное воздействие электрического поля и механических напряжений на разрушение твердых диэлектриков является сложным процессом, поэтому существуют разногласия о характере и степени влияния ОМН на эксплуатационные характеристики изоляции. Как правило, полностью избавиться от ОМН не удается. Поиск путей регулирования уровня ОМН и изменения распределения ОМН в объёме изделий с целью повышения их надёжности и качества является актуальной задачей. Особенно это касается высоковольтных конструкций, работающих при больших уровнях перенапряжения.

Во втором разделе представлены основные свойства исследованных полимерных материалов: ПК, ПС и ПММА. Для определения влияния ОМН разработаны методики изготовления образцов квазиизотермическим способом (КИТС), методом литья под давлением, методом прямого и литьевого прессования. Разработана методика изготовления образцов методом литья под давлением и литьевого прессования с различным направлением течения расплава. Описаны способы изготовления образцов и методы исследования.

Исследования влияния ОМН на процесс дендритообразования в системе электродов остриё-плоскость осуществлялись с помощью поляризационно-оптического метода и метода регистрации ЧР. На рис.1 представлена схема поляризационно-оптической установки, с помощью которой получали интерференционные картины цветных полос, характеризующие наличие ОМН. Регистрация ЧР производилась с помощью осциллографа LeCroy. Исследовались следующие характеристики дендритообразования: время появления первичного канала  $\tau_0$  и его длина  $l_0$ , время зарождения дендрита  $\tau_0$  и максимальная длина каналов дендрита  $l_0$ .

Образцы испытывались на переменном напряжении промышленной частоты 50 Гц при U = 15-25 кВ. Напряжение на образцы подавалось скачком.



Рис. 1. Схема поляризационно-оптической установки: 1 – источник света; 2 – поляризатор; 3 – система линз; 4 – образец; 5 – анализатор; 6 – экран; 7 – цифровая фото- или видеокамера.



Рис. 2. Типичная форма импульса ЧР.

После появления первых импульсов ЧР через время  $\tau_0$  испытательное напряжение отключалось и определение характера разрушения и линейных размеров первичных каналов осуществлялось с помощью оптической установки рис.1. Погрешность измерения длины первичных каналов методом сравнения не превышала 2%. После определения длины первичных каналов  $l_0$  напряжение снова подавалось скачком, и испытание образцов производилось вплоть до их пробоя.

Исследование физико-механических характеристик производилось согласно ГОСТ 11262-80 (испытание на растяжение), ГОСТ 4647-80 (испытание на сжатие) и ГОСТ 4647-80 (испытания на ударную вязкость по Шарпи).

Приведено краткое описание методик исследования влияния технологических параметров переработки КИТС на молекулярное строение с помощью метода ИК-спектроскопии, а также параметров фазовых переходов (методы дифференциальной сканирующей калориметрии и термогравиметрического анализа).

В третьем разделе приведены результаты исследования влияния технологии переработки на свойства полимерных материалов. Методом литья под давлением были изготовлены образцы с электродной системой остриё-плоскость (радиус закругления острия  $r = 3,5 \pm 0,2$  мкм; межэлектродное расстояние  $d = 4,9\pm0,1$ мм), в которых направление течения расплава в процессе литья было одинаковым - от плоскости к острию. Количество образцов из каждого материала составляло не менее 19.

В поляризованном свете определялось число интерференционных полос у острия  $M_u$ , их общая ширина  $\Delta_u$  и средняя ширина одной полосы  $\Delta_{1cp} = \Delta_u/M_u$ . Анализ осуществлялся только для образцов из ПК и ПС, т.к. ПММА не обладает двулучепреломлением. Результаты измерений параметров интерференционных полос представлены в табл. 1.

Таблица 1

Порокотр	Материал образцов				
Параметр	ПК	ПС			
$M_u$	9 ± 1	$5\pm 1$			
$\Delta_{u}$ , мкм	$117 \pm 2$	$30,7 \pm 6,7$			
$\Delta_{1cp}$ , мкм	$13 \pm 1$	$6,1 \pm 1,1$			

Параметры интерференционных полос у острия в образцах из ПК и ПС

После скачкообразного подъёма напряжения до U = 15 кВ через время  $\tau_0$  происходит пробой локального участка диэлектрика на длине  $l_0$ , который сопровождается появлением единичного импульса ЧР (рис.2). Причём, длина первичного канала  $l_0$  пропорциональна заряду  $q_0$  (табл. 2).

Таблица	2
---------	---

Экспериментальные параметры процесса разрушения образцов					
Попомотр	Материал образцов				
Параметр	ПК	ПС	ПММА		
$\tau_0 \pm \Delta \tau_0, c$	1219±62	233±19	1176±49		
$q_0$ ± $\Delta q_0$ , пКл	5,2±0,3	1,6±0,34	2,42±0,21		
$l_0 \pm \Delta l_0$ , мкм	10±1,5	3,5±0,72	5,6±0,42		
$ au_{\partial} \pm \Delta  au_{\partial}, c$	73730±4131	15762±1230	53816±4108		
$q_{\partial} \pm \Delta q_{\partial},$ пКл	11,5±0,9	17,3±0,70	13,6±1,26		
$l_{\partial} \pm \Delta l_{\partial}$ , мкм	24,5±1,9	37,2±3,4	32,3±2,3		
$\tau_{np} \pm \Delta \tau_{np}, c$	156532±10173	170143±15668	259706±19029		
$\overline{\mathrm{V}}_{\mathrm{H}}$ , $10^{-10}$ м/с	2,00	21,70	5,07		
$\overline{\mathbf{V}}_{\mathrm{p}},10^{-8}$ м/с	5,86	3,18	2,39		

После науглероживания первичного канала, когда его проводимость становится достаточной для выноса потенциала с электрода-остриё, начинается дальнейший процесс разрушения диэлектриков в механически напряжённой области. В образцах ПК и ПС каждая интерференционная полоса является "препятствием" для роста канала вдоль оси межэлектродного промежутка. Практически во всех случаях на границе раздела полос происходит искривление траектории каналов, и они растут в направлении, перпендикулярном силовым линиям электрического поля, либо вдоль границ раздела соседних изохром (рис. 3).



Рис. 3. Начальная стадия разрушения ПК - а), ПС - б) и ПММА - в) в механически напряженной области. Цена деления 12,5 мкм.

Через интервал времени т<sub>о</sub> процесс разрушения в механически напряжённой области завершается скачкообразным прорастанием дендрита, после чего дендрит растёт практически непрерывно. Наибольшее время зарождения дендрита  $\tau_{\partial}$  наблюдается в ПК, а наименьшее – в ПС. Так же как при образовании первичного канала, длина дендрита *l*<sub>0</sub> пропорциональна заряду  $q_{\partial}$ , среднее значение которого увеличивается более чем в 2 раза по

сравнению с  $q_0$  (табл. 2).

С ростом интенсивности ЧР науглероживание каналов дендрита в ПК происходит существенно быстрее, чем в ПС и ПММА, поэтому время до пробоя  $\tau_{np}$  образцов ПК меньше.

Результаты оценки средних значений скоростей разрушения на начальной стадии  $\overline{V}_{H} = (l_{\partial} - l_{0})/(\tau_{\partial} - \tau_{0})$  и на стадии непрерывного роста дендрита  $\overline{V}_{p} = (d - l_{\partial})/(\tau_{np} - \tau_{\partial})$  показали (см. табл. 2), что  $\overline{V}_{H}$  для образцов ПК более чем в 2,5 и 10 раз меньше, чем  $\overline{V}_{H}$  для образцов ПММА и ПС. Однако на стадии непрерывного роста дендрита, завершающейся пробоем образца, скорость разрушения ПК почти в 2 и 2,5 раза больше, чем  $\overline{V}_{p}$  ПС и ПММА.

Методами КИТС и прямого прессования были изготовлены образцы с закладными стальными иглами (радиус закругления острия  $r = 3,5\pm0,2$  мкм, межэлектродное расстояние  $d=4,9\pm0,1$  мм). В связи с жесткими условиями переработки КИТС, к термопластам предъявляются высокие требования по теплостойкости и показателю текучести расплава. Поэтому образцы из ПММА и ПС изготавливались методом прямого прессования. При изготовлении образцов методом прямого прессования деформация расплава незначительна и практически отсутствует течение расплава. Этот способ изготовления близок к КИТС и позволяет осуществлять сравнительную оценку дендритостойкости ПК, ПС и ПММА.

Результаты контроля образцов поляризационно-оптическим методом показали, что в образцах, изготовленных КИТС, число интерференционных полос уменьшается, а  $\Delta_{1cp}$  увеличивается почти в 2 раза (табл. 3). В образцах из ПС эти изменения менее существенны, что свидетельствует о влиянии избыточного давления на процесс формирования ОМН.

Таблица 3

Параметр	Материал			
	ПК	ПС		
$M_u$	6±1	5±1		
$\Delta_{u}$ , мкм	132±4,1	36±2		
$\Delta_{1cp}$ , мкм	22,0±1,45	7,2±0,8		

Параметры интерференционных полос у острия в образцах ПК и ПС

Испытания образцов осуществлялись при напряжении U = 15 кВ, при этом были установлены те же общие закономерности зарождения и развития разрушений в полимерах. Разница заключается в том, что времена появления первичного канала  $\tau_0$  и дендрита  $\tau_0$  в образцах из ПК уменьшились на 20 и 5 % соответственно; в образцах из ПС – на 12 и 20 %, а в ПММА – на 33 и 44% (табл. 4).

экспериментальные параметры процесса разрушения образцов						
Поромотр	Материал образцов					
Параметр	ПК	ПС	ПММА			
$\tau_0 \pm \Delta \tau_0, c$	1017±25	208±13	883±17			
$q_0$ ± $\Delta q_0$ , пКл	5,7±0,6	1,92±0,21	2,15±0,13			
$l_0 \pm \Delta l_0$ , мкм	12,5±1,3	4,2±0,44	5,3±0,51			
$\tau_{\partial} \pm \Delta \tau_{\partial}, c$	69926±3338	13086±831	36639±1971			
$q_{\partial} \pm \Delta q_{\partial}$ , пКл	12±1,0	21,5±1,97	12,1±1,13			
$l_{\partial} \pm \Delta l_{\partial}$ , мкм	26±4,2	44,3±4,2	29,3±2,7			
$\tau_{np} \pm \Delta \tau_{np}, c$	132521±9978	154242±11924	192549±23141			
$\overline{\mathrm{V}}_{\mathrm{H}}$ , $10^{-10}$ M/c	1,96	31,1	6,71			
$\overline{\mathrm{V}}_{\mathrm{p}},10^{-8}$ м/с	7,77	3,51	3,16			

Экспериментальные параметры процесса разрушения образцов

Среднее значение скорости разрушения ( $\overline{V}_{H}$ ) для образцов ПК остается практически неизменным, а для ПС и ПММА увеличивается почти на 43 и 33 % соответственно. Это свидетельствует о том, что ПС и ПММА являются менее термостабильными полимерами и при длительном воздействии высокой температуры может происходить частичная термоокислительная деструкция. В то же время уменьшение  $\tau_0$  и увеличение  $\overline{V}_{H}$  и  $\overline{V}_{p}$  для всех исследованных полимеров может быть связано с иной ориентацией макромолекул и ОМН. При изготовлении образцов КИТС формируется меньшее число изохром и больше их ширина.



Рис. 4. Зависимости  $\overline{V}_{H} = f(\sigma_{m})$  и  $\overline{V}_{p} = f(a)$  для образцов, изготовленных методом литья под давлением (1), КИТС и методом прямого прессования (2).

Поиск корреляционных связей между скоростями разрушения  $\overline{V}_{H}$  и  $\overline{V}_{p}$  с физическими свойствами материалов позволил установить, что  $\overline{V}_{H}$  имеет обратную корреляционную связь (коэффициент корреляции  $r \rightarrow -1$ )

с пределом текучести при растяжении  $\sigma_m$  (рис. 4), что подтверждает высказанное выше предположение о влиянии ориентации ОМН на процесс зарождения первичных каналов дендритов. Средняя скорость непрерывного роста дендрита  $\overline{V}_p$  имеет прямую корреляционную связь с коэффициентом температуропроводности *а* материалов (рис. 4), при этом коэффициент корреляции  $r \rightarrow +1$ .

Коэффициент температуропроводности является производной характеристикой и зависит от коэффициента теплопроводности  $\kappa$ , удельной теплоёмкости  $C_V$  и плотности  $\rho$  материалов:  $a = \kappa/(\rho \cdot C_V)$ . В табл. 5 приведены теплофизические характеристики и значения плотности исследованных материалов.

Известно, что процесс переноса заряда осуществляется не только за счёт градиента электрического поля, но и за счёт теплового потока, поэтому малая скорость развития разрушения на завершающей стадии электрического старения (стадии непрерывного роста дендрита и формирования канала пробоя) может наблюдаться в материалах с возможно бо́льшей удельной теплоёмкостью  $C_V$  и меньшей теплопроводностью  $\kappa$ .

Таблица 5

Характеристка	ПК	ПС	ПММА
<i>к</i> , Вт/м·град	0,200	0,122	0,139
$C_V$ , кДж/кг-град	1,170	1,257	1,508
$a, 10^{-7} \text{ m}^2/\text{c}$	1,4245	0,8967	0,775
ρ, кг/м <sup>3</sup>	1200	1080	1190

Теплофизические характеристики и плотность исследуемых полимеров

Таким образом, при наличии ОМН, время возникновения первичного канала  $\tau_0$  и начальная скорость развития разрушений в механически напряжённой области зависят: от предела текучести полимерных материалов при растяжении  $\sigma_m$ , или предела прочности при растяжении  $\sigma_p$ ; величины и направления ориентации внутренних механических напряжений; количества и ширины интерференционных полос.

Поскольку направление действия главных механических напряжений зависит от степени ориентации макромолекул полимера не только у электрода-остриё, но и во всем межэлектродном промежутке, то изменением направления течения расплава можно добиться уменьшения скорости развития разрушения и на завершающей стадии электрического старения. Для проверки этого предположения были изготовлены образцы с электродной системой остриё-плоскость из ПК методом литья под давлением (ЛПД) и литьевого прессования (ЛП) с различным направлением течения расплава: вариант A - направление течения расплава от плоскости к острию; вариант B - направление течения расплава от острия к плоскости; вариант B -

направление течения расплава перпендикулярно оси межэлектродного промежутка.

При определённых условиях напряжённость поля, действующего на молекулы диэлектрика вблизи острия, может стать доминирующим фактором в процессе зарождения первичного канала. В этом случае, эффекты влияния ОМН на процесс зарождения и развития разрушений, обнаруженные в предыдущих разделах, могут стать не столь существенными. Для проверки этого предположения и ускорения процесса электрического старения ПК испытания образцов осуществлялись U = 25 кВ. Результаты определения параметров интерференционных полос в образцах ПК приведены в табл. 6.

Таблица 6

1	1			
Ποροικοτρ	Нап	равление те	Применацие	
Параметр	А	Б	В	примечание
$M_u$	15±1	11±1	17±1	r = 3,5±0,2 мкм;
$\Delta_{\! u}$ , мкм	472±57	312±46	268±33	<i>d</i> =9,0±0,3 мм;
$\Delta_{1cp}$ , мкм	31,5±1,6	28,4±1,4	15,8±0,9	способ ЛПД
$M_u$	15±3	12±2	14±3	r = 7,5±0,5 мкм;
$\Delta_u$ , мкм	610±53	428±32	292±48	<i>d</i> = 9,3±0,3 мм;
$\Delta_{1cp}$ , мкм	40,7±4,8	35,7±3,4	20,9±1,1	способ ЛП

### Параметры интерференционных полос в образцах ПК

Анализ интерференционных картин распределения ОМН во всём межэлектродном промежутке позволил установить, что потоки расплава в образцах, изготовленных по *варианту В* формируют интерференционную картину, существенно отличающуюся от таковой при продольном направлении течения расплава (рис. 5).

При этом, в образцах с продольным направлением течения расплава (*варианты A и Б*) вихревые течения образуются и остаются в виде кольцевых интерференционных полос в области у острия, а в образцах со смешанным течением наблюдается более сложная интерференционная картина с отсутствием кольцевых течений.

При исследовании процесса зарождения и развития разрушений в образцах ПК, изготовленных способами ЛПД и ЛП, было установлено, что при одном и том же радиусе закругления острия (r = 3,5 мкм), повышение испытательного напряжения в 1,7 раза приводит к существенному увеличению  $\overline{V}_{\rm H}$  ПК в механически напряженной области и  $\overline{V}_{\rm p}$ , однако основные закономерности влияния ОМН на  $\tau_0$  и  $\tau_d$  остаются такими же, как в предыдущих разделах (табл. 7).



Рис. 5. Типичные интерференционные картины для образцов: *a*) - вариант А; б) - вариант Б; *в*) - вариант В.

Таблица 7

Экспериментальные значения параметров процесса разрушения образцов ПК, изготовленных способом ЛПД ( $r = 3.5 \pm 0.2$  мкм; U = 25 кВ)

Пологота	Напран	вление течения	расплава
Параметр	А	Б	В
$\tau_0 \pm \Delta \tau_0, c$	$42 \pm 3$	$58\pm5$	$76\pm7$
$l_0 \pm \Delta l_0$ , мкм	$30,5 \pm 2,0$	$21 \pm 1,3$	$17 \pm 0.8$
$q_0 \pm \Delta q_0$ , пКл	$23,6 \pm 1,4$	$16,2 \pm 1,0$	$13 \pm 0,6$
$\tau_{\partial} \pm \Delta \tau_{\partial}, c$	$2830\pm270$	$3615 \pm 311$	$5151\pm605$
$l_{\partial} \pm \Delta l_{\partial}$ , мкм	$123 \pm 10$	$65 \pm 3$	$47 \pm 3$
$q_{\partial} \pm \Delta q_{\partial}$ , пКл	$94 \pm 8$	$50\pm5$	$38 \pm 3$
$\tau_{np} \pm \Delta \tau_{np}, c$	$8607\pm780$	$8961 \pm 759$	$11380\pm848$
<i>d</i> , 10 <sup>-3</sup> м	8,70	8,65	8,60
$\overline{\mathrm{V}}_{\!_{\mathrm{H}}}$ , $10^{\!-\!8}$ м/с	3,32	1,234	0,591
$\overline{\mathrm{V}}_{\mathrm{p}},10^{-6}\;\mathrm{m/c}$	1,485	1,606	1,373

Направление течения расплава в *варианте В* при любом способе изготовления образцов позволяет увеличить не только  $\tau_{\partial}$  за счёт снижения  $\overline{V}_{H}$ , но и время до пробоя образцов ПК за счет уменьшения скорости роста дендритов  $\overline{V}_{p}$ . Так, по сравнению с продольным направлением течения расплава от острия к плоскости, применение поперечного течения позволяет уменьшить  $\overline{V}_{p}$  на 17–21 %. В совокупности с уменьшением начальной скорости разрушения, это позволяет увеличить время до зарождения дендритов и время до пробоя образцов на 42 и 27 % соответственно.

Одновременное исследование процесса зарождения и развития раз-

рушения полимеров поляризационно-оптическим методом и методом регистрации ЧР позволило установить, что в каждом исследуемом образце длина первичного канала  $l_0$  и длина дендрита в момент его зарождения  $l_{\partial}$  прямо пропорциональны величинам зарядов  $q_0$  и  $q_{\partial}$ , регистрируемым в соответствующие моменты времени  $\tau_0$  и  $\tau_{\partial}$ . Такая пропорциональность сохраняется до тех пор, пока дендрит не начинает принимать разветвлённую форму. Длина первичного канала  $l_0$  может быть рассчитана по формуле:

$$l_0 \approx q_0 / \sqrt{2} U \cdot \varepsilon_0 \cdot n^2$$

а длина дендрита  $l_{\partial}$  в момент его зарождения

$$l_{\partial} \approx q_{\partial} / \sqrt{2} U \cdot \varepsilon_0 \cdot n^2$$
,

где  $\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \, \Phi/\text{м}$  – электрическая постоянная;  $\varepsilon_{\infty} = n^2$  – относительная диэлектрическая проницаемость материала на сверхвысокой частоте; n – показатель преломления материала.

Результаты расчёта  $l_0$  и  $l_0$  приведены в табл. 8, из которой видно, что расхождение между экспериментальными (табл. 2, 4 и 7) и расчётными данными не превышает 5 %.

Таблица 8

Способ	Материал образцов						
	Ι	IK	П	[C	ПМ	MA	Условия
изготовления	$l_0$ ,	$l_{\partial}$ ,	$l_0$ ,	$l_{\partial}$ ,	$l_0$ ,	$l_{\partial}$ ,	испытаний
ооразцов	МКМ	МКМ	МКМ	МКМ	МКМ	МКМ	
							<i>U</i> =15 кВ;
литье под	11,0	24,4	3,4	39,2	5,8	32,6	<i>r</i> =3,5±0,2 мкм;
давлением							<i>d</i> =4,9±0,1 мм
Прямое							<i>U</i> =15 кВ;
прессование	12,1	25,4	4,1	45,3	5,1	28,9	<i>r</i> =3,5±0,2 мкм;
и КИТС							<i>d</i> =4,9±0,1 мм
Литьё под							U=25  kB
давлением: А	30,0	119,5	—	—	—	—	U = 25  KD,
Б	20,6	63,6	—	_	—	—	$I = 5,5 \pm 0,2$ MKM,
В	16,5	48,3	_	_	_	_	<i>a</i> =9±0,3 MM

Расчётные значения  $l_0$  и  $l_d$  для образцов ПК, ПС и ПММА

Анализ экспериментальных данных показал, что время формирования дендрита определяется начальными условиями и сильно зависит от времени зарождения первичного канала  $\tau_0$ . Так как  $\tau_0$  зависит не только от величины максимальной напряженности поля на острие, но и от распределения ОМН вблизи острия, то время развития разрушения в механически напряженной области должно зависеть от показателя преломления. Для всех исследованных материалов  $\tau_d$  с достаточной точностью можно оценить по

формуле:

$$\tau_{\partial} = \tau_0 \sqrt{\left|\epsilon_{\infty}^*\right|} \exp\left|\epsilon_{\infty}^*\right|,$$

где  $|\varepsilon_{\infty}^*| = \sqrt{2} \cdot n^2 = \sqrt{2} \cdot \varepsilon_{\infty}$  – модуль комплексной диэлектрической проницаемости в диапазоне сверхвысоких (оптических) частот при условии равенства её действительной  $\varepsilon_{\infty}'$  и мнимой  $\varepsilon_{\infty}'' = \varepsilon_{\infty}' \cdot tg\delta$  составляющих. Это условие выполняется, когда  $tg\delta = 1$ .

Поскольку процесс переноса и накопления объёмного заряда в интервале времени от момента появления первичного канала  $\tau_0$  до момента зарождения дендрита  $\tau_d$  приводит к перераспределению поля, а скорость развития разрушения этого процесса зависит от коэффициента температуропроводности материалов *a*, межэлектродного расстояния *d* и длины дендрита  $l_d$ , соответствующей моменту времени  $\tau = \tau_d$ , то

$$\tau_{np} = \tau_{\partial} \cdot \frac{K_E}{K_t} = \tau_{\partial} \cdot \frac{q_{\partial}}{q_0} \P - erf x_{\downarrow},$$

где  $q_{\partial M}$  и  $q_{0M}$  – максимальные значения зарядов, регистрируемые в моменты времени  $\tau_{\partial}$  и  $\tau_{0}$ , отношение которых характеризует коэффициент неравномерности поля  $K_E$ ; коэффициент  $K_t$ , определяющий степень неравномерности распределения поля вблизи острия вследствие переноса заряда тепловым потоком; при  $l_{\partial} \ll d$ ,  $x \approx d/2 \cdot \sqrt{a\tau_{\partial}}$ , erfx – интеграл ошибок.

Таблица 9

Поромотр		Материа	Л	Примонацию
Параметр	ПК	ПС	ПММА	примечание
$K_E = q_\partial/q_0$	2,21	11,6	5,62	Литьё под давлением:
1 - erf x	0,9696	0,9264	0,9567	U = 15  kB;
$\tau_{\partial}, c$	80216	15682	47958	<i>r</i> =3,5±0,2 мкм;
$\tau_{np}, c$	171888	168520	257847	<i>d</i> =4,9±0,1 мм.
$K_E$	2,101	11,2	5,628	Прямое прессование и
1 - erf x	0,9725	0,9185	0,9500	КИТС: <i>U</i> =15 кВ <sup>.</sup>
$\tau_{\partial}, c$	66924	13999	36009	<i>r</i> =3,5±0,2 мкм;
$\tau_{np}, c$	137000	144013	192528	<i>d</i> =4,9±0,1 мм.
Вариант	А	Б	В	Литьё под давлением
$K_E$	3,983	3,086	2,923	ПК:
1 - erf x	0,7626	0,7893	0,8295	U = 25  kB;
$\tau_{\partial}, c$	2764	3817	5001	<i>r</i> =3,5±0,2 мкм;
$\tau_{np}, c$	8395	9273	12126	<i>d</i> =9±0,3 мм.

Расчётные параметры процесса разрушения образцов ПК, ПС и ПММА

Результаты расчёта  $\tau_{ap}$  образцов, изготовленных способами литья под давлением, КИТС, прямого прессования и литья под давлением с различным направлением течения расплава приведены в табл. 9. Расчёт  $\tau_{np}$  показал, что расхождение между экспериментальными данными и результатами расчёта не превышает 10 %.

Предложенные выше формулы позволяют оценить линейные размеры области разрушения на начальной стадии, времена зарождения дендрита и пробоя каждого образца, и осуществлять индивидуальную диагностику состояния в зависимости от способов и технологических режимов их переработки с достаточной для практики точностью.

Для определения влияния направления течения расплава на физикомеханические характеристики полимеров способом литья под давлением были изготовлены две партии образцов из ПК с продольным (партия I) и поперечным (партия II) направлением течения расплава.

Для определения влияния технологических параметров переработки КИТС на физико-механические свойства были изготовлены 4 партии образцов из ПК (III, IV, V и VI) из соответствующих заготовок. Температурно-временные параметры управляемого процесса формования заготовок III – VI представлены на рис. 6.



Рис. 6. Температурно-временные параметры при изготовлении заготовок из ПК КИТС.



Рис. 7. Кривые напряжение-деформация испытаниях ПК на растяжение.

Результаты испытаний на растяжение представлены на рис. 7 в виде кривых деформации. Видно, что пределы текучести, прочности при растяжении и относительное удлинение при пределе текучести для образцов всех партий практически не зависят от технологических режимов изготовления заготовок. Наиболее чувствительным параметром, зависящим от технологических режимов изготовления заготовок, является относительное удлинение при разрыве. Можно отметить, что для образцов, изготовленных КИТС, наибольшее относительное удлинение при разрыве наблюдается для образцов партии V. Причём, это увеличение составляет 3,6, 2,2 и 4,4 раза по сравнению с образцами III, IV и VI партий.

Резкое снижение относительного удлинения при разрыве для образцов партии III, по-видимому, обусловлено длительным временем нахождения расплава ПК при высоких температурах, что может приводить к термоокислительной деструкции материала. Аналогичный эффект может наблюдаться и для образцов партии IV за счёт малой скорости охлаждения расплава материала. Для образцов партии VI уменьшение относительного удлинения при разрыве, может быть связано с образованием значительных ОМН за счёт большой скорости охлаждения расплава на стадии изготовления заготовок.

Для образцов, изготовленных методом литья под давлением, наибольший эффект влияния направления течения расплава наблюдается для относительного удлинения при разрыве. Так, для образцов партии I, это значение почти в пять раз выше, по сравнению с таковым для образцов партии II. Анизотропия механических свойств обусловлена тем, что при литье под давлением происходит ориентация и значительная вытяжка макромолекул полимера в направлении, совпадающем с направлением течения расплава.

Таким образом, относительное удлинение при разрыве может быть выбрано в качестве одного из основных параметров при оптимизации технологических режимов изготовления крупногабаритных изделий из ПК КИТС.

При испытании на сжатие хрупкого разрушения образцов из ПК при повышении нагрузки выше критической не наблюдалось, а происходила лишь их пластическая деформация с изменением формы образцов. Поэтому испытания проводились до определения предела текучести при сжатии. Предел текучести при сжатии для образцов всех исследованных партий изменяется незначительно, то есть данный параметр практически не зависит от способа изготовления образцов.

Результаты испытания образцов ПК на ударную вязкость представлены на рис. 8. Исследования показали, что образцы всех партий без надреза не разрушаются. Максимальные значения ударной вязкости для образцов с надрезом наблюдаются для образцов партии V.



Рис. 8. Изменение ударной вязкости по Шарпи для ПК в зависимости от технологического режима переработки.

Сравнение результатов, приведённых на рис. 8, позволяет сделать вывод о том, что время выдержки в расплаве и скорость охлаждения заготовок оказывают определяющее влияние на значения ударной вязкости, а сама ударная вязкость, как и относительное удлинение при разрыве, может быть выбрана в качестве одного из критериев при определении параметров оптимального режима изготовления крупногабаритных изделий из ПК КИТС.

Образцы из ПК, изготовленные способом литья под давлением (*варианты A*, *Б* и *B*) и КИТС, исследовали методом дифференциальной сканирующей калориметрии и термогравиметрического анализа. На всех термограммах наблюдаются две области фазовых переходов, первая из которых в диапазоне температур 145–240°C связана с процессами стеклования и плавления, а вторая при 450–525°C – с процессом термического разложения полимерного материала.

Установлено, что способ переработки и изменения технологических режимов переработки практически не влияют на интервал температур стеклования-плавления, среднюю температуру плавления и температуру начала разложения.

ИК-спектры ПК в исходном состоянии (гранулы) и образцов, изготовленных по режимам III–VI КИТС, получены в диапазоне 400–4000 см<sup>-1</sup>. Во всем исследованном диапазоне максимальное пропускание наблюдается для исходного поликарбоната (исходные гранулы без термообработки), а минимальное – для образцов, изготовленных по режимам III и IV. Этот экспериментальный результат хорошо согласуется с результатами исследования изменений относительного удлинения при разрыве и ударной вязкости.

**В четвертом разделе** представлена автоматизированная система регулирования температурно-временными параметрами, на базе которой осуществлялась разработка и отработка технологии изготовления крупногабаритных изделий и заготовок из ПК КИТС.

По результатам проведённых исследований были определены и предложенны технологические приёмы, разработан алгоритм экспрессметодики, позволяющий оптимизировать параметры технологического процесса изготовления крупногабаритных изделий и заготовок из ПК КИТС по анализу результатов измерения значений относительного удлинения при разрыве и ударной вязкости материала.

Разработана технологическая линия литья под низким давлением для производства опытных и мелких партий изделий из термопластичных материалов. Данная технологическая линия была использована для изготовления заготовок и готовых изделий из поликарбоната небольших габаритов весом не более 1000 г.

#### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Сравнительные испытания ПК, ПС и ПММА на дендритостойкость в резконеоднородном электрическом поле показали, что ПК имеет максимальные времена зарождения разрушения  $\tau_o$  и формирования дендрита  $\tau_o$ , и минимальную скорость разрушения на начальной стадии  $\overline{V}_{H}$ . Это свидетельствует о возможности применения ПК для изготовления изоляции высоковольтных конструкций. В частности, на основании результатов исследования были изготовлены и успешно работают изоляторы из ПК в ИСЭ СО РАН (г. Томск), НИИ ЯФ СО РАН (г. Новосибирск), НИИ ЯФ ГОУ ВПО НИ ТПУ, ИФПМ СО РАН (г.Томск).

2. Установлено, что картина интерференционных полос (изохром), характеризующих распределение ОМН в объёме полимера, зависит от метода переработки термопластов и направления течения расплава. Экспериментально показано влияние ОМН на параметры дендритообразования в ПК, ПС. С увеличением числа полос  $M_u$  и уменьшением среднего значения ширины полосы  $\Delta_{1cp}$  у острия, увеличивается время до зарождения разрушения и уменьшается скорость разрушения на начальной стадии формирования дендрита. Формирование смешанного направления течения расплава позволяет увеличить стойкость к электрическому старению в 1,3 раза.

3. Установлена корреляционная связь скорости разрушения на начальной стадии  $\overline{V}_{\mu}$  и средней скорости непрерывного роста дендрита  $\overline{V}_{p}$  с физическими свойствами ПК, ПС и ПММА:  $\overline{V}_{\mu}$  имеет обратную корреляционную связь (коэффициент корреляции  $r \rightarrow -1$ ) с пределом текучести при растяжении  $\sigma_m$ ;  $\overline{V}_p$  имеет прямую корреляционную связь с коэффициент корреляционную связь с коэффициент корреляционную связь с коэффициент корреляции  $r \rightarrow +1$ . Минимальная скорость разрушения на завершающей стадии электрического старения наблюдается в материалах с возможно большей удельной теплоёмкостью и меньшей теплопроводностью.

4. Исследование процесса зарождения и развития разрушения полимеров поляризационно-оптическим методом и методом регистрации ЧР позволило установить, что в каждом исследуемом образце длина первичного канала  $l_0$  и длина дендрита в момент его зарождения  $l_0$  прямо пропорциональны величинам зарядов  $q_0$  и  $q_0$ , регистрируемым в соответствующие моменты времени  $\tau_0$  и  $\tau_0$ . Такая пропорциональность сохраняется до тех пор, пока дендрит не начинает принимать разветвлённую форму.

5. Предложена модель прогнозирования дендритостойкости полимерных диэлектриков, позволяющая осуществлять индивидуальную оценку времени до зарождения дендритов и времени до пробоя с достаточной для практики точностью. 6. Разработана технология изготовления крупногабаритных изделий и заготовок из ПК КИТС. Для оптимизации технологических параметров предложена экспресс-методика контроля качества по значению относительного удлинения при разрыве и ударной вязкости.

7. Для производства опытных и мелких партий изделий из термопластичных материалов разработана и успешно используется технологическая линия литья под низким давлением. Мобильность и универсальность линии позволяет снизить затраты на этапе выпуска опытной партии и изучения спроса на новую продукцию.

# ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

Публикации в журналах, рекомендованных ВАК:

1. Волохин В.А., Шмаков Б.В., Лебедев С.М., Черкашина Е.И. Технологическая линия литья изделий из термопластов под низким давлением// Пластические массы. – 2004. – № 12. – С. 55–56.

2. Гефле О.С., Волохин В.А., Лебедев С.М., Похолков Ю.П., Черкашина Е.И. Прогнозирование начальной стадии разрушения ПММА в резконеоднородном электрическом поле по тепловым эффектам // Изв. ТПУ, -2006.-Т. 309, №2 - С. 117-121.

3. Лебедев С.М., Волохин В.А., Шмаков Б.В., Матин П.А. Разработка технологии изготовления высоковольтной изоляции из поликарбонатных смол// Изв. ТПУ. - 2006.-Т. 309, №2 - С. 121-126.

4. Волохин В.А., Гефле О.С., Лебедев С.М. Влияние остаточных механических напряжений на процесс дендритообразования в полимерной изоляции// Пластические массы. – 2007. – № 7. – С. 19–22.

5. Волохин В.А., Гребнев А.Г., Лебедев С.М., Шмаков Б.В., Матин П.А. Полимерная смесь на основе ПЭВП для изготовления крупногабаритных изделий квазиизотермическим способом// Пластические массы. – 2009. – № 1. – С. 48–51.

6. Волохин. В.А., Гефле О. С., Лебедев С. М. Влияние направления течения расплава на процесс дендритообразования в полимерной изоляции// Прикладная механика и техническая физика. – 2009. – т. 50, № 1. – С. 85–94.

7. Volokhin V.A., Gefle O.S., Lebedev S.M. Effect of the melt flow direction on the treeing process in polymeric insulation// Journal of Applied Mechanics and Technical Physics. – 2009. – Vol. 50, No/ 1. – P. 72–79.

Публикации в сборниках научных трудов конференций:

1. Волохин В.А., Ткаченко С.Н., Черкашина Е.И. Переработка термопластов методом литья под низким давлением// Наука, технологии, инновации: Материалы всероссийской научной конф. молодых ученых, Новосибирск, 2-5 декабря 2004. – 2004. – Т.2. – С. 168–169. 2. Волохин В.А., Черкашина Е.И., Голованов. С.А. Влияние остаточных механических напряжений на процесс зарождения и роста дендритов в оптически прозрачных полимерных диэлектриках// Перспективы развития фундаментальных наук: Труды 2 Междунар. конф. студентов и молодых ученых, Томск, 16-20 мая 2005. – Томск, 2005. – С. 11-13.

3. Волохин В.А., Храмцов С.Е. Разработка технологии изготовления высоковольтной изоляции из поликарбонатных смол// Современные техника и технологии: Тр. XII Межд. научно-практ. конф. студ. и молод. ученых, Томск, 27-31 марта 2006. – Томск, 2006. – Т. 1. – 2006. – С. 62–63.

4. Gefle O.S., Lebedev S.M., Volokhin V.A., Pokholkov Y.P. Effect of the mechanical strain on the treeing phenomenon// Proc. ICSD'07, Winchester, July 8-13. – 2007. – P. 142–145.

5. Gefle O.S., Lebedev S.M., Volokhin V.A., Tarasov P.V. Effect of a melt flow direction on the treeing process in polymeric dielectrics// Proc. 15<sup>th</sup> Intern. Symp. High Volt. Eng., Ljubljana, August 27-31. – 2007. – Paper No 476.

6. Тарасов П.В., Волохин В.А. Методика обработки картин интерференционных полос// Современные техника и технологии: Тр. XIII Межд. научно-практ. конф. студ. и молод. ученых, Томск, 26-30 марта 2007. – Томск, 2007. – Т. 1. – 2007. – С. 119-121.

7. Волохин В.А. Методика диагностики полимерной изоляции// Современные техника и технологии: Тр. XIV Межд. научно-практ. конф. студ. и молод. ученых, Томск, 24-28 марта 2008. – Томск, 2008. – Т. 1. – 2007. – С. 18-20.

8. Лебедев С.М., Волохин В.А., Шмаков Б.В. Технология изготовления высоковольтной изоляции из полиолефинов// Сб. тр. Межд. науч. конференции, Томск, 14-16 сентября 2009. – Томск, 2009. – Т. 2. – 2009. – С. 185-192.

9. Волохин В.А. Особенности электрического старения некоторых аморфных полимеров// Электрическая изоляция-2010: Сб. науч. тр. 5 Межд. научно-техн. конференции, С-Петербург, 1-4 июня 2010. – С-Петербург, 2010. – С. 70-73.

# Патенты РФ:

1. Патент № 2375718 РФ. Способ диагностики высоковольтной изоляции/ В.А. Волохин, О.С. Гефле, С.М. Лебедев. – Опубл. 10.12.09, Бюл. № 34.

2. Патент № 76280 РФ. Литьевая форма для термопластов/ В.А. Волохин. – Опубл. 20.09.08, Бюл. № 26.