

# **DIELECTRIC SPEKTRA OF OLIGOHYDROXYBUTADIENE AT TEMPERATURES BETWEEN $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ AND $25\text{ }^{\circ}\text{C}$**

Rostislav STRÁNÍK, Master Degree Programme (5)  
Dept. of Electrical and Electronic Technology, FEEC, BUT  
E-mail: r.stranik@seznam.cz

Supervised by: Dr. Karel Liedermann

## **ABSTRACT**

The object of this work is to measure and to analyze dielectric properties of oligohydroxybutadiene in the frequency range 100 Hz – 1 MHz and at temperatures from  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  to  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

## **1 ÚVOD**

Nutným předpokladem pro správnou aplikaci materiálů v technických zařízeních je dokonalá znalost jejich vlastností. Při jejich vyšetřování je pochopitelně nutné vhodně zvolit analytickou metodu. Jednou z moderních experimentálních metod je dielektrická relaxační spektroskopie (DRS). Je to metoda na rozhraní fyziky, chemie a materiálového inženýrství, kterou lze použít ke studiu různých materiálových soustav ve frekvenční a časové oblasti. Dielektrické relaxační spektroskopie lze použít ke studiu různých materiálových soustav, od plynů až po různé druhy tuhých látek. Vhodnou se jeví pro případ makromolekulárních nebo oligomerních látek. Analýzou frekvenčních a teplotních průběhů materiálových veličin lze u těchto látek mimo jiné posoudit míru pohybu makromolekul v elektrickém, popřípadě tepelném poli.

V předložené práci jsou ve frekvenční oblasti sledovány složky komplexní permitivity hydroxylovaného oligobutadiénu. Zkoumaný vzorek je analyzován a vyhodnocen v časové i frekvenční oblasti při teplotách v rozmezí  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$  po  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Značná pozornost je věnována otázce vlivu expozice při zadané teplotě na výsledky měření.

## **2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST**

Předmětem experimentálního zkoumání a navazujících rozborů dielektrických spekter byl hydroxylovaný oligobutadién LBH, vyráběný v a.s. Kaučuk Kralupy pod obchodním označením KRASOL LBH 3000. Oligobutadién představuje ve sledované teplotní oblasti viskózní kapalinu. Tato látka se přiřazuje ke skupině syntetických kaučuků, která ve svých molekulách obsahují dvojně vazby. Zkoumaný oligobutadién má podle údaje výrobce měrnou hmotnost  $900\text{ kg/m}^3$  při teplotě  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , molární hmotnost v rozmezí 2400-3100 kg/mol

a obsah OH skupin je cca 700 kmol/kg.

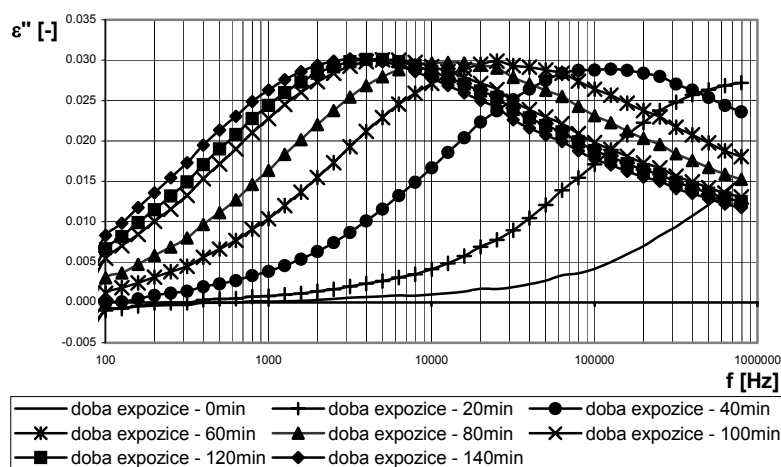
Pro měření ve frekvenční oblasti byl použit přesný LCR metr firmy Hewlett Packard HP 4284A a tříelektrodový systém HP 16451B téže firmy. Měřicí přístroj HP 4284A pracuje na principu mostové metody s automatickým vyvažováním. Detailní popis funkcí a návod k obsluze přístroje je uveden v [1]. Frekvenční rozsah HP 4284A je od 20 Hz do 1 MHz.

Pro dosažení teplot nad teplotu okolí bylo použito sterilizátoru STERICELL 55 firmy BMT a.s. Teplot pod teplotu okolí se dosáhlo za použití dvou zařízení. Pro teploty v rozmezí od 20 °C do -15 °C se použil Peltierův článek firmy SUPERCOOL, typ AA-150-24-22-00-00 a pro nižší teploty mrazicí box Calex v kombinaci s již zmiňovaným Peltierovým článkem. Použitím uvedených zařízení bylo dosaženo teploty až -25 °C. Teploty byly nastavovány pomocí regulátorů všech tří zařízení; nastavená teplota byla zjišťována termočlávkovým teploměrem HYGROTEST 6400. Tento teploměr byl umístěn v bezprostřední blízkosti tříelektrodového systému HP 16451B s naneseným měřeným vzorkem. K měření a zpracování výsledků byl použit počítač s měřicí kartou a příslušným softwarem.

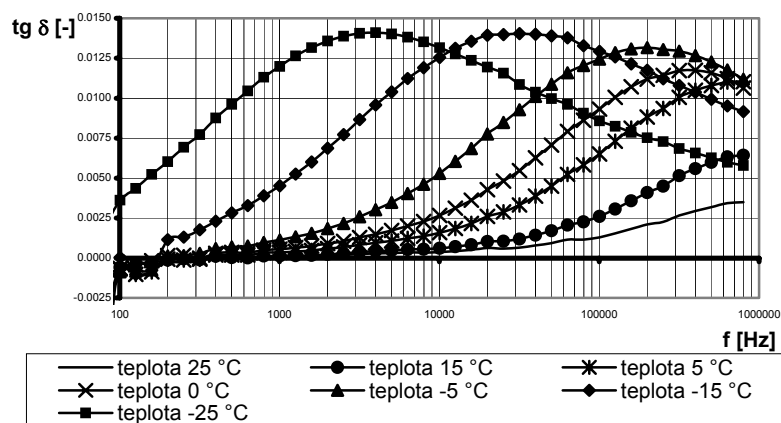
Důležitým krokem při experimentu byla příprava zkušební vzorku a jeho aplikace na tříelektrodový systém HP 16451B. Tento postup je detailně popsán v [2].

V průběhu experimentu byl nejprve zkoumán vliv doby expozice vzorku. Tato část experimentu probíhala nejprve při teplotě -25 °C a následně potom při dalších jmenovitých teplotách. I když byla při experimentu snaha přiložit termočlánek bezprostředně k měřenému vzorku, nelze zaručit stejnou teplotu daného vzorku a registrovanou termočlávkem. Výsledky této části experimentu jsou prezentovány na obr.1, který vyjadřuje  $\varepsilon''=F(f)$  při teplotě -25 °C. Z grafické závislosti je patrné, že při teplotě -25 °C je nutno vzorek exponovat minimálně 140 minut pro ustálení dielektrických vlastností. V následných částech experimentu se prokázalo, že při vyšších teplotách dochází ke zkracování doby expozice.

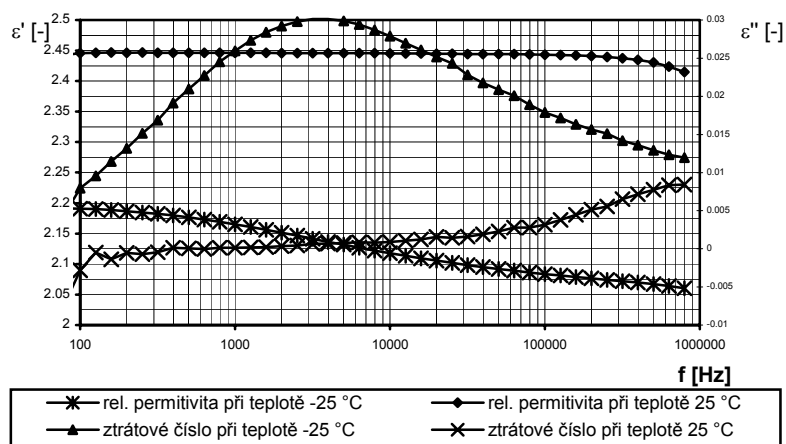
Relaxační charakter oligobutadiénu je velmi dobře patrný z obr.2, který představuje typické frekvenční závislosti  $\tan \delta$  pro relaxační typ polarizace s příznačným posunem lokálního maxima  $\tan \delta$  k nižším frekvencím při nižších teplotách. Zmíněný obrázek prezentuje výsledky měření po dokonalé stabilizaci podmínek měření při příslušných teplotách. Relaxační charakter látky je zřejmý i z obr.3, kde se porovnávají výsledky měření  $\varepsilon'$  a  $\varepsilon''$  při teplotách 25 °C a -25 °C.



**Obr. 1:** Závislost  $\varepsilon''=F(f)$  oligobutadiénu při teplotě -25 °C v průběhu doby expozice



**Obr. 2:** *Závislost  $\text{tg } \delta = F(f)$  oligobutadiénu po ustálení jmenovité teploty*



**Obr. 3:** *Porovnání frekvenčních průběhů složek komplexní permitivity oligobutadiénu při ustálených teplotách 25 °C a -25 °C*

### 3 ZÁVĚR

- Hydroxylovaný oligobutadien KRASOL LBH je látkou polárního charakteru s charakteristickými rysy teplotní a frekvenční závislosti obou složek komplexní permitivity.
- Výsledky měření jsou silně závislé na době expozice měřeného vzorku při zadané teplotě.

### LITERATURA

- [1] HP 4284A Precision LCR meter – Operation manual. Hewlett – Packard LTD Yokogawa 1989.
- [2] Stránil, R.: Dielektrická spektra hydroxylovaného oligobutadiénu. [Bakalářská práce]. VUT Brno, 2003.