

# STUDY OF ELECTRICAL PROPERTIES OF NANOCOMPOSITES

**Jiří Ovsík**

Master Degree Programme (2), FEEC BUT

E-mail: xovsik00@stud.feec.vutbr.cz

Supervised by: Helena Polsterová

E-mail: polstera@feec.vutbr.cz

**Abstract:** This work deals with the electrical properties of nanocomposite materials. Samples for the experiment will be made of epoxy resin as matrix and oxides  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{WO}_3$ ,  $\text{SiO}_2$  as nanofillers in varying percentage performance. Measurements will be temperature dependent components of the permittivity, dissipation factor and resistivity. Furthermore, the internal resistivity will be observed with regard to the percentage performance of a sample of nanoparticles.

**Keywords:** Nanocomposites, electrical properties, relative permittivity, epoxy resin, loss factor, resistivity.

## 1. ÚVOD

V současné době se stále více do popředí dostávají kompozitní materiály pro svoje velmi dobré fyzikální vlastnosti. Do matric se přidávají různá plniva, která zlepšují jak mechanické, tak elektrické vlastnosti původního materiálu. Předložená práce se zabývá problematikou elektrických vlastností nanokompozitu. Vzorky jsou vyrobeny z epoxidové pryskyřice s nanoplňivy oxidu titaničitého, oxidu hlinitého, oxidu křemičitého a oxidu wolframového s různým hmotnostním procentem plnění.

## 2. PERKOLACE A MECHANISMY V NANOKOMPOZITU

V souvislosti s nanokompozity je nutno se zmínit o některých pojmech, jako perkolace, skokový a tunelový mechanismus. Perkolační teorie vychází z matematických vztahů mezi objemovou koncentrací plniva  $v$  a vodivostí matrice  $\sigma$ . Pochopení těchto vztahů je důležité pro další zkoumání dějů v nanokompozitech. Skokový a tunelový mechanismus v dielektriku řeší vzájemné působení dvou částic plniva v matrici s ohledem na vodivost celého vzorku.

## 3. EPOXIDOVÁ PRYSKYŘICE

Epoxidová pryskyřice, která byla použita na výrobu experimentálních vzorků, se používá pro zalévání transformátorů a další silnoproudé aplikace. Zalévací pryskyřice se skládá z několika dílčích složek, jejichž hmotnostní poměry mají zásadní vliv na výsledné fyzikální vlastnosti po vytvrzení vzorků. Elektrické vlastnosti zalévací pryskyřice jsou velmi dobré a proto má tento materiál široké užití. Elektrická pevnost čistého epoxidu je v rozmezí 20-24 kV/mm, relativní permitivita 4,2 - 4,5. Vnitřní rezistivita tohoto materiálu je velmi vysoká, pohybuje se v řádu  $10^{15} \Omega\text{m}$ .

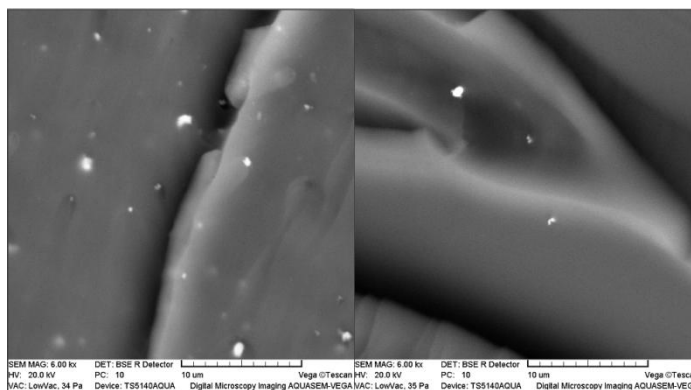
## 4. PLNIVO

Plnivy u nanokompozitů bývají často různé oxidy. Převážná většina anorganických oxidů jsou izolanty. Existuje však několik oxidů, které vykazují značnou elektrickou vodivost, jako jsou oxid wolframový, oxid vanadičný, oxid manganatý. V těchto vodivých oxidech je elektronová vodivost

spojena se zoxidovaným stavem atomů kovu [2]. U některých oxidů je hodnota energie zakázaného pásu srovnatelná s polovodiči jako ZnO, TiO<sub>2</sub>. V nevodivé matici se chovají jako izolanty.

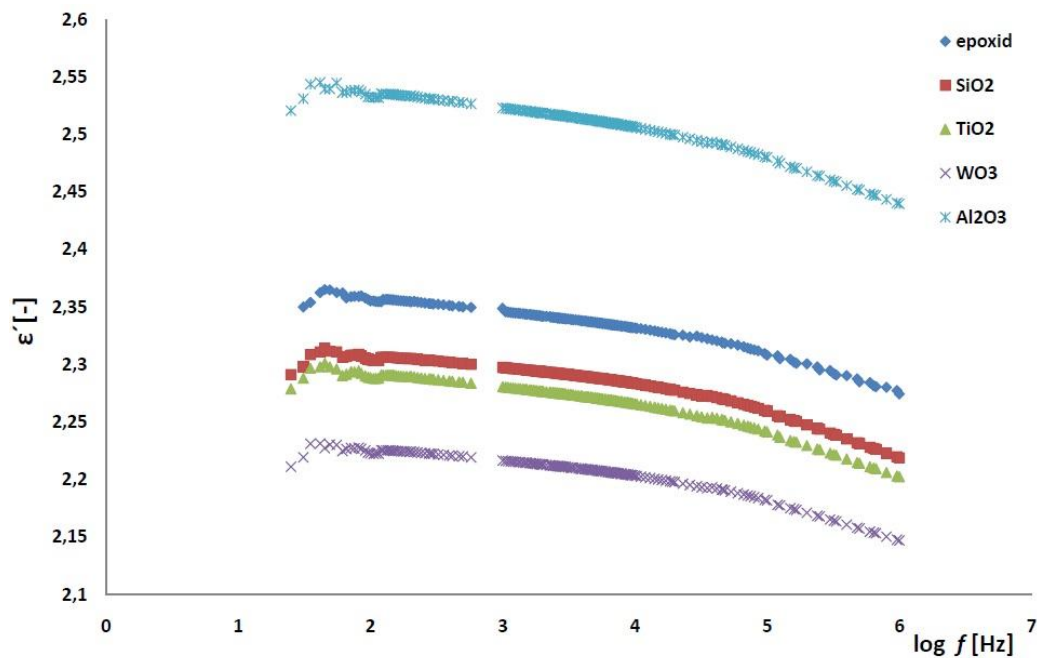
## 5. EXPERIMENT

Výroba experimentálních vzorků byla poměrně složitá, proto byly odlévány v laboratoři Chemické fakulty VUT. Výroba vzorků probíhala ve dvou fázích. V přípravě bylo velmi důležité přesně navázat stanovený poměr jednotlivých složek epoxidu. Jakmile byla směs dobře homogenizovaná, byla zahřívána na teplotu 40 °C a poté odplyněna. Po tomto kroku následovalo přimíchání nanočástic ve formě prášku v předem stanoveném hmotnostním procentu plnění. Pro správnou distribuci nanočástic, bylo třeba použít ultrazvukového hrotu, který pracoval v pulzním režimu, efektivně distribuoval molekuly oxidu ve směsi. Jakmile byly nanočástice již součástí epoxidu, došlo k dalšímu odplynění a homogenizaci. Proces výroby pokračoval nalitím směsi do vyhřáté speciální ocelové formy. Jako separátor, byla použita silikonová vazelína. Směs se ve formě vytvrzovala 2 hodiny při teplotě 85-95 °C. Poté byly vzorky z formy vyjmuty a dotvrzovány při teplotě 140 °C. Celkem bylo vyrobeno devět sad vzorků po deseti kusech, čtyři sady s 0,5 hmotnostním procentem oxidů, čtyři sady s 1 hmotnostním procentem oxidů a sada čistého epoxidu, která je použita jako referenční. Výsledné vzorky mají rozměry 120x120 mm a tloušťku 2 mm.



**Obrázek 1:** Srovnání snímků z mikroskopu distribuce nanočástic v epoxidu

Pro zjištění, zda je distribuce nanočástic v kompozitu dostatečná, bylo využito rastrovacího elektronového mikroskopu. Z takto získaných snímků je patrné, že shluky nanočástic jsou relativně malé, přibližně o velikosti 10-100 nm a jsou pravidelně rozptýleny v matici (obr. 1). U všech sad vzorků byly proměřeny hodnoty vnitřní rezistivity, relativní permitivity a ztrátového činitele při pokojové teplotě, aby bylo prokázáno, že nanoplňivo bylo nejenom v jednotlivých vzorcích, ale také v celé formě rozptýleno rovnoměrně a všechny vzorky v sadě vykazují srovnatelné výsledky. Pro komplexnější pochopení vlivu nanočástic na základní materiál, bylo realizováno několik měření elektrických vlastností. Byla proměřena relativní permitivita a ztrátový činitel v teplotních a frekvenčních závislostech. Rezistivita byla proměřena v teplotních závislostech a při teplotě okolí (24°C). Z měření vyplývá, že elektrické vlastnosti jsou ovlivněny velikostí hmotnostního procenta, povahou nanočástic oxidu a distribucí v matici. Měření permitivity byl zaznamenán nárůst hodnot se vzrůstem teploty. Hodnoty permitivity oxidů SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub> ve frekvenčních závislostech byly nižší než čistý epoxid. Oxid WO<sub>3</sub> vykazoval nejnižší hodnoty permitivity u obou plnění, přestože se předpokládalo zvýšení permitivity přidáním vodivého oxidu. U nanoplňiva Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> byly naměřeny nejvyšší hodnoty permitivity, jak je možno pozorovat na obr. 2. Při navyšování hmotnostního procenta nanoplňiva do epoxidu se zvyšovaly rozdíly hodnot elektrických veličin. Tato skutečnost souvisí perkolační teorií a s distribucí nanočástic v epoxidu. Při zvyšování teploty klesá rezistivita všech sad vzorků a ztráty naopak rostou s teplotou. Měřené průběhy rezistivity s oxidy SiO<sub>2</sub> a TiO<sub>2</sub> vykazovaly navýšení hodnot vůči neplněnému vzorku.



**Obrázek 2:** Graf frekvenčních závislostí permitivit vzorků od 100Hz do 1MHz (24 °C)

## 6. ZÁVĚR

V příspěvku je stručně pojednáno o problematice nanokompozitních materiálů na bázi epoxidové pryskyřice. Pozornost byla věnována především výrobě a měření experimentálních vzorků nanokompozitů u nichž jako plniva bylo použito nanočástic oxidů  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  a  $\text{WO}_3$ . Obsah nanočástic byl zvolen 0,5 a 1 hmotnostních procent. Na základě znalostí získaných při předchozí výrobě vzorků (epoxid- $\text{TiO}_2$ ), byl proces odlévání částečně modifikován. Jednotlivé délky operací se při přípravě vzorků lišily, jak s hmotnostním procentem, tak s použitým oxidem. Tento fakt ukazuje na zcela odlišné vlastnosti nanočástic, již při dotování do epoxidu. Pro ucelnější chápání vlivu nanočástic na nosný materiál, byla proměřena mikrotvrdost všech sad vzorků. Z těchto měření lze vyvodit závěry o anizotropii materiálu a její změny způsobené nanoplňivem. Dále byly realizovány zkoušky trojbodového ohybu pro získání modulů pružnosti nanokompozitu. Vzhledem k omezenému počtu stran článku je obtížné uveřejnit všechny dostupné výsledky práce.

## PODĚKOVÁNÍ

Tento příspěvek vznikl za podpory grantu FEKT-S-11-7 Materiály a technologie pro elektrotechniku.

## REFERENCE

- [1] BOČEK J., MENTLÍK V. Aspekty užití nanokompozitových dielektrik – FEL ZČU Plzeň
- [2] KICKELBICK G. Hybrid materials – Synthesis, characterization and application. Weinheim :Wiley-VCH, 2007, 498 s. ISBN 978-3-527-31299-3
- [3] MOUČKA R. Electromagnetic properties in composite materials. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Technologická fakulta UTB ve Zlíně, téma disertační práce, 2009, 60 s ISBN 978-80-7318-814-6
- [4] VILČÁKOVÁ J. Elektrické a magnetické vlastnosti polymerních kompozitů. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Technologická fakulta UTB ve Zlíně, téma habilitační práce, 2007, 40 s. ISBN 978-80-7318-519-0