

Vliv stárnutí na elektrické vlastnosti nanokompozitů epoxid/SiO₂

Ondřej Michal

Katedra technologií a měření
Fakulta elektrotechnická
Západočeská univerzita v Plzni
mionge@ket.zcu.cz

Ageing Influence on Electrical Properties of Nanocomposites Epoxy/SiO₂

Abstract – This article deals with electro insulating materials and their modifications using nanofillers. Nanocomposites have the potential in the future to replace conventional insulating systems of rotating electrical machines. However, for the introduction of these materials into practical applications in industry, it is necessary to investigate the impact of nanofillers on their durability and electrical properties.

Keywords – Polymer; Composite; Nanocomposite; Nanotechnology; TSA220; SiO₂; Insulation; Isolation System; Internal Resistivity; Thermal Aging.

I. ÚVOD

Kompozitní materiály jsou vícesložkové materiály složené z minimálně dvou složek, které se liší svými vlastnostmi jedna od druhé. Sami o sobě přidávají výslednému materiálu své specifické vlastnosti. První je plnivo, které je nespojitou složkou a zajišťuje mechanické vlastnosti. Druhá se nazývá pojivo a je složkou spojitou, jejímž hlavním úkolem je držet tvar výsledného kompozitního materiálu. Výhodný se u kompozitních materiálů zdá být jejich synergický efekt, kdy výsledné vlastnosti kompozitu značně převyšují obyčejný součet vlastností obou použitých složek. Jejich nevýhodou je ovšem výsledná nehomogenní struktura, která může zapříčinit materiálové defekty. Proto je nasnadě snižovat rozměry jednotlivých složek a tím tyto defekty minimalizovat. Nejefektivněji se zdá v dnešní době snižovat rozměry plniva. [1]

Právě, díky efektivnosti snižovat rozměry plniva, jsou v posledních dvaceti letech perspektivními materiály takzvané polymerní nanokompozity, které obsahují pojivo z běžných polymerních látek a plnivo, jehož rozměry se pohybují v řádech 10⁻⁹m. Již provedené experimenty s těmito nanokompozitními materiály vykazují zlepšené elektrické vlastnosti. [2]

II. EXPERIMENT

Pro zavedení těchto materiálů do praktických aplikací v průmyslu je potřeba vyšetřit jaký mají vliv nanoplňiva na životnost a na elektrické vlastnosti. Předmětem experimentu diskutovaného v tomto článku bylo vyšetřování těchto elektrických vlastností nanokompozitních materiálů a následné sledování jejich změn v důsledku tepelného stárnutí.

A. Složení zkoušeného materiálu

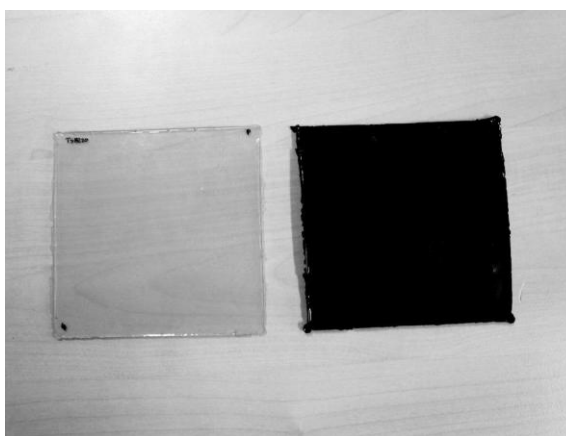
Pro experiment byl zvolen komerčně dodávaný impregnační lak Epoxylyte® TSA 220 (dále značen jako **TSA**) od italské firmy ELANTAS. Tato jednosložková pryskyřice na bázi bisfenolu F se užívá pro VPI systémy izolování vinutí strojů. Výhodou tohoto laku je vysoká viskozita 5000 mPa·s při pokojové teplotě a její velmi strmý pokles po zahřátí, který je výhodný při zpracování. Jako nanoplňivo byl zvolen oxid křemičitý SiO₂ pod obchodním označením AEROSIL. Je to bílý kyprý prášek s kulovitě tvarovanými částicemi. Velikost těchto částic je v průměru 10 nm. Jako druhým plnivem byla zvolena polyamidová nanovláknina. Jedná se o vláknité plnivo složené z polyamidových vláken s tloušťkou v průměru 100 nm.

První sada obsahovala samotný TSA. Druhou sadou byl nanokompozit složený z TSA s přídavkem nanoplňiva oxidu křemičitého SiO₂ v plnění 1,25 hm. % (dále značen jako **TSAN**). Třetí sada vzorků obsahovala nanokompozit složený z TSA a kombinovaného nanoplňiva skládající se z oxidu křemičitého SiO₂ v plnění 1,25 hm. % a polyamidové nanovlákniny (dále značen jako **TSANPA**).

B. Příprava a výroba vzorků

Výroba vzorků probíhá v několika fázích. V přípravné jsou odměřeny potřebné složky nanoplňiva a sušeny po dobu 12 hodin při 80°C. Pro samotnou výrobu je naváženo potřebné množství pojiva TSA a pro snížení viskozity ponecháno při 60°C v sušce po dobu 10 minut. To převážně z důvodu lepší manipulace při dalších fázích výroby. Polyamidová nanovláknina je nastříhána na potřebné rozměry a do doby samotného vpracování do pojiva je sušena a vakuována pro odstranění vlhkosti.

Další fází je míchání jednotlivých složek kompozitu za pomoci magnetické míchačky s ohřevem. Při nejméně viskózním stavu TSA je následně přimícháno navážené množství nanoplňiva a celá směs je pro co nejrovnoměrnější disperzi míchána po dobu minimálně 12 hodin při 90°C. Po této době je směs následně vakuována dalších 7 hodin pro dokonalé odplynění.



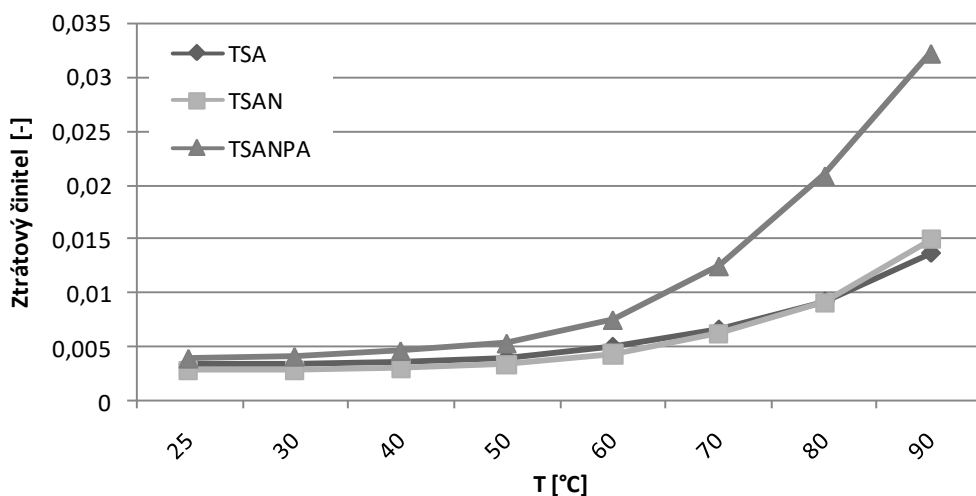
Obrázek I. Vzorek v 0 a 1000 hodinách

Poté je hotová směs nalita do teflonových forem se silikonovými rámečky a je do ní přidána vysušená polyamidová nanovláknina. Hotová směs ve formách je poté vytvrzena teplotou 165°C po dobu 12 hodin stanovenou výrobcem v katalogovém listu. Následné exponování probíhalo při teplotě 220 °C po dobu 1000 hodin. Vzorky byly měřeny po jednotlivých etapách a to v 0, 60, 100, 200, 500 hodinách a poté po skončení doby expozice v 1000 hodinách. Podobu vyrobených a finálních exponovaných vzorků lze vidět na obrázku I.

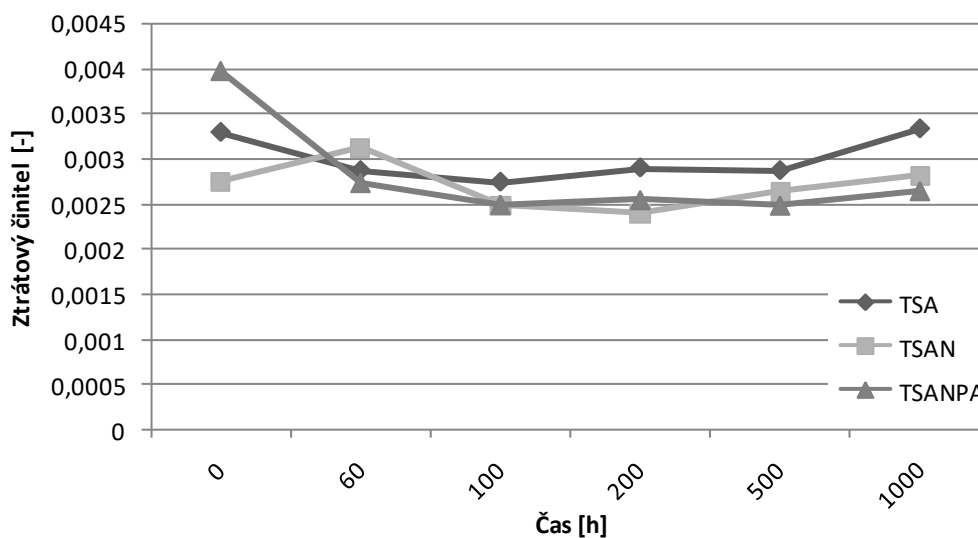
C. Vyšetřované elektrické vlastnosti a výsledky experimentu

Bylo využito několik fenomenologických měřících metod. Mezi stejnosměrné měřící metody patřilo měření absorpčních a resorpčních proudů. Z ustálených hodnot absorpčních proudů byly následně zjištěny hodnoty vnitřní rezistivity, které slouží jako jeden z klíčových parametrů k určování kvality dielektrického materiálu. Za velmi dobrý izolační materiál můžeme považovat takový, který má hodnoty vnitřní rezistivity

větší než $10^{14}\Omega\text{m}$. V tomto experimentu dosáhl nejvyšších hodnot samotný TSA. Přidání nanoplniva mělo za následek snížení rozptylu hodnot vnitřní rezistivity v průběhu vyšetřovaného stárnutí o pětinašobek oproti čistému TSA. Hodnoty vnitřní rezistivity se pohybovaly v řádech $10^{16}\Omega\text{m}$.



Obrázek II. Ztrátový čísel v závislosti na teplotě



Obrázek III. Ztrátový čísel v průběhu stárnutí

Mezi střídavé vyšetřované parametry patřily hodnoty ztrátového čísel $\text{tg}\delta$ a permitivity v závislosti na teplotě. Toto měření probíhalo na automatickém můstku při napětí 500 V a frekvenci 50 Hz. Mezi ideální hodnoty, kterých dosahují opravdu kvalitní izolační materiály, patří hodnoty v řádu 10^{-3} . Těchto hodnot dosáhly všechny vzorky. Nanoplniva snížila hodnoty ztrátového čísel. Tuto skutečnost můžeme pozorovat v průběhu celé vyšetřované doby expozice viděné na obrázku III.

Posledním vyšetřovaným parametrem byla elektrická pevnost. Pro tuto zkoušku byl využit elektrodový systém ponořený v olejové lázni. Pro měření elektrické pevnosti byly použity vzorky kompozitů v počátečním stavu a vzorky po expozici 1000 hodin. Zde bylo hlavním úkolem porovnat elektrickou pevnost jednotlivých sad vzorků nanokompozitního materiálu a čisté TSA.

TABULKA I. HODNOTY ELEKTRICKÉ PEVNOSTI

	$E_{p(\min)}$ [kV]	$E_{p(\max)}$ [kV]	$\overline{E_p}$ [kV]	σ [kV]	ν [%]
TSA [0 hodin]	34,47	43,13	37,17	3,41	8,89
TSA [1000 hodin]	38,66	44,89	41,17	2,67	6,41
TSAN [0 hodin]	34,2	43,17	38,14	3,09	8,1
TSAN [1000 hodin]	41,58	52,91	43,46	4,09	8,98
TSANPA [0 hodin]	39,54	47,32	41,97	2,78	6,48
TSANPA [1000 hodin]	46,83	55,53	48,48	3,78	7,48

Nanoplňivo mělo pozitivní vliv na velikost elektrické pevnosti materiálu. Přidáním polyamidové nanovlákniny došlo ke zlepšení z hlediska střední hodnoty o 5 kV/mm. Nanoplňiva měla tedy zvýšenou elektrickou pevnost o 11% a jejich variační koeficient dosahoval nižších hodnot než u čistého TSA.

III. ZÁVĚR

Tento článek popisuje experiment přidání nanoplňiva do epoxidové pryskyřice a její vliv na elektrické vlastnosti výsledného kompozitního materiálu. Dle výsledků prezentovaných na obrázcích II a III je patrné, že nanoplňivo má příznivý vliv na snižování ztrátového činitele $\tan \delta$ i o více než 10%. Nižší hodnoty ztrátového činitele u obou nanokompozitních materiálů byly pozorovány po celé době vyšetřované expozice. Polyamidová nanovláknina má navíc příznivý vliv na hodnotu elektrické pevnosti. Dle výsledků v tabulce I ji zvýšila až o 11% oproti čistému epoxidu. Samozřejmě pro komerční užití těchto nanokompozitů bude potřeba vyvinout přijatelný a cenově výhodný způsob výroby. Z výsledků experimentu lze ovšem vyvodit, že tyto materiály jsou schopny v budoucnu nahradit běžné konvenční elektroizolační materiály.

PODĚKOVÁNÍ

Tento článek vznikl za podpory interního projektu na podporu studentských vědeckých konferencí SVK-2017-008 a projektu SGS-2015-020 "Technologické a materiálové systémy v elektrotechnice".

LITERATURA

- [1] EHRENSTEIN, Gottfried W. *Polymerní kompozitní materiály*. V ČR 1. vyd. Praha: Scientia, 2009. ISBN 978-80-86960-29-6.
- [2] SINGHA, Santanu a M THOMAS. Polymer composite/nanocomposite processing and its effect on the electrical properties. *2006 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*. IEEE, 2006, , 557-560. DOI: 10.1109/CEIDP.2006.311993. ISBN 1-4244-0546-7. Dostupné také z: <http://ieeexplore.ieee.org/document/4105494/>