



A XV-a Conferință internațională – multidisciplinară  
„Profesorul Dorin Pavel – fondatorul hidroenergeticii românești”  
SEBEȘ, 2015

## **STUDIUL EXPERIMENTAL AL COMPORTAMENTULUI DIELECTRIC AL DIGLICIDIL ETER DE BISFENOL "A" ÎNCĂRCAT**

Dorel BUNCIANU, Mihai JĂDĂNEANȚ

### **EXPERIMENTAL STUDY OF THE DIELECTRIC BEHAVIOR OF DIGLYCIDYL ETHER OF BISPHENOL "A" CHARGED**

Subject reinforced composite materials are extensively investigated in recent years. This study is deepened to improve the structural and dielectric characteristics of diglycidyl ether of bisphenol A (DEGEBE). Dielectric properties were analysed for each batch of material. Microcompozite epoxy samples with good dispersion of nano - particles laden epoxy matrix was prepared and experienced for the dielectric constant (C) , resistance (R ) and impedance (Z) frequency (1kHz, 10kHz) . Measurements were made using a dielectric spectroscopia plateau temperature range of between 20-80 °C . The better dielectric properties of the material corresponding to the nano - fillers in a concentration of 30 % .

Keywords: DGEBA, pozzolan, dielectric constants, microstructure

Cuvinte cheie: DGEBA, rocă vulcanică, constanta dielectrică, microstructură

#### **1. Introducere**

Adaosurile de material sunt utilizate în polimeri pentru diverse motive, în principal reducerea costurilor, controlul densității,

conductivitate termică, dilatare termică, proprietăți electrice, proprietăți magnetice, dar și pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice [1-3].

Fiecare tip de adaos are diferite proprietăți care depind de dimensiunea particulelor, forma acestora și de chimia suprafeței [4-6]. Cele mai utilizate sunt rășinile termorigide încărcate cu carbonat de calciu, caolin, hidrat de alumină [7].

## 2. Rășinile epoxidice

În acest studiu am utilizat rășina de tip STR MEDAPOXY furnizată de societatea GRANITEX, cunoscută pentru performanțele ridicate și calitatea foarte bună.

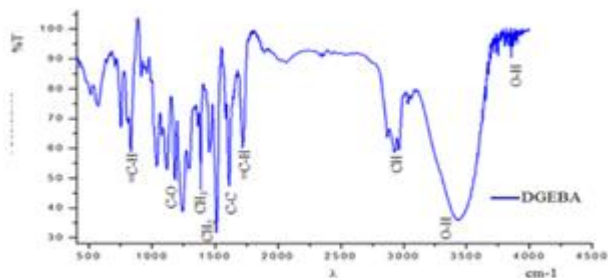


Fig. 1

Spectrum  
DGEBA

În figura 1 este prezentat spectrul în infraroșu a transformatei Fourier, rășină F

DGEBT, banda de absorbție de grup CF apare la  $1105\text{ cm}^{-1}$ . Celelalte benzi caracteristice absorbante, de  $910\text{ cm}^{-1}$  și  $835\text{ cm}^{-1}$  indică prezența epoxi Glicidil.

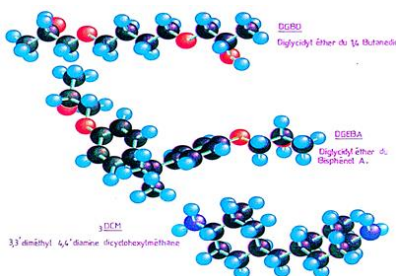


Fig. 2 Prezentarea în 3D: atomii de carbon BADGE sunt prezentați în negru, cei de hidrogen în albastru, iar cei de oxigen în roșu

În figurile 2 și 3 sunt reprezentări 3D și 2D ale rășinilor.

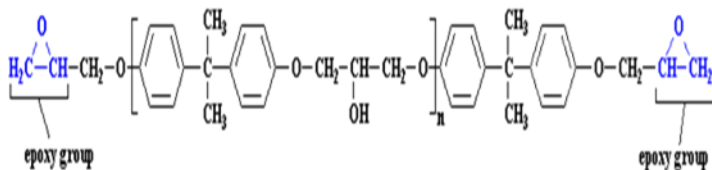


Fig. 3 Prezentarea în 2D a diglicidil eter de Bisfenol A (DEGBA)

### 3. Adaosuri minerale

Nanocompozitul hibrid a fost preparat utilizând matricea diglicidil eter de Bisfenol A (DEGBA) amestecat cu nanoadaosuri minerale, cu un conținut foarte ridicat de siliciu, cum ar fi fumul de siliciu, roca vulcanică (puzolan) și zgura de furnal. Șase adaosuri de diferite concentrații masice % (0, 20, 30, 40, 50 și 60 %) și două mărimi de particule au fost studiate în prezența diluantului care a servit pentru reducerea vâscozității amestecului.

#### 3.1. Caracteristicile adaosurilor minerale

Adaosul utilizat în această lucrare este roca vulcanică naturală (Puzolan PZ) recuperată din depozitul Beni Saf, Algeria. Mostrele de material au fost măcinate mecanic până la obținerea unor particule de dimensiuni foarte mici ( $\varnothing < 10 \mu\text{m}$ ), figura 4. Acest material mineral este amorf, cu un conținut foarte bogat în siliciu ( $\text{SiO}_2 = 60,67 \%$ ;  $\text{CaO} = 8,98 \%$ ;  $\text{MgO} = 3,45 \%$ ;  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 15,10 \%$ ;  $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 5,14 \%$ ), și câteva urme de alcaline. Masa volumică vrac pentru acest material este de  $2,66 \text{ g/cm}^3$ .

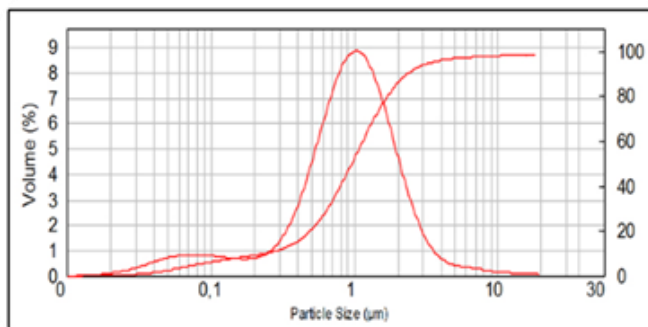


Fig. 4

Distribuția mărimii particulelor de puzolan

În figura 4 este prezentată distribuția particulelor de puzolan, unde se poate observa o foarte mare parte de particule cu un diametru mai mic de  $4 \mu\text{m}$  și o majoritate a acestora în jurul valorii de  $0,98 \mu\text{m}$ .

În figura 5 este prezentată o cantitate semnificativă în fază amorfă, dar de asemenea sunt vizibile și fazele cristaline. De asemenea

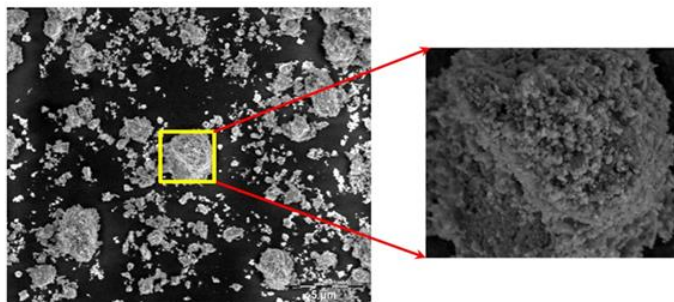


Fig. 5 Imaginea eșantionului la Microscop Electronic(SEM)

se poate observa că particulele au o porozitate foarte ridicată, ceea ce explică o suprafață superficială foarte mare, determinată cu ajutorul metodei BET, cu valoare de  $23,5 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ .

### 3.2. Caracteristici și măsurători

Constanta dielectrică a materialelor compozite a fost măsurată la diferite temperaturi ( $25, 40, 60$  și  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ ), de un analizor de impedanță (RLC meter Wayne Kerr 6500P) și o rată a frecvenței de  $1 \text{ kHz}$  și  $10 \text{ kHz}$ . În figura 6 este prezentată o schemă a echipamentului cu care au fost efectuate măsurătorile.

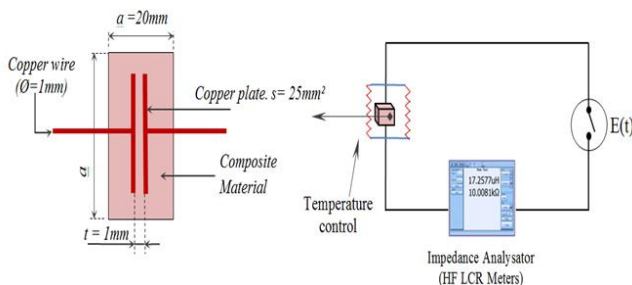


Fig. 6

Schema echipamentului de măsurare

#### 4. Rezultate și discuții

Obiectivul principal al verificărilor experimentale a fost acela de a examina influența temperaturii și a adaosurilor de puzolan în modificarea parametrilor electrici.

În figura 7 și figura 8, constantele dielectrice ale epruvetelor sunt prezentate grafic în funcție de adaosuri.

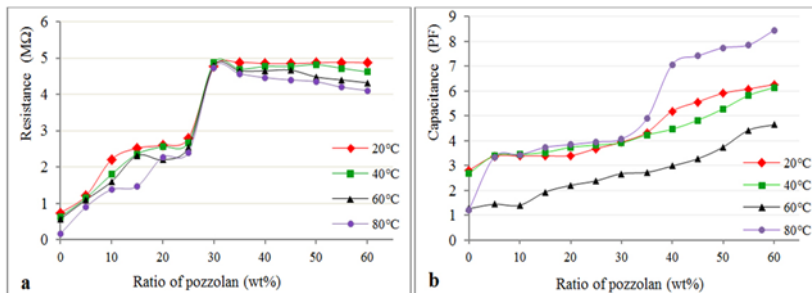


Fig. 7 Constanta dielectrică măsurată la 1kHz în funcție de încărcătură și temperatură, (a) rezistența electrică MΩ, (b) capacitanța, PF

Pentru rezistența electrică (figura 7) putem observa că la un adaos de 30 %, am obținut valoarea maximă 4,60 la 4,87 MΩ și de asemenea avem o rezistivitate de  $1,94 \Omega \cdot 10^{11} \Omega \cdot m$ .

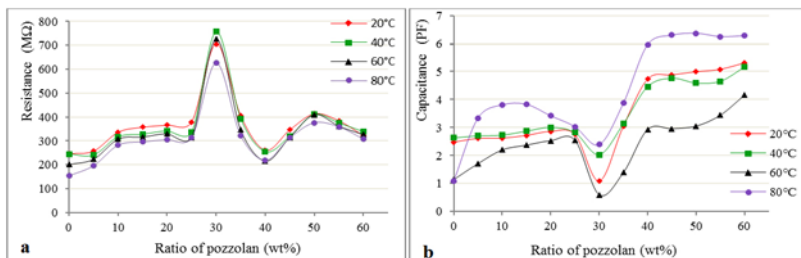


Fig. 8 Constanta dielectrică măsurată la 10 kHz în funcție de adaos și temperatură, (a) rezistența electrică MΩ, (b) capacitanța, PF

Rezultatul obținut pentru o frecvență de 10 kHz, este similar cu cel obținut pentru o frecvență de 1 kHz. Adaosurile de material pentru un procentaj de 30 % dau valori maxime diferite.

De asemenea, o bună distribuție a adaosului în matricea epoxi poate da rezultate foarte bune, rezistivitatea fiind de asemenea ridicată,  $3,17 \cdot 10^{13} \Omega \cdot m$ .

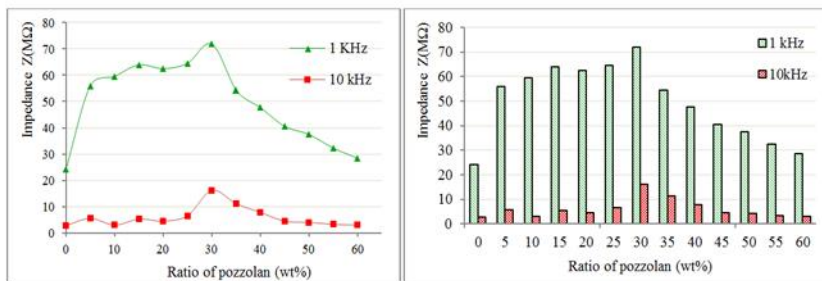


Fig. 9 Impedanța electrică măsurată la 1 kHz și la 10 kHz în funcție de cantitatea de adaos

În figura 8 și în figura 9 putem observa că materialele compozite cu diferite adaosuri de material (%) au valori dielectrice apropiate pentru cele două frecvențe 1 kHz și 10 kHz, în jurul cantității de 30 %. Acest lucru indică faptul că particulele de încărcătură formează în plus o izolare termică în sistemul compozitelor. Acest lucru este intuitiv, deoarece izolarea termică intrinsecă a puzolanului este mult mai mare, tocmai de aceea rășina epoxi în prezența particulelor de puzolan, care au o bună distribuție, reduce conductivitatea globală.

În figura 10 este redată difracția X pentru trei materiale: puzolan, rășina epoxi și microcompozitul DGEBA.

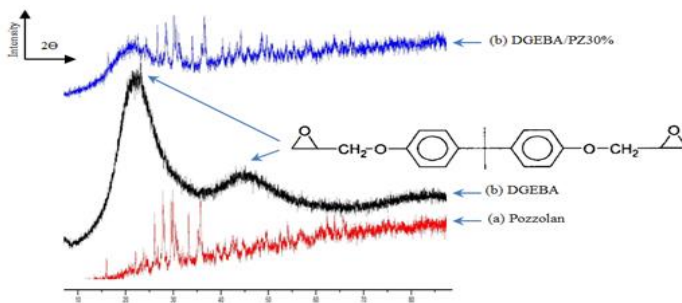


Fig.10 Difracția X-ray pentru (a) puzolan, (b) rășina epoxi DGEBA, (c) microcompozite DGEBA/PZ 30 %

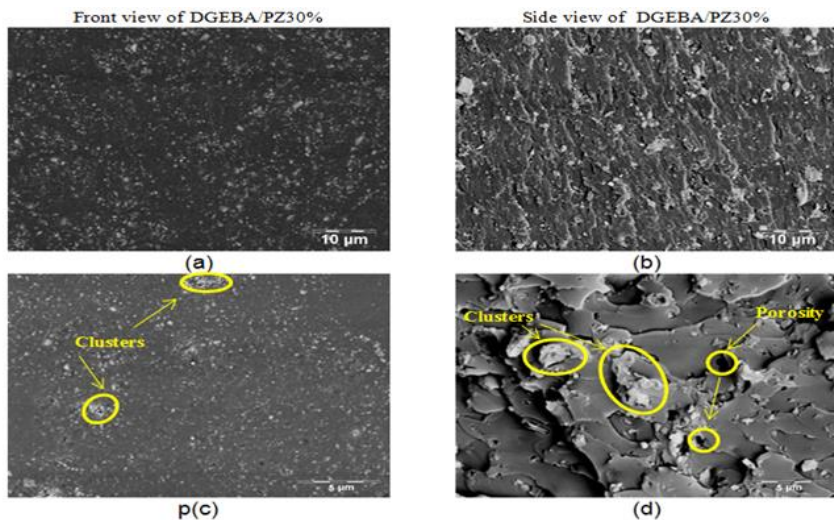


Fig. 11 Imagine SEM a compozitelor cu adaos de puzolan (DGEBA/PZ 30 %)

În figura 11 (a) se poate observa că particulele de puzolan sunt foarte bine distribuite în matricea epoxi. Mai mult decât atât, cele foarte fine este probabil să nu fi fost identificate de către microscopul electronic (SEM). În imaginea (b), particulele care au un diametru cuprins între 4 și 10 μm formează o crustă, dar pot fi de asemenea observați macro și micro-pori. Morfologia matricelor, dar și formarea de aglomerări, datorită neomogenizării acestora pot genera apariția unor defecte majore în structură. Porozitatea internă este mult mai concentrată în zonele în care distribuția particulelor este perturbată.

## BIBLIOGRAFIE

- [1] Laine, R.M., Choi, J., Lee, I., *Organic-Inorganic Nanocomposites with Completely Defined Interfacial Interactions*, Adv. Mater. 13, 800-3 (2001).
- [2] Lichtenhan, J.D., Otonari, Y.A., Carr, M.J., *Linear hybrid polymer building-blocks*. Macromolecules, 28, 8435-8437 (1995).
- [3] Fong, H., Dickens, S.H., Flaim, G.M., *Evaluation of dental restorative composites containing polyhedral oligomeric silsesquioxane methacrylate*. Dent Mater, 21, 520 (2005).

- [4] Kannan, R.Y., Salacinski, H.J., Butler, P.E., Seifalian, A.M., *Polyhedral oligomeric silsesquioxane nanocomposites: the next generation material for biomedical applications*. Acc Chem Res. 38(11), 879-84, (2005).
- [5] Nikolic, Lj., Skala, D., Nikolic, V., Stamenkovic, J., Babic, D., Ilic-Stojanovic, S., *Methylmethacrylate and acrylamide crosslinked macroporous copolymers*. J. Appl. Polym. Sci. 2004, 91, 387-395.
- [6] Nikolic, Lj., Raskovic, Lj., Stamenkovic, J., Nikolic, V., *Crosslinking of the thermoreactive polyacrylates in polymer coating*, World Polym. (Serb.) 2000, 3, 6-10.
- [7] Nikolic, Lj., Nikolic, V., Stankovic, M., Todorovic, Z., Vukovic, Z., *Porous poly(methylmetacrylate) and poly(methylmetacrylate-co-acrylamide)*. Chem. Ind. (Serb.) 2006,60, 327-332.
- [8] Du, B.X., Zhang, J.W., Gao, Y., *Effects of TiO<sub>2</sub> particles on surface charge of epoxy nanocomposites*, *Dielectrics and Electrical Insulation*, IEEE Transactions on (2012) (Volume:19 , Issue: 3).
- [9] Damman, S.B., Buijs, J.A.H.M., van Turnhout, J., *Polymer* 35 (1994) 2364–2371.
- [10] Avakian, P., Coburn, J.C., Connolly, M.S., Sauer, B.B., *Polymer* 37 (1996) 3843– 3850, 548.
- [11] Sinh, L.H., et al., *Reactive & Functional Polymers* 72, 542–548 (2012).

Drd.Ing. Dorel BUNCIANU  
Școala Doctorală, Universitatea „Politehnica” din Timișoara,  
e-mail: dorelbuncianu@yahoo.com

Prof.univ.em.Dr.Ing. Mihai JĂDĂNEANȚ  
Școala Doctorală, Universitatea „Politehnica” din Timișoara,  
membru AGIR  
e-mail: mihai\_jadaneant@yahoo.com