



A XI-a Conferință Națională multidisciplinară – cu participare internațională,  
"Profesorul Dorin PAVEL – fondatorul hidroenergeticii românești",  
SEBEȘ, 2011

## **OBȚINEREA ȘI CARACTERIZAREA COMPORTĂRII ELECTRICE A UNOR COMPOZITE POLIMERICE CU INCLUZIUNI ANORGANICE**

Rodica CREȚ, Cristian FĂRCAȘ, Maria GOREA, Dănuț MATEESCU

### **L'OBTENTION ET LA CARACTÉRISATION DU COMPORTEMENT ÉLECTRIQUE DE COMPOSÉS POLYMÉRIQUES À INCLUSIONS INORGANIQUES**

Le papier présente la modalité de réalisation de certains diélectriques non homogènes en verre/polymère ou rutil/polymère. On indique les valeurs des permittivités relatives et des résistivités électriques pour plusieurs mélanges conçus et on a mis en l'évidence l'influence du diamètre des billes de verre sur ces propriétés.

Mots-clés: diélectriques, polymères composites, la permittivité relative, le volume de concentration, le facteur de perte

Cuvinte cheie: dielectrici, compozite polimerice, permitivitate relativă, concentrație volumică, factor de pierderi

#### **1. Introducere**

Realizarea de noi materiale, cu performanțe superioare, rămâne o preocupare mereu actuală pentru specialiștii care lucrează în domeniul științei și ingineriei materialelor. Un astfel de obiectiv poate fi atins numai pe baza unei cunoașteri aprofundate a proprietăților de material. Explicarea corectă a acestora reprezintă cheia înțelegerii comportării materialelor în decursul proceselor tehnologice de fabricație a echipamentelor și dispozitivelor, și, mai ales, în decursul exploatării

lor. Numai pe baza unei bune înțelegeri a comportării materialelor, se pot alege sau propune soluții corecte la diversele probleme ivite în exploatarea acestora [2, 3, 6, 7].

Materialele polimerice sunt folosite tot mai des în diverse câmpuri de activitate și studiul proprietăților lor constituie un subiect de mare interes în domeniul materialelor utilizate în sistemele de izolație.

Dintre acestea, o mare amploare a luat folosirea materialelor compozite ale căror proprietăți mecanice deosebite (combinația unică de densitate mică și rezistență mecanică mare) a dus nu numai la studierea proprietăților lor mecanice, dar și la o tehnologie de fabricație foarte avansată. Prin comparație, s-a acordat puțină atenție altor proprietăți fizice care au afectat folosirea lor ca materiale izolante. În prezent ele au început să fie folosite ca izolanți electrici în sistemele de izolație, înlocuindu-se materialele izolante tradiționale (ulei, hârtie, sticlă, ceramici etc) cu materiale compozite bazate pe polimeri. Acestea sunt mai ieftine și poluează mai puțin mediul ambiant. De aceea, ele sunt foarte studiate de mulți cercetători pentru a se descoperi alte materiale mai rezistente la solicitările electrice și cu preț de cost mai scăzut [1, 4, 5, 6]. Avantajul principal al materialelor compozite este posibilitatea de a le modela pentru scopuri speciale. Totuși, folosirea lor se datorează mai mult îmbunătățirii tehnologiilor care permit obținerea unei precizii ridicate în fabricarea lor decât unei mai bune înțelegeri a proprietăților lor, ca funcție univocă de natura componentelor.

Modelarea numerică [1, 4, 5, 8] ce poate fi utilizată pentru determinarea permitivității efective trebuie neapărat însoțită de serioase studii experimentale. Un studiu privind proprietățile lor de conducție, realizat pe baza analizei curenților de absorție și resorbție întregeste cunoașterea în domeniul proprietăților electrice ale acestor materiale care sunt utilizate ca izolanți electrici.

## **2. Obținerea compozitelor pe bază de polimeri**

Amestecurile studiate au fost realizate dintr-un polimer (o rășină sintetică cu întărire la temperatura camerei) cu umplutură anorganică. Drept componentă de bază (matrice) a fost aleasă o rășină epoxidică Dinox 010 sau un poliester, cu durificator (în fază lichidă), iar componentele de umplere au fost bile de sticlă cu diverse diametre (de la  $\Phi = 63 \mu\text{m}$  până la  $\Phi = 1 \text{ mm}$ ) obținute prin măcinare și cernere succesivă prin site de finețe mărită sau pulbere de rutil. Compoziția obținută din rășină, durificator în stare lichidă și componenta de umplere a fost amestecată (manual), în vederea omogenizării, timp de

10 minute și apoi a fost turnată în matrițe. S-au obținut astfel discuri cu diametrul de aproximativ 100 mm și grosimi între 2 și 4 mm. Pentru măsurători în înaltă frecvență, cu Q-metrul, din acestea s-au debitat eșantioane cu diametrul de 50 mm. Obținerea suprafețelor plan paralele ale eșantioanelor pentru măsurători s-a realizat prin șlefuirea pe piatră de polizor sau pat granular abraziv urmată de o curățare a suprafețelor cu alcool tehnic. Controlul grosimii epruvetelor s-a făcut prin măsurare cu micrometrul în cinci puncte. S-au turnat cel puțin trei eșantioane din fiecare compoziție rezultatele experimentale fiind media aritmetică a determinărilor pe cele trei epruvete. Deoarece umpluturile ceramice prezintă muchii ascuțite, dure, ceea ce nu permite obținerea de suprafețe destul de fine, s-au depus pe acestea armături metalice din argint coloidal, cu uscare în aer. În ceea ce privește concentrațiile volumice ale pulberilor înglobate nu s-a putut merge mai sus de 42 % la sticlă, respectiv 45 % la  $\text{TiO}_2$  în rășină epoxidică și 65 % la sticlă în poliester.

Pentru măsurătorile în joasă frecvență s-a utilizat o punte RLC tip HM 8018 – Hameg, cu gradul de precizie de 10 % și o punte Schering TR 9701 cu o precizie de 3,5 %, iar pentru cele la înaltă frecvență s-a utilizat un Q-metru tip Tesla BM 409 G cu o eroare de măsură de  $10\% \pm 5 \cdot 10^{-5}$  în intervalul 16-100 MHz. Condensatoarele de măsură au fost cele aflate în dotarea punții sau a Q-metrului. Curenții de absorbție și resorbție au fost mășurați cu un electrometru Keithley model 6571A, conectat la un calculator PC Pentium pentru înregistrarea valorilor măsurate. Probele au fost introduse în celula de măsură din dotarea electrometrului, supuse la o tensiune continuă de 500 V la încărcarea dielectricului (timp de o oră) și după deconectarea tensiunii, s-a înregistrat curentul de resorbție (timp de două ore).

### **3. Studii experimentale privind estimarea permitivității efective a compozitelor la diverse concentrații ale incluziunilor**

S-a luat în studiu atât cazul amestecurilor dielectrice binare cu permitivitățile relative ale celor două componente apropiate (tip I) cât și cel cu permitivități mult diferite (tip II). Determinările experimentale s-au făcut pe epruvete turnate din următoarele compoziții:

- tip I: rășină epoxidică ( $\epsilon_{r1} = 4$ ) sau poliester ( $\epsilon_{r1} = 3,04$ ) cu bile de sticlă ( $\epsilon_{r2} = 6,4$ ) – RS, respectiv – PS;

- tip II: rășină epoxidică sau poliester cu pulbere de rutil ( $\epsilon_{r2} = 100$ ), RR, respectiv PR.

Variația permitivității efective a compozitelor RS cu concentrația volumică a incluziunilor este redată în figurile 1 și 2 - la joasă și respectiv, înaltă frecvență.

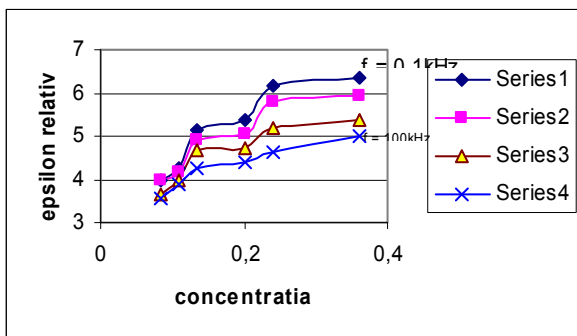


Fig.1 Variația  $\epsilon_{ef}$  a amestecului RS cu concentrația la joasă frecvență:  
1 - 0,1 kHz; 2 - 0,5 kHz; 3 - 1 kHz; 4 - 100 kHz

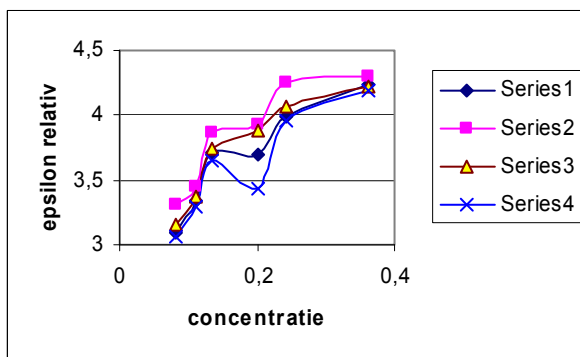


Fig. 2 Variația  $\epsilon_{ef}$  a amestecului RS cu concentrația la înaltă frecvență:  
1 - 16 MHz; 2 - 51 MHz; 3 - 74 MHz; 4 - 123 MHz

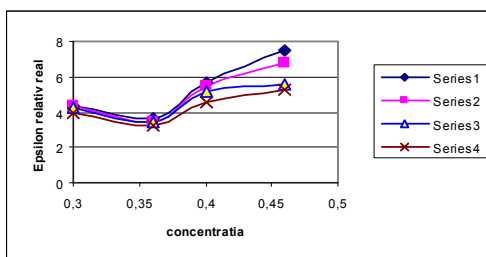


Fig. 3 Variația permitivității amestecului PS cu concentrația volumică a bilelor de sticlă la frecvențe joase: 1 - 0,1 kHz; 2 - 0,5 kHz; 3 - 1 kHz; 4 - 10 kHz

La compozitul poliester/sticlă – PS s-au făcut măsurători la joasă frecvență, rezultatele fiind ilustrate în graficele din figura 3.

Pentru a ilustra influența dimensiunilor incluziunilor asupra permitivității efective s-au turnat epruvete cu aceeași concentrație a incluziunilor ( $q = 9,8 \%$ ), din rășină epoxidică și bile de sticlă, RS cu diametre diferite ( $\Phi \leq 63 \mu\text{m}$  – RS1, RS2 și RS3;  $63 \mu\text{m} < \Phi \leq 200 \mu\text{m}$  – RS4, RS5, RS6;  $200 \mu\text{m} < \Phi \leq 530 \mu\text{m}$  – RS7, RS8, RS9 și  $530 \mu\text{m} < \Phi \leq 1000 \mu\text{m}$  – RS10, RS11, RS12. Rezultatele experimentale obținute în urma măsurătorilor efectuate cu puntea RLC – Hameg, la patru valori ale frecvenței ( $f = 0,1; 1; 10$  și  $25$  kHz), precum și valorile medii ale lotului de trei epruvete cu același diametru al bilelor de sticlă sunt redate în tabelul 1 (Permitivitatea efectivă a compozitelor RS cu diverse diametre  $\Phi$  ale bilelor de sticlă).

Tabelul 1

Tip	$\Phi$ , $\mu\text{m}$	$\epsilon_{\text{ref}}$ , la frecvențele, în [kHz]:				$\epsilon_{\text{ref}}$ , la frecvențele, în [kHz]:			
		0,1	1	10	25	0,1	1	10	25
epv									
RS1	$\Phi \leq 63$	4,24	3,89	3,71	3,65				
RS2		4,52	4,22	4,02	3,93	3,9	3,65	3,49	3,42
RS3		2,94	2,83	2,73	2,68				
RS4	63 ...	3,96	3,70	3,53	3,46				
RS5	200	3,12	2,94	2,83	2,79	3,81	3,56		3,34
RS6		4,35	4,06	3,87	3,78				
RS7	200...	2,16	2,103	2,038	2,01				
RS8	530	3,63	3,391	3,238	3,175	2,74	2,62	2,51	2,46
RS9		2,43	2,387	2,251	2,222				
RS10	530	3,95	3,604	3,416	3,346				
RS11	1000	4,30	3,806	3,545	3,466	3,58	3,24	3,07	3,01
RS12		2,49	2,329	2,251	2,221				

Tabelul 2

Amestec RR					Amestec PR				
conc.	frecvența, in [kHz]				conc.	frecvența, in [kHz]			
%	0,1	1	10	25	, %	0,05	0,1	0,5	1
8	3,48	3,34	3,18	3,11	5,1	2,69	2,65	2,63	2,59
13,2	3,96	3,72	3,52	3,45	12,5	2,79	2,78	2,37	2,37
19	5,36	5,06	4,61	4,49	15,95	3,44	3,42	2,90	2,87
23,4	405	3,74	3,51	3,44	17,98	3,81	3,77	3,73	3,71
26,2	4,58	4,35	4,01	3,89	20,50	4,35	4,32	4,31	4,31
-	-	-	-	-	22,12	4,82	4,43	4,42	4,41

S-au studiat și amestecuri de tip II cu permitivități mult diferite ale componentelor: amestec de rășină epoxidică cu rutil ( $\text{TiO}_2$ ) – RR și poliester/rutil – PR, valorile medii ale permitivității efective, măsurate pe cele cinci epruvete, – la diferite frecvențe - fiind date în tabelul 2 (Permitivitatea efectivă a compozitelor cu rutil).

#### 4. Studiul proprietăților de conducție

La compozitele turnate s-au făcut determinări foarte precise de rezistivitate prin înregistrarea curbelor curenților lor de absorbție. și de resorbție. Pentru un compozit RS cu 14,9 % sticlă este redată curba curențului de absorbție în figura 4,a și pentru unul PS cu 15,4 % sticlă sunt redate curbele acestor curenți (figura 4, b) și variația rezistivității în timp (figura 5).

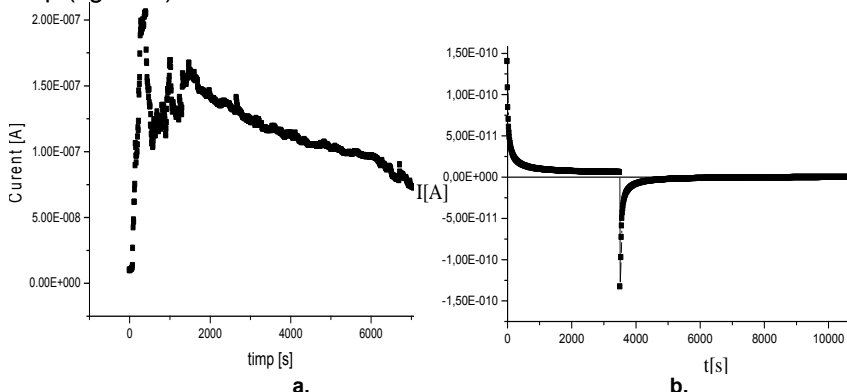


Fig. 4 Curbele curenților de absorbție/resorbție la compozitele:  
a – RS cu 14,9 % sticlă; b – PS cu 15,4 % sticlă

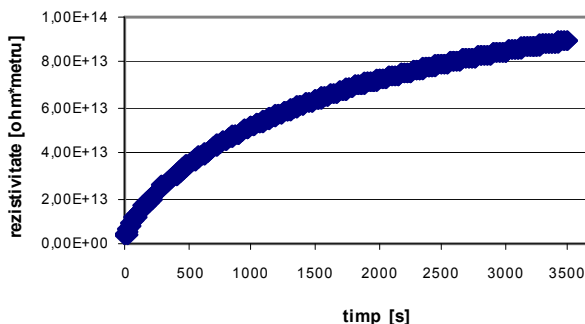


Fig. 5 Variația rezistivității în timp la compozitul PS cu 15,4 % sticlă

## 5. Discuții

Așa cum se poate observa din figurile 1 și 2 – ridicate pentru compozitul RS, variațiile permitivității efective cu concentrația la diferite frecvențe au aluri destul de apropiate, abateri mai mari apărând la frecvențe foarte înalte, explicabile prin erorile de măsurare ce pot apărea în acest domeniu de frecvențe.

Se constată atât la compozitul RS cât și la cel PS (figura 3) că există o valoare a concentrației  $q$  la care apare o anomalie (permitivitatea efectivă a compozitului,  $\epsilon_{ef}$  scăzând cu concentrația), această valoare critică fiind mai mare la compozitele PS ( $q = 36\%$ ) decât la RS ( $q = 20\%$ ), ceea ce se poate explica prin vâscozitatea mai mică a poliesterul, ceea ce determină o încorporare mai ușoară a umpluturii de sticlă.

Din analiza datelor înscrise în tabelul 1 se observă că, în general, prin creșterea diametrului bilelor de sticlă scade permitivitatea (pentru  $f = 0,1$  kHz, de la 3,9 la 3,58) cu o excepție pentru diametre între 200 și 500  $\mu\text{m}$  ( $\epsilon_{ref}=2,74$ ).

Datele din tabelul 2 indică faptul că există și în cazul amestecurilor cu componente de permitivități foarte diferite o concentrație critică la care permitivitatea scade (24,3 % la RR ), ea nefiind evidențiată la compozitul PR până la concentrațiile cu care s-a lucrat.

Curenții de absorbție și resorbție înregistrați indică variații mari în timp, chiar și cu două ordine de mărime, variații care se regăsesc și la curbele de variație ale rezistivității în timp.

## 6. Concluzii

- Realizarea de materiale compozite polimerice cu proprietăți electrice foarte bune rămâne o problemă de mare actualitate datorită faptului că ele prezintă avantajul unui preț de cost redus și a unei tehnologii de obținere la îndemână.

- Se remarcă existența unei concentrații critice la care permitivitatea efectivă a compozitului scade deși concentrația incluziunilor crește. Rezultatele experimentale indică și o influență a mărimii bilelor de sticlă asupra proprietăților electrice ale acestuia.

- Analizând graficele de variație ale rezistivității în timp se desprinde recomandarea ca, la măsurătorile de rezistivitate să se

indice întotdeauna timpul după care s-a făcut citirea curenților de conducție (din curba de evoluție a curențului de absorbție) din momentul aplicării tensiunii continue.

## BIBLIOGRAFIE

- [1] Creț, R., *Contribuții la studiul dielectricilor neomogeni*, Teză de doctorat, Cluj Napoca, 2004.
- [2] Creț, R., ș.a., *Eperimental Study of Electric Behavior of Some Glass/Polymer Composites*, În: Acta electrotehnica, vol.45, no.2, 2004.
- [3] Creț, R., *Materiale electrice*, Editura Mediamira, Cluj Napoca, 2007.
- [4] Creț, R., ș.a., *Numerical Simulations and Experimental Analysis of the Polymers Non-Homogeneous Dielectrics* . Proceedings of the International Conference "Materials for Electrical Engineering"- MmE 2006, București, 2006.
- [5] Lebey, T., ș.a., *Electrical Study of Model Composites Material*, În: IEEE, 1992.
- [6] Noțingher, P., *Materiale electrotehnice*. Vol I și II., Editura Politehnica Press, București, 2005.
- [7] Tareev, B.M., *Fizika Dielectriceskih Materialov, Energoizdat*, Moskva, 1982.
- [8] Tuncer, E., ș.a., *Dielectric Mixtures: Electrical Proprieties and Modeling*, În: IEEE Transaction on Dielectrics and Electrical Insulation, no. 5, oct. 2002.

Conf.Dr.Ing. Rodica CREȚ  
Facultatea de Inginerie Electrică  
membru AGIR  
e-mail: rodica.cret@eps.utcluj.ro  
Conf.Dr.Ing. Cristian FĂRCAȘ  
Facultatea de Electronică și Telecomunicații  
Universitatea Tehnică din Cluj-Napoca  
Conf.Dr.Ing. Maria GOREA  
Facultatea de Chimie și Inginerie Chimică,  
Universitatea Babeș-Bolyai, Cluj-Napoca  
membruAGIR  
Ing. Dănuț MATEESCU  
profesor, Colegiul Național „Spiru Haret”, Târgoviște