



## **Grupo de Estudo de Transformadores, Reatores, Materiais e Tecnologias Emergentes - GTM**

### **Estudo de Nanocompósitos Isolantes de Epóxi/Alumina**

**ALEXANDER POLASEK (1); PAULO SERGIO DA SILVA CARVALHO (2); ARTHUR DE CASTRO RIBEIRO (1);  
PAULA MENDES JARDIM (2);  
Cepel (1); UFRJ (2);**

#### RESUMO

Compósitos de matriz polimérica reforçados com cargas minerais são materiais amplamente utilizados em diversas áreas. No setor elétrico, tais materiais podem ser utilizados como isolantes elétricos. A alta concentração de cargas adicionada aos compósitos tradicionais traz limitações como o aumento do peso e a diminuição da processabilidade dos materiais.

Estudos recentes mostram que a adição de nanopartículas à matriz polimérica, em frações de até 5-10% em peso, levam ao aumento de diversas propriedades dielétricas. O presente trabalho investiga como algumas propriedades dielétricas de nanocompósitos constituídos de resina epóxi com nanopartículas de alumina varia em função do tamanho e dispersão das partículas.

#### PALAVRAS-CHAVE

Nanocompósitos, Resina epóxi, Alumina, Rigidez dielétrica, Permissividade relativa

#### 1.0 - INTRODUÇÃO

Resinas epoxídicas são polímeros termorrígidos amplamente utilizados como matriz em compósitos para isolamento elétrico. A adição de cargas minerais à matriz polimérica é fundamental para que sejam alcançadas as propriedades mecânicas, elétricas e térmicas necessárias para o desempenho esperado do componente. Comumente, tais partículas são utilizadas com dimensões micrométricas, com concentrações na ordem de 50% em peso [1].

Um problema encontrado na utilização das micropartículas é a dificuldade de se conseguir melhorias significativas nas propriedades dos materiais sem aumento da proporção de carga utilizada. A necessidade da utilização de grande quantidade de carga mineral acaba aumentando o peso do componente e aumentando a viscosidade da mistura, o que dificulta a processabilidade do material (1,2). Estudos recentes sobre nanocompósitos mostram que a adição de nanopartículas à matriz polimérica, em frações de até 5-10% em peso, levam ao aumento de diversas propriedades dielétricas. Esta melhoria de propriedades está relacionada a elevada área superficial específica, característica das nanopartículas (2,3,4).

Para que as propriedades desejadas dos nanocompósitos sejam obtidas, é necessário que haja uma ótima dispersão das partículas dentro da matriz, maximizando as interfaces geradas entre as mesmas. A obtenção de uma dispersão ideal, porém, é a maior dificuldade existente na produção de um nanocompósito. Por possuírem energia superficial elevada, as nanopartículas tendem a se ligar fortemente umas às outras, formando aglomerados difíceis de serem desfeitos. Outro fator essencial é a compatibilidade das nanopartículas com a matriz polimérica. Uma boa compatibilidade interfacial nanopartículas/matriz é necessária para se alcançar boas propriedades. A modificação superficial das nanopartículas com agentes compatibilizantes é uma das abordagens mais eficientes

(\*) Centro de Pesquisas de Energia Elétrica (Cepel), Av. Horácio Macedo, 354, 21941-911 - Rio de Janeiro - RJ  
Brasil, Tel: (+55 21) 2598-6069, E-mail: polasek@cepel.br

(4,5). Deste modo, é necessário buscar correlacionar o grau de dispersão e a compatibilização interfacial com as propriedades dielétricas, de modo a possibilitar o maior desenvolvimento desses materiais e a aplicação dos mesmos em maior escala.

O presente trabalho investiga a variação de algumas propriedades dielétricas (permissividade e rigidez dielétrica) de nanocompósitos constituídos de resina epóxi reforçada com nanopartículas de alumina em função do tamanho e dispersão das partículas. Além disso, busca-se analisar a eficiência dos processos utilizados para dispersar as mesmas na matriz polimérica.

## 2.0 - MATERIAIS E MÉTODOS

Os estudos presentes foram realizados mediante a produção de nanocompósitos com matriz de resina epóxi, reforçado com nanopartículas de alumina. Dois tipos de nanopartículas foram utilizadas, que produziram os dois tipos de nanocompósitos estudados. Em ambos, a resina epóxi utilizada foi a Araldite GY 260, da fabricante Huntsman, e o endurecedor Aradur XB 3473, uma amina especial, também da fabricante Huntsman. A proporção de endurecedor foi de 23%, como sugerido pelo fabricante. Como cargas, dois tipos de nanopartículas de alumina foram utilizadas. A primeira, com nome comercial de Spectral 81, da fabricante Cabot, e a segunda sendo a Alumina nanométrica da fabricante Sigma Aldrich. A fração em massa de nanocargas adicionadas à matriz foi de 5% para os nanocompósitos com os dois tipos de alumina. Por fim, a resina epóxi pura também foi processada e analisada, visando a determinar como a adição das cargas altera as propriedades do polímero.

A influência das cargas no comportamento dielétrico dos materiais foi analisada através da determinação da rigidez dielétrica e da permissividade relativa, tanto dos nanocompósitos quanto do polímero puro. A caracterização microestrutural dos compósitos e das nanopartículas também foi realizada, buscando relacionar os resultados elétricos com a microestrutura obtida. Para cada tipo de material, 3 corpos de prova foram produzidos.

### 2.1 Processamento e preparação das amostras

Moldes de aço inoxidável com as dimensões apropriadas para o ensaio de rigidez dielétrica foram utilizados na produção dos CPs. Em todos os três materiais, a resina e o endurecedor foram misturados manualmente antes de serem levados à estufa a vácuo para a retirada das bolhas de ar. Para a produção dos nanocompósitos, a carga foi cuidadosamente adicionada à resina antes da adição do agente de cura, num processo que consiste em: secagem da carga e da resina em estufa a vácuo por 24 horas, seguido da dispersão da carga em acetona, por sonicção, durante 30 minutos. A seguir, a resina epóxi é adicionada a suspensão e sonicada novamente por 30 minutos. A retirada da acetona da mistura é realizada, por vácuo e aquecimento, durante 24 horas. O endurecedor é então adicionado à mistura, com agitação manual branda, seguido de vácuo e banho de ultrassom para a retirada de bolhas. Por fim, a mistura é despejada em moldes pré-preparados com agente desmoldante e levados ao ciclo térmico de cura e de pós cura (2 horas a 120 °C, seguido de 2 horas a 140 °C e 2 horas a 180 °C).

### 2.2 Ensaio de rigidez dielétrica

Após a obtenção dos corpos de prova (placas quadradas com área de 100 cm<sup>2</sup> e espessura na região central de aproximadamente 1 mm, ilustrado na Figura 1a), foram realizados ensaios para determinação da rigidez dielétrica, no Laboratório de Propriedades Elétricas e Magnéticas do CEPEL, com base nas normas ASTM D149 – 09 (*Dielectric Breakdown Voltage and Dielectric Strength of Solid Electrical Insulating Materials at Commercial Power Frequencies*) e ABNT NBR 7559 (Ensaio de Rigidez Dielétrica de Papel Kraft para Transformadores). Foram utilizados eletrodos esféricos com diâmetro de 10 mm e foram ensaiados 3 corpos de prova para cada material. A Figura 1b mostra o esquema do ensaio.

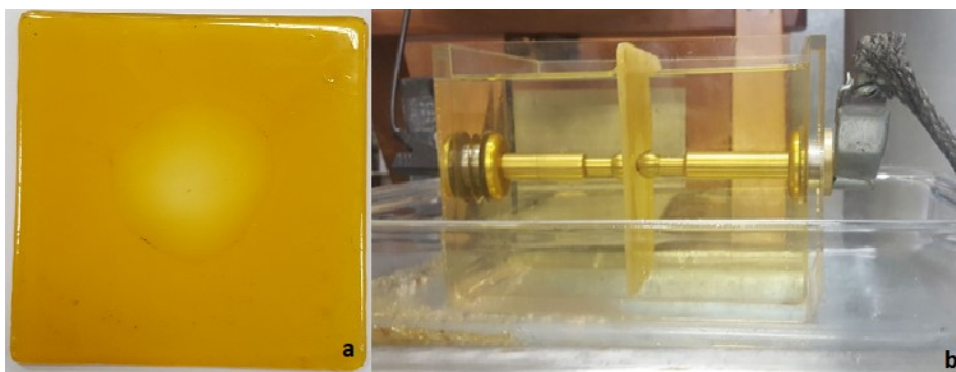


FIGURA 1 - Corpo de prova utilizado (a) e esquema do ensaio de rigidez dielétrica (b)

### 2.3 Determinação da permissividade relativa

A permissividade relativa dos nanocompósitos foi determinada com a utilização de um analisador de indutância (3245, Modelo 29361 da Wayne Kerr), localizado no Laboratório de Propriedades Elétricas e Magnéticas do CEPTEL. O ensaio foi realizado com base na norma ASTM D150:218 (*Standard Test Methods for AC Loss Characteristics and Permittivity (Dielectric Constant) of Solid Electrical Insulation*). O eletrodo utilizado foi cilíndrico, com raio de 0,5 cm. Para minimizar os efeitos de quaisquer heterogeneidades na superfície dos corpos de prova, foram aplicados filmes de carbono, na forma de dois discos paralelos, com raio de 1,5 cm, em cada um dos lados do corpo de prova. Os eletrodos foram, então, posicionados no centro dos discos de carbono. A tensão de 5 V, com frequência de 1kHz, foi aplicada na espessura do material e a capacitância do sistema foi detectada pelo equipamento empregado. Sabe-se que a capacitância num capacitor de placas paralelas pode ser dada pela relação  $Cv = \epsilon_r \epsilon_0 \frac{A}{d}$ , onde  $C_v$  é a capacitância,  $\epsilon_r$  a permissividade relativa,  $\epsilon_0$  a permissividade no vácuo, que vale 8,854 pF/m,  $A$  é a área da placa carregada e  $d$  a espessura da placa. Sendo assim, a permissividade relativa  $\epsilon_r$ , é dada por  $\frac{Cv d}{\epsilon_0 A}$ , em unidade absoluta.

### 2.4 Caracterização microestrutural

A caracterização das duas nanopartículas utilizadas foi realizada com intuito de confirmar seu tamanho e morfologia. Para tal, foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de transmissão. O modelo do microscópio utilizado foi o Tecnai G2 20, da fabricante FEI. Na preparação das amostras, uma pequena quantidade de alumina foi dispersa por ultrassom em álcool etílico absoluto, e uma gota da dispersão de cada material foi despejada em grades de cobre recobertas com filme de carbono.

Na caracterização microestrutural dos compósitos, foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de varredura, com o microscópio modelo Vega 3, da Tescan. Nas análises por microscopia eletrônica de varredura, foi utilizado o modo de baixo vácuo, permitindo que as amostras fossem observadas sem a necessidade de recobrimento condutor.

## 3.0 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise das nanopartículas por microscopia eletrônica de transmissão possibilita uma avaliação da faixa de tamanhos de partículas de cada um dos tipos de alumina utilizados. Dez fotomicrografias de diferentes regiões foram obtidas para cada amostra, permitindo a visualização de uma grande quantidade de partículas. A Figura 2 contém uma imagem de cada alumina utilizada, obtida por microscopia eletrônica de transmissão.

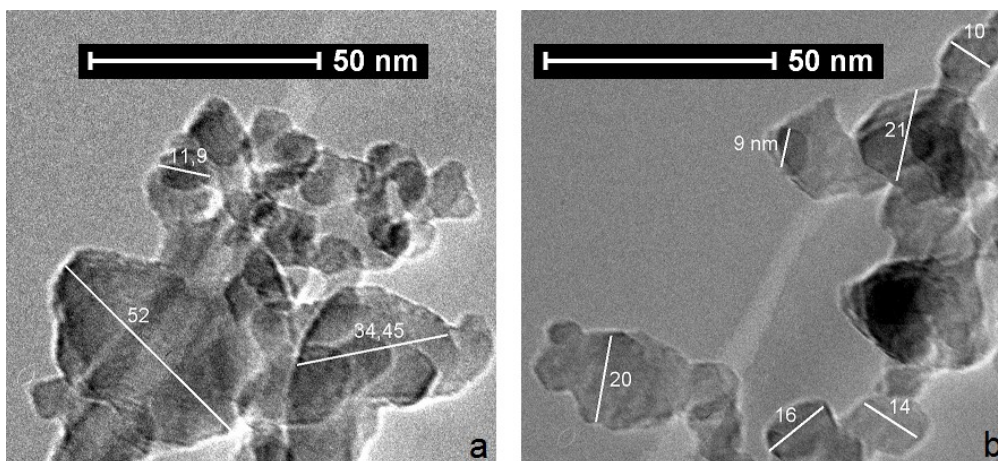


FIGURA 2 - Microscopia Eletrônica de Transmissão: Alumina da Cabot (a) e Alumina da Sigma-Aldrich (b)

Foi possível observar que a faixa de tamanhos de cada uma das nanopartículas utilizadas foi de 10 – 50 nm para a Alumina da Cabot e de 10 – 20 nm para a Alumina da Sigma-Aldrich. Além disso, percebe-se que a morfologia das partículas é mais esférica e homogênea para a segunda fabricante.

As análises por microscopia eletrônica de varredura dos nanocompósitos permitiu a observação de como as nanopartículas se dispersaram na matriz polimérica, o que ajudou a interpretar os resultados dos ensaios dielétricos. As micrografias, apresentadas na figura 3, mostram que em ambos os nanocompósitos as partículas formaram pequenos aglomerados, que se encontram homogêneamente dispersos pela matriz polimérica. No caso dos aglomerados observados na figura 3a, referente ao nanocompósito contendo alumina da fabricante Cabot, percebe-se que seus tamanhos são da ordem de 100 a 200 nm. Já os aglomerados formados pelas nanopartículas

de alumina da fabricante Sigma-Aldrich, apresentados na figura 3b, são menores e não são totalmente resolvidos pelo microscópio. Percebe-se que a ordem dos aglomerados é de dezenas de nanômetros, o que indica que tais aglomerados são formados por relativamente poucas partículas, ou que, em algumas regiões, pode haver partículas isoladas. Fica claro pelas micrografias que houve uma maior dispersão e consequentemente criação de mais interfaces entre matriz/partícula no caso do nanocompósito contendo alumina da Sigma-Aldrich.

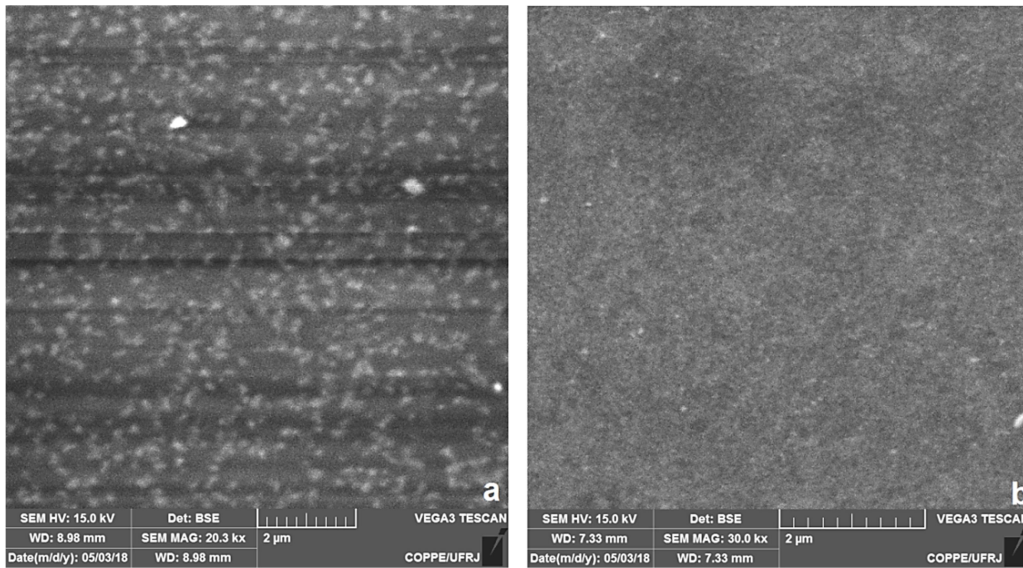


FIGURA 3 - Microscopia eletrônica de varredura: nanocompósito contendo alumina Cabot (a) e nanocompósito contendo alumina Sigma-Aldrich (b)

Os resultados de rigidez dielétrica estão apresentados na figura 4. Percebe-se que houve um aumento de 16% na rigidez dielétrica do material em comparação com a resina pura, quando utilizada a alumina da Sigma-Aldrich. Já com a utilização da alumina Cabot, a rigidez dielétrica da resina permaneceu estatisticamente igual a da resina pura. Os resultados indicam que a melhor dispersão alcançada com a alumina da Sigma-Aldrich levou ao aumento da rigidez dielétrica do material.

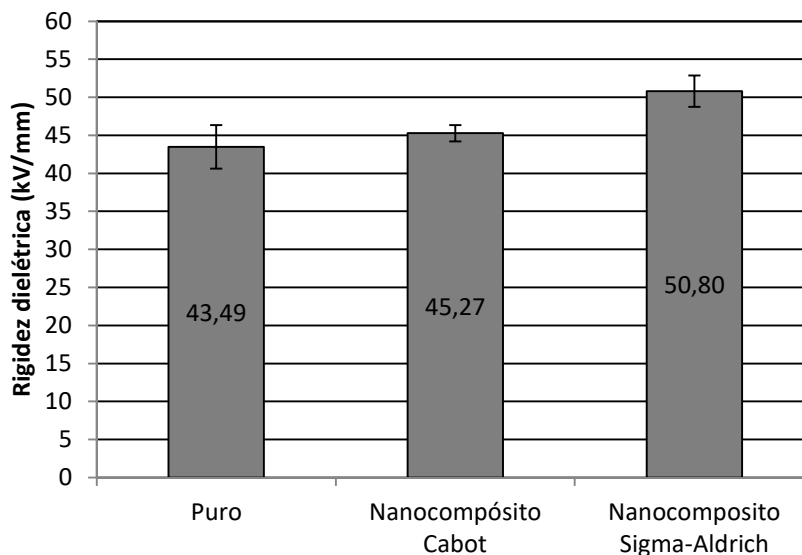


FIGURA 4 – Resultados de rigidez dielétrica

A figura 5 apresenta os resultados de permissividade relativa dos nanocompósitos, para frequência de 1kHz. Pode-se perceber que o nanocompósito contendo alumina da Cabot apresentou um aumento de 12,6% na permissividade relativa quando comparada ao polímero puro. Já o nanocompósito contendo alumina da Sigma-Aldrich apresentou um aumento de apenas 2,8% na permissividade relativa. Segundo Tanaka (1), a adição de nanopartículas minerais à polímeros, em frações mássicas baixas, leva a uma diminuição da permissividade relativa do material, quando comparada ao polímero puro. Isto ocorre pois a presença das nanopartículas dispersas

na matriz dificultaria a movimentação dos sítios polares das cadeias poliméricas, diminuindo a capacidade de polarização do compósito. Da mesma forma, o aumento da permissividade relativa de compósitos com partículas micrométricas é esperado, devido à alta concentração de cargas minerais, que possuem valores de permissividade bem maiores que a do polímero. O aumento da permissividade relativa em nanocompósitos pode ser justificada pelos seguintes fatores: dispersão não homogênea das partículas, impurezas adicionadas durante o processamento do material, presença de agente de cura residual ou retenção de agentes dispersantes.

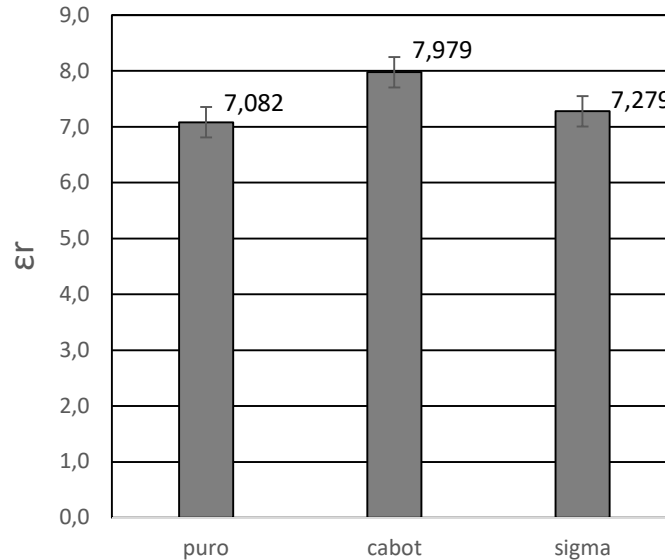


FIGURA 5 – Resultados de permissividade relativa

#### 4.0 - CONCLUSÃO.

Pelos resultados apresentados no trabalho, pode-se concluir que:

A rigidez dielétrica dos nanocompósitos é influenciada pelo tamanho das nanocargas utilizadas como fase dispersa. Utilizando nanopartículas de alumina na matriz de resina epóxi, foi observado que os nanocompósitos contendo as partículas com faixa de tamanhos mais estreita (10 – 20 nm) e melhor dispersão das mesmas na matriz alcançou um aumento considerável na rigidez dielétrica do material, comparado à resina pura, enquanto o nanocompósito contendo partículas com faixa de tamanho maior (10 – 50 nm) não alcançou melhorias significativas no valor de rigidez dielétrica, tendo apresentado mais aglomeração das nanopartículas. Ou seja, observou-se o aumento da rigidez dielétrica com a melhoria da dispersão das nanopartículas.

Os resultados obtidos para a permissividade relativa mostram que a mesma aumentou com a adição da carga mineral. Tal aumento indica que a dispersão obtida, em ambos os nanocompósitos, não foi tão eficiente. Porém, como esperado, percebe-se novamente que a dispersão mais eficiente do nanocompósito com partículas menores e, conseqüentemente, o menor tamanho dos aglomerados, levou a um aumento bem menor de permissividade. Os aglomerados maiores no nanocompósito com nanopartículas maiores resultou em um aumento mais expressivo na permissividade do material, indicando que as partículas não foram eficientes em dificultar a movimentação dos sítios polares do polímero.

Por fim, o aprimoramento das formas de processamento dos nanocompósito e o entendimento do comportamento destes materiais é fator crucial para a melhoria de suas propriedades, visando à sua futura utilização como componente na indústria.

## 5.0 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) Tanaka T. Dielectric Nanocomposites with Insulating Properties, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation. 2005; 12(5).
- (2) Maity P, Kasisomayajula S, Parameswaran V, Basu S, Gupta N. Improvement in Surface Degradation Properties of Polymer Composites due to Pre-processed Nanometric Alumina Fillers, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation. 2008;15(1).
- (3) Yong VH. Nano-Particulate Dispersion and Reinforcement of Nanostructured Composite Materials [Tese de Doutorado]. California: University of California; 2005.
- (4) Mohanty A, Srivastava VK. Dielectric breakdown performance of alumina/epoxy resin nanocomposite under high voltage application. Materials and Design. 2013;47 :711 – 716.
- (5) Cao Y, Irwin PC, Younsi K. The Future of Nanodielectrics in the Electrical Power Industry. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation. 2004;11(5).

## 6.0 - DADOS BIOGRÁFICOS



Alexander Polasek graduou-se pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (1995), onde também obteve os títulos de Mestre (1997) e Doutor (2002) em Ciência e Engenharia de Materiais. Parte de seu doutorado foi realizada no *Max-Planck-Institut für Metallforschung*, em Stuttgart, Alemanha. É pesquisador do Centro de Pesquisas de Energia Elétrica (Cepel). Atua na pesquisa e no desenvolvimento de materiais e equipamentos supercondutores para o setor elétrico de potência. Também atua em P&D de nanocompósitos poliméricos para isolamento elétrico e na pesquisa de baterias avançadas para armazenamento de energia. É Sênior Member do IEEE, membro do CE D1 e de *Working Groups* internacionais do CIGRE.

Paulo Sergio da Silva Carvalho possui graduação em Engenharia de Materiais, pela Universidade Federal do Rio de Janeiro (2018), onde, atualmente, é bolsista de mestrado. Seu projeto final de graduação foi realizado em parceria com o Centro de Pesquisas de Energia Elétrica (Cepel), com foco em processamento e caracterização de nanocompósitos isolantes.

Arthur de Castro Ribeiro é Graduado em Engenharia Química pela UFF (2012) e Mestre em Ciência e Tecnologia de Polímeros pelo IMA/UFRJ (2018). Desde 2015, atua como Pesquisador no Centro de Pesquisas de Energia Elétrica (Cepel), em que colabora com pesquisas desenvolvidas pelo Laboratório de Análises Químicas envolvendo polímeros e nanotecnologias. Participa, como membro, dos comitês de estudos B2 e D1 do Cigré-Brasil, além de atuar no WG B2.69 (*Coatings for Power Network Equipment*), como membro correspondente.

Paula Mendes Jardim possui graduação em Ciência dos Materiais e Metalurgia pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (1993), mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro (1996) e doutorado em Engenharia Metalúrgica pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (2001) com estágio (sanduiche) no *Massachusetts Institute of Technology* (MIT) e pós doutorado também no MIT (2001). Trabalhou como cientista visitante no MIT em projeto ligado à empresa NanoC (2005-2006). Atualmente é Professora Adjunta do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFRJ. Tem experiência na área de Engenharia de Materiais e Metalúrgica, com ênfase em Materiais Cerâmicos e Microscopia Eletrônica de Transmissão, atuando principalmente nos seguintes temas: óxidos nanoestruturados e materiais cerâmicos com expansão térmica negativa. É bolsista de Produtividade em Pesquisa do CNPq - Nível 2.