

بررسی اثر عامل جفت کننده سیلانی بر خواص دی الکتریکی کامپوزیت اپوکسی - سیلیکای بسیار خالص

The Effect of Silane Coupling Agent on Dielectric Properties of Epoxy/Highly Pure Silica Composite

سید علی هاشمی، سید محمد باقر علوی

مرکز تحقیقات پلیر ایران

دریافت: ۱۳۸۷/۸/۲۴ پذیرش: ۱۳۸۸/۱۰/۲۴

چکیده

در این پژوهش اثر ۱٪ آمینو پروپیل تری اتوکسی سیلان در بهبود خواص دی الکتریکی کامپوزیت اپوکسی و سیلیکای بسیار خالص بررسی شده است. در آزمایشهای انجام شده خواص دی الکتریکی مانند استفاده از دی الکتریکی، مقاومت در برابر فوس الکتریکی، مقاومت الکتریکی در برابر جریان مستقیم و ثابت دی الکتریک اندازه گیری و همچنین مدول و استحکام خمشی در دو محیط خشک و مرطوب ارزیابی شده است. براساس نتایج بدست آمده معلوم می شود که پوشش دهی برکننده، با عامل سیلانی اثر قابل توجهی بر خواص یاد شده دارد.

واژه های کلیدی: کامپوزیت اپوکسی، منطقه بین سطحی، خواص دی الکتریکی، سیلیکای بسیار خالص، عامل جفت کننده سیلانی

Key words: epoxy composite, interfacial zone, dielectric properties, high purity silica, silane coupling agent

مقدمه

رزین اپوکسی هم به تنهایی و هم به شکل کامپوزیت با پرکننده های گوناگون کاربردهای زیادی در عایقهای الکتریکی دارد [۱]. اگرچه پرکننده های معدنی خواص دی الکتریکی رزین را بهبود می بخشد، ولی به دلیل خاصیت آبدوستی خود باعث تشکیل فیلمی از آب در منطقه بین سطحی کامپوزیت می شوند [۲،۳] و بدین جهت افت قابل ملاحظه ای را، به ویژه در خواص دی الکتریکی کامپوزیت، موجب می شوند. عملهای جفت کننده سیلانی با ایجاد پیوند دو جهتی (هم با رزین و هم با پرکننده) از تشکیل این فیلم جلوگیری بعمل می آورند [۳،۴].

بررسی تغییرات خواص دی الکتریکی در دو محیط خشک و مرطوب یکی از بهترین روشهای بررسی خواص منطقه بین سطحی کامپوزیتها، بویژه کامپوزیتهای اپوکسی، است. این روش کمتر مورد توجه پژوهشگران قرار گرفته است.

تجربی

در این پژوهش علاوه بر مطالعه و بررسی میزان تغییرات خواص دی الکتریکی در دو محیط، تغییرات خواص در مفاد پر متفاوت پرکننده نیز مورد توجه قرار گرفته است تا بر اهمیت پرکننده و لزوم پوشش دهی آن تاکید شود.

در این بخش مشخصات مواد، نحوه تهیه نمونه ها و آزمایشها مورد بحث قرار می گیرد.

مواد

رزین اپوکسی مصرفی CY225 و عامل پخت آن انیدرید H2225 است که هر دو از کمپانی سبیاگابگی سویس خریداری شده اند. عامل

آزمون مقاومت در برابر قوس الکتریکی به وسیله دستگاه ساخت سیست مدل آرکویس ۶۸۲۵/۰۰۰ طبق ASTM D۴۹۵-۸۷ انجام گرفت. این آزمون روی هر دو سطح نمونه انجام و متوسط نتایج گزارش شد.

آزمون مقاومت ویژه دی الکتریکی در برابر جریان مستقیم به وسیله دستگاه ساخت سیست مدل ۶۱۳۸/۰۰۰ و بر اساس ASTM D۲۵۷-۸۷ انجام گرفت. این آزمون دو بار آزمایش شد، یکبار سطح آزاد متصل به قطب مثبت و سطح قالب متصل به قطب منفی و بار دوم برعکس و متوسط نتایج در محاسبات مقاومت ویژه بکار گرفته شد.

آزمون ثابت دی الکتریک با دستگاه ساخت سیست مدل شرینگ بریج ۶۷۹۶/۰۰۰ بر اساس ASTM D۵۱۰-۸۷ انجام شد. آزمون خمشی با دستگاه اینسترون مدل ۶۰۲۵ مطابق با ASTM DV۹۰-۸۶ انجام گرفت.

نتایج و بحث

شکل ۱ استقامت دی الکتریکی نمونه‌های آزمایش شده را نشان می‌دهد. در نمودارهای این شکل CD و CTD به ترتیب کامپوزیت با پرکننده بدون پوشش و پوشش‌دار در حالت خشک است و CW و CTW به ترتیب کامپوزیت با پرکننده بدون پوشش و پوشش‌دار در حالت مرطوب است. نتایج بیانگر آن است که در تمام حالتها با ازدهاد درصد وزنی پرکننده استقامت دی الکتریکی افزایش می‌یابد. این پدیده نقش پرکننده را در به تعویق انداختن شکست گرمایی بیان می‌کند که آزمون مقاومت در برابر قوس الکتریکی نیز مؤید این نتیجه گیری است. در این شکل افت قابل ملاحظه استقامت دی الکتریکی در محیط مرطوب نیز

حفظ کننده با آمینوپروپیل تری اتوکسی سیلان است که از شرکت آلدريج انگلستان تهیه شده است. پرکننده از نوع سیلیکای بلوری بسیار خالص (۹۶/۵٪ سیلیس) با قطر متوسط وزنی (D_{۵۰}) ۳۶/۸۵ میکرون و قطر متوسط حجمی سطحی (D_{۵۰}) ۲۶/۱ میکرون است.

تهیه نمونه‌ها

برای تهیه ورقه‌های پخت شده، نسبت وزنی رزین به عامل پخت ۱۰۰ به ۸۰ انتخاب شد. پخت در دو مرحله در آن خلاء انجام گرفت. مرحله اول در دمای ۸۰°C به مدت ۶ ساعت و مرحله دوم در دمای ۱۳۰°C به مدت ۱۰ ساعت. قالبگیری ورقه‌ها به روش ریخته‌گری معمولی بوده و از طرف قالبگیری تفلونی استفاده شده است. قالبگیری در محدوده گرانیوی ۵۰۰۰ تا ۶۰۰۰ cp انجام شده است. میزان خلاء اعمالی قبل از قالبگیری ۳۰۰ و پس از آن ۸۵ mmHg و ضخامت ورقه‌های تهیه شده حدود ۲ mm بوده است.

برای پوشش‌دهی پرکننده با عامل سیلانی، ابتدا محلول ۰/۵ درصد وزنی سیلان در محلول ۱ M استیک اسید در آب تهیه [۴] و پرکننده به مدت ۲۰ دقیقه درون این محلول قرار گرفت. سپس مخلوط از صافی گذرانده و رسوب با متانول شسته شد. در مرحله آخر پرکننده در دمای ۱۰۰°C به مدت یک ساعت خشک و پرکننده تا موقع مصرف در ظرف سربسته‌ای نگهداری شد.

اشاره می‌شود که برای مخلوط شدن بهتر پرکننده و رزین دارای عامل پخت هر کدام به‌طور جداگانه در دمای ۸۰°C گرم شده و پس از مخلوط شدن هر نیم ساعت بیکار بهم زده شدند. درصد وزنی پرکننده در نمونه‌ها ۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۴۰ بود.

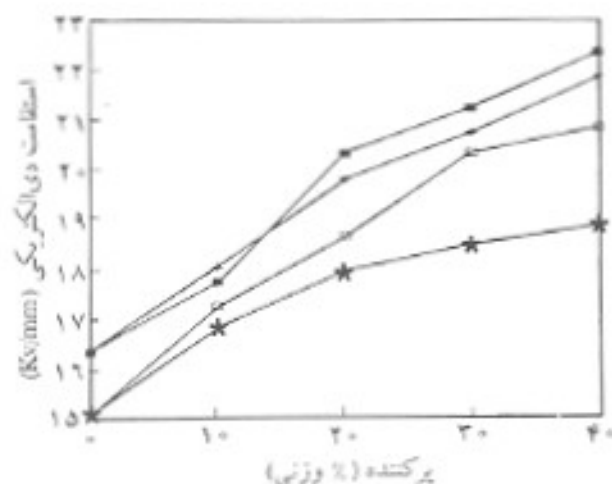
در آزمایش ورقه‌ها هیچ گونه ماشین‌کاری روی ضخامت آنها انجام نگرفت.

برای اندازه‌گیری ثابت دی الکتریک، استقامت دی الکتریکی و مقاومت الکتریکی ورقه‌ها به ابعاد ۱۲×۱۲ cm، مقاومت در برابر قوس الکتریکی ۷.۴ cm و آزمون خمشی مطابق با استاندارد ASTM DV۹۰-۸۶ بریده شد.

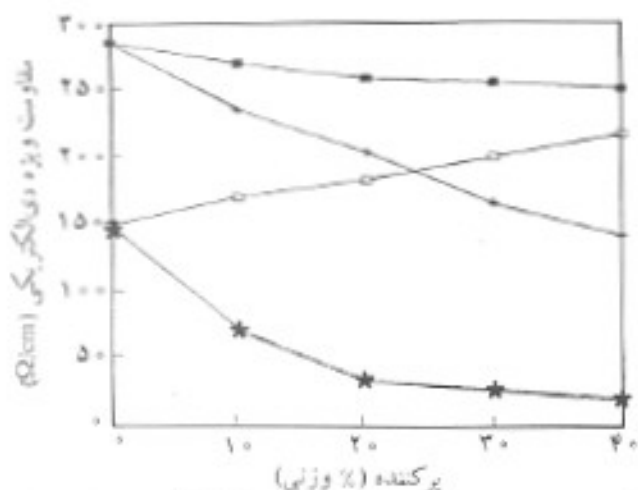
آزمونها

برای بررسی اثر شرایط محیطی، نمونه‌ها در شرایط خشک قبل از آزمایش ۷۲ ساعت در دسیکاتور و برای شرایط مرطوب ۷۲ ساعت در آب مقطر دوبار تقطیر شده در دمای ۶۰°C قرار گرفتند. همه آزمونها در دمای معمولی انجام شد.

آزمون استقامت دی الکتریکی به وسیله دستگاه ساخت سیست مدل ۶۱۳۵/۰۰۰ و بر اساس ASTM D۱۴۹-۸۷ انجام گرفت.



شکل ۱- نمودار تغییرات استقامت دی الکتریکی در برابر درصد وزنی پرکننده: CD (—+—)، CTD (—●—)، CW (—*—) و CTW (—○—)



شکل ۳- نمودار تغییرات مقاومت ویژه دی‌الکتریکی در برابر جریان مستقیم بر حسب درصد وزنی پرکننده: CD (○)؛ CTD (■)؛ CW (□) و CTW (●)

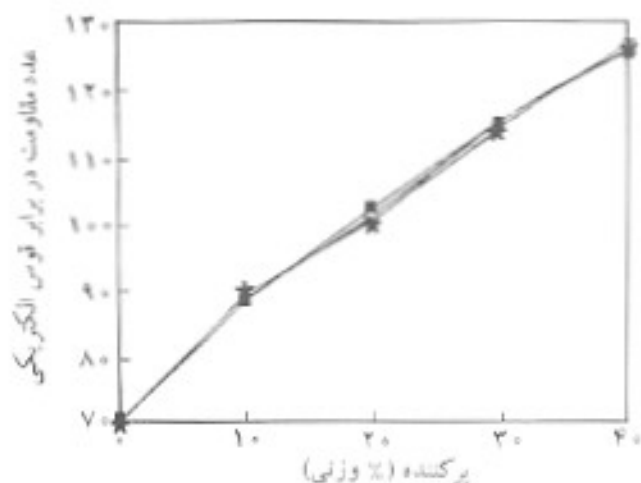
به علت مکانیسم شکست گرمایی تأثیری ندارد و نیز معلوم می‌شود که افزایش درصد وزنی پرکننده این نوع شکست را به تعویق می‌اندازد.

شکل ۴ مقاومت ویژه دی‌الکتریکی نمونه‌ها را در برابر جریان مستقیم نشان می‌دهد. نتایج بیانگر آن است که مقاومت ویژه دی‌الکتریکی با افزایش درصد پرکننده کاهش می‌یابد. این کاهش برای کامپوزیت با پرکننده پوشش‌دار کمتر است که علت آن پیوند بهتر ماتریس و پرکننده در اثر کاربرد عامل سیلانی است. این پدیده مؤید آن است که پوشش‌دهی، شکست بر اساس مکانیسم شکست الکتریکی را به تعویق می‌اندازد. مقاومت ویژه دی‌الکتریکی برای کامپوزیت با پرکننده بدون پوشش در محیط مرطوب نسبت به محیط خشک کاهش قابل ملاحظه‌ای را نشان می‌دهد و علت آن تمایل به جذب آب به‌وسیله ماتریس و پرکننده است.

مقاومت ویژه دی‌الکتریکی برای کامپوزیت با پرکننده پوشش‌دار در محیط مرطوب با بالا رفتن درصد وزنی پرکننده افزایش می‌یابد و این رفتار به دو علت است که در مورد استقامت دی‌الکتریکی به آنها اشاره شد.

شکل ۴ ثابت دی‌الکتریک نمونه‌های مورد آزمایش را نشان می‌دهد. نتایج بیانگر آن است که ثابت دی‌الکتریک با افزایش درصد پرکننده کاهش می‌یابد و این کاهش برای کامپوزیت با پرکننده پوشش‌دار نسبت به نوع بدون پوشش کمتر است که می‌توان آن را به علت پیوند بهتر ماتریس و پرکننده در اثر اعمال عامل سیلانی دانست.

ثابت دی‌الکتریک برای کامپوزیت با پرکننده بدون پوشش در محیط مرطوب نسبت به محیط خشک کاهش قابل ملاحظه‌ای نشان می‌دهد که این پدیده به علت تمایل به جذب آب پرکننده و ماتریس



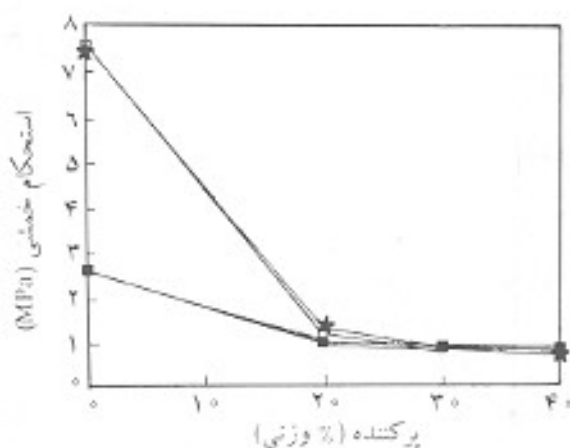
شکل ۴- نمودار تغییرات مقاومت در برابر قوس الکتریکی بر حسب درصد وزنی پرکننده: CD (○)؛ CTD (■)؛ CW (□) و CTW (●)

مشخص است. با توجه به شکل معلوم می‌شود که پایداری خواص در محیط مرطوب نسبت به محیط خشک برای کامپوزیت با پرکننده پوشش‌دار بیشتر است. نسبت افت خواص کامپوزیت با پرکننده پوشش‌دار در دو محیط خشک و مرطوب به افت خواص کامپوزیت با پرکننده بدون پوشش در این دو محیط برای کامپوزیت با ۲۰ درصد وزنی پرکننده برابر ۰/۸۹ و برای کامپوزیت با ۴۰ درصد وزنی پرکننده، ۰/۵ است. این پدیده دو علت دارد:

الف- کاهش نقش ماتریس در نمونه‌ها با افزایش درصد وزنی پرکننده، ماتریس دارای جذب آب معینی است و خواص آن در دو محیط خشک و مرطوب با هم متفاوت است، بنابراین اگر اثر جذب رطوبت در سطح پرکننده با پوشش‌دهی آن تقریباً حذف شود، مثل این است که پرکننده‌ای با جذب آب کم به کامپوزیت اضافه شده است و در نتیجه جذب آب کل نمونه کامپوزیت با افزایش پرکننده کاهش می‌یابد.

ب- کاهش میزان جذب آب در سطح مشترک پرکننده و ماتریس، که علت آن پیوند بهتر ماتریس و پرکننده در اثر کاربرد عامل سیلانی است.

شکل ۴ مقاومت در برابر قوس الکتریکی نمونه‌های مورد آزمایش را نشان می‌دهد. نتایج بیانگر آن است که در تمام حالتها با افزایش درصد وزنی پرکننده مقاومت در برابر قوس الکتریکی افزایش می‌یابد. نکته قابل توجه این است که اگرچه رفتار کامپوزیت در دو محیط خشک و مرطوب با هم متفاوت است، ولی میزان مقاومت در برابر قوس الکتریکی فقط با تغییر درصد وزنی پرکننده تغییر می‌کند. این پدیده می‌تواند به این علت باشد که رطوبت در تابه‌های اول از سیستم کامپوزیت حذف می‌شود و پوشش‌دهی پرکننده نیز در افزایش شکست



شکل ۶- نمودار تغییرات استحکام خمشی در برابر درصد وزنی پرکننده: CTD (■)، CD (—)، CW (●) و CTW (□).

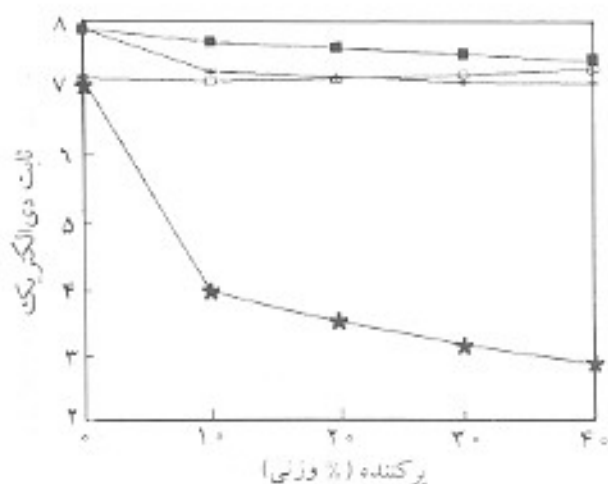
می‌دهد که علت آن جذب آب در سطح مشترک پرکننده و کامپوزیت و کاهش چسبندگی ماتریس به پرکننده است.

اگر نسبت افت مدول خمشی کامپوزیت با پرکننده پوشش‌دار در دو محیط خشک و مرطوب را به افت مدول خمشی کامپوزیت با پرکننده بدون پوشش در این دو محیط حساب کنیم، درمی‌یابیم که این نسبت از ۲۹/۰ در ۱۰ درصد وزنی پرکننده به ۱۷/۰ در ۴۰ درصد وزنی کاهش می‌یابد و این نشان‌دهنده افزایش پایداری خواص با افزایش درصد وزنی پرکننده به دو علت یاد شده است.

شکل ۶ استحکام خمشی نمونه‌های مورد آزمایش را نشان می‌دهد. نتایج بیانگر آن است که استحکام خمشی با افزایش درصد وزنی پرکننده کاهش می‌یابد.

استحکام خمشی نیز چون مدول خمشی برای کامپوزیتهای با پرکننده پوشش‌دار و بدون پوشش تفاوت چندانی ندارد و این به دلیل چسبندگی نسبتاً خوب پرکننده است. استحکام خمشی در حالت مرطوب ماتریس (صفر درصد وزنی پرکننده) نسبت به حالت خشک آن بسیار بیشتر است و علت آن جذب آب توسط ماتریس و افزایش میزان کرنش خمشی نمونه‌های مورد آزمایش است. استحکام خمشی در حالت مرطوب با افزایش درصد پرکننده کم می‌شود و این کاهش برای کامپوزیت با پرکننده بدون پوشش در مقایسه با پرکننده پوشش‌دار بیشتر است که علت اصلی آن کاهش تنش تسلیم است. این پدیده بیانگر آن است که جذب آب در منطقه بین سطحی باعث افت چسبندگی بین ماتریس و پرکننده است.

به‌طور کلی، پوشش‌دهی مناسب پرکننده با عامل سیلانی باعث بهتر شدن چسبندگی بین ماتریس و پرکننده می‌شود، ولی در درصد‌های زیاد پرکننده در محیط مرطوب که نقش ماتریس کم می‌شود منطقه بین

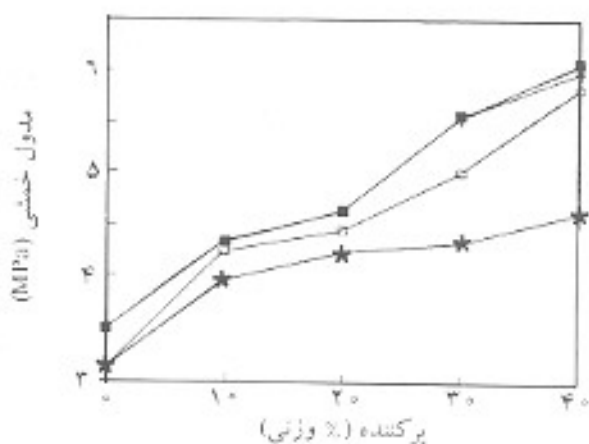


شکل ۴- نمودار تغییرات ثابت دی‌الکتریک بر حسب درصد وزنی پرکننده: CTD (■)، CD (—)، CW (●) و CTW (□).

است. ثابت دی‌الکتریک برای کامپوزیت با پرکننده پوشش‌دار در محیط مرطوب با افزایش درصد پرکننده زیاد می‌شود. این رفتار به دو علت است که قبلاً به آنها اشاره شد.

شکل ۵ تغییرات مدول خمشی نمونه‌ها را با افزایش درصد پرکننده نشان می‌دهد. نتایج بیانگر آن است که مدول خمشی با افزایش درصد وزنی پرکننده زیاد می‌شود و دلیل آن اثر مدول بالای پرکننده در کامپوزیت است. مدول خمشی برای کامپوزیتهای با پرکننده پوشش‌دار و بدون پوشش در درصد وزنی پرکننده مساوی در محیط خشک تفاوتی ندارد و این به سبب چسبندگی نسبتاً خوب ماتریس به پرکننده در محیط خشک است.

در شکل ۵ مدول خمشی برای کامپوزیت با پرکننده پوشش‌دار در محیط مرطوب نسبت به محیط خشک افت قابل ملاحظه‌ای را نشان



شکل ۵- نمودار تغییرات مدول خمشی در برابر درصد وزنی پرکننده: CTD (■)، CD (—)، CW (●) و CTW (□).

قدردانی

بدین وسیله از مرکز تحقیقات پلیمر ایران به دلیل مساعدت همه‌جانبه در انجام این پژوهش و همکاری پژوهشگاه صنعت نفت قدردانی می‌شود.

مراجع

- 1 May C. A.; *Epoxy Resins Chemistry and Technology*; Marcel Dekker, New York, 1988.
- 2 Lee H. and Neville K.; *Handbook of Epoxy Resins*; McGraw Hill, USA, 1967.
- 3 Ranney M. W., Berger S. E. and Marseden J. G.; *Composite Material*; Plueddemann E. P. (Ed.), **6**, Academic, USA, 1974.
- 4 Plueddemann E. P.; *Silane Coupling Agents*; Plenum, New York, 1982.

سطحی اهمیت پیدا می‌کند. پوشش‌دهی مناسب پرکننده باعث افزایش استحکام می‌گردد و این مسئله در نمونه‌های با بیش از سی درصد وزنی پرکننده مشخص است.

نتیجه‌گیری

بر اساس نتایج ارائه شده، برای داشتن خواص دی‌الکتریکی خوب باید از مقادیر زیاد پرکننده از نوع سیلیکای بسیار خالص در تهیه کامپوزیت اپوکسی استفاده کرد. در مقادیر زیاد پرکننده، پوشش‌دهی مناسب آن با عامل جفت‌کننده سیلانی جهت بهبود خواص در محیط مرطوب لازم است.

از نتایج برداشت می‌شود که از آمینوپروپیل‌تری‌اتوکسی‌سیلان ماده‌ای مناسب برای پوشش‌دهی سیلیکای بسیار خالص است. بهبود خواص استقامت دی‌الکتریکی و مقاومت در برابر فوس الکتریکی به وسیله این پرکننده قابل ملاحظه است.