

## Preparation and characteristics of nano-MgO/polypropylene composite insulating material for ultra-high voltage DC transmission line construction

# Przygotowanie i charakterystyka kompozytowego materiału izolacyjnego nano-MgO/polipropylen do budowy linii przesyłowych prądu stałego ultrawysokiego napięcia

DOI: 10.15199/62.2024.1.7

Nanocząstki MgO (nano-MgO) zostały przygotowane przez wspomaganą mikrofalowo kalcynowanie  $Mg(OH)_2$  i wykorzystane do modyfikacji właściwości matrycy polipropylenowej (PP) (zawartość nanocząstek do 2% mas.). Dodatek nano-MgO do matrycy PP zawierającej kopolimer etylen/octan winylu spowodował wzrost jej rezystywności objętościowej z  $1,73 \cdot 10^{14} \Omega m$  do  $2,85 \cdot 10^{14} \Omega m$ , ale miał tylko niewielki wpływ na natężenie pola przebicia materiału. Dodatek nano-MgO spowodował również poprawę makroskopowych właściwości elektrycznych materiałów w porównaniu z czystymi próbkami PP. Po dodaniu 0,5% mas. nano-MgO gęstość ładunku przestrzennego kompozytu PP pozostała niezmienną na poziomie  $0,81 C/m^2$ , a gdy zawartość nano-MgO wynosiła 1% mas., gęstość ładunku przestrzennego była najniższa. Wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie przy zerwaniu kompozytowych materiałów izolacyjnych nano-MgO/PP były nieco niższe niż w przypadku czystego PP, ale ogólny spadek nie był znaczący. Badanie właściwości mechanicznych potwierdziło możliwość zastosowania kompozytowych materiałów izolacyjnych nano-MgO/PP w praktyce przemysłowej.

**Słowa kluczowe:** nanocząstka, tlenek magnezu, polipropylen, ultrawysokie napięcie, materiał izolacyjny

Nano-MgO particles were prepd. by microwave-assisted calcining  $Mg(OH)_2$  and used for modifying properties of the polypropylene (PP) matrix (nano-MgO content up to 2% by mass). The addn. of nano-MgO to the ethylene/vinyl acetate copolymer-cong. PP matrix, resulted in an increase its volume resistivity form  $1.73 \cdot 10^{14} \Omega m$  up to  $2.85 \cdot 10^{14} \Omega m$  but had only a small impact on the breakdown field strength of the material. The addn. of nano-MgO resulted also in improving the macroscopic elec. properties of the materials when compared with pure PP samples. When 0.5% by mass nano-MgO was added, the space charge d. of PP composite remained unchanged at  $0.81 C/m^2$ , and when the content of nano-MgO was 1% by mass, the space charge density was the lowest. The tensile strength and elongation at break of nano-MgO/PP composite insulation materials were slightly lower than that of pure PP, but the overall decline was not significant. The study on mechanical properties conformed the applicability of the nano-MgO/PP composite insulating materials in the industrial practice.

**Keywords:** nanoparticle, magnesium oxide, polypropylene, ultra-high voltage, insulating material

Kable prądu stałego (DC) ultrawysokiego napięcia (UHV) są kluczowymi elementami długodystansowych sieci przesyłu energii, a ich bezpieczna praca jest ważnym warunkiem stabilności inteligentnych sieci<sup>1,2</sup>). Krytycznym problemem przy projektowaniu kabli z izolacją z tworzywa sztucznego jest ładunek przestrzenny w izolacji<sup>3</sup>). Potrzeba przesyłania energii elektrycznej do obszarów intensywnie wykorzystywanych gospodarczo za pośrednictwem sieci przesyłowych UHV ma duże znaczenie dla rozwoju kraju w nowej erze<sup>4</sup>). W porównaniu z przesyłem prądu przemiennego (AC), przesył UHV DC rozpoczął się późno, ale ma oczywiste zalety w dziedzinie przesyłu energii na duże odległości i wzajemnych połączeń energetycznych.

Ultra-high voltage (UHV) direct current (DC) cables are key elements of long-distance energy transmission networks and their safe operation is an important condition for the smart grid stability<sup>1, 2</sup>). The critical problem in developing plastic-insulated cables is the space charge in insulation<sup>3</sup>). The need to transmit electric energy to economically intensive areas through UHV transmission networks is of high importance to country's development in the new era<sup>4</sup>). Compared with alternating current (AC) transmission, the UHV DC transmission started late, but it has obvious advantages in the fields of large-capacity long-distance power transmission and power energy inter-connection. The UHV DC transmission technology has many advantages, but the developing necessary insulation materials is a big challenge<sup>5</sup>). Many research teams are involved over the world in the study of composite materials for the UHV DC transmission cable insulation<sup>6, 7</sup>).

\* Address for correspondence/Adres do korespondencji:

Gansu Electrical Apparatus Research Institute, Gansu Province, Tianshui City, 741018, China; e-mail: peixudong888@hotmail.com

Technologia przesyłu UHV DC ma wiele zalet, ale opracowanie niezbędnych materiałów izolacyjnych jest dużym wyzwaniem<sup>5)</sup>. Wiele zespołów badawczych na całym świecie zajmuje się badaniem materiałów kompozytowych do izolacji kabli przesyłowych UHV DC<sup>6, 7)</sup>.

## Część doświadczalna

### Materiały

Materiały wykorzystane w badaniu zostały przedstawione w tabeli 1.

### Metodyka badań

#### Przygotowanie kompozytowego materiału izolacyjnego nano-MgO/PP

Nano-MgO otrzymano przez kalcynację  $Mg(OH)_2$  metodą mikrofalową w piecu muflowym krok po kroku i porównano z nano-MgO przygotowanym metodą bezpośredniego wytrącania. Powierzchnia komercyjnych nanocząstek MgO została zmodyfikowana metodą suchą za pomocą środka sprzęgającego KH-550 (2% mas.) w temp. 60°C i mielenia przez 16 min w młynie kulowym (obroty do przodu przez 8 min, obroty wsteczne przez 8 min, prędkość mielenia kulowego 140 rpm). Przedmieszkę nano-MgO dodano do mieszanki PP/EVA (zawartość EVA do 12% mas., zawartość nano-MgO 2% mas.) i zmieszano w reometrze rotacyjnym. Na koniec związek ogrzewano w płaskim wulkanizatorze w temp. 160°C przez 5 min, aby zapobiec wstępnemu sieciowaniu, a po 2 min wyjęto, aby zapobiec powstawaniu pęcherzyków, prasowano przez 15 min i schłodzono do temperatury pokojowej. Grubość próbki kompozytowej wynosiła ok. 180  $\mu m$ , a powierzchnia 12×12  $cm^2$ . Próbkę umieszczono w piecu próżniowym w temp. 80°C i ogrzewano przez 72 h.

### Testowanie i charakterystyka materiałów

#### Analiza SEM

Morfologię powierzchni i wielkość cząstek obu proszków nano-MgO oraz dyspersję nanocząstek MgO w próbkach kompozytowych analizowano za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego. Zostały one przymocowane do blaszanego bloku za pomocą przewodzącego kleju, a następnie spryskane złotem. Próbkę kompozytowa wykazywały kruchość w ciekłym azocie.

#### Analiza XRD

Analizę XRD wykorzystano do identyfikacji fazy za pomocą standardowej karty materiałowej w celu określenia wzoru cząsteczkowego i izomorfizmu, a następnie poddano analizie ilościowej w celu określenia stosunku ilościowego i stałej sieci każdego pierwiast-

## Experimental

### Materials

The materials used in the study are collected in Table 1.

### Methods

#### Preparation of the nano-MgO/PP composite insulating material (III rz.)

Nano-MgO was obtained by calcining  $Mg(OH)_2$  by microwave-assisted method in muffle furnace step by step and compared with nano-MgO prepared by direct precipitation method. The surface of commercial MgO nanoparticles was modified by a dry method with coupling agent KH-550 (2% by mass) at 60°C and milling for 16 min in ball mill (forward rotation for 8 min, reverse rotation for 8 min, ball-milling speed 140 rpm). The nano-MgO master batch was added to PP/EVA blend (EVA content up to 12% by mass, nano-MgO content 2% by mass) and compounded in rotary rheometer. Finally, the compound was heated in a flat vulcanizer at 160°C for 5 min to prevent pre-crosslinking, then deflated after 2 min to prevent bubbles, pressed for 15 min, and cooled to the room temperature. The thickness of the composite sample was about 180  $\mu m$  and the area is 12×12  $cm^2$ . The samples were placed in a vacuum oven at 80°C and heated for 72 h.

### Testing and characterization of materials

#### SEM analysis

Surface morphology and the particle size of both nano-MgO powders and dispersion of MgO-nano particles in the composite samples were analyzed by scanning electron microscope. They were fixed on the tin block with conductive adhesive, and then sprayed with gold. The composite samples were brittle in liquid nitrogen.

#### XRD test

XRD was used to identify the phase through the standard material card to determine the molecular formula and isomorphism, and then quantitatively analyzed to determine the quantitative ratio and lattice constant of each element. The XRD test conditions were set as Cu K $\alpha$  ray with wave-

Table 1. The materials used in the study

Tabela 1. Materiały wykorzystane w badaniu

Material/Material	Producer/Producent	Quality/Jakość
Magnesium hydroxide/ Wodorotlenek magnezu	Magnesia Biotech Co., Ltd	reagent-grade chemical/ substancja chemiczna klasy odczynnikowej
Polypropylene/ Polipropylen (PP)	Dongfang Hongye Chemical Co., Ltd	commercial product/ produkt komercyjny
Ethylene/vinyl acetate co- polymer/Kopolimer etylenu i octanu winylu (EVA)	Juren Chemical Co., Ltd	commercial product/ produkt komercyjny
Coupling agent KH-550/ Środek sprzęgający KH-550	Hongchuan Chemical Co., Ltd	commercial product/ produkt komercyjny

ka. Warunki analizy XRD zostały ustawione jako promień Cu K $\alpha$  o długości fali 0,15406 nm, szybkość skanowania 5°/min, zakres kątowy 0–90°.

Wielkość ziarna  $D$  została obliczona zgodnie ze wzorem Scherrera (1):

$$D = \frac{K\lambda}{L\cos\theta} \quad (1)$$

w którym wartość  $K$  wynosi 0,98, wartość  $\lambda$  wynosi 1,5406 nm,  $L$  oznacza szerokość w połowie intensywności linii dyfrakcyjnej, a  $\theta$  był kątem dyfrakcji.

### Test wytrzymałości na przebicie

Do badania próbek czystych, kompozytowych i PP wykorzystano tester napięcia przebicia. Elektroda była standardowa miedziana elektroda płytkowa o średnicy 25 mm, tryb zwiększania napięcia był ciągły, z prędkością zwiększania napięcia 10 kV/s, a napięcie  $U_B$  w momencie przebicia i natężenie pola przebicia  $E_{pr}$  kV/mm, obliczono zgodnie ze wzorem (2):

$$E_{pr} = \frac{U_B}{d} \quad (2)$$

w którym  $U_B$  oznacza napięcie przebicia, kV, między 2 elektrodami w określonych warunkach eksperymentalnych, a  $d$  odległość między 2 elektrodami (grubość próbki) w pozycji przebicia, mm.

### Test ładunku przestrzennego

Do pomiaru ładunku przestrzennego próbki wykorzystano metodę impulsów elektroakustycznych, a do pomiaru rozkładu ładunku przestrzennego wykorzystano pulsacyjny elektroakustyczny (PEA) system pomiaru ładunku przestrzennego z ulepszonymi materiałami<sup>8)</sup>. Trzy próbki kompozytu nano-MgO/PP (zawartość MgO 0,5%, 1% i 2%) poddawano działaniu napięcia 30 kV przez 1 h, a następnie zwarcie napięcia usuwano na 30 min.

### Test rezystancji objętościowej

Rezystancję stałoprądową 3 próbek określono za pomocą miernika wysokiej rezystancji w temperaturze pokojowej zgodnie z normą ASTM D 6095:1999, a rezystancję objętościową,  $\rho_v$ ,  $\Omega\text{m}$ , obliczono z wzoru (3):

$$\rho_v = R_v \frac{\pi(D_1 + g)^2}{4h} \quad (3)$$

w którym  $R_v$  oznacza rezystancję objętościową materiału kompozytowego,  $\Omega$ ,  $D_1$  średnicę elektrody, m,  $g$  szczelinę między elektrodą a elektrodą ochronną, m, a  $h$  grubość próbki, m.

### Analiza termogravimetryczna

Analiza termogravimetryczna została wykorzystana do scharakteryzowania stabilności termicznej materiałów w zależności od jakości materiału zmieniającej się wraz z temperaturą. W tym eksperymencie zważono 5 mg kompozytowego materiału izolacyjnego nano-MgO/PP 3 phr (3 części nano-MgO na 100 części żywicy) o różnych morfo-

length of 0.15406 nm, scanning speed of 5°/min and angle range of 0–90°.

The grain size  $D$  was calculated according to Scherrer formula (1):

$$D = \frac{K\lambda}{L\cos\theta} \quad (1)$$

where:  $K$  was 0,98,  $\lambda$  was 1.5406 nm,  $L$  was the width at half intensity of diffraction line and  $\theta$  was the diffraction angle.

### Breakdown strength test

A breakdown voltage tester was used to study both pure and composite and PP samples. The electrode was a standard plate-plate copper electrode with a diameter of 25 mm, and the step-up mode was continuous step-up, with a step-up speed of 10 kV/s, and the voltage  $U_B$  at the time of breakdown, and the breakdown field strength  $E_{pr}$  kV/mm, was calculated according to formula (2):

$$E_{pr} = \frac{U_B}{d} \quad (2)$$

where:  $U_B$  is the breakdown voltage, kV, between the 2 electrodes under the specified experimental conditions,  $d$  is the distance between the 2 electrodes (the thickness the sample) at the breakdown position, mm.

### Space charge test

The electro-acoustic pulse method was used to measure the space charge of the sample, and the pulsed electro-acoustic (PEA) space charge measurement system with improved materials was used to measure the space charge distribution<sup>8)</sup>. Three nano-MgO/PP composite samples (MgO content 0.5%, 1% and 2%) were applied with a voltage of 30 kV for 1 h, and then the voltage short circuit was removed for 30 min.

### Volume resistance test

The DC resistance of 3 samples was determined by using a high-resistance meter at room temperature according to ASTM D 6095:1999 standard and volume resistivity,  $\rho_v$ ,  $\Omega\text{m}$ , was calculated from formula (3):

$$\rho_v = R_v \frac{\pi(D_1 + g)^2}{4h} \quad (3)$$

where:  $R_v$  is the volume resistance of the composite material,  $\Omega$ ,  $D_1$  is the electrode diameter, m,  $g$  is the gap, m, between the electrode and the protection electrode, and  $h$  is the sample thickness, m.

### Thermogravimetric analysis

Thermogravimetric analysis was used to characterize the thermal stability of materials according to the material quality changing with temperature. In this experiment, 5 mg of nano-MgO/PP composite insulation material (3 phr) (3 parts of MgO to 100 parts of PP) with different morphologies was weighed and heated from room temperature to

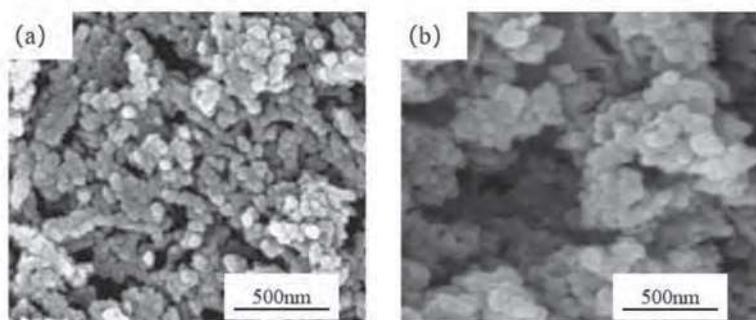


Fig. 1. SEM photographs of nano-MgO; (a) SEM of MgO prepared by microwave-assisted method; (b) SEM of MgO prepared by direct precipitation method

Rys. 1. Fotografmy SEM nanocząstek MgO; (a) MgO przygotowany przez kalcynowanie wspomaganie mikrofalowo, (b) MgO przygotowany metodą bezpośredniego strącania

logiach i ogrzano od temperatury pokojowej do 500°C przy szybkości ogrzewania 10°C/min pod osłoną azotu (szybkość przepływu azotu 100 mL/min).

### Test wytrzymałości na rozciąganie

Test rozciągania mechanicznego przeprowadzono przy użyciu testera rozciągania zgodnie z normą ISO 37-1994. Prędkość ciągnięcia wynosiła 250 mm/min. Próbką był hantel o grubości 0,4 mm. Temperatura testowa wynosiła 25°C.

## Wyniki badań i ich omówienie

### Analiza SEM

Wyniki analizy SEM nano-MgO pokazano na rys. 1. MgO przygotowany metodą mikrofalową miał najmniejszy i jednolity rozmiar cząstek, ok. 15 nm, osiągając skalę nanometrową, i nie było oczywistego zjawiska agregacji. Cząstki MgO przygotowane przez bezpośrednie wytrącanie miały duży rozmiar, większość z nich przekraczała skalę nanometrową i były silnie zglomerowane.

### Model dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego

Wartość  $2\theta$  nano-MgO przygotowanego przez kalcynację  $Mg(OH)_2$  wykazała pik dyfrakcyjny zasadniczo taki sam jak standardowa karta dyfrakcji rentgenowskiej MgO 4-829, co dowiodło, że kryształ był sześcienny. Oba piki dyfrakcyjne były dość ostre, co wskazywało na duży stopień krystaliczności. Nie zaobserwowano piku zanieczyszczeń, co wskazywało na dużą czystość produktu i brak zanieczyszczeń. Poszerzenie piku dyfrakcyjnego wskazywało, że rozmiar cząstek był niewielki. Wzór dyfrakcji rentgenowskiej nano-MgO przygotowanego przez kalcynowanie  $Mg(OH)_2$  pokazano na rys. 2.

Zmianę wielkości cząstek nano-MgO uzyskanych przez kalcynowanie  $Mg(OH)_2$  w różnych temperaturach i zróżnicowanym czasie pokazano na rys. 3. Wraz ze wzrostem temperatury kalcynacji i wydłużaniem czasu kalcynacji rozmiar nanocząstek MgO miał tendencję do zwiększania się. Osiągnęły one minimalną wielkość po 3 h i ich rozmiar zwiększał się wraz z wydłużaniem czasu kalcynacji. W temp. 700°C  $Mg(OH)_2$

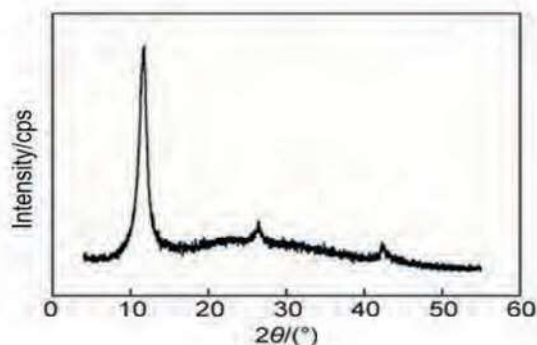


Fig. 2. XRD spectrum of nano-MgO

Rys. 2. Widmo XRD nano-MgO

500°C at a heating rate of 10°C/min under nitrogen (nitrogen flow rate 100 mL/min).

### Tensile strength test

The mechanical tensile test was carried out with by using a tensile tester according to ISO 37-1994 standard. The drawing rate was 250 mm/min. The sample was a dumbbell with a thickness of 0.4 mm. The test temperature was 25°C.

## Results and discussion

### SEM analysis

The SEM analysis results of nano-MgO are shown in Fig. 1. The MgO prepared by microwave-assisted method had the smallest and uniform particle size, about 15 nm, reaching the nanometer scale, and there was no obvious aggregation phenomenon. MgO particles prepared by direct precipitation were large in size, most of which exceed the nanometer scale, and were strongly agglomerated.

### The X-ray diffraction pattern

The  $2\theta$  value of nano-MgO prepared by calcining  $Mg(OH)_2$  showed a diffraction peak basically the same as that of MgO X-ray diffraction standard card 4-829, which proved that the crystal was cubic. Both diffraction peaks were quite sharp, indicating good crystallinity. There was no impurity peak, which indicate a high purity of the product and no impurities. Diffraction peak broadening was obvious, indicating that the particle size was small. The X-ray diffraction pattern of nano-MgO prepared by calcining  $Mg(OH)_2$  were shown on Fig. 2.

The size change of nano-MgO particles obtained by calcining  $Mg(OH)_2$  at varying temperatures and time were shown on Fig. 3.

With the increase of calcination temperature and the extension of calcination time, the particle size of nano-MgO particles tended to increase. They reached the minimum value after 3 h and their particle size increased with the further extension of calcination time. At 700°C,  $Mg(OH)_2$

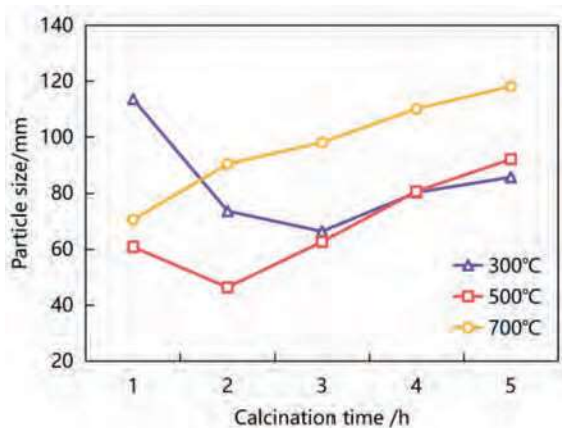


Fig. 3. Effect of calcination temperature and time on nano-MgO particle size  
Rys. 3. Wpływ temperatury i czasu kalcynacji na wielkość nanocząstek MgO

został całkowicie rozłożony, ponieważ temperatura ta była znacznie wyższa niż jego temperatura rozkładu.

Gdy temperatura była niska, a czas kalcynacji krótki, rozmiar cząstek był duży, gdyż kryształy nie mogły zostać całkowicie rozbite. Jednak gdy temperatura była wysoka, a czas kalcynacji długi, całkowicie rozbite kryształy stopniowo rosły wraz z wydłużaniem czasu kalcynacji, co skutkowało większym rozmiarem nanocząstek MgO.

### Rezystywność i natężenie pola przebicia

Rezystywność objętościowa materiału kompozytowego nano-MgO/PP wzrosła z wartości  $1,73 \cdot 10^{14} \Omega m$  do  $2,85 \cdot 10^{14} \Omega m$  i miała jedynie niewielki wpływ na natężenie pola przebicia materiału. Domieszkowanie PP za pomocą nano-MgO spowodowało zmianę morfologii interfejsu matrycy PP, wprowadzając dużą liczbę głębokich pułapek lub zmieniając gęstość pułapek wewnątrz materiału. Spowodowało to głębszy poziom energii pułapki, mniejszą ruchliwość nośników i wyższy opór objętościowy. Wyniki eksperymentów elektrycznych próbek czystego PP i kompozytów z nano-MgO (2% mas.) przedstawiono w tabeli 2.

Co więcej, dodatek nano-MgO prawdopodobnie ograniczył ruch niektórych jonów zanieczyszczeń w PP, utrudniając tworzenie pakietów ładunków przestrzennych i popra-

Table 2. Effect of MgO on volume resistivity and breakdown field strength

Tabela 2. Wpływ MgO na rezystancję objętościową i natężenie pola przebicia

Material Material	Volume resistivity/ Rezystancja objętościowa, $\Omega m$	Breakdown field strength/ Natężenie pola przebicia, kV/mm
Pure PP/Czysty PP	$1.73 \cdot 10^{14}$	24.18
PP with MgO, 2% by mass/ PP z MgO, 2% mas.	$2.85 \cdot 10^{14}$	24.96

was completely decomposed because this temperature was much higher than its decomposition temperature.

When the temperature was low and the calcination time was short, the particle size of the crystal was large and could not be completely broken. However, when the temperature was high and the calcination time was long, the completely broken crystals grew gradually with the extension of calcination time, resulting in the larger particle size of nano-MgO.

### Resistivity and breakdown field strength

The volume resistivity of nano-MgO/PP composite material increased from  $1.73 \cdot 10^{14} \Omega m$  to  $2.85 \cdot 10^{14} \Omega m$ , and had only small effect on the breakdown field strength of the material. The doping PP with nano-MgO resulted in a change of the interface morphology of PP matrix, introducing a large number of deep traps, or changing the trap density inside the material. It resulted in deeper trap energy level, lower carrier mobility and higher volume resistance. The results of electrical experiments of pure PP samples and composites with nano-MgO (2% by mass) were shown in Table 2.

Moreover, it was possible that the addition of nano-MgO restricted the movement of some impurity ions in PP, making it difficult to form space charge packets and improving the electrical properties of the material. Compared with pure PP samples, adding nano-MgO was helpful to improve the macroscopic electrical properties of the materials.

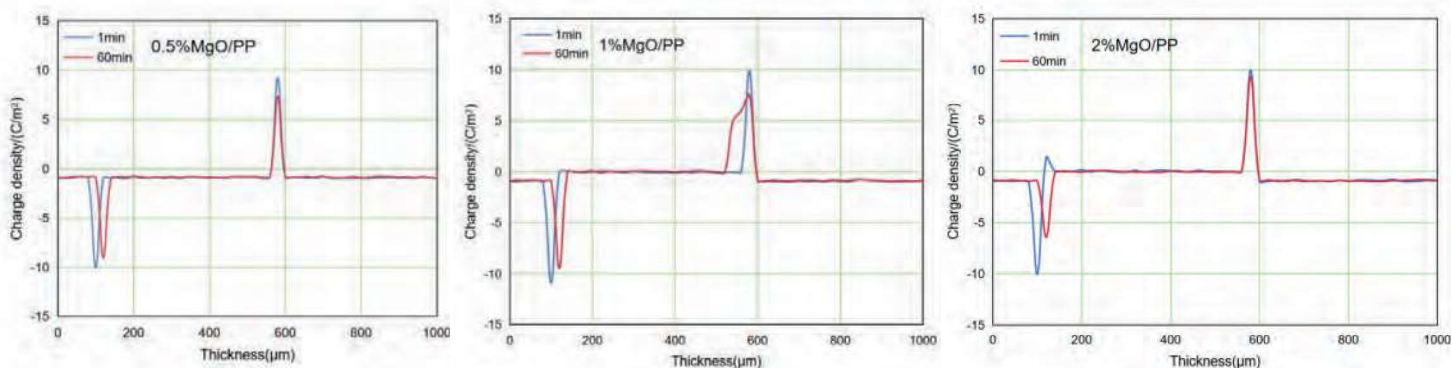


Fig. 4. Space charge distribution of 3 nano-MgO/PP composite samples

Rys. 4. Rozkład ładunku przestrzennego trzech próbek kompozytowych nano-MgO/PP

wiając właściwości elektryczne materiału. W porównaniu z czystymi próbkami PP, próbki z dodatkiem nanocząstek MgO wykazywały poprawę makroskopowych właściwości elektrycznych.

### Ładunek przestrzenny

Rozkład ładunku przestrzennego w próbkach pokazano na rys. 4. Ładunki o tej samej polaryzacji na obu biegunach zmniejszyły się po dodaniu 1% zmodyfikowanego MgO. Gdy ilość zmodyfikowanego MgO nadal rosła, wzrastał również wprowadzany ładunek, a w medium pojawiały się małe „kieszki”. Prawdopodobnie rozkład środka sprzęgającego spowodował wzrost zawartości zanieczyszczeń w polimerze i akumulację lokalnych ładunków międzyfazowych w materiale.

Po dodaniu większej ilości MgO, ze względu na wzrost cząstek zanieczyszczeń, w wysokonapięciowym polu elektrycznym DC duża liczba anionów i kationów generowanych przez dysocjację zanieczyszczeń migrowała do elektrody z przeciwnym ładunkiem, tworząc ładunki heterogeniczne, co spowodowało wzrost pola elektrycznego między interfejsem elektrody a próbką i utworzenie dodatkowego pola elektrycznego, ułatwiając w ten sposób wprowadzanie ładunków o tej samej polaryzacji i poprawiając głębokość wtrysku ładunków o tej samej polaryzacji.

Po dodaniu 0,5% zmodyfikowanego MgO gęstość ładunku przestrzennego pozostała niezmienną na poziomie 0,81 C/m<sup>2</sup>, a gdy zawartość zmodyfikowanego MgO wynosiła 1%, gęstość ładunku przestrzennego kompozytu PP była najmniejsza (0,63 C/m<sup>2</sup>). W związku z tym optymalna zawartość zmodyfikowanego MgO w PP wynosiła 1% mas.

### Analiza termograwimetryczna

Zmianę szybkości ubytku masy kompozytów wraz ze wzrostem temperatury (po dodaniu 0,5, 1,5 i 3 cz. mas. MgO do 100 cz. mas. PP) w warunkach programowanego wzrostu temperatury pokazano na rys. 5.

Temperatura rozkładu kompozytu wzrosła o 12,0°C (z 415,9°C PP do 427,9°C) wraz ze wzrostem zawartości włóknistego MgO (do 3 części MgO w 100 częściach PP) w kompozytowym materiale izolacyjnym nano-MgO/PP. Bliskie połączenie między łańcuchami molekularnymi polimeru a powierzchnią materiałów nieorganicznych zapewniło stabilność termiczną struktury molekularnej. Odporność cieplna łańcuchów molekularnych o stabilnej strukturze może zostać poprawiona.

### Analiza właściwości mechanicznych

Właściwości mechaniczne 5 materiałów kompozytowych podano na rys. 6. Próbki PP-1–PP-5 reprezentowały odpowiednio 0%MgO/PP-1, 0,2%MgO/PP-2, 0,5%MgO/PP-3, 1,0%MgO/PP-4 i 2,0%MgO/PP-5.

Wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie przy zerwaniu materiału bez cząstek nano-MgO miały największe wartości, osiągając odpowiednio 43,112 MPa i 693,113%.

### Space charge

The space charge distribution in the samples was shown in Fig. 4. The charges of the same polarity at both poles decreased after adding 1% of modified MgO. When the amount of modified MgO continued to increase, the injected charge also increased, and small pockets appeared in the medium. Probably, the decomposition of coupling agent resulted in increasing the impurities content in the polymer and the accumulation of local interfacial charges in the material.

When more MgO was added, due to the increase of impurity particles, under the DC high-voltage electric field, a large number of anions and cations generated by impurity dissociation migrated to the electrode with opposite charges to form heterogeneous charges, which resulted in an increase of the electric field between the electrode interface and the sample and formation of an additional electric field, thus making it easier to inject charges with the same polarity and improving the injection depth of charges with the same polarity.

When 0.5% modified MgO was added, the space charge density remained unchanged at 0.81 C/m<sup>2</sup>, and when the content of modified MgO was 1%, the space charge density of PP composite was the lowest (0.63 C/m<sup>2</sup>). Therefore, the optimum content of modified MgO in PP was 1% by mass.

### Thermogravimetric analysis

The change of mass loss rate of the composites with temperature increase (when 0.5, 1.5 and 3 parts of MgO to 100 parts of PP were added) under the condition of programmed temperature rise was shown on Fig. 5.

The decomposition temperature of the composite increased by 12.0°C (from 415.9°C of PP to 427.9°C)

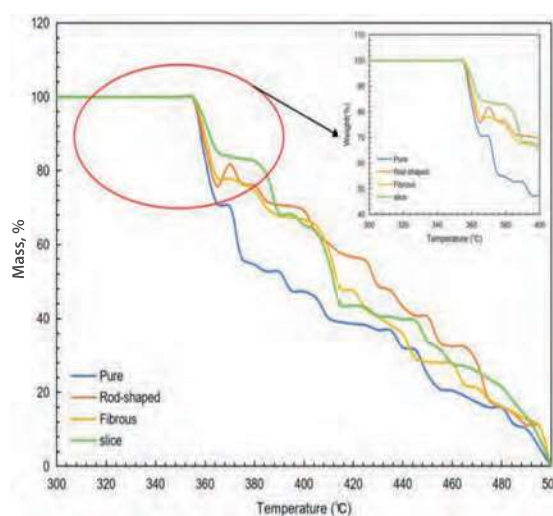


Fig. 5. Thermogravimetric curves of fibrous nano-MgO/PP composite insulation materials with different PP shapes

Rys. 5. Krzywe termogravimetryczne włóknistych kompozytowych materiałów izolacyjnych nano-MgO/PP o różnych kształtach dodawanego PP

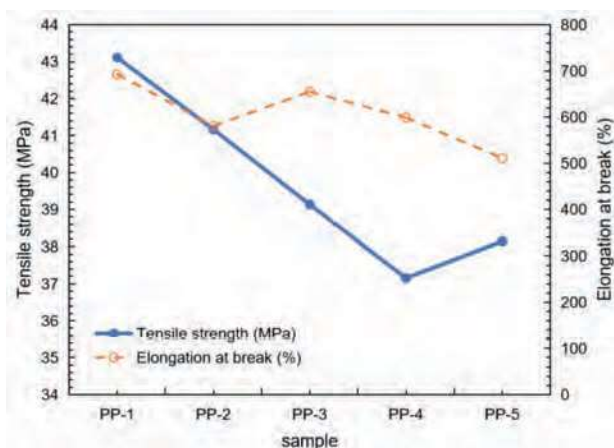


Fig. 6. Mechanical properties of nano-MgO/PP composite materials with varying MgO content

Rys. 6. Właściwości mechaniczne materiałów kompozytowych nano-MgO/PP o różnej zawartości MgO

Po dodaniu nanocząstek MgO wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie przy zerwaniu materiałów zmniejszyły się wraz ze wzrostem zawartości MgO. Gdy zawartość ta wynosiła 1,0%, wytrzymałość na rozciąganie osiągnęła najmniejszą wartość (37,155 MPa), a gdy zawartość nanocząstek wynosiła 2,0%, wydłużenie przy zerwaniu osiągnęło najmniejszą wartość (511,061%).

## Wnioski

Po dodaniu nanocząstek MgO do matrycy PP rezystywność objętościowa materiału wzrosła z  $1,73 \cdot 10^{14} \Omega m$  do  $2,85 \cdot 10^{14} \Omega m$  i miała tylko niewielki wpływ na natężenie pola przebicia materiału. W porównaniu z czystymi próbkami PP, dodatek nano-MgO spowodował poprawę makroskopowych właściwości elektrycznych materiałów. Po dodaniu 0,5% zmodyfikowanego MgO gęstość ładunku przestrzennego pozostała niezmienną na poziomie  $0,81 C/m^2$ , a gdy zawartość zmodyfikowanego MgO wynosiła 1%, gęstość przestrzennego ładunku kompozytu PP była najmniejsza, więc optymalna zawartość zmodyfikowanego MgO w PP wynosiła 1% mas. Wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie przy zerwaniu kompozytowych materiałów izolacyjnych nano-MgO/PP były nieco mniejsze niż w przypadku czystego PP, ale ogólny spadek nie był znaczący. Badanie właściwości mechanicznych potwierdziło możliwość zastosowania kompozytowych materiałów izolacyjnych nanoMgO/PP w praktyce przemysłowej.

with the increase of fibrous MgO content (up to 3 parts of MgO in 100 parts of PP) in the nano-MgO/PP composite insulation material. The close connection between polymer molecular chains and the surface of inorganic materials ensured the thermal stability of molecular structure. The heat resistance of molecular chains with stable structure could be improved.

## Mechanical property analysis

The mechanical properties of 5 composite materials are given in Fig. 6. The PP-1 to PP-5 samples represented 0%MgO/PP-1, 0.2%MgO/PP-2, 0.5%MgO/PP-3, 1.0%MgO/PP-4 and 2.0%MgO/PP-5, respectively.

The tensile strength and elongation at break of the material without any nano-MgO particles were the highest, reaching 43.112 MPa and 693.113% respectively. However, after addition of nano-MgO, the tensile strength and elongation at break of materials decreased with increasing MgO content. When the content of nanoparticles was 1.0%, the tensile strength reached the lowest value (37.155MPa), and when the content of nanoparticles was 2.0%, the elongation at break reached the lowest value (511.061%).

## Conclusion

After addition of nano-MgO to the PP matrix, the volume resistivity of the material increased from  $1.73 \cdot 10^{14} \Omega m$  up to  $2.85 \cdot 10^{14} \Omega m$ , and had only a small effect on the breakdown field strength of the material. Compared with pure PP samples, the addition of nano-MgO resulted in improving the macroscopic electrical properties of the materials. When 0.5% modified MgO was added, the space charge density remained unchanged at  $0.81 C/m^2$ , and when the content of modified MgO was 1%, the space charge density of PP composite was the lowest, so the optimum content of modified MgO in PP was 1% by mass. The tensile strength and elongation at break of nano-MgO/PP composite insulation materials were slightly lower than that of pure PP, but the overall decline was not significant. The study on mechanical properties confirmed the applicability of the nanoMgO/PP composite insulating materials in the industrial practice.

Otrzymano/Received: 10-11-2023

## REFERENCES/LITERATURA

- [1] A. Bouaziz, M. Khemakhem, V. Massardier, M. Jaziri, *J. Compos. Mater.* 2018, **30**, 52.
- [2] Q. Guo, D. Shi, C. Yang, G. Wu, *J. Supercrit. Fluids* 2022, **181**, 105466.
- [3] W. Wang, H. Kang, N. Li, J. Guo, D.Y. Girma, Y. Liu, *Int. J. Geomech.* 2022, **22**, No. 6.
- [4] H. He, J. Gao, Y. Wang, Z. Zhu, Y. Liu, G. Tian, *J. Appl. Polym. Sci.* 2022, **139**, No. 20, e52151.
- [5] M.Y. Han, D.M. Min, L.I. Qinrong, L.I. Shengtao, W.U. Qingzhou, S.R. Qin, *Sci. Sin. Technol.* 2023, **53**, No. 1, 90.
- [6] I. Plešam, P.V. Notjinger, S. Schlögl, C. Sumereder, M. Muhr, *Polymers* 2016, **8**, No. 5, 173; <https://doi.org/10.3390/polym8050173>.
- [7] K.A. Faiza, A.A. Alahmadi, H. Ishidam N. Ullah, *Sci. Rep.* 2023, **13**, 7235; <https://doi.org/10.1038/s41598-023-31473-3>.
- [8] R. Oaddi, R. Tiskatine, M. Boulaid, L. Bammou, A. Aharoune, A. Ihlal, *Instrum. Mes. Metrol.* 2019, **18**, No. 3, 281.