

3 Arranjo experimental para o tratamento eletro-térmico

Este capítulo descreve o arranjo experimental utilizado para o tratamento eletro-térmico. Seu desenvolvimento se baseou inicialmente em um arranjo experimental já existente, que foi aperfeiçoado e adaptado durante esse trabalho. Este arranjo vinha sendo utilizado no Laboratório de Optoeletrônica do Departamento de Física da PUC-Rio para a polarização eletro-térmica de vidros ao longo dos últimos anos. Entretanto, diversas modificações recentes foram realizadas para aperfeiçoar o processo e adaptar esse arranjo às novas necessidades encontradas.

3.1. Circuito elétrico e equipamentos utilizados

O tratamento eletro-térmico realizado utiliza um circuito elétrico simples. O esquema desse circuito está representado na Figura 3, assim como o posicionamento da amostra dentro do forno.

Uma fonte de alta tensão (Bertan Series 915; 0~20 kV) alimenta o circuito, passando pela montagem, dentro do forno, com a amostra a ser tratada. A tensão da fonte é amostrada por uma ponta de prova de alta tensão (*high voltage probe* HV-40; máx. 40 kV DC), que divide a tensão por um fator de 1000 em uma saída em baixa tensão.

A corrente que passa pela amostra é medida pela diferença de potencial associada a um resistor de 47,4 k Ω em série com a amostra, com o auxílio de um multímetro digital (HP 34401 A). Verifica-se na Figura 3 que a corrente que passa na ponta de prova não interfere na medida da corrente da amostra. Esta precaução é importante, pois as correntes envolvidas são da mesma ordem de grandeza que a corrente que passa pela ponta de prova.

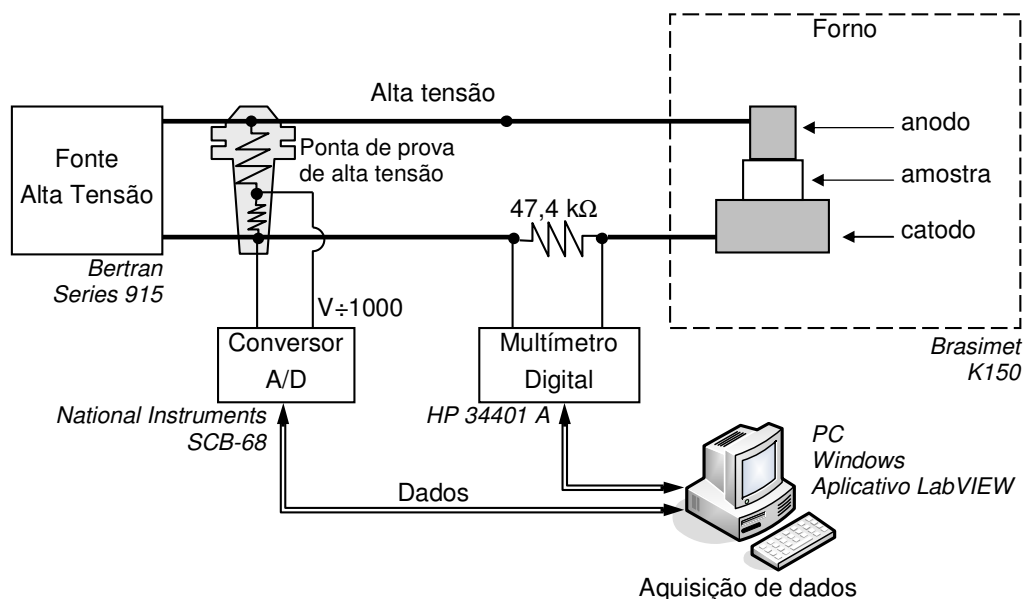


Figura 3. Circuito elétrico utilizado para o tratamento eletro-térmico. O esquema também mostra o posicionamento da amostra dentro do forno.

A saída em baixa tensão da ponta de prova está ligada a um conversor A/D (National Instruments SCB-68), que por sua vez está ligado a um microcomputador. O multímetro digital também está ligado ao microcomputador, por meio de uma linha de dados. O microcomputador roda, sobre o MS Windows® (Microsoft Corp.), o aplicativo LabVIEW® (National Instruments Corp.). O Laboratório de Optoeletrônica do Departamento de Física, onde os experimentos são realizados, desenvolveu um programa para o LabVIEW que realiza a aquisição de dados concomitante de tensão aplicada e corrente atravessando a amostra. Esses dados são utilizados para o controle do processo durante o tratamento e, posteriormente, para análise e comparação dos resultados e do efeito das variáveis envolvidas no tratamento (i.e. temperatura, tempo, tensão etc.).

Os fios utilizados para alimentar os eletrodos dentro do forno são revestidos de teflon para manter o isolamento a altas temperaturas. Os eletrodos são fabricados em aço inoxidável maciço, com as faces polidas para garantir bom contato com as amostras. Procurou-se utilizar aço de boa qualidade, para reduzir a oxidação em temperatura elevada. Infelizmente, notou-se alguma oxidação já na primeira vez que as peças foram levadas a 300°C, mas essa parece não aumentar com a utilização repetida no forno. Ao chegar a 600°C, o nível de oxidação da superfície é maior. Seria apropriado utilizar ligas de aço especificamente

desenvolvidas para operar a essa temperatura, mas infelizmente não houve acesso a esses materiais.

Utilizou-se um forno da marca Brasimet, modelo K150. Este forno é robusto e com grande inércia de temperatura, para garantir a estabilidade durante todo o processo, opera até 1350°C , possui controle de temperatura programável microprocessado e sua câmara interna mede $15 \times 15 \times 30$ cm (altura, largura e profundidade). O forno, montado no Laboratório de Optoeletrônica do Departamento de Física, foi adaptado para prover um acesso na parte traseira, através de um tubo metálico, para permitir a passagem dos fios do circuito elétrico de alta tensão, conforme ilustra a Figura 4.

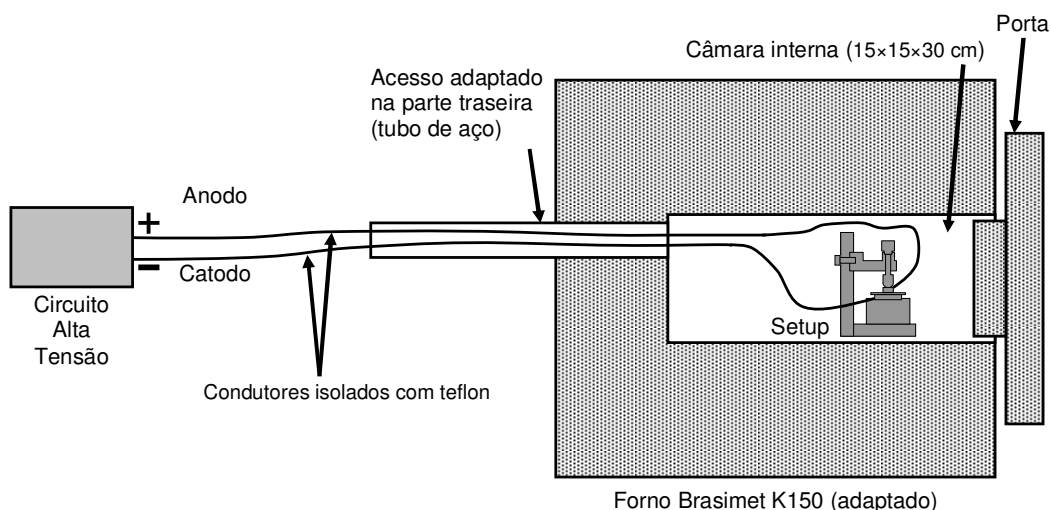


Figura 4. Esquema da montagem do *setup* no forno adaptado com entrada traseira para os fios elétricos de alta tensão.

Como o forno disponível não tem atmosfera controlada, os íons da atmosfera fazem parte do processo, conforme comentado na seção 2.2, podendo se difundir para dentro do material polarizado. A utilização de um forno com atmosfera de gás inerte, como o nitrogênio, permitiria maior controle sobre o processo.

A montagem deve ser realizada em temperatura ambiente. Em seguida, o forno é aquecido e, ao estabilizar na temperatura desejada, inicia-se o tratamento pela aplicação de tensão. A Figura 5 mostra uma foto do arranjo experimental utilizado nos procedimentos de polarização eletro-térmica. Nesta foto, a montagem utilizada (ver seção 3.2) para polarização das amostras está dentro da câmara do forno.



Figura 5. Foto do arranjo experimental utilizado nos procedimentos de polarização eletro-térmica.

3.2. Montagem para tratamento em temperaturas até 300 °C

Nesta seção é apresentada a montagem utilizada para o tratamento eletro-térmico das amostras de alumina e de vidro ao longo deste trabalho. Esta estrutura foi fabricada na oficina mecânica do Departamento de Física e é o resultado de diversos testes realizados no Laboratório de Optoeletrônica do Departamento de Física da PUC-Rio. A partir de estruturas mais simples, conforme os pontos negativos eram identificados, a base para uma nova montagem mais complexa, eficaz e robusta era desenvolvida, visando a resolver as dificuldades encontradas na estrutura anterior. O esquema do corte lateral da estrutura utilizada está representado na Figura 6.

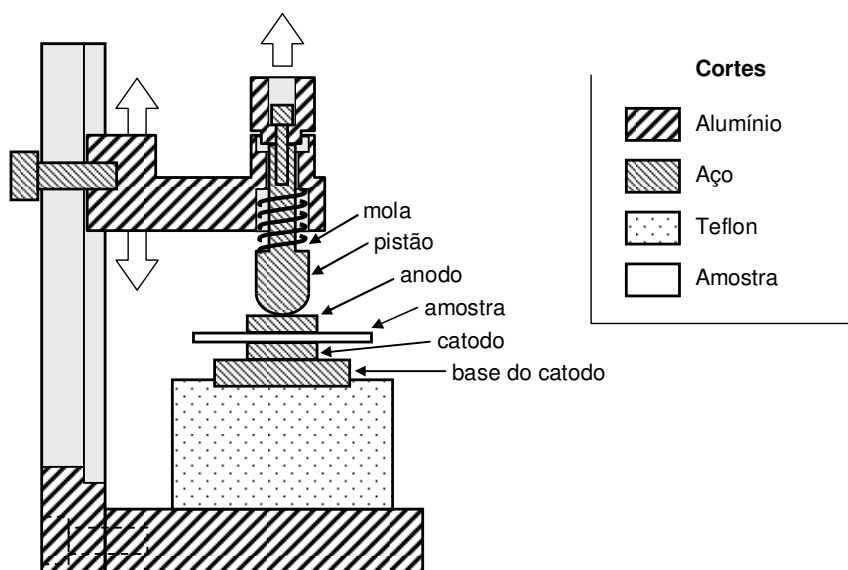


Figura 6. Esquema do corte lateral da estrutura utilizada para polarização das amostras.

Foi construída uma base horizontal com uma parede lateral, ambas em alumínio. Na base horizontal fica um suporte de teflon com rebaixamento para encaixe de uma base larga de aço para o catodo. Na parede vertical é fixado um braço horizontal de alumínio, com altura ajustável. Da ponta deste braço desce um pistão de aço que pressiona o anodo contra a amostra e o catodo alinhados. Os eletrodos não são fixos na estrutura – assim, podem ser utilizados pares catodo-anodo de diversos tamanhos, de acordo com a área que se pretende polarizar. O ajuste de altura permite utilizar amostras com diferentes espessuras. A mola no pistão mantém o contato mesmo após o aquecimento e dilatação das peças. A pressão exercida sobre o anodo é puramente vertical. Os fios são presos por conectores tipo jacaré: negativo em um parafuso na lateral do catodo, positivo em um encaixe preso no pistão.

Esta estrutura foi projetada para ser utilizada no forno Brasimet K150, considerando as dimensões da câmara do forno e afastamento suficiente das paredes, para evitar descargas elétricas. Ela possui 10 cm de altura, sua base mede 6 cm de largura por 7 cm de profundidade. A Figura 7 mostra fotos da montagem de polarização.

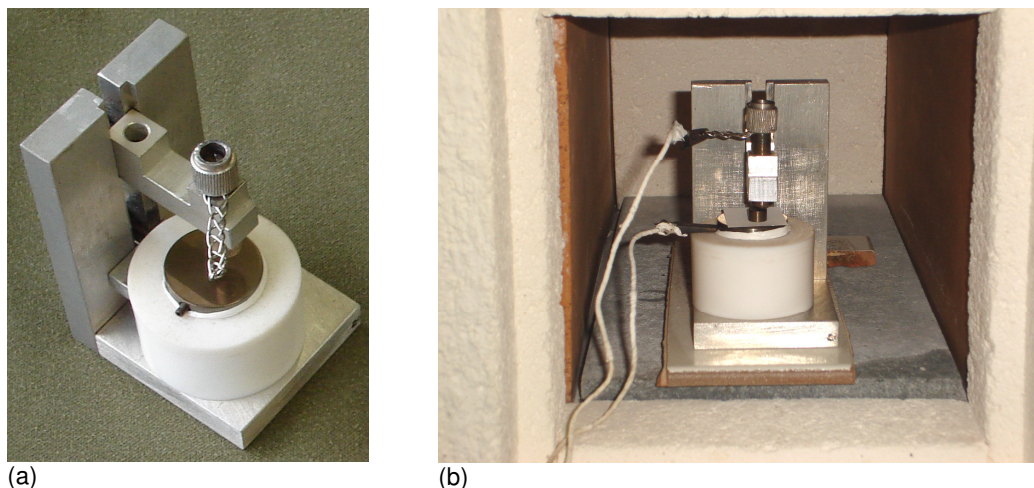


Figura 7. Foto da montagem de polarização: (a) detalhes da montagem (sem anodo e sem amostra) e; (b) dentro da câmara do forno Brasimet K150.

Cabe ressaltar que esta montagem somente pode ser utilizada em temperaturas até aproximadamente 300°C. Isto ocorre porque a estrutura utiliza peças de Teflon® [33], [34]. O teflon utilizado é do tipo PTFE (politetrafluoretileno) cujo ponto de fusão está em 327°C. Acima de 300°C, essas peças apresentam grande dilatação e ao se aproximar da fusão elas se deformam.

Além disso, os fios que levam a alta tensão para a amostra dentro do forno são revestidos com teflon, atuando como isolante. Embora suportem até 300°C, a temperatura máxima recomendada de operação para uso constante destes fios é de 260°C [35] – utilizados em tratamentos acima dessa temperatura, o isolamento é danificado e eles são descartados após sua utilização.

Por esses motivos, a montagem apresentada nesta seção somente pode ser utilizada em temperaturas até aproximadamente 300°C. Temperaturas superiores a essa não eram utilizadas no Laboratório de Optoeletrônica do Departamento de Física da PUC-Rio, pois as temperaturas ótimas de polarização para os materiais normalmente lá utilizados (sílica, boro-silicato, *soda-lime*) estão abaixo dos 300°C (entre 260°C e 280°C) [5], [7], [8].

Entretanto, decidiu-se que seria interessante observar também o comportamento da polarização térmica em temperaturas mais elevadas, em princípio até 500°C. O principal motivo é que a única referência encontrada na literatura para a avaliação dos efeitos do tratamento sobre as propriedades

dielétricas do vidro boro-silicato na faixa de microondas [6] afirma que estes só são observáveis para tratamentos realizados em temperaturas acima de 450°C.

Além disso, a alumina utilizada tem estrutura termo-estável até 1950°C (α -alumina, ver seção 4.1). Como os primeiros resultados de polarização (seção 6.2.1) abaixo de 300°C não apresentaram efeitos notáveis, decidiu-se realizar testes a temperaturas mais altas, para aumentar a mobilidade dos íons.

Com essa finalidade, a montagem apresentada na Figura 6 teve de ser modificada. Para temperaturas acima de 300°C, o suporte de teflon é substituído por uma peça de titanato de bário, sem rebaixamento para encaixe do catodo. Trata-se de um cilindro de 45 mm de diâmetro por 18 mm de altura, originalmente fabricado como ressoador dielétrico para microondas pela Trans-Tech, Inc.

A Figura 8 apresenta fotos da montagem para temperaturas acima de 300°C. A Figura 8(a) mostra o *setup* montado com amostra de alumina. Na Figura 8(b) encontram-se a base e o braço horizontal de alumínio e o pistão de aço, semelhantes aos da Figura 6. Na Figura 8(c) podem-se ver a base de titanato de bário, a base do catodo (mais larga) e o contato para o anodo (menor, com dois níveis) de aço. A fixação dos condutores é feita por parafusos, pois não foram encontrados conectores tipo jacaré para operação acima de 300°C. O contato para o anodo foi aumentado para maior robustez da montagem, uma vez que o fio rígido fica preso diretamente a ele. A parte menor do catodo fica em contato com a amostra, correspondendo à região a ser polarizada.

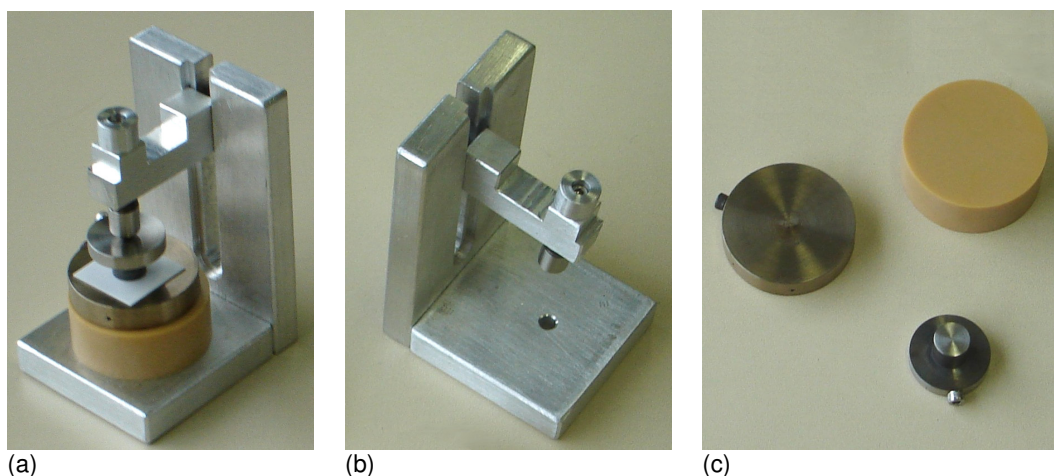


Figura 8. Foto da montagem para polarização em temperaturas acima de 300°C: (a) *setup* montado com amostra de alumina; (b) a base e o braço horizontal de alumínio com o pistão de aço e; (c) a base de titanato de bário, o catodo (mais largo) e o anodo (menor, com dois níveis) de aço.

Os fios com revestimento isolante de teflon também precisaram ser substituídos. Optou-se por utilizar fios rígidos nus de níquel-cromo (Nathrax Nicroma N80, diâmetro 0,8 mm e resistência 2,18 Ω/m), com temperatura de operação até 1000°C. Os fios são levados ao interior da câmara do forno K150 através do acesso pela parte traseira (adaptado, não faz parte do modelo original do forno), dentro de tubos isolantes rígidos de cerâmica ou quartzo (únicos isolantes encontrados comercialmente para essa temperatura).

A Figura 9 mostra a montagem do *setup* no forno para tratamentos em temperaturas acima de 300°C. Os condutores de níquel-cromo são levados para dentro do forno pelo acesso na parte de trás. A isolação elétrica é feita por tubos rígidos. Do lado de fora, o comprimento excedente dos condutores foi isolado com fita de teflon, para evitar acidentes, contato indesejado e curto-circuito.

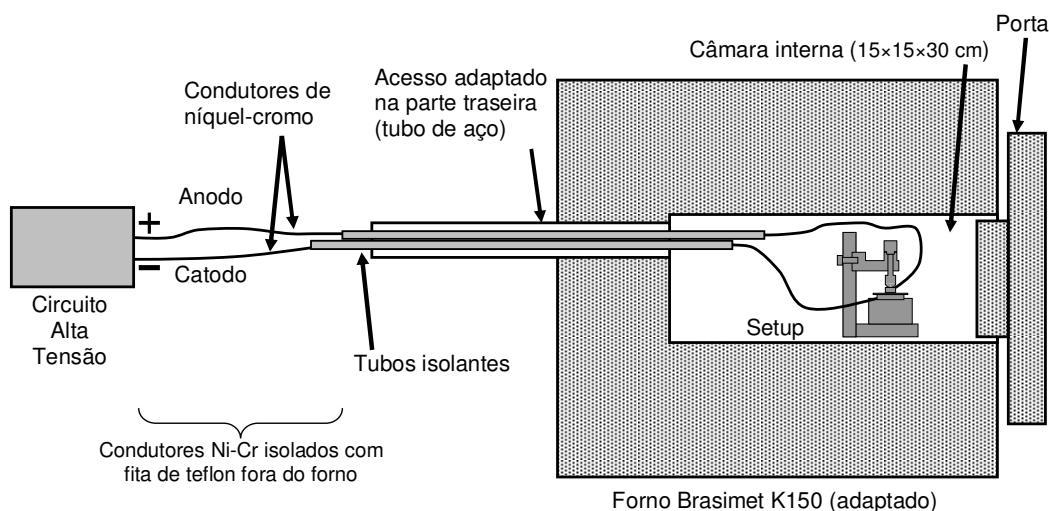


Figura 9. Esquema da montagem do *setup* no forno para temperaturas acima de 300°C.

Encontrou-se grande dificuldade para conseguir os materiais para a montagem da Figura 9, em especial os tubos isolantes. Foram testados três tipos: tubos de cerâmica genérica para uso como isolante, de quartzo e de alumina. Entretanto, nenhum dos materiais conseguiu satisfazer os requisitos para uso no tratamento, pois apresentaram corrente de fuga em ordem de grandeza igual ou superior às geradas pelo processo de tratamento eletro-térmico quando submetidos às tensões de operação. Os tubos de cerâmica isolante genérica, já nos testes em temperatura ambiente, excederam os limites aceitáveis de corrente de fuga.

Os tubos de quartzo, com 1 mm de espessura, apresentaram níveis inaceitáveis quando acima de 200°C, mesmo utilizando-se dois tubos concêntricos

em cada condutor. Concluiu-se que os tubos de quartzo utilizados tinham baixa pureza. Tubos de quartzo de elevada pureza deveriam satisfazer as condições para utilização, de baixíssima corrente de fuga. Entretanto, tais tubos não são fabricados no Brasil, são caros e disponíveis em apenas poucos fornecedores.

Foram testados tubos de alumina, com pureza nominal de 99,7% e espessura de 2,5 mm. No entanto, inesperadamente, esses tubos também não satisfizeram os requisitos de corrente de fuga acima de 200°C. Foi também observada corrente de superfície nos tubos acima de 250°C.

Deste modo, não foi possível realizar, neste trabalho, tratamentos eletro-térmicos em temperaturas acima de 300°C.