

Estudo da Variação Térmica da Constante Dielétrica de Compósitos de Resina Epóxida e Pós-Metálicos

I – Experimental

C. S. FURTADO*

Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra, Portugal

Recebido em 21 de Abril de 1979

Experimental details related to the measurement of the electric permittivity of composites of epoxy resin and metallic powder are presented. The process of cure of the samples, the methods of making the electrodes and evaluation of the powder concentration are described. The temperature measurement and control and the problem of determining the complex capacity of capacitors are referred with special treatment of the method of three terminals.

São apresentados aspectos experimentais relacionados com a medida da constante dielétrica de compósitos de resina epóxida e pós metálicos. Os processos de cura das amostras e de formação de eletrodos são descritos, bem como o modo de calcular a concentração dos pós. Referem-se os métodos de medida e controle da temperatura e os problemas levantados com a determinação da capacidade complexa de um condensador e a sua conveniente resolução recorrendo ao método dos três eletrodos. Tecem-se ainda considerações a respeito da ponte de auto-transformador utilizado.

1. INTRODUÇÃO

Tem não só interesse teórico como ainda de aplicação tecnológica, é por exemplo o caso do fabrico de magnetes supercondutores, co-

* Projeto CF3 do INIC. Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra (Portugal).

nhecer para diferentes temperaturas a constante dielétrica complexa de compósitos de resina epóxida e pós metálicos de diversas espécies e granulometrias. Neste artigo dá-se conta dos métodos e processos de natureza experimental, que conduziram à realização das medidas. Publicar-se-ão em artigos futuros os resultados experimentais com a devida interpretação teórica.

2. AMOSTRAS

2.1 – O Processo de Cura

As amostras foram fabricadas à custa de resina epóxida Araldite MY 740, com o endurecedor HY 906 e o acelerador DY 062, à qual se juntavam pós metálicos, de pureza comercial, cujas partículas tinham dimensões compreendidas entre 2 e 90 μm . A mistura resina e pós foi sujeita a um processo de cura, consistindo de uma hora a 100 °C seguida de duas horas a 180 °C. Este processo tinha lugar numa estufa mantida a uma pressão razoavelmente baixa e regulada de modo a que a saída de gases do seio da mistura se efetuasse lentamente para evitar derrame da mistura. A mistura encontrava-se metida em tubos de pirex de 21 mm de diâmetro interno, tapados com rolhas de borracha, os quais eram rodados a cerca de 3 rotações por minuto, de modo a não só evitar a sedimentação das partículas como a obter a sua distribuição homogênea.

Findo o processo de cura, e depois de deixar arrefecer lentamente os tubos de pirex, obtinham-se cilindros com 21 mm de diâmetro e uns 6 cm de comprimento que foram cortados em pastilhas com cerca de 1 mm de espessura, numa micro-serra circular. Para este efeito há que ter cuidados especiais, dos quais se destaca a necessidade de fixar convenientemente o cilindro inicial. Isto consegue-se por meio da ligação rígida a uma cantoneira de vidro recorrendo a uma massa plastificada auns 100 °C e que endurece com o arrefecimento. Obtidas as pastilhas, estas são levadas a uma câmara de evaporação, onde, num vácuo melhor que 10^{-5} torr, se procedia por evaporação à deposição de alumínio sobre as faces das pastilhas utilizando um conjunto de máscaras que a Figura 1 reproduz. Para a evaporação usava-se fita de alumínio enrolada num filamento

de tungstênio que, para assegurar a uniformidade de espessura da camada metálica depositada, era colocado cerca de 5 cm acima da amostra. Para melhorar a qualidade da deposição, o filamento de tungstênio foi inicialmente desgasificado fazendo-se uma primeira evaporação sem amostra de modo a revestir o tungstênio com alumínio.

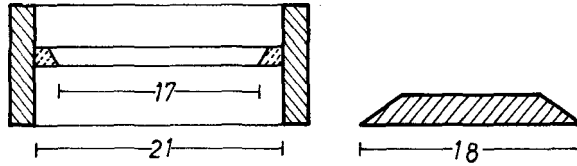


Fig. 1 - Máscaras usadas na metalização dos eletrodos.

Este método tem-se revelado o melhor para a formação do condensador de 3 eletrodos¹, por assim se assegurar um perfeito contato entre estes eletrodos e a amostra. A figura 2 mostra o aspecto da amostra depois de preparada para ser montada: 1 e 2 são os eletrodos de medida e 3 o eletrodo de guarda.

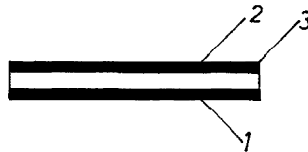


Fig. 2 - Amostra com os três eletrodos.

2.2 - Determinação da Concentração dos Pós Metálicos

Para bem caracterizar a amostra é necessário não só especificar a granulometria dos pós metálicos utilizados como ainda determinara sua concentração. Para este efeito basta determinar a massa específica da amostra, ρ_a . De fato, uma vez que a massa da amostra, m_a , é igual à massa de resina, m_r , mais a massa de metal, m_m ,

$$m_a = m_r + m_m ,$$

ter-se-ã

$$\rho_a V_a = \rho_r V_r + \rho_m V_m ,$$

onde V_a , V_r e V_m são os volumes da amostra, da resina e dos pós metálicos. Definindo a concentração dos pós metálicos como o cociente entre o volume por eles ocupado e o volume da amostra,

$$c = \frac{V_m}{V_a} ,$$

ter-se-á

$$\rho_a = \rho_r \frac{V_r}{V_a} + \rho_m \frac{V_m}{V_a}$$

ou

$$c = \frac{\rho_a - \rho_r}{\rho_m - \rho_r} .$$

Como são conhecidas as massas específicas da resina, ρ_r , e do metal, ρ_m , a determinação da massa específica da amostra ρ_a , conduz ao valor da concentração dos pós metálicos, c .

2.3 – Montagem das Amostras

Cada amostra é montada na câmara de medida cujo desenho se apresenta na Figura 3. Uma caixa cilíndrica, de latão, tem uma chanfradura externa onde se enrola um fio de constantan SWG 38 com cerca de 10 ohms. Sobre o fundo da caixa instala-se um disco de perspex com um rebaixo central onde encaixa um disco de latão que serve de apoio ao eletrodo 1 da amostra. No eletrodo 2 vai apoiar-se outro disco de latão

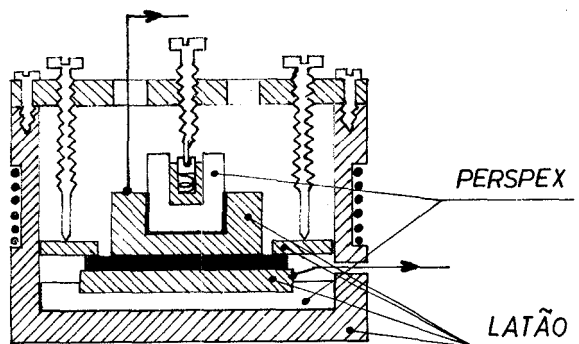


Fig. 3 - Câmara de medida

ja centragem relativamente à amostra fica naturalmente assegurada por os diferentes elementos da câmara terem sido maquinados ao torno. Um anel apoia-se por sua vez sobre o eletrodo de guarda 3, garantindo-se o seu contato à custa de três parafusos igualmente distanciados.

3. CONTROLE E MEDIDA DA TEMPERATURA

A câmara de medida é montada na corrente de ar frio que resulta da evaporação de ar líquido contido num vaso "dewar", conforme a Figura 4 representa. Em virtude da existência de um gradiente de temperatura entre a superfície do ar líquido (-80K) e a temperatura ambiente ($\sim 300\text{K}$), a colocação da câmara numa dada altura determinará, grosseiramente, a temperatura da amostra. O controle fino da temperatura é conseguido à custa de um regulador de temperatura "Artronix". A f.e.m. térmica devida ao par termoelétrico cobre-constantan vai alimentar o regulador que liga e desliga a fonte de tensão sobre a resistência de aquecimento através do contato c (ver Figura 5). A temperatura é medida por meio de um outro termo-par cobre-constantan cuja calibração foi efetuada por meio de um termômetro de resistência de platina. A d.d.p. dada por este termo-par é, depois de amplificada no amplificador c.c. Keithley 140, medida num voltímetro digital.

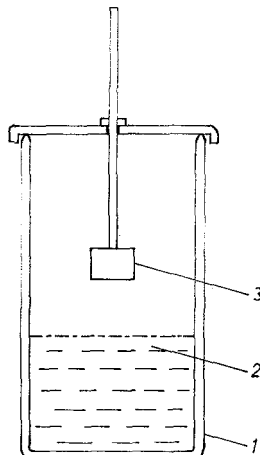


Fig. 4 - Montagem da câmara de medida num "dewar".

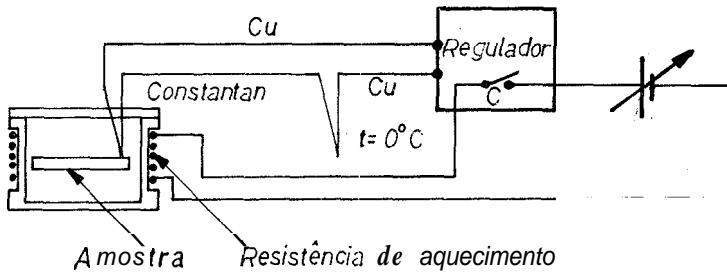


Fig. 5 - Esquema do circuito regulador da temperatura

4. MEDIDA DA CONSTANTE DIELÉTRICA COMPLEXA

4.1 - Definições

A constante dielétrica relativa complexa ϵ_r^* é expressa por

$$\epsilon_r^* = \epsilon_r' - j \epsilon_r'' ,$$

a que se encontra associado o ângulo de perdas δ dado por $\text{tg} \delta = \epsilon_r'' / \epsilon_r'$.

A sua determinação faz-se experimentalmente medindo a admitância Y^* de um condensador em que o espaço entre as armaduras é constituído pelo material em estudo. Dado que

$$Y^* = G + j \omega C ,$$

com facilidade se verificam as seguintes relações:

$$\epsilon_r' = \frac{d}{\epsilon_0 S} C ,$$

$$\epsilon_r'' = \frac{d}{\omega \epsilon_0 S} G = \frac{\epsilon_r'}{\omega C} G$$

$$\text{tg} \delta = \frac{G}{\omega C} ,$$

onde G e C são a perditância e capacidade do condensador, d , a distância entre os eletrodos, S a sua área, ω a frequência do sinal utilizado e ϵ_0 a constante dielétrica absoluta do vácuo.

4.2— —O Método dos Três Eletrodos

O uso de três eletrodos permite reduzir substancialmente o conhecido efeito dos bordos, o qual consiste na deformação das linhas de força do campo elétrico junto dos bordos das armaduras do condensador. A fórmula $C^* = \epsilon_r^* \epsilon_0 \frac{S}{d}$, em que C^* e ϵ_r^* são quantidades complexas, é assim aproximadamente verificada desde que o terceiro eletrodo, o eletrodo de guarda, seja bem concebido. Ao eletrodo interno, o 2, poderão então associar-se, com bastante fidelidade, uma secção de um condensador plano de armaduras infinitas.

Há relações que cumpridas conduzem a uma boa aproximação. É o caso de se fazer (ver Figura 6) :

i) a largura do eletrodo de guarda igual, pelo menos, a duas vezes o afastamento entre as armaduras², ou seja,

$$r_3 - r_2 \geq 2d ;$$

ii) a distância entre o anel guardado e o anel de guarda ($r_2 - r_1$) ser, pelo menos, inferior a um terço da largura do anel de guarda ($r_3 - r_2$)³, isto é,

$$r_2 - r_1 \leq \frac{1}{3} (r_3 - r_2) .$$

Uma correção adicional pode ser efetuada, que consiste em avaliar a área do condensador S a introduzir no cálculo de ϵ_r^* , com base num raio efetivo r do eletrodo guardado dado por ⁴

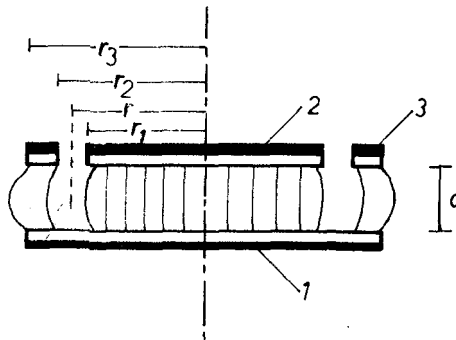


Fig. 6 - Dimensões dos eletrodos.

$$r = \frac{r_1 + r_2}{2} - \frac{2d}{\pi} \ln \left[\cosh \frac{\pi(r_2 - r_1)}{4d} \right]$$

A amostra típica utilizada com $r_1 = 8$ mm, $r_2 = 8.5$ mm, $r_3 = 10.5$ mm e $d = 1$ mm satisfaz às condições acabadas de referir, sendo o raio efetivo a considerar igual a 8.20 mm.

4.3 — Medida da Admitância

Para medir a admitância do condensador, \underline{Y} , utilizou-se, como já foi referido, o método dos três terminais. A Figura 7 representa esquematicamente a montagem utilizada. O sinal de um oscilador alimentava a ponte de capacidades cujo sinal de saída, depois de amplificado num amplificador de baixo ruído, era observado num osciloscópio.

Julga-se ter algum interesse descrever sumariamente a ponte de capacidades utilizada. É uma ponte de razão de braços de transformador cujo principio se encontra explicitado na Figura 8. As tensões \underline{V}_A e \underline{V}_B estão em oposição de fase, o que implica estarem as correntes \underline{I}_p e \underline{I}_x também em oposição quando a impedância padrão (da ponte) \underline{Z}_p for igual à impedância desconhecida \underline{Z} . Então não aparecerá nenhum sinal no secundário do transformador T_2 , não dando o detector D qualquer indicação. O equilíbrio consegue-se quer por variação do valor da impedância padrão \underline{Z}_p quer mudando a posição da tomada variável no transformador T_1 . Uma importante vantagem deste tipo de ponte reside no fato de o equilíbrio não ser afetado pelas impedâncias parasitas x e y . Tal deriva do forte aco-

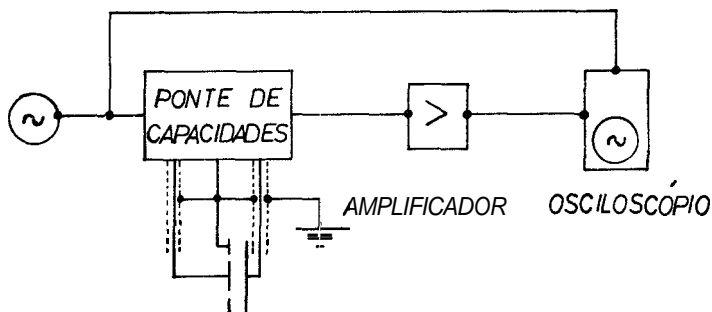


Fig. 7 - Esquema do circuito de medida da admitância do condensador.

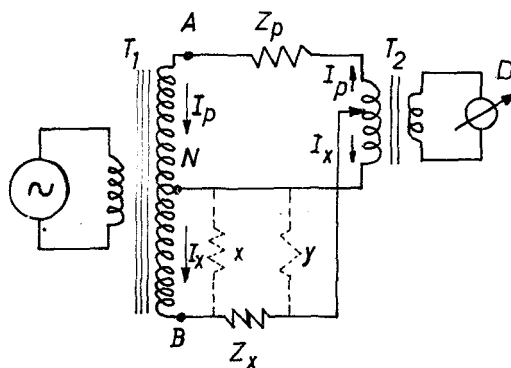


Fig. 8 - Princípio da ponte de capacidades.

plamento existente entre as espiras de cada um dos transformadores T_1 e T_2 o que provoca a compensação automática da queda de tensão devida à impedância parasita, do outro lado do transformador. Daqui resulta que as capacidades significativas introduzidas por cabos de ligação longos são perfeitamente tolerados: podem-se assim medir condensadores com alguns décimos de picofarads utilizando cabos com várias centenas de picofarads.

O método dos três terminais surge assim, de imediato e naturalmente, visto que eventuais impedâncias situadas nas posições x e y são automaticamente compensadas, como acabou de se referir, não afetando a medida. Uma vantagem suplementar para o nosso caso, associada com este tipo de ponte, consiste em o eletrodo de guarda e o eletrodo guardado ficarem, com a ponte em equilíbrio, ao mesmo potencial, quando se liga o anel de guarda ao neutro. Tem-se assim o anel de guarda a funcionar nas condições que teoricamente lhe são cometidas.

Este artigo foi redigido dentro do âmbito de trabalho do Projeto CF3 (Universidade de Coimbra) do INIC. É um prazer agradecer as sugestões recebidas dos Drs. H. M. Rosenberg e K. W. Garrett, de Oxford (Inglaterra).

REFERÊNCIAS

1. A.C. Lynch, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM-23, 425 (1974).
2. Ed. I. Estermann, *Methods of Experimental Physics*, vol. 1, *Classical Methods*, pg. 496, Academic Press (1959).
3. R.T. Smith e F.S. Welsh, J. Appl. Phys. 42, 2219 (1971).
4. W.G. Amery e F. Hamburger, Jr., Am. Soc. Testing Materials Proc. 49, 1079 (1949).