INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

EFEITO DA RADIAÇÃO ULTRAVIOLETA NA
DESPOLARIZAÇÃO TERMDESTIMULADA DE
FILMES DE TEFLON-FEP.

Helder N. da Cunha

Dissertação apresentada ao instituto de Física
e Química de São Carlos, para a obtenção do
Título de Mestre em Física Aplicada.

Orientador

Prof. Dr. Renê Armando Moreno Alfaro

SERVIÇO DE BIBLIOTECA E INFORMAÇÃO - IFQSC
FÍSICA

SÃO CARLOS

1989

132

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE

Helder Nunes da Cunha

APRESENTADA

AO INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS, DA UNIVERSI

DADE DE SÃO PAULO, EM 25 DE agosto DE 1989.

COMISSÃO JULGADORA:

Dr. Renê A. Moreno Alfaro Orientador

Dr. Roberto Mendonça Faria

Dr. Paulo Motisuke

Dedico este trabalho

A memória de meu pai "Maneco"

A minha mãe Conceição e manos e

A minha esposa Leni Cássia

AGRADECIMENTOS

Ao professor René Armando Moreno Alfaro, pela paciente orientação e sugestões, assim como pela sua amizade que muito prezo.

A minha esposa que sempre me incentivou e apoiou.

A todos os professores do grupo de eletretos "Prof. Bernhard Gross", pela inestimável ajuda na realização deste trabalho.

Ao professor Roberto M. Faria, a quem devo por estar aqui e à sua família por todo o apoio quando da minha chegada a esta cidade.

Ao trio: João Mariz, Ismael Dantas e R. Penaforte por todo o incentivo a este trabalho e pela grande amizade.

A meu "irmão" Aldo Job por tudo de bom que cultivamos juntos.

Aos bons amigos: Alfredo Jorge, João Siñesio e J. Malmonge por toda aprendizagem que me deram, com paciência e dedicação.

A todos os colegas do grupo pela convivência, ajuda e harmonia.

Aos professores do DF da FUFPI pelo apoio para a realização e continuidade deste trabalho.

A CAPES e FAPESP pelo apoio financeiro

ÍNDICE

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	I
LISTA DE TABELAS	II
RESUMO	III
ABSTRACT	IV
CAPÍTULO I	1
1.1 - Introdução	1
1.2 - Comentários sobre observações iniciais	3
CAPÍTULO II - SISTEMAS E TÉCNICAS DE MEDIDAS USADAS	6
2.1 - Fonte de luz ultravioleta	6
2.2 - A técnica da descarga corona	9
2.3 - A técnica e o sistema da DTE	11
2.3.1 - A técnica da DTE em circuito aberto	11
2.3.2 - Sistema de medida da DTE em circuito aberto	12
2.4 - A técnica e o sistema do pulso térmico	14
2.4.1 - Conceitos básicos	14
2.4.2 - A teoria da técnica do pulso térmico	16
2.4.3 - Sistema de medida do pulso térmico	19
2.4.3.1 - Circuito detetor e amplificador	20
2.4.3.2 - Fonte do pulso de calor	21
2.5 - Preparação das amostras	23
CAPÍTULO III - RESULTADOS EXPERIMENTAIS E ANÁLISE DOS RESULTADOS	26
3.1 - Efeito da luz UV - Corona negativa	26
3.2 - Contatos metálicos	34
3.3 - Variação de parâmetros	45
3.3.1 - Variação do potencial de superfície inicial	45
3.3.2 - Variação na intensidade da radiação UV	51

3.4 - Estudo da persistência do efeito do UV - Corona negativa	58
3.5 - Medidas de corrente com o Teflon-Fep metalizado nas duas faces.....	67
3.5.1 - Contatos de alumínio no Teflon-Fep	68
3.5.2 - Contatos de ouro no Teflon-Fep	70
3.6 - Efeito da luz UV - Corona positiva	73
3.6.1 - Estudando o efeito em contatos de Al, Zn e Au	73
3.7 - Estudo da persistência do efeito do UV - Corona positiva	79
3.7.1 - Medidas com contato de alumínio	79
3.7.2 - Medidas com contato de ouro	82
 CAPÍTULO IV - SINAIS DO PULSO TÉRMICO	 86
4.1 - Estudo dos sinais do pulso térmico	86
4.2 - Modelo teórico para sinais do pulso térmico na condição $E(o,t)=0$	90
4.3 - Comparação: Teoria - Experimento	94
 CAPÍTULO V - CONCLUSÕES GERAIS	 101

BIBLIOGRAFIA

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1 - Espectro de absorção luminosa do Teflon-Fep	3
Figura 2.1 - Fonte de luz UV	6
Figura 2.2 - Intensidade de luz em função da distância(sem filtro)	7
Figura 2.3 - Intensidade de luz em função da distância(com filtro)	7
Figura 2.4 - Esquema da técnica corona	10
Figura 2.5 - Esquema do DTE em circuito aberto	11
Figura 2.6 - Esquema do sistema de DTE em circuito aberto	13
Figura 2.7 - Eletreto plano paralelo	14
Figura 2.8 - Esquema da técnica do pulso térmico	19
Figura 2.9 - Sistema do pulso térmico	20
Figura 2.10 - Suporte da amostra, detetor e amplificador	21
Figura 2.11 - Dependência espacial da temperatura no eletreto	22
a diferentes tempos após o final do pulso de calor.	
Figura 2.12 - Relação da corrente produzida numa fotocélula em	23
função do tempo de duração dos pulsos.	
Figura 2.13 - Bastidor e amostra com uma face metalizada	24
Figura 3.1 - Efeito da luz UV nas curvas de DTE	27
Figura 3.2 - Amostra não irradiada	32
Figura 3.3 - Amostra irradiada com carga corona	32
Figura 3.4 - Amostra irradiada sem carga corona	33
Figura 3.5 - Amostra irradiada sem metalização prévia	33
Figura 3.6 - Medidas com contatos de alumínio	35

Figura 3.7 - Medidas com contatos de índio	37
Figura 3.8 - Medidas com contatos de zinco	38
Figura 3.9 - Medidas com contatos de cobre	39
Figura 3.10 - Medidas com contatos de cromo	40
Figura 3.11 - Medidas com contatos de ouro	41
Figura 3.12 - Amostras carregadas a -1200 volts	45
Figura 3.13 - Amostras carregadas a -2000 volts	47
Figura 3.14 - Amostras não irradiadas	48
Figura 3.15 - Amostras irradiadas antes da carga	49
Figura 3.16 - Amostras com irradiação depois da carga	50
Figura 3.17 - Amostras irradiadas a 25cm	52
Figura 3.18 - Sinal do pulso térmico após a DTE	53
para a amostra não irradiada.	
Figura 3.19 - Sinal do pulso térmico após a DTE para a	54
amostra irradiada antes da carga	
Figura 3.20 - Sinal do pulso térmico após a DTE para a	54
amostra irradiada depois da carga.	
Figura 3.21 - Medidas comparativas	55
Figura 3.22 - Sinal do PT para amostra irradiada a 40cm	55
Figura 3.23 - Sinal do PT para amostra irradiada a 25cm	55
Figura 3.24 - Medidas comparativas	56
Figura 3.25 - Sinal do PT para amostra irradiada a 40cm	56
Figura 3.26 - Sinal do PT para amostra irradiada a 25cm	56
Figura 3.27 - Amostra não irradiada	58
Figura 3.28 - Sinais do pulso térmico da amostra não irradiada	59
Figura 3.29 - Amostra irradiada uma única vez	60

Figura 3.30 - Sinais do PT para amostra irradi. uma única vez	61
Figura 3.31 - Amostra com sucessivas irradiações	61
Figura 3.32 - Sinais do PT da amostra com sucessivas irradiações	62
Figura 3.33 - Medidas comparativas	64
Figura 3.34 - Sinal do PT para a amostra irradi. com annealing	65
Figura 3.35 - Sinal do PT para a amostra irradi. sem annealing	65
Figura 3.36 - Medidas comparativas à diferentes DTEs	66
Figura 3.37 - Sinal do PT para medida com DTE até 200°C	66
Figura 3.38 - Amostras irradiadas	68
Figura 3.39 - Medidas comparativas	69
Figura 3.40 - Amostras irradiadas	70
Figura 3.41 - Medidas comparativas	71
Figura 3.42 - Amostras com contatos de alumínio	74
Figura 3.43 - Amostras com contatos de zinco	74
Figura 3.44 - Amostras com contatos de ouro	75
Figura 3.45 - Medidas comparativas	78
Figura 3.46 - Amostra não irradiada	79
Figura 3.47 - Amostra irradiada uma única vez	80
Figura 3.48 - Amostra com várias irradiações	81
Figura 3.49 - Amostra não irradiada	82
Figura 3.50 - Amostra irradiada uma única vez	84
Figura 4.1 - Respostas $\Delta V_0(t)$ em diferentes escalas de tempo	86
Figura 4.2 - Resposta $\Delta V_0(t)$ para amostra com distribuição volumétrica uniforme	87
Figura 4.3 - Resposta $\Delta V_0(t)$ para amostra com distribuição volumétrica próxima a $x=0$	88

Figura 4.4	- Respostas $\Delta V_0(t)$ para a) amostra com distribuição de carga superficial não uniforme e b) distribuição volumétrica não uniforme.	89
Figura 4.5	- Distribuição de cargas para $E(0,t) = 0$	92
Figura 4.6	- Curvas padronizadas para distribuição "dupla-caixa"	93
Figura 4.7	- Ajuste para a curva 1	94
Figura 4.8	- Ajuste para a curva 2	95
Figura 4.9	- Ajuste para a curva 3	95
Figura 4.10	- Ajuste para a curva 1	96
Figura 4.11	- Ajuste para a curva 2	96
Figura 4.12	- Ajuste para a amostra irradiada depois de carregada	97
Figura 4.13	- Ajuste para a amostra irradiada antes de ser carregada	97
Figura 4.14	- Ajuste para a amostra com DTE até 200°C	98

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Respostas para amostras irradiadas com e sem metalização.	28
Tabela 2 - Amostras com contatos de alumínio	36
Tabela 3 - Amostras com contatos de índio	37
Tabela 4 - Amostras com contatos de zinco	38
Tabela 5 - Amostras com contatos de cobre	39
Tabela 6 - Amostras com contatos de cromo	40
Tabela 7 - Amostras com contatos de ouro	41
Tabela 8 - Resultados para amostras com $V_i = -1200$ volts	46
Tabela 9 - Resultados para amostras com $V_i = -2000$ volts	47
Tabela 10 - Resultados para as amostras não irradiadas	49
Tabela 11 - Resultados para as amostras irradiadas antes da carga	49
Tabela 12 - Resultados para as amostras irradiadas depois da carga	50
Tabela 13 - Resultados para amostras irradiadas a 25cm	53
Tabela 14 - Resultados da amostra não irradiada	59
Tabela 15- Resultados da amostra irradiada uma única vez	60
Tabela 16 - Resultados da amostra com sucessivas irradiações	62
Tabela 17 - Resultados para amostras com corona positiva e metalizadas com Al, Zn e Au.	75
Tabela 18 - Respostas para a amostra não irradiada	80
Tabela 19 - Respostas para a amostra irradiada uma única vez	81
Tabela 20 - Respostas para a amostra com várias irradiações	82
Tabela 21 - Respostas para a amostra não irradiada	83
Tabela 22 - Respostas para a amostra irradiada uma única vez	84

RESUMO

Um estudo sistemático de despolarização termoestimulada (DTE) foi feito com filmes de Teflon-Fep irradiados com luz ultravioleta. As amostras foram irradiadas em três diferentes situações, na temperatura ambiente: a) Sem contatos metálicos, b) Com contatos metálicos mas descarregadas e c) Com contatos metálicos mas previamente carregadas. Foram utilizados contatos de In, Al, Zn, Cu, Cr e Au. As amostras carregadas negativamente despolarizaram-se quase na sua totalidade quando tinham sido irradiadas e estavam com contatos de In, Al e Zn, além de apresentarem sensíveis alterações nas curvas de DTE quando comparadas com as normais. As amostras com os outros contatos metálicos não foram muito alteradas pela radiação.

Usando um modelo simplificado foi possível analisar as respostas do pulso térmico das amostras com carga residual e mostrou-se que houve injeção de buracos no caso das amostras irradiadas e carregadas negativamente. Medidas separadas usando amostras com dois contatos levaram à mesma conclusão.

As amostras carregadas positivamente apresentaram uma carga residual considerável nas amostras irradiadas, evidenciando a presença de armadilhas profundas para buracos no volume do Teflon-Fep.

ABSTRACT

A Systematic study of corona charged Teflon-Fep films previously irradiated with ultraviolet light by the Thermal Stimulated Depolarization (TSD) was performed. The free surface was UV irradiated at room temperature under three different conditions: a) Without a metallic contact on the other surface in a not yet charged sample. b) With a metallic contact in a not yet corona charged and c) With a metallic contact in a charged sample. Metallic contacts of In, Al, Zn, Cu, Cr and Au were used. The negatively charged samples become almost totally depolarized after the TSD when irradiated in both cases (b) and (c) of coated with In, Al and Zn contacts, showing also visible changes in the TSD curves as compared with the normal ones. Samples coating with Cu, Cr and Au contacts did not present major changes by the effect of UV radiation. Also, no effect was observed in case (a) whatever the nature of the electrode used.

The analysis of the residual charge using the Heat Pulse Method (HPM) showed that positive charge was injected by the back electrode. Measurements with samples prepared as in case (b) above but now with a second contact seem also to indicate injection of positive charge.

A simplified model is presented in order to explain the heat pulse response of negative irradiated samples.

Positively corona charged samples under (a), (b) and (c) UV irradiation give different thermograms as compared as in unirradiated samples. The interpretation of the results is now more difficult but it seems that new deep hole traps are created by UV light.

CAPÍTULO I

1.1 - INTRODUÇÃO

Eletretos são materiais dielétricos que armazenam cargas elétricas por um longo tempo gerando, portanto, campos elétricos quase permanentes.

Os primeiros estudos com esses materiais datam do século XIX com O. Heaviside^[1] e outros, aonde foram usados os hoje apelidados eletretos clássicos(cêra de carnaúba e algumas resinas) em suas pioneiras experiências. Hoje, com o avanço da ciência, os bons eletretos passaram a ser fabricados em laboratórios como polímeros sintéticos na forma de filmes finos, chegando a ter poucos micrometros de espessura e baixíssima condutividade. Podemos citar como exemplos os comercialmente conhecidos; Polyethylene(PE), Polyvinil Chloride(PVC), Polyvinylidene Fluoride(PVDF), Polyethylene Terephthalate(Mylar PET), Polytetrafluoroethylene(Teflon PTFE), Tetrafluoroethylene Hexafluoropropylene Copolimer(Teflon FEP), etc...

Nas últimas décadas, têm-se intensificado o estudo com esses materiais devido a alta aplicabilidade comercial a que eles se propõem, além de sua notada importância no campo acadêmico.

No Brasil, há poucos grupos de pesquisa que trabalham na área dos eletretos, sendo o grupo de eletretos "Prof. B. Gross" do Instituto de Física e Química de São Carlos, o único a trabalhar na área de fenômenos básicos e poucas industrias estão ligadas a estudos de suas aplicações comerciais. Isto faz com que exista uma carência muito grande de informações, tanto acadêmica como industriais, em revistas científicas nacionais

com respeito a esses materiais. Entretanto, essa deficiência é sanada com a literatura internacional que é abrangente e de boa qualidade. Isto mostra o grande interesse dos países desenvolvidos com esses materiais, provavelmente devido às suas aplicações que a cada dia cresce.

Comercialmente, os eletretos são empregados em transdutores eletroacústicos, xerografia, dosimetria, filtros, motores, etc...

Várias são as técnicas empregadas na produção de eletretos. Entre elas podemos destacar: Irradiação por feixes de elétrons, aplicação de radiação ionizante, deposição de íons por descarga corona, aplicação de campo elétrico durante a solidificação, termoeletretos, etc...

A capacidade dos eletretos de reter cargas elétricas por tempos longos e a sua forma de filme fino, o torna recomendável para ser usado como transdutor eletroacústico. Por isso, é importante estudar os mecanismos que afetam a estabilidade da carga elétrica injetada nos eletretos, mesmo que a observação desses fenômenos se dê unicamente à temperaturas acima da ambiental. O estudo de tais mecanismos nos leva sempre a um conhecimento mais profundo dos processos de condução nos eletretos.

O objetivo deste trabalho é investigar o efeito que a radiação ultravioleta causa nos mecanismos de transporte e armazenamento de cargas elétricas (positivas e negativas) nos eletretos, em especial o copolímero tetrafluoretileno hexafluorpropileno, comercialmente conhecido por Teflon-Fep. A estrutura interna do Teflon-Fep apresenta regiões amorfas e cristalinas e sua composição molecular tem a forma;

F= Flúor e C= Carbono

O Teflon-Fep está localizado na classe dos eletretos não polares com constante dielétrica relativa igual a 2.1 e por apresentar condutividade da ordem de $10^{-22} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$, é tido como ótimo isolante.

G. M. Sessler no livro electrets^[2], além de apresentar o desenvolvimento histórico dos eletretos, faz uma análise de suas propriedades fundamentais, das técnicas empregadas na obtenção desses materiais e de suas aplicações comerciais em uso.

1.2 - COMENTÁRIOS SOBRE OBSERVAÇÕES INICIAIS

Este trabalho dará continuidade às pesquisas iniciais realizadas por M. Yoshida em sua dissertação de mestrado^[3]. Yoshida observou que o Teflon-Fep mesmo sendo transparente à radiação ultravioleta (fig. 1), alterava suas propriedades de armazenamento de cargas elétricas quando exposto a essa radiação.

Figura 1.1 - Espectro de absorção luminosa do Teflon-Fep

Algumas amostras foram irradiadas e com elas foram realizadas medidas de despolarização termoestimulada(DTE) e ao final dessas medidas, o potencial residual, o centroíde das cargas e a carga total foram medidas pela técnica do pulso térmico. Utilizando uma lâmpada de (Xe-Hg) como fonte de radiação, Yoshida c ertificou-se de que somente a radiação ultravioleta produzia os efeitos observados quando, colocando uma fina placa de vidro para bloquear a luz UV, observou que o efeito desaparecia.

Em suas experiências, ele notou que ao irradiar uma amostra por algumas horas, algumas alterações eram observadas tanto na forma da corrente medida pela DTE, como no valor do potencial residual que a amostra apresentava após o aquecimneto, esgotando praticamente toda a carga inicialmente depositada na superfície da amosrtra. O mesmo efeito foi detectado em amostras tratadas termicamente (annealing) antes da radiação, como também não importava o fato das amostras estarem ou não carregadas quando foram irradiadas , pois o efeito ainda era o mesmo.

Baseado nesses resultados, Yoshida concluiu que a radiação poderia está destruindo as armadilhas profundas no volume do material com simultânea criação de armadilhas menos profundas, cujas cargas ao serem presas, poderiam ser excitadas em temperaturas menores.

Como tais experiências não foram suficientes para esclarecer o que de fato poderia estar alterando a capacidade de armazenamento de cargas no Teflon-Fep, bem como explicar as mudanças apresentadas nas medidas de corrente pelo DTE, resolvemos dar continuidade a este trabalho tentando, através de experiências mais minuciosas e variando parâmetros para nós

relevantes, chegar a alguma conclusão plausível aos resultados encontrados. Devemos resaltar que para serem realizadas essas experiências todas as amostras, quer irradiadas ou não, foram metalizadas pelo menos em uma de suas faces, o que não foi considerado como de certa importância nas experiências iniciais de M. Yoshida. Outros fatores por nós considerados foram: O material usado para contato, a polaridade da carga inicial(positiva ou negativa), o potencial de superfície inicial, a intensidade da radiação, o pré-aquecimento, etc...

CAPÍTULO II

SISTEMAS E TÉCNICAS DE MEDIDAS USADAS

2.1 - FONTE DE LUZ ULTRAVIOLETA

Como mencionado no capítulo 1 , o trabalho visa estudar os efeitos que a radiação ultravioleta causa no Teflon-Fep. Esta radiação é obtida de uma fonte de luz fabricada pela ORIEL CORPORATION OF AMERICA série 6140, apresentando uma maior intensidade luminosa na faixa do UV e visível e pouco menos na região do infravermelho. A luz é oriunda de uma lâmpada de Xenônio-Mercúrio(Xe-Hg) com as seguintes características:

Potência max.	1000 W
Corrente	28 A a 33 A
Voltagem	26 V a 28 V
Tempo de vida	1000 horas

O sistema de irradiação apresentado na figura 2.1, consta de uma fonte de alta tensão que faz funcionar a lâmpada de (Xe-Hg) localizada em uma caixa que possui um único orifício por onde a luz é irradiada. A amostra é colocada na frente desse orifício, recebendo toda a radiação ao ar livre.

Figura 2.1 - Fonte de luz UV

Com o auxílio de uma termopilha(N 19450 da EPLAB) e de um medidor DC-MICROVOLTMETER PM 2436 da PHILIPS, foi possível determinar a intensidade de luz que essa lâmpada emite em função da distância. X. Cardoso^[4] realizou essas medidas sem o uso de filtros ou atenuadores, ou seja, a intensidade medida compreendia desde o infravermelho até o ultravioleta.

Figura 2.2 - Intensidade de luz em função da distância(sem filtro)

Como o efeito da luz no Teflon-Fep era somente devido a presença do UV, repetimos essas medidas, mas utilizando um filtro de interferência cuja finalidade era bloquear o máximo possível comprimentos de ondas fora da região do ultravioleta. Os resultados obtidos estão na figura 2.3, abaixo.

Figura 2.3 - Intensidade de luz em função da distância(com filtro)

O resultado mostrado na figura 2.3 tem apenas importância qualitativa, porque não representa a potência total da luz UV que incidiu sobre a amostra durante a irradiação, pois foi levantado o espectro de transmissão do filtro de interferência usado nestas medidas e nele observamos que em média houve um corte de 40% da intensidade de luz na faixa de 380 nm a 200 nm que corresponde ao ultravioleta. Para termos uma idéia da quantidade de radiação UV que atingia a amostra, realizamos o seguinte cálculo aproximado baseado no gráfico da irradiância espectral que o catálogo da lâmpada apresenta, para uma distância padronizada de 50 cm (ver espectro na página seguinte).

Seja I_{uv} a intensidade de luz correspondente à faixa de ultravioleta entre 400 nm e 230 nm, I_t a intensidade total entre 900 nm e 230 nm e I_m a intensidade medida sem filtro de interferência cujos valores estão representados na figura 2.2, acima. O valor estimado para a intensidade de luz UV será:

$$I = \frac{I_{uv}}{I_t} \cdot I_m \quad (2.1)$$

Calculando as respectivas áreas sobre o espectro encontramos $I_{uv} = 11,7 \text{ mW/cm}^2$ e $I_t = 30,5 \text{ mW/cm}^2$. Para uma distância de 50cm o valor de $I_m \approx 26 \text{ mW/cm}^2$ e para 40cm é $I_m \approx 41 \text{ mW/cm}^2$.

Pela equação (2.1), encontramos $I_{50} \approx 10 \text{ mW/cm}^2$ para uma distância de 50cm e $I_{40} \approx 16 \text{ mW/cm}^2$ para 40cm de distância, sendo estes os valores estimados da densidade de luz UV que a lâmpada emite à essa distância.

Comparando estes resultados com aqueles que a figura 2.3 apresenta, chegamos à conclusão de que realmente o filtro de interferência usado na determinação da intensidade de luz UV,

ESPECTRO DA LÂMPADA DE XENÔNIO - MERCÚRIO

$$I = \frac{I_{uv}}{I_t} I_m$$

$$I_{uv} \approx 11,7 \text{ mW}/\text{cm}^2$$

$$I_t \approx 30,5 \text{ mW}/\text{cm}^2$$

$$I_m \approx 41,0 \text{ mW}/\text{cm}^2$$

$$I_{40} \approx 16,0 \text{ mW}/\text{cm}^2$$

reduzia bastante a luz emitida pela lâmpada na própria faixa do ultravioleta, já que o valor estimado para as distâncias acima mencionadas são bem superiores aos valores que a figura 2.3 apresenta. Isto está ligado ao fato do filtro de interferência reter a luz em torno de 40% na faixa do UV.

Com excessão do item 3.3.2 do capítulo 3, todas as amostras irradiadas foram colocadas a 40cm da lâmpada de (Xe-Hg), o que dá uma intensidade da ordem de 41 mW/cm^2 na medida sem filtro com uma componente de UV na casa de 16 mW/cm^2 pelo método estimativo. No item 3.3.2 do capítulo seguinte, as amostra foram irradiadas a 25cm de distância da fonte de luz, tornando-se impossível determinar a intensidade da radiação pelas curvas das figuras acima. Pelas formas destas curvas, podemos afirmar apenas que a intensidade de luz UV a esta distância é muitas vezes superior aos valores apresentados para 40cm.

Depois de algumas medidas realizadas, ficou evidente que irradiar uma amostra por uma hora ou quatro horas não apresentava diferenças significativas nas respostas da DTE e do pulso térmico. Com base nisto, fixamos nosso tempo de irradiação em duas horas e trinta minutos para todas as amostras que foram irradiadas.

2.2 - A TÉCNICA DA DESCARGA CORONA

Entre as técnicas empregadas na produção de eletretos que foram apresentadas no capítulo 1, a que utiliza deposição de íons por descarga corona no ar destaca-se das demais pois, além de sua montagem e operação serem bastante simples, ela também

destina-se à produção de eletretos na forma de filmes finos, propiciando a possibilidade de se fazer pesquisas básicas com esses materiais.

Como nosso objetivo era pesquisar as propriedades de transporte e armazenamento de cargas elétricas em filmes finos de Teflon-Fep irradiado com luz ultravioleta optamos, pois, em utilizar esta técnica.

O esquema simplificado da técnica é mostrado na figura 2.4, logo abaixo.

Figura 2.4 - Esquema da técnica corona

A técnica consiste em carregar, positiva ou negativamente, a superfície livre da amostra a um potencial pré-determinado, bastando para isto, aplicar este potencial (V_g) à grade localizada sobre a amostra e um potencial bem superior a este (V_c), mas de mesmo sinal, na ponta corona (P). Em nossos processos de carga por corona, as distâncias ponta-grade e grade-amostra foram de aproximadamente 2,5cm e 0,5cm, respectivamente. Na maioria dos casos, a fonte de alta tensão aplicada na ponta corona estava em 9KV e se não mencionado ao contrário, o potencial da grade foi de 600 volts, depositando $\sigma=44,5 \text{ nC/cm}^2$ de carga na

superfície não metalizada da amostra de $25\mu\text{m}$ de espessura. O tempo de carga em todas as medidas foi de três minutos.

2.3 - A TÉCNICA E O SISTEMA DE DTE

2.3.1 - A TÉCNICA DA DESPOLARIZAÇÃO TERMOESTIMULADA EM C. ABERTO

A técnica da despolarização termestimulada em circuito aberto consiste na determinação experimental da corrente elétrica $I(T)$ gerada pelo movimento das cargas dentro do eletreto. As cargas são estimuladas termicamente para o interior da amostra com a temperatura variando a uma razão constante, provocando uma variação no potencial de superfície equivalente $V_0(T)$. A figura 2.5 apresenta o esquema da DTE no modo de circuito aberto.

Figura 2.5 - Esquema da DTE em circuito aberto

A relação entre $I(T)$ e $V_o(T)$ é dada pela equação:

$$I(T) = C_e \cdot \beta \cdot \frac{dV_o(T)}{dT} \quad \text{com} \quad (2.2)$$

$$\frac{1}{C_e} = \frac{1}{C_g} + \frac{1}{C_a} \quad (2.3)$$

onde β é a taxa de aquecimento, T a temperatura, C_e a capacitância equivalente do conjunto gap-amostra, C_g a capacitância do gap e C_a a capacitância da amostra, com a temperatura de aquecimento sendo dada pela relação;

$$T = T_0 + \beta t \quad (2.4)$$

indicando uma variação linear da temperatura com o tempo.

Nas medidas de DTE aqui realizadas, o valor de β foi sempre de $2^\circ\text{C}/\text{min}$ e a espessura do gap de ar de 5mm.

Para maiores detalhes, ver dissertação de mestrado de J. Mariz^[6].

2.3.2 - SISTEMA DE MEDIDA DA DTE EM CIRCUITO ABERTO

A primeira montagem experimental da técnica da DTE no modo circuito aberto em nosso laboratório, foi feita por J. Mariz^[6]. Com a necessidade de se aperfeiçoar esta técnica, várias modificações foram realizadas por J. Malmonge^[7], hoje sendo possível taxas de aquecimento superiores a $3,5^\circ\text{C}/\text{min}$ com essa técnica.

No sistema de medidas, a amostra metalizada em uma face, como apresentada na figura anterior, é colocada dentro de uma estufa que aquecerá o sistema a uma razão constante de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$, como pode ser visto na figura 2.6, abaixo.

Figura 2.6 - Esquema do sistema de DTE em circuito aberto

O processo de aquecimento é controlado por um microcomputador o qual regula a potência fornecida à estufa via um controlador de potência conectado às resistências fixadas nas paredes da estufa. É bom salientar que se não mencionado, todos as medidas de DTE foram realizadas até 250°C . Além de controlar o aquecimento, o microcomputador tem também a função de coletar a corrente registrada pelo eletrômetro (KEITHLEY, mod. 610C) e a temperatura lida pelo termopar (cromel-alumel). Muitos resultados experimentais foram coletados também por um registrador de duas penas da ECB via ligação direta com o eletrômetro e o termopar, como pode ser visto no esquema da técnica apresentado na figura acima.

2.4 - A TÉCNICA E O SISTEMA DO PULSO TÉRMICO

A determinação de parâmetros tais como a posição do centróide das cargas e a carga total que a amostra contém, muito contribui para a compreensão dos mecanismos de transporte e armazenamento de cargas em polímeros. A técnica do pulso térmico é uma técnica não destrutiva e tem a finalidade de determinar tais parâmetros, o que pode ser feito tanto no modo de circuito aberto como em curto circuito. Tendo sido originalmente desenvolvida por Collins^[8,9] e pesquisada por muitos outros^[10,11], essa técnica foi montada em nosso laboratório por M. Yoshida^[3]. Neste trabalho todas as medidas realizadas foram no modo de circuito aberto, estando a superfície não metalizada da amostra separada do eletrodo sensor por uma pequena camada de ar (gap) com 50 μ m de espessura.

2.4.1 - CONCEITOS BÁSICOS

Na compreensão dessa técnica, os conceitos de centróide da distribuição de cargas; potencial equivalente e carga total devem ser bem entendidos, pois são estes os parâmetros que podem ser determinados experimentalmente com o auxílio desta técnica.

Figura 2.7 - Eletreto plano paralelo

Consideremos um eletreto plano paralelo orientado espacialmente perpendicular ao seu plano, como visto na figura 2.7 acima, e que o mesmo esteja metalizado na superfície em $X=0$. Se o eletreto possui uma certa distribuição de cargas $\rho(x)$, ao aterrarmos a superfície metalizada, surgirá uma diferença de potencial entre a superfície não metalizada e o contato ligado à terra. Por definição, potencial equivalente devido a uma distribuição de cargas, é a diferença de potencial entre a superfície livre e o contato aterrado na condição de campo elétrico externo nulo. Matematicamente,

$$V_0 = \frac{1}{\epsilon} \int_0^L x \rho(x) dx \quad (2.5)$$

sendo ϵ a permissividade do material e L sua espessura.

Experimentalmente, o valor de V_0 pode ser medido pela técnica de Kelvin^[12] que resumidamente consiste na aplicação de uma ddp entre a superfície metalizada da amostra e um eletrodo colocado frente à superfície livre. Invertendo a polaridade da ddp aplicada em relação à ddp da amostra, podemos alcançar a condição de campo elétrico externo nulo. Ao chegar nessa condição, podemos garantir que o potencial aplicado corresponde ao potencial equivalente da amostra.

A carga total por unidade de área é dada por:

$$\sigma = \int_0^L \rho(x) dx \quad (2.6)$$

e a posição média das cargas (centróide) é:

$$\bar{x} = \frac{\int_0^L x \rho(x) dx}{\int_0^L \rho(x) dx} \quad (2.7)$$

Combinando as equações (2.5), (2.6) e (2.7) podemos deduzir que:

$$V_0 = \frac{\sigma_t \bar{x}}{\epsilon} \quad (2.8)$$

2.4.2 - A TEORIA DA TÉCNICA DO PULSO TÉRMICO

A técnica do pulso térmico consiste em perturbar momentaneamente, de uma maneira não destrutiva, a distribuição de cargas $\rho(x)$ presente no eletreto, sem alterar a posição das cargas. Tal perturbação causará um transiente no potencial equivalente da amostra que ao ser analisado, nos dará informações a respeito da densidade de cargas ali existente.

A perturbação consiste em introduzir uma certa quantidade de calor na superfície metalizada da amostra, num tempo muito curto comparado ao tempo gasto para que o calor se difunda por todo o material. O fluxo de calor é responsável por um transiente na temperatura que por efeito de dilatação térmica da amostra e variação térmica na constante dielétrica, causará um transiente no valor do potencial equivalente. Segundo Collins^[8,9], esse transiente é dado por:

$$\Delta V_0(t) = \frac{\alpha_x - \alpha_\epsilon}{\epsilon} \int_0^L \rho(x) dx \int_0^x \Delta T(x', t) dx' \quad (2.9)$$

onde α_x é o coeficiente de expansão térmica, α_ϵ é o coeficiente de variação térmica da constante dielétrica e $\Delta T(x', t)$ a variação da temperatura.

Como as grandezas α_x , α_ϵ e ϵ são valores constantes, podemos deduzir da equação (2.9) que a forma de $\Delta V_0(t)$ depende fortemente da distribuição de cargas $\rho(x)$ e da temperatura $\Delta T(x', t)$. Um outro parâmetro relevante na forma de $\Delta V_0(t)$ é o tempo de relaxação característica do material, sendo este o tempo necessário para que o calor se torne uniforme ao longo de toda a amostra, a partir de sua deposição na superfície metalizada. Por definição, este tempo é dado por:

$$\tau = \frac{\mu c L^2}{k} \quad (2.10)$$

onde μ é a densidade de massa, c o calor específico, L a espessura da amostra e k a condutividade térmica. Considerando que não haja perda de calor da amostra para o meio durante o intervalo de tempo $0 < t < \tau$, o seu valor é dado por:

$$Q = \mu c \int_0^L \Delta T(x, t) dx \quad (2.11)$$

Para a determinação do centróide das cargas e da carga total não é necessário que tenhamos a forma exata do transiente $\Delta V_0(t)$, basta que conheçamos os valores de $\Delta V_0(t)$ em $t=0$ (instante em que se deposita o calor) e em $t \geq \tau$ (instante em que a temperatura se torna uniforme). Resolvendo a equação (2.9) com o auxílio de (2.11),

podemos deduzir que:

$$\Delta V_0(t=0) = \frac{\alpha_x - \alpha_\varepsilon}{\varepsilon} \frac{Q}{\mu c} \int_0^L \rho(x) dx \quad \text{e} \quad (2.12)$$

$$\Delta V_0(t \geq \tau) = \frac{\alpha_x - \alpha_\varepsilon}{\varepsilon} \frac{Q}{\mu c} \frac{1}{L} \int_0^L x \rho(x) dx \quad (2.13)$$

Pela definição de centróide (eq. 2.5) e com o auxílio das equações (2.12) e (2.13), podemos concluir que:

$$\bar{x} = \frac{\Delta V_0(t \geq \tau)}{\Delta V_0(t = 0)} L \quad \text{e que} \quad (2.14)$$

$$\sigma_t = \frac{\varepsilon V_0}{L} \frac{\Delta V_0(t = 0)}{\Delta V_0(t \geq \tau)} \quad (2.15)$$

Do ponto de vista matemático é importante lembrar que $t = \tau$ é o melhor tempo para definirmos o estado final do sistema amostra-calor. Entenda-se por estado final aquele em que o calor está uniformemente distribuído por toda a amostra. Experimentalmente o tempo $t \cong \tau/3$ já é suficiente para que seja praticamente alcançado o estado final, pois entre $\tau/3$ e τ a variação de ΔV_0 é muito pequena. Além disso, a figura 2.11 que mostra a evolução da temperatura no tempo ao percorrer a amostra, já nos garante que em $t = 0,3\tau$ o calor já está praticamente uniforme pois, para este valor de t , a linha é praticamente uma reta.

Então, do ponto de vista experimental, é suficiente que

tenhamos ΔV_0 ($t \geq \tau/3$) nas equações (2.14) e (2.15) para calcularmos os valores de $\bar{X}$ e σ_t ao invés de $t \geq \tau$.

2.4.3 - SISTEMA DE MEDIDAS DO PULSO TÉRMICO

A figura 2.8, abaixo, representa o esquema simplificado da técnica do pulso térmico, mostrando a incidência do pulso de luz na superfície metalizada e a fonte de tensão, representada por V_0 , que anula o campo elétrico no gap na determinação do potencial equivalente pela técnica de Kelvin descrita anteriormente. Depois de captado pelo sensor, o sinal é ampliado e registrado pelo osciloscópio.

Figura 2.8 - Esquema da técnica do pulso térmico.

A figura 2.9 apresenta uma visão externa do sistema montado em nosso laboratório por M. Yoshida^[3].

Figura 2.9 - Sistema do pulso térmico

O sistema é formado essencialmente por uma unidade de flash que proporciona o calor a ser recebido pela amostra, um guia de luz metalizado para evitar ruídos eletromagnéticos, um sensor que recebe o sinal a ser ampliado e registrado no osciloscópio e um autofalante usado na técnica de Kelvin para a determinação do potencial equivalente.

2.4.3.1 - CIRCUITO DETETOR E AMPLIFICADOR

O circuito de detecção e amplificação do sinal era constituído basicamente por um seguidor de voltagem feito com um MOSFET 3N 129 RCA com alta impedância de entrada e por um circuito de compensação de corrente de offset composto basicamente por um amplificador CA 3140. Por ser um dispositivo de difícil manuseio (queima facilmente) e por já estar superado tecnologicamente, sendo difícil sua obtenção no

comércio, o MOSFET foi substituído por um amplificador operacional AD 515 com impedância de entrada da ordem de $10^{15}\Omega$. Esta impedância foi reduzida para $10^{11}\Omega$ colocando-se uma resistência de mesmo valor na entrada do amplificador operacional. Com isto, o RC do circuito foi reduzido para aproximadamente 1(um) segundo, posto que a capacitância de entrada é da ordem de 10pF . Esta modificação melhorou bastante a estabilidade do sistema e não comprometeu as medidas porque o tempo de medida que nós utilizávamos era de no máximo 10ms. O circuito detector e amplificador é mostrado na figura 2.10.

Figura 2.10 - Suporte da amostra, detector e amplificador

2.4.3.2 - FONTE DO PULSO DE CALOR

Como mencionado no item 2.4.2, todas as informações são obtidas durante o transiente do potencial que é devido à não

uniformidade da temperatura em função do tempo e da posição ao longo da amostra. Esta condição é conseguida fazendo com que o pulso de calor fornecido à amostra seja suficientemente rápido de forma que ao cessar o pulso, a energia fornecida encontre-se apenas numa pequena faixa adjacente à superfície aonde foi depositada. A partir daí, o calor começa a evoluir dentro da amostra e ao chegar na distribuição de cargas, o sinal do transiente do potencial é conseguido. A figura 2.11 é obtida resolvendo-se a equação (4.1) com a condição de que $a_n \approx 2a_0$, o que significa que temos aproximado o pulso de calor a um delta. Esta figura mostra a evolução da temperatura no interior da amostra. Importante é o fato de que em $t = 0$ o $\Delta T(x,t)$ comporta-se como uma função delta, representando na verdade um curtíssimo pulso de calor que está localizado nesta posição e que a partir deste momento, começará a se alargar e percorrerá toda a espessura da amostra.

Figura 2.11 - Dependência espacial da temperatura no eletreto a diferentes tempos após o final do pulso de calor ($t=0$)

O calor depositado na superfície metalizada da amostra é oriundo de um pulso luminoso produzido por uma unidade de flash que por sua vez, fornece o pulso de calor à amostra. Esta unidade de flash (SUNPAK THYRISTOR 611) possui recursos que controla a duração do pulso luminoso. Os tempos dos pulsos são mostrados pelas curvas de 1 a 8 na figura 2.12 que apresenta a intensidade de luz sobre uma fotocélula em função do tempo de duração do pulso do flash.

Figura 2.12 - Relação da corrente produzida numa fotocélula em função do tempo de duração dos pulsos.

A curva 8 representa a intensidade de luz com pulso de maior duração e as curvas de 1 a 7 são resultados das interrupções que a unidade de flash permite realizar. Para a técnica do pulso térmico, a duração do pulso fica entre 50 μs e 80 μs .

2.5 - PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Para ser realizado um ciclo completo de medidas em cada amostra de Teflon-Fep, várias etapas devem ser seguidas. De um modo geral as etapas são: Seleção das amostras, metalização,

fixação, irradiação com UV, processos de carga por descarga corona, medidas de DTE com posterior esfriamento e finalmente o uso da técnica do pulso térmico para a determinação do centróide e carga residual. Alguns cuidados foram tomados no desenvolvimento dessas etapas, como segue.

As amostras eram selecionadas pois como se tratava de filmes finos, algumas imperfeições como furos e enrugamentos, poderiam prejudicar as medidas, tomando-se o cuidado de selecionar amostras de um mesmo lote e procedência para determinada etapa de medidas.

As metalizações com todos os metais foram feitas no próprio laboratório por uma evaporadora modelo ML 468 78 - UF série 0063 da METAL LUX. Como a espessura da metalização tem muita influência no uso da técnica do pulso térmico, tomou-se o cuidado de controlá-la, padronizando a quantidade de metal a ser evaporado, já que o sistema de metalização não dispunha de controle na espessura desejada.

No processo de fixação, as amostras foram tensionadas e presas por meio de um bastidor de alumínio, como mostrado na figura 2.13.

Figura 2.13 - Bastidor e amostra com uma face metalizada

Como podemos observar pela figura acima, as amostras

tinham forma circular com diâmetro de aproximadamente 4cm e espessura de 25 μ m.

Após cada medida de DTE, as amostras eram retiradas da estufa e esfriadas rapidamente ao serem colocadas sobre um tarugo de metal à temperatura ambiente, favorecendo o rápido congelamento das cargas nas posições alcançadas com o aquecimento. O maior cuidado nesse processo de esfriamento era não permitir o enrugamento das amostras, pois isto dificultaria a obtenção do sinal do pulso térmico na determinação do centróide das cargas.

CAPÍTULO III

RESULTADOS EXPERIMENTAIS E ANÁLISE DOS RESULTADOS

Tendo descrito no capítulo anterior todas as técnicas utilizadas nas experiências realizadas, passaremos a apresentar os resultados obtidos com essas técnicas, dando ênfase às curvas de corrente obtidas pela técnica de DTE, o potencial medido pela sonda vibrante (voltímetro eletrostático) ou pela técnica de Kelvin e o centróide das cargas determinado pela técnica do pulso térmico.

Como será constatado no desenvolvimento deste capítulo, uma análise completa dos resultados aqui descritos torna-se difícil pois surgem conflitos entre algumas medidas, principalmente quando tentamos compreender os resultados que o Teflon-Fep irradiado apresenta ao ser carregado com corona positiva. Os resultados vão sendo apresentados, enfatizando os pontos relevantes em cada medida.

A sequência usada na apresentação dos resultados experimentais tem por base as etapas do desenvolvimento da pesquisa.

3.1 - EFEITO DA LUZ UV - CORONA NEGATIVA

A figura 3.1 apresenta quatro medidas de DTE em circuito aberto que mostra o efeito da luz UV nas curvas de corrente obtidas em diferentes amostras de Teflon-Fep.

Figura 3.1 - Efeito da luz UV nas curvas de DTE

- Curva 1 - Amostra não irradiada
 - Curva 2 - Amostra irradiad. antes da carga corona
 - Curva 3 - Amostra irradiad. depois da carga corona
 - Curva 4 - Amostra irradiad. antes da metalização
- (ver resultados na tabela 1)

A curva 1 é de uma amostra metalizada de um lado com alumínio, carregada a -600 V na corona e depois submetida a uma DTE com taxa de aquecimento constante de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ até 250°C . Na curva 2, depois de metalizada, a amostra foi irradiada com UV, carregada a -600 V e submetida à mesma DTE da primeira. Na curva 3 a irradiação foi logo após carregar a amostra com o mesmo potencial da primeira e segunda medidas. A quarta medida, representada pela curva 4, destaca-se por ter sido irradiada antes de ser metalizada com alumínio. Depois de metalizada, a amostra foi carregada e submetida à mesma DTE das medidas anteriores. Os resultados para os potenciais residuais, centróides e cargas residuais estão na tabela 1, abaixo.

Curvas	Tratamento das amostras	V_i (V)	σ_i nC/cm ²	V_r (V)	$\bar{X}_r$ μm	σ_r nC/cm ²
1	Sem irradiação	-600	44,5	-180	12,5	26,7
2	Irrad. antes da carga	-600	44,5	-19	✕	✕
3	Irrad. depois da carga	-600	44,5	-14	✕	✕
4	Irrad. antes da metalização	-600	44,5	-175	12,5	26,0

Tabela 1 - V_i = Potencial inicial da amostra
 σ_i = Carga inicial na superfície da amostra
 V_r = Potencial residual
 $\bar{X}_r$ = Centroide das cargas
 σ_r = Carga residual

Quando, nas tabelas, aparecer o símbolo (✕) na coluna referente aos valores do centroide, isto indica que o mesmo não pode ser determinado devido a que o sistema do pulso térmico não apresentar boa resolução para potenciais residuais baixos. No decorrer da pesquisa o sistema foi melhorado, como mencionado no capítulo anterior.

Os resultados mostram que várias alterações ocorrem nas medidas em que o Teflon-Fep foi irradiado com ultravioleta. Observando a figura 3.1, podemos notar o deslocamento para a esquerda dos picos de corrente das curvas 2 e 3, correspondentes a amostras metalizadas e irradiadas, quando comparadas com a curva 1 referente a uma amostra não irradiada. Os potenciais residuais para essas amostras irradiadas ficaram muito baixos, em torno de 15 volts, chegando a 180 volts na amostra sem irradiação. É bom mencionar que há uma concordância nos valores dos potenciais residuais com as curvas de corrente

apresentadas na figura 1. pois quanto maior a área abaixo da curva, menor deve ser o potencial residual da amostra^[6].

Depois que essas medidas foram realizadas e repetidas algumas vezes, duas hipóteses surgiram como tentativa em explicar tais alterações. Como primeira hipótese, sugerimos que poderia está havendo alguma perturbação na interface metal-isolante e como segunda hipótese o Teflon-Fep, mesmo apresentando coeficiente de transmissão aproximadamente 1 (Fig. 1.1) na faixa do UV, poderia está sendo alterado na sua estrutura de volume, dando aos elétrons depositados pela corona maior facilidade de se locomoverem dentro do mesmo.

Com o objetivo de confirmar essas hipóteses, realizamos a quarta medida (curva 4) cuja amostra foi irradiada sem o contato metálico. Se a segunda hipótese fosse verdadeira, a quarta medida deveria apresentar resultados semelhantes às curvas 2 e 3 e o potencial residual teria um valor bem baixo, como ocorre com essas medidas. Os resultados mostram que na realidade a luz UV não altera a estrutura de volume do material, pois a amostra irradiada sem contato comporta-se como uma amostra não irradiada, tanto na forma da corrente medida como no valor do potencial residual. Com base nestes resultados, a segunda hipótese foi descartada e o efeito no contato metálico tornou-se evidente.

Uma vez mostrado que o contato metálico era perturbado quando a luz ultravioleta era incidida, a pergunta agora era saber o que a radiação poderia estar causando no contato.

Se nas curvas de DTE há um deslocamento do pico de corrente para a esquerda e o potencial residual vai quase a zero com amostras irradiadas, significa que há um favorecimento na corrente de condução pela DTE com um consequente deslocamento das cargas depositadas pela corona. Estando

confirmado que a luz UV altera a interface metal-isolante, esse comportamento nos levou a crer que a radiação provoca uma injeção de cargas positivas do metal para o isolante, deixando a superfície próxima ao contato com uma densidade de cargas positivas elevada, como representado no esquema 1.

Esquema 1 - Eletreto irradiado

Quando colocamos cargas negativas na superfície livre (sem metalização) pela corona, uma mesma quantidade de cargas positivas ficam depositadas no metal, havendo uma neutralização das cargas negativas ali presentes. No final do processo corona, o sistema metal-isolante apresenta carga líquida zero. Com essas cargas depositadas, surge um campo elétrico no sentido metal isolante (ver esquema 2) que será responsável pelo movimento das cargas dentro da amostra de Teflon-Fep.

Esquema 2 - Eletreto irradiado e carregado

Ao começar o processo de aquecimento (DTE), as cargas negativas migram em sentido contrário ao campo e as positivas se movem no sentido do campo elétrico. Como a mobilidade das cargas positivas no Teflon-Fep é superior a das cargas negativas^[13], estas começam a penetrar no volume da amostra bem antes. Este movimento inicial das cargas positivas seria o responsável pelo deslocamento para a esquerda dos picos de corrente nas amostras irradiadas.

Um outro ponto a favor deste esquema é a resposta dada pelo pulso térmico para as amostras irradiadas, as quais indicam a presença de cargas positivas e negativas em quantidades iguais no volume do material. Tais sinais serão apresentados e discutidos na descrição de medidas posteriores e uma análise mais detalhada será feita no capítulo 4. Vale resaltar que amostras irradiadas e carregadas com corona positiva só apresentam cargas de sinal positivo ao final do processo de aquecimento, o que está em concordância com a hipótese sugerida.

Para averiguar a uniformidade tanto nas amostras carregadas pela corona na superfície como nas cargas residuais que a amostra retém logo após a DTE, foram feitos os mapeamentos dos potenciais equivalentes das quatro medidas representadas pelas curvas da figura 3.1. As figuras 3.2, 3.3, 3.4, e 3.5 correspondem ao mapeamento da distribuição do potencial superficial antes e depois do processo DTE para as curvas 1, 2, 3 e 4 da figura 3.1, respectivamente.

Figura 3.2 - Amostra não irradiada

Curva 1 - Potencial inicial de superfície
Curva 2 - Potencial residual após DTE

Figura 3.3 - Amostra irradiada com carga corona

Curva 1 - Potencial inicial de superfície
Curva 2 - Potencial após irradiação
Curva 3 - Potencial residual após DTE

Figura 3.4 - Amostra irradiada sem carga corona

Curva 1 - Potencial inicial de superfície
Curva 2 - Potencial residual após DTE

Figura 3.5 - Amostra irradiada sem metalização prévia

Curva 1 - Potencial inicial de superfície
Curva 2 - Potencial residual após DTE

Destas figuras, podemos observar que as cargas depositadas pela corona na superfície livre de metalização encontram-se

distribuídas com bastante uniformidade. Nas figuras 3.2 e 3.5 as curvas de número 2 indicam que mesmo após a DTE, as amostras permaneciam com sua carga residual também uniformemente distribuída. Importante é o fato da curva 2 da figura 3.3 coincidir com a curva 1 da mesma figura, indicando que a irradiação não alterou a distribuição de cargas depositada pela coroa.

3.2 - CONTATOS METÁLICOS

Com a hipótese de que a luz ultravioleta alterava significativamente a interface metal-isolante, restava saber se o metal que servia como contato influenciava nos resultados. Foram utilizados vários metais como contato (ver quadro 1), todos eles apresentando função trabalho diferente do alumínio até então usado.

Metal	F.trab (eV)
Índio (In)	4,1
Alumínio (Al)	4,2
Zinco (Zn)	4,3
Cobre (Cu)	4,45
Cromo (Cr)	4,6
Ouro (Au)	4,9

Quadro 1 - Metais usados como contato [Ref. 18]

Com exceção do ouro, todos os outros metais tinham grau de pureza de 99,9%, sendo o zinco, estanho, cobre e cromo comercializados pela SATIS VACUUM DO BRASIL LTDA. Um outro aspecto a considerar é a procedência do Teflon-Fep pois a

reprodutibilidade de resultados em experiências com esse material é difícil de ser alcançada quando o mesmo tem procedências diferentes. Nas experiências apresentadas a seguir, o Teflon-Fep utilizado é da DUPONT e todas as amostras foram tiradas de um mesmo lote.

Segue abaixo todas as experiências realizadas e os resultados obtidos com os metais apresentados no quadro acima. Os resultados serão mostrados nos gráficos de DTE e em tabelas que seguem o mesmo modelo da tabela 1.

a) Alumínio

A figura 3.6 apresenta três curvas de corrente obtidas com amostras de Teflon-Fep metalizadas com alumínio. Devemos lembrar que as medidas representadas na figura 3.6 são repetições das medidas apresentadas na figura 3.1. Seu objetivo é dar início à sequência de medidas com diferentes contatos metálicos para posterior comparação.

Figura 3.6 - Medidas com contato de alumínio

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Amostra com irrad. antes da carga

Curva 3 - Amostra com irrad. depois da carga

(ver resultados na tabela 2)

Na curva 1 a amostra foi metalizada, carregada com -600 volts na corona e submetida a uma DTE até 250°C com taxa constante de 2°C/min. Na curva 2, depois de metalizada, a amostra foi irradiada por duas horas e meia antes de ser carregada e depois disto foi submetida a mesma DTE da primeira amostra. Na curva 3 os processos foram os mesmos que a segunda amostra recebeu, mudando apenas o fato da amostra ser irradiada com as cargas já depositadas na superfície. Os resultados encontrados estão na tabela 2.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-120	12,5	17,8
2	-600	44,5	-10	±	±
3	-600	44,5	-6	±	±

Tabela 2 - Amostras com contatos de alumínio

b) Índio

A figura 3.7 mostra medidas de DTE em amostras com contatos de índio. Os processos para a obtenção dos resultados foram os mesmos que utilizamos nas amostras com contato de alumínio. A tabela 3, abaixo da figura, apresenta os resultados para estas medidas.

Figura 3.7 - Medidas com contatos de índio

Curva 1 - Amostra não irradiada
Curva 2 - Amostra com irrad. antes da carga
Curva 3 - Amostra com irrad. depois da carga.
(ver resultados na tabela 3)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-112	12,5	16,6
2	-600	44,5	-19	±	±
3	-600	44,5	-2	±	±

Tabela 3 - Amostras com contatos de índio

c) Zinco

A figura 3.8 apresenta as medidas de DTE quando o contato metálico usado foi o zinco. Os mesmos procedimentos experimentais foram obedecidos e os resultados estão na tabela 4.

Figura 3.8 - Medidas com contatos de zinco
 Curva 1 - Amostra não irradiada
 Curva 2 - Amostra com irrad. antes da carga
 Curva 3 - Amostra com irrad. depois da carga
 (ver resultados na tabela 4)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-70	12,5	10,4
2	-600	44,5	-6	±	±
3	-600	44,5	-5	±	±

Tabela 4 - Amostras com contatos de zinco

d) Cobre

Na figura 3.9 as curvas de corrente em função da temperatura foram obtidas usando cobre no contato com o Teflon-Fep. Os mesmos processos foram obedecidos e os resultados encontram-se na tabela 5, abaixo.

Figura 3.9 - Medidas com contatos de cobre
 Curva 1 - Amostra não irradiada
 Curva 2 - Amostra com irrad. antes da carga
 Curva 3 - Amostra com irrad. depois da carga
 (ver resultados na tabela 5)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μm)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-40	12,5	5,9
2	-600	44,5	-36	12,5	5,3
3	-600	44,5	-27	10,5	4,8

Tabela 5 - Amostras com contatos de cobre

e) Cromo

Nas curvas de DTE da figura 3.10, o Teflon-Fep foi metalizado com cromo. Os processos experimentais usados foram os mesmos dos casos anteriores. Na tabela 6 estão os resultados dessas medidas.

Figura 3.10 - Medidas com contato de cromo

Curva 1 - Amostra não irradiada
 Curva 2 - Amostra com irrad. antes da carga
 Curva 3 - Amostra com irrad. depois da carga
 (ver resultados na tabela 6)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-50	10,0	9,3
2	-600	44,5	-20	7,3	5,1
3	-600	44,5	-50	9,1	10,2

Tabela 6 - Amostras com contatos de cromo

f) Ouro

Na figura 3.11 as medidas de DTE foram realizadas utilizando ouro no contato metálico. Os processos de obtenção dos resultados também são os mesmos que utilizamos com os outros metais e a tabela 7, apresenta os resultados encontrados.

Figura 3.11 - Medidas com contato de ouro

Curva 1 - Amostra não irradiada
 Curva 2 - Amostra com irrad. antes da carga
 Curva 3 - Amostra com irrad. depois da carga
 (ver resultados na tabela 7)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-150	11,8	23,6
2	-600	44,5	-22	8,3	4,9
3	-600	44,5	-57	9,3	11,4

Tabela 7 - Amostras com contato de ouro

- ANÁLISE DOS RESULTADOS

Observando as curvas da DTE e os resultados apresentados nas tabelas, algumas idéias sobre o comportamento dos diferentes contatos metálicos aqui utilizados serão analisadas.

De um modo geral, não há um comportamento igual nos resultados encontrados para os diferentes contatos metálicos, mesmo quando as amostras não foram irradiadas. Mas, observando os resultados, podemos ver que alguns metais apresentam características semelhantes quando analisados individualmente, o que nos permite dividi-los em dois grupos. No primeiro grupo temos o Al, In e Zn e no segundo grupo o Cu, Cr e Au.

Analisando os resultados do primeiro grupo, notamos um evidente deslocamento para a esquerda dos picos de corrente nas amostras irradiadas com luz ultravioleta com contatos de alumínio e zinco, já que os mesmos apresentam um único pico de corrente. O índio, por outro lado, apresenta dois picos de corrente mesmo quando não irradiado e o interessante é a inversão na intensidade dos picos de corrente quando a amostra é irradiada, como pode ser visto na figura 3.7. Um outro ponto a considerar neste grupo é o potencial residual medido que tem um valor bem inferior nas amostras irradiadas quando comparado com o potencial das amostras sem irradiação. Nas figuras 3.6, 3.7 e 3.8 observamos que as curvas de corrente das amostras irradiadas com UV começam bem antes, sugerindo que já deva existir movimento das cargas positivas injetadas pelos contatos em conjunto com o movimento das cargas negativas depositadas na superfície livre pela corona. Nas amostras irradiadas os picos de corrente encontram-se em torno de 160°C e nas não irradiadas próximos aos 200°C . Um outro ponto semelhante é a uniformidade

apresentada pelas cargas residuais distribuídas por todo o volume do material para as amostras não irradiadas, pois as três medidas apresentaram $\bar{X}_r = 12,5 \mu m$.

Nas medidas com contatos de índio, a amostra não irradiada já apresenta um pico de corrente em $160^\circ C$ o que nos sugere a hipótese de que este contato já seja injetor de buracos mesmo não irradiado, e que a radiação aumenta o processo pois este pico torna-se mais evidente ao irradiarmos as amostras. Com todas estes argumentos levantados, podemos considerar estes três metais como semelhantes no tocante à injeção de cargas e o que é mais importante, seus resultados estão de acordo com nossa hipótese de injeção de cargas positivas na superfície próxima ao contato durante a irradiação.

No segundo grupo o comportamento do cobre e cromo como contatos para o Teflon-Fep é diferente daqueles relacionados no primeiro grupo, pois não são observadas alterações na localização dos picos de corrente quando as amostras são irradiadas e os potenciais residuais medidos não apresentam diferenças significativas quando comparados às amostras não irradiadas, com as cargas residuais apresentando uma boa uniformidade, pois não há muita diferença nos valores dos centróides determinados pela técnica do pulso térmico. Podemos notar pelas curvas da DTE que as amostras não irradiadas já apresentam sinal de injeção por parte dos contatos, pois as curvas de número 1 nas figuras 3.9 e 3.10 que representam as amostras não irradiadas, começam antes das curvas 2 e 3 que correspondem às amostras irradiadas em ambas as figuras.

Observando a figura 3.11 e os resultados da tabela 7 em cujo contato metálico foi usado ouro, a menos do valor medido para o potencial residual na amostra não irradiada que é elevado, todas as características analisadas para as amostras com contatos de cobre e cromo estão em concordância com os

resultados para as amostras com contatos de ouro. Pela figura 3.11 podemos deduzir que o contato de ouro mesmo não irradiado, evidencia uma maior injeção de cargas positivas que os contatos de cobre e cromo pois a curva 1 tem início bem mais acentuado para este contato do que com os outros dois. Um outro ponto semelhante nesse grupo de metais é a localização dos picos de corrente máxima que estão em torno de 190°C , o que até o momento é difícil de ser entendido.

Realizados estes comentários sobre o segundo grupo de metais, podemos afirmar que tais contatos não apresentam respostas que venham confirmar a hipótese de que a luz UV seja a responsável pelo processo de injeção de cargas positivas pelo contato metálico, pois os contatos não irradiados já apresentam tal efeito de injeção. Isto pode está sugerindo que os contatos de Cu, Cr, e Au sejam injetores de buracos mesmo na ausência da luz UV.

Coincidência ou não, a distinção destes dois grupos de metais é bem evidenciada quando observamos os valores da função trabalho listadas no quadro 1. In(4.1eV), Al(4.2eV) e Zn(4.3eV) formam o primeiro grupo e Cu(4.45eV), Cr(4.6eV) e Au(4.9eV) o segundo, com o índio apresentando uma pequena diferença na forma da curva de corrente no primeiro grupo e o ouro do grupo dois diferenciando do cobre e cromo no valor do potencial residual quando não irradiado. Segundo Davies^[14], vários metais injetam cargas quando em contato com materiais isolantes e a eficiência na injeção é fortemente dependente da função trabalho do metal em contato e da função trabalho do isolante. Segundo ele, a função trabalho do Teflon-PTFE é da ordem de 4.26eV, devendo o Teflon-Fep ter praticamente o mesmo valor. Em suas experiências com contatos metálicos em vários materiais isolantes, ele observou que em condições normais os metais com função trabalho elevada, injetam cargas positivas e aqueles com função trabalho próxima à do isolante, injetam predominantemente cargas negativas. É claro que no nosso caso, a luz ultravioleta altera esse processo de injeção, tornando os metais In, Al e Zn injetores

de cargas positivas. Duke et al.^[15] também afirma ser a injeção dependente da função trabalho do metal. Segundo ele, A posição do nível de Fermi do metal pode estar localizado próximo aos estados aceitadores ou doadores que o isolante apresenta, e este posicionamento faz com que o metal seja injetor de cargas positivas ou negativas.

3.3 - VARIAÇÃO DE PARÂMETROS

3.3.1 - VARIAÇÃO DO POTENCIAL DE SUPERFÍCIE INICIAL

Em todas as medidas apresentadas até o momento, as amostras foram carregadas por um processo de carga corona em que a aplicação de um potencial de -600 volts em amostras de 254µm de espessura corresponde a uma densidade de cargas de 44,5nC/cm² presente na superfície livre do eletreto. Selecionamos algumas amostras de Teflon-Fep da DUPONT metalizadas com alumínio e, variando o potencial de superfície inicial, realizamos duas sequências de medidas nestas amostras cujo objetivo era analisar se o aumento do campo elétrico alterava a influência da luz UV nos contatos metálicos.

A figura 13 apresenta as medidas de corrente para uma amostra carregada a um potencial de -1200 volts na superfície livre.

Figura 3.12 - Amostras carregadas a -1200 volts

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Amostra irradiad. antes da carga

Curva 3 - Amostra irradiad. depois da carga

Na curva 1 a amostra foi carregada a esse potencial e submetida pela técnica da DTE a um processo de aquecimento até 250°C com taxa de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Após a DTE o potencial residual foi medido pelo voltímetro eletrostático e o centróide e a carga residual calculados pela técnica do pulso térmico. Na curva 2, antes da amostra ser carregada a -1200 volts, ela sofreu uma irradiação com luz ultravioleta por duas horas e meia e na curva 3, a diferença está no fato da amostra ter sido irradiada depois da carga ser depositada pela corona. A tabela 8 apresenta os resultados para o V_r , $\bar{X}_r$ e σ_r das medidas realizadas a -1200 volts.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μm)	σ_r (nC/cm ²)
1	1200	89,2	-139	11,2	23,0
2	1200	89,2	-4	±	±
3	1200	89,2	-1	±	±

Tabela 8 - Resultados para amostras com $V_i = -1200$ volts

Na segunda sequência de medidas usamos -2000 volts como potencial de superfície inicial. As curvas da DTE são apresentadas na figura 3.13 e os resultados estão na tabela 9, lembrando que os processos experimentais seguem a mesma ordem apresentada para as medidas com -1200 volts.

Figura 3.13 - Amostras carregadas a -2000 volts

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Amostra irradiada antes da carga

Curva 3 - Amostra irradiada depois da carga

(ver resultados na tabela 9)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-2000	148,7	-165	12,5	24,5
2	-2000	148,7	-4	±	±
3	-2000	148,7	-14	±	±

Tabela 9 - Resultados para amostras com $V_i = -2000$ volts

- ANÁLISE DOS RESULTADOS

Para termos uma melhor visão do comportamento que o Teflon-Fep apresenta ao variarmos o potencial de superfície inicial e que alterações as curvas da DTE sofrem quando as amostras são irradiadas a diferentes potenciais, graficamos algumas figuras comparando as respostas apresentadas pelas curvas das DTE nas amostras carregadas a diferentes potenciais. Na figura 3.14 as três curvas são os resultados das amostras não irradiadas. Na figura 3.15 as amostras foram carregadas com seus respectivos potenciais depois de serem irradiadas e na figura 3.16 as amostras foram irradiadas depois de serem carregadas a -600 volts, -1200 volts e -2000 volts.

As tabelas 10, 11 e 12 apresentam, respectivamente, os resultados para as medidas descritas nas três figuras acima.

Figura 3.14 - Amostras não irradiadas

(ver resultados na tabela 10)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-120	12,5	17,8
2	-1200	89,2	-139	11,5	23,0
3	-2000	148,7	-165	12,5	24,5

Tabela 10 - Resultados para as amostras não irradiadas

Figura 3.15 - Amostras irradiadas antes da carga

(ver resultados na tabela 11)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-10	×	×
2	-1200	89,2	-4	×	×
3	-2000	148,7	-4	×	×

Tabela 11 - Resultados para as amostras irrad. antes da carga

Figura 3.16 - Amostras com irradiação depois da carga
(ver resultados na tabela 12)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-6	±	±
2	-1200	89,2	-1	±	±
3	-2000	148,7	-14	±	±

Tabela 12 - Resultados para as amostras irradi. depois da carga

Observando as figuras 3.12 e 3.13 e os resultados nas tabelas 8 e 9 cujos potenciais iniciais são -1200 volts e -2000 volts, respectivamente, podemos concluir que tais medidas apresentam o mesmo efeito que a luz UV causa nas amostras irradiadas a -600 volts (fig. 3.6). Há um deslocamento considerável dos picos de corrente para a esquerda quando as

amostras são irradiadas e mesmo carregadas a potenciais mais elevados, seus potenciais residuais vão quase a zero, estando em concordância com o final das curvas 2 e 3 que apresentam corrente praticamente zero. Um outro ponto a considerar é a forma das curvas 2 e 3 que se iniciam bem antes da curva 1 tanto na figura 3.12 como na figura 3.13, lembrando que o mesmo ocorre para as amostras carregadas a -600 volts.

Comparando as medidas a diferentes potenciais, observamos que a corrente gerada pela DTE se inicia bem antes à medida que aumentamos o campo elétrico e mesmo isto ocorrendo, quando olhamos as figuras 3.15 e 3.16, notamos que todos os picos de corrente ficam em torno de 160°C , pois nestes casos as amostras foram irradiadas com luz ultravioleta. Como era de se esperar, um aumento no potencial de superfície origina uma maior intensidade no pico de corrente pois mais cargas participam do processo de geração da corrente.

Observando a figura 3.14 que compara medidas de DTE em amostras não irradiadas, notamos que a curva 2 já mostra um pico de corrente a 160°C e que ao aumentarmos o potencial inicial para -2000 volts, o pico a esta temperatura se torna bem maior. Isto indica que um aumento no campo elétrico provoca uma injeção de cargas positivas pelo contato, mesmo quando as amostras não foram irradiadas e que a irradiação apenas acelera o processo de injeção. Os potenciais residuais em todos os casos não são muito diferentes nas amostras não irradiadas, provavelmente porque há uma tendência à saturação das armadilhas profundas..

3.3.2 - VARIAÇÃO DA INTENSIDADE DA RADIAÇÃO

Um outro parâmetro com o qual nos preocupamos nesta fase do trabalho, foi

com o aumento na intensidade da radiação. Este aumento é conseguido quando aproximamos a amostra da fonte de luz UV, como mencionado no item 2.1 do capítulo 2. Em todas as medidas anteriores as amostras foram irradiadas a uma distância de 40cm da fonte de luz. Nesta fase foram realizadas medidas com as amostras a 25cm de distância, aumentando consideravelmente a intensidade da radiação. Devemos salientar que o Teflon-Fep utilizado nessas medidas não foi fabricado pela DUPONT, podendo o mesmo apresentar pequenas alterações nos resultados experimentais já que, mesmo pertencendo ao mesmo lote de amostras, a reprodutibilidade exata de resultados é muito difícil.

A figura 3.17 apresenta as medidas da DTE com amostras irradiadas a 25cm em comparação com uma amostra não irradiada e na tabela 13 apresentamos os resultados encontrados. A sequência experimental é a mesma apresentadas nos casos anteriores, em que uma amostra não irradiada é comparada a uma amostra irradiada antes da carga e com uma outra irradiada depois da carga corona.

Figura 3.17 - Amostras irradiadas a 25cm

- Curva 1 - Amostra não irradiada
- Curva 2 - Amostra irrad. antes da carga
- Curva 3 - Amostra irrad. depois da carga
- (ver resultados na tabela 13)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-190	10,5	33,5
2	-600	44,5	-27	-	-
3	-600	44,5	-28	-	-

Tabela 13 - Resultados para amostras irradi. a 25cm

Para estas curvas pudemos fazer uma análise da distribuição residual das cargas em virtude do aperfeiçoamento do dispositivo do pulso térmico, já discutido no capítulo 2. Surpreendentes foram os sinais obtidos por esta técnica quando as amostras eram irradiadas, mesmo apresentando potenciais residuais baixos. As figuras 3.18, 3.19 e 3.20 mostram os sinais apresentados pelo pulso térmico na determinação do centróide das cargas para as medidas referentes às curvas 1, 2 e 3 da figura 3.17.

Figura 3.18 - Sinal do pulso térmico após a DTE para a amostra não irradiada

Figura 3.19 - Sinal do pulso térmico após a DTE para a amostra irradiada antes da carga

Figura 3.20 - Sinal do pulso térmico após a DTE para a amostra irradiada depois da carga

- ANÁLISE DOS RESULTADOS

Para fazermos uma melhor análise das possíveis alterações que o aumento na intensidade da radiação apresenta nas curvas da DTE, graficamos as figuras 3.21 e 3.24 que comparam medidas com amostras irradiadas a 40cm e 25cm, estando todas carregadas

a um mesmo potencial inicial de -600 volts. Na figura 3.21 as amostras foram irradiadas antes da deposição das cargas pela corona e na figura 3.24 as amostras foram irradiadas depois que as cargas foram depositadas. As figuras 3.22 e 3.23 representam os sinais do pulso térmico obtidos para as amostras irradiadas a 40cm e 25cm, respectivamente, antes da carga corona e nas figuras 3.25 e 3.26 estão os sinais referentes às medidas da figura 3.24, nas quais a irradiação foi logo após a carga.

Figura 3.21 - Medidas comparativas

Curva 1 - Amostra irradiada a 40cm
Curva 2 - Amostra irradiada a 25cm

Figura 3.22-Sinal do PT para amostra irradiada a 40cm

Figura 3.23-Sinal do PT para amostra irradiada a 25cm

Figura 3.24 - Medidas comparativas

Curva 1 - Amostra irradiada a 40cm

Curva 2 - Amostra irradiada a 25cm

Figura 3.25-Sinal do PT para amostra irradiada a 40cm

irradiada a 25cm

Pelos resultados apresentados na figura 3.17 e na tabela 13, podemos concluir que aumentando a intensidade da radiação ultravioleta o efeito de injeção pelo contato continua ocorrendo, pois as curvas da DTE das amostras irradiadas também se deslocaram para a esquerda e os potenciais residuais ficaram bastante reduzidos quando comparados ao potencial residual de -190 volts que a amostra não irradiada apresentou. Quando os sinais do pulso térmico foram tirados para a determinação do centróide das cargas nas amostras irradiadas com luz UV (figuras 3.19 e 3.20), a forma que eles apresentaram foi

bastante diferente das curvas normais (fig. 3.18), ela começa do zero e aumenta lentamente até atingir um valor constante. Estes sinais apresentados pelas amostras irradiadas vêm confirmar a hipótese sugerida de injeção de cargas positivas pelo contato metálico e também indica que estas cargas não sofrem um processo de neutralização com as cargas negativas da corona, pois a forma apresentada por eles indica a presença de cargas positivas e negativas, separadas, dentro da amostra. Estes sinais serão analisados com mais detalhes no capítulo 4. É bom salientar que não fica descartada a hipótese de ocorrer algumas recombinações das cargas positivas com as negativas.

Surpreendente é o fato de que ao compararmos as curvas da DTE com amostras irradiadas a 40cm e 25cm apresentadas nas figuras 3.21 e 3.24, notamos que o pico de corrente se localiza à direita nas amostras irradiadas a 25cm, mostrando que ao invés do aumento da intensidade da radiação provocar um maior efeito da luz UV, ele causa na verdade uma diminuição relativa na geração da corrente elétrica. Estas medidas foram repetidas algumas vezes e todos os resultados foram semelhantes. É lógico que tanto os resultados para V_r como o deslocamento dos picos de corrente para a esquerda e o reforço dos sinais do pulso térmico, indicam claramente que o efeito ocorre mas, difícil é imaginar, no momento, algum mecanismo que explique o movimento do pico de corrente para a direita nas amostras irradiadas a 25cm (figuras 3.21 e 3.24) pois, a princípio, um aumento na intensidade da radiação deveria provocar um aumento no processo de injeção de cargas positivas e portanto a corrente deveria ocorrer antes, quando comparadas com as amostras irradiadas a 40cm. Curioso também é a diferença na intensidade dos sinais do pulso térmico para as amostras irradiadas a 25cm de distância. Nas etapas seguintes, todas as amostras foram irradiadas a 40cm de distância da fonte de luz UV.

3.4 - ESTUDANDO A PERSISTÊNCIA DO EFEITO DA LUZ UV - CORONA NEGATIVA

No decorrer das experiências, algumas indagações surgiram a respeito da permanência do efeito que a luz UV gera no contato metal-isolante. Esperávamos que uma vez irradiada, a amostra se descarregasse todas as vezes que fosse carregada e submetida a um processo de DTE e que a posição dos picos de corrente não sofressem alterações. Um outro ponto relevante era estudar o efeito de várias irradiações em uma mesma amostra. Para tal fim, várias medidas foram realizadas e repetidas para confirmação, sendo este o propósito desta quarta etapa de experiências. Em todas as medidas realizadas nesta fase do trabalho, o Teflon-Fep usado é de mesma procedência que o material usado nas medidas do item 3.3.2 da etapa anterior e todos os contatos metálicos foram feitos com alumínio. As medidas com seus respectivos resultados serão apresentadas e as respostas analisadas posteriormente. A título de comparação, a figura 3.27 mostra três sucessivos processos de carga corona e DTE em uma mesma amostra de Teflon-Fep não irradiada.

Figura 3.27 - Amostra não irradiada
 Curva 1 - 1ª Carga e 1ª DTE
 Curva 2 - 2ª Carga e 2ª DTE
 Curva 3 - 3ª Carga e 3ª DTE
 (ver resultados na tabela 14)

Na curva 1 a amostra foi carregada a -600 volts e logo após sofreu uma primeira DTE. Na curva dois a mesma amostra foi carregada novamente até completar -600 volts e submetida a uma segunda DTE e na curva 3 ela sofreu uma terceira carga até atingir novamente -600 volts e logo após uma terceira DTE. Os resultados para os potenciais residuais e o valor dos centróides calculados estão na tabela 14, com os sinais obtidos pela técnica do pulso térmico apresentados na figura 3.28, abaixo da tabela.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-190	10,5	33,5
2	-600	44,5	-331	12,1	50,7
3	-600	44,5	-330	12,5	48,9

Tabela 14 - Resultados da amostra não irradiada

Figura 3.28 - Sinais do pulso térmico da amostra não irradiada

Na figura 3.29 a amostra foi irradiada uma única vez e depois carregada algumas vezes com intercaladas medidas de DTE.

Figura 3.29 - Amostra irradiada uma única vez

Curva 1 - Irradiação, 1ª carga e 1ª DTE

Curva 2 - 2ª Carga e 2ª DTE

Curva 3 - 3ª Carga e 3ª DTE

(ver resultados na tabela 15)

Na curva 1 a amostra foi irradiada, carregada a um potencial de -600 volts e submetida a uma primeira DTE. Na curva dois a mesma amostra foi carregada novamente até atingir -600 volts e sofreu uma nova DTE e na curva 3 ela recebeu uma nova carga até -600 volts e uma nova DTE. Os resultados para os potenciais residuais estão na tabela 15 e os sinais do pulso térmico são apresentados na figura 3.30.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-25	—	—
2	-600	44,5	-100	—	—
3	-600	44,5	-133	—	—

Tabela 15 - Resultados da amostra irradiada uma única vez

Figura 3.30 - Sinais do pulso térmico para amostra irrad. uma única vez

Na figura 3.31 uma mesma amostra sofreu várias irradiações. Após cada irradiação a amostra era carregada e depois submetida ao processo de aquecimento.

Figura 3.31 - Amostra com sucessivas irradiações

Curva 1 - 1ª Irradiação, 1ª Carga e 1ª DTE

Curva 2 - 2ª Irradiação, 2ª Carga e 2ª DTE

Curva 3 - 3ª Irradiação, 3ª Carga e 3ª DTE

(ver resultados na tabela 16)

Na curva 1 a amostra foi irradiada pela primeira vez, carregada a -600 volts na corona e depois sofreu uma primeira DTE. Na curva 2 a mesma amostra foi irradiada novamente, recebeu uma segunda carga até atingir -600 volts e uma segunda DTE e na curva 3, depois da terceira irradiação e terceira carga até -600 volts, a amostra sofreu outra DTE. Os potenciais residuais medidos depois de cada DTE estão na tabela 16 e os sinais do pulso térmico depois de cada DTE são apresentados na figura 3.32.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	-600	44,5	-25	—	—
2	-600	44,5	-65	—	—
3	-600	44,5	-90	—	—

Tabela 16 - Resultados da amostra com sucessivas irradiações

Figura 3.32 - Sinais do pulso térmico da amostra com sucessivas irradiações

- ANÁLISE DOS RESULTADOS

Pela figura 3.27 e os resultados da tabela 14, notamos grande diferença nas respostas das amostras representadas pelas curvas 2 e 3 em relação à amostra da curva 1. A primeira diferença é o fato das curvas 2 e 3 afastarem-se para a direita quando a amostra é carregada uma segunda e terceira vez e outra diferença está no aumento substancial que o potencial residual apresenta quando a amostra é carregada uma segunda vez, mesmo os valores dos centróides indicando uma boa uniformidade nas cargas residuais. Ao analisar a figura 3.29 e os resultados da tabela 15, notamos que as mesmas características listadas para as amostras da figura 3.27 são válidas para as amostras representadas pelas curvas 1, 2 e 3, mudando apenas o fato dos sinais do pulso térmico serem diferentes, como pode ser visto ao compararmos as figuras 3.28 e 3.30. Isto indica que mesmo irradiando a amostra de Teflon-Fep (fig. 3.29), um segundo processo de aquecimento aniquila o efeito que a luz UV causa na interface metal-isolante, pois se houvesse uma persistência no efeito, o pico de corrente tenderia a permanecer no mesmo lugar e a amostra continuaria ficando limpa de cargas, ou seja; com um V_r muito baixo. É bom resaltar que mesmo a irradiação ocorrendo depois da primeira carga, um segundo aquecimento leva o pico de corrente para a direita e o potencial residual fica elevado, mostrando o mesmo comportamento que as medidas da figura 3.29 apresentaram.

Na tentativa de entender tais resultados, imaginamos que a temperatura possa estar afetando a estrutura interna do material, fazendo com que haja maior dificuldade para as cargas negativas se locomoverem, sendo necessário maior energia de ativação (maior temperatura) para que elas consigam se mover. Os sinais do pulso térmico apresentados na figura 3.30, indicam que as cargas positivas injetadas pelo contato começam a se

restringir na região mais próxima da superfície com contato metálico, com as cargas negativas tomando maior espaço dentro do volume do material. Como dito anteriormente, mais informações sobre esses sinais serão apresentadas no capítulo 4.

Com o objetivo de analisar a influência da temperatura nas amostras irradiadas, tomamos uma amostra irradiada nas mesmas condições anteriores e aquecemos até 200°C (annealing) a uma taxa constante de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Depois de esfriada, a amostra foi carregada a -600 volts e logo após foi realizada uma DTE. A figura 3.33 compara as curvas de DTE para uma amostra irradiada sem annealing com uma outra irradiada com annealing.

Figura 3.33 - Medidas comparativas

Curva 1 - Amostra irradiada sem annealing
Curva 2 - Amostra irradiada com annealing

O potencial residual para a amostra pré-aquecida ficou em -200 volts (-25 sem annealing) e o centróide em $12,9\mu\text{m}$. Os sinais do pulso térmico após a DTE são apresentados nas figuras 3.34 e 3.35 para as amostras irradiadas com e sem annealing, respectivamente.

Figura 3.34-Sinal do PT para a amostra irrad. com annealing

Figura 3.35-Sinal do PT para a amostra irrad. sem annealing

Podemos concluir que a temperatura destrói o efeito produzido pela radiação UV, já que o sinal do pulso térmico é normal em amostras irradiadas com annealing.

Continuando a estudar o efeito da temperatura nas amostras irradiadas com UV, uma outra amostra foi irradiada nas mesmas condições anteriores, carregada a -600 volts e submetida a uma DTE até 200°C com taxa de 2°C/min. Na figura 3.36 comparamos as curvas de corrente para uma amostra irradiada com DTE até 250°C com a amostra cuja DTE foi apenas até 200°C.

Figura 3.36 - Medidas comparativas a diferentes DTEs.

Curva 1 - DTE até 250°C
Curva 2 - DTE até 200°C

O potencial residual para a amostra com DTE até 200°C foi de -96 volts e -25 volts para a medida com DTE até 250°C. Os sinais do pulso térmico destas medidas são apresentados nas figuras 3.35 e 3.37, respectivamente.

Figura 3.37 - Sinal do pulso térmico para medida com DTE até 200°C

Com base nestes resultados, podemos ver que um aquecimento até 200°C nas medidas de DTE já evidencia o efeito da luz UV, pois a essa temperatura o potencial residual já é menor que -

100 volts e o sinal do pulso térmico já indica a injeção de cargas positivas.

Como mencionado acima, a temperatura destrói o efeito da luz UV. Este fato tanto está presente nas amostras irradiadas uma única vez quando aquecidas novamente (fig. 3.29 e tab. 15), como nas amostras que receberam um pré-aquecimento (fig. 3.33). Na figura 3.31 mostramos medidas consecutivas de DTE em uma mesma amostra mas com irradiação prévia a cada medida. Notamos que nestes resultados não ocorram alterações consideráveis na posição dos picos de corrente e os potenciais residuais não sofrem aumentos bruscos de uma medida para outra. Como a única diferença dessas medidas para as anteriores é o fato de que houve três irradiações numa mesma amostra, podemos concluir então que mesmo havendo alterações na estrutura interna do material causada pela temperatura, a segunda e terceira irradiação continua reforçando o efeito causado pela primeira. Esse reforço pode ser devido a uma maior injeção de cargas positivas causada pelas sucessivas irradiações. A curva 3 da figura 3.32 pode estar indicando esse fato, pois ela apresenta uma inversão na polaridade do sinal ΔV próximo a $t=0$. Essa inversão pode indicar uma maior concentração de cargas positivas próximo à superfície metalizada.

3.5 - MEDIDAS DE CORRENTE EM CIRCUITO ABERTO COM TEFLON-FEP METALIZADO NAS DUAS FACES

Para confirmar diretamente se havia injeção de cargas pelos contatos metálicos para o interior dos eletretos em estudo e se havendo tal injeção, que portadores de cargas (positiva ou negativa) era injetado com maior facilidade sob o efeito da luz UV, foram realizadas algumas medidas de DTE em

circuito aberto, metalizando o Teflon-Fep em ambas as faces. A procedência do material usado é da DUPONT, mas do lote 2 para haver uma nítida distinção com os materiais usados nas primeiras medidas.

O processo de carga utilizado nessas medidas foi diferente do processo corona que usamos nas medidas anteriores pois ali, o Teflon-Fep era metalizado apenas de um lado, ficando o outro em aberto para a deposição das cargas pela corona. Aqui, utilizamos uma fonte de tensão DC na aplicação de uma diferença de potencial de 600 volts entre os dois contatos metálicos. Devemos lembrar que as medidas apresentadas a seguir foram repetidas e todos os resultados foram semelhantes. Dois diferentes contatos metálicos foram usados nas experiências com dupla face metalizada.

3.5.1 - MEDIDAS COM CONTATOS DE ALUMÍNIO

A figura 3.38 mostra duas curvas de corrente em circuito aberto cujas amostras foram irradiadas com luz UV, como mencionado no capítulo 2.

Figura 3.38 - Amostras irradiadas

Curva 1 - Polaridade positiva no contato irradiado
Curva 2 - Polaridade negativa no contato irradiado

Na curva 1 a amostra foi metalizada primeiro no lado 1 (ver esquema 3, abaixo), irradiada neste contato através da superfície livre e logo depois metalizada na outra face que estava livre. Aplicamos uma diferença de potencial de 600 volts, deixando o lado em aberto com polaridade negativa. Na curva 2 o processo experimental foi o mesmo da curva 1, mudando apenas a polaridade da face em aberto para positivo (ver esquema 4, abaixo).

Esquema 3 - Amostra irradiada no lado positivo

Esquema 4 - Amostra irradiada no lado negativo

A figura 3.39 compara a amostra com polaridade positiva no lado irradiado com uma outra amostra não irradiada.

Figura 3.39 - Medidas comparativas

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Polaridade positiva no contato irrad.

Esquema 5 - Amostra não irradiada

Na curva 1 a amostra foi metalizada nas duas faces, carregada com uma diferença de potencial de 600 volts e submetida a uma DTE em circuito aberto (esquema 5, acima). A segunda medida é a mesma representada pela curva 1 da figura 3.38 e esquema 3.

3.5.2 - MEDIDAS COM CONTATOS DE OURO

A figura 3.40 compara as curvas de DTE para duas amostras irradiadas, cuja diferença nas medidas está na inversão da polaridade ao ser aplicada a diferença de potencial.

Figura 3.40 - Amostras irradiadas

Curva 1 - Polaridade positiva no contato irradiado
Curva 2 - Polaridade negativa no contato irradiado

Os processos experimentais são os mesmos que foram descritos para os contatos de alumínio representados pela figura 3.38 e esquemas 3 e 4. Na figura 3.41 apresentamos também uma comparação da amostra com polaridade positiva no lado irradiado com uma outra amostra não irradiada, cujos esquemas de medida são também os de número 3 e 5, respectivamente.

Figura 3.41 - Medidas comparativas

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Polaridade positiva no contato irradiado

- ANÁLISE DOS RESULTADOS

Depois que essas medidas foram realizadas, ficou evidente que o contato metálico ao ser irradiado injeta cargas positivas para o interior do isolante, como pode ser notado nas figuras 3.38 e 3.40 e nos valores dos potenciais residuais apresentados pelas amostras que foram polarizadas positivamente no contato irradiado. Um outro ponto favorável é o fato das amostras polarizadas negativamente no lado irradiado apresentarem potenciais residuais muito elevados, chegando a ser compatíveis com os valores apresentados pelas amostras não irradiadas.

Um ponto discordante nas medidas com Teflon-Fep metalizado nas duas faces é a localização dos picos de corrente que essas medidas apresentam. A princípio, a localização desses picos deveriam ocorrer próximos a 170°C , pois é nessa região que a maioria dos picos de corrente das amostras irradiadas estão localizados. Ocorre então uma discrepância no posicionamento dos picos de corrente ao tentarmos analisar as figuras de DTE com Teflon-Fep metalizado nas duas faces e em uma só face.

A inversão no sinal da corrente que ocorre a baixas temperaturas, segundo Giacometti e Malmonge^[16], é devido a variação na espessura da amostra e na permissividade dielétrica causadas pela temperatura. Tal efeito não está relacionado com a corrente gerada pelo movimento das cargas no interior do isolante.

Devemos mencionar que experiências com DTE até 250°C para amostras virgens (sem ddp) não geram corrente elétrica, o que mostra uma participação direta das cargas depositadas pela ddp nos contatos metálicos na geração da corrente.

Observando as figuras 3.38 e 3.41 notamos que a corrente elétrica tem seu início em torno de 150°C , quer a amostra esteja irradiada ou não. Para averiguar até que ponto a temperatura influenciava na corrente medida e no potencial residual, fizemos duas medidas de DTE em amostras de Teflon-Fep metalizadas nas duas faces com temperaturas finais diferentes. A primeira medida foi até 60°C e a segunda até 150°C . Os resultados não indicaram geração de corrente de condução até a essas temperaturas e os potenciais residuais ficaram praticamente inalterados. Isto também vem mostrar que a inversão no sinal da corrente à baixas temperaturas não está mesmo relacionado ao movimento de cargas reais dentro do Teflon-Fep. No caso do ouro, é de se considerar que exista um pequeno aumento também

na injeção de cargas negativas, porém não tão eficiente como as positivas.

3.6 - EFEITO DA LUZ UV - CORONA POSITIVA

Em todas as medidas realizadas nas etapas anteriores, mesmo com contatos diferentes, o processo de carga corona depositou sempre cargas negativas na superfície livre da amostra. Tendo apresentado e analisado os efeitos que a luz UV causa na interface metal-isolante e como isto influencia no movimento das cargas negativas depositadas na amostra, passaremos a apresentar e discutir algumas medidas com amostras de Teflon-Fep nas quais foram depositadas cargas positivas. As amostras são da DUPONT, sendo do mesmo lote utilizado nas medidas da etapa 3.2. Antes de qualquer análise, devemos resaltar que os resultados aqui apresentados tem sua maior importância pelo fato de terem sido obtidos, nos dando um panorama completo da fenomenologia envolvida, já que uma análise completa de tais resultados, até o momento, não foi possível.

3.6.1 - ESTUDANDO O EFEITO EM CONTATOS DE Al, Zn e Au.

Apresentaremos, a seguir, resultados experimentais com amostras de Teflon-Fep metalizadas com alumínio, zinco e ouro. Tais metais são de mesma procedência que os utilizados na etapa 3.2 em cujas amostras foram depositadas cargas negativas. Nas figuras 3.42, 3.43 e 3.44, ~~que representam as curvas de DTE~~

amostras foram metalizadas com Al, Zn e Au, respectivamente. Os processos experimentais utilizados na obtenção dos resultados são os mesmos para os três contatos.

Figura 3.42 - Amostras com contatos de alumínio

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Amostra irradiada

(ver resultados na tabela 17)

Figura 3.43 - Amostras com contato de zinco

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Amostra irradiada

(ver resultados na tabela 17)

Figura 3.44 - Amostras com contatos de ouro

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Amostra irradiada

(ver resultados na tabela 17)

Nas curvas de número 1 as amostras foram metalizadas com seus respectivos metais, carregadas a +600 volts pela corona e foram submetidas a uma DTE até 250°C. Nas curvas de número 2, após serem metalizadas, as amostras foram irradiadas, logo após carregadas e depois receberam a DTE. Na tabela 17, abaixo, estão os resultados dessas medidas.

Material p/contato	Amostras	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
Alumínio	S/irrad.	+600	44,5	+5	✕	✕
	C/irrad.	+600	44,5	+65	16,7	7,2
Zinco	S/irrad.	+600	44,5	-1	✕	✕
	C/irrad.	+600	44,5	+80	17,5	8,5
Ouro	S/irrad.	+600	44,5	+1	✕	✕
	C/irrad.	+600	44,5	+86	13,7	11,7

Tabela 17 - Resultados para amostras carregadas com corona positiva e metalizadas com Al, Zn e Au.

- COMENTÁRIOS

Dois importantes resultados foram observados de imediato quando realizadas essas medidas. Ao contrário do que ocorre com as amostras carregadas negativamente, ao irradiarmos o Teflon-Fep com luz UV, observamos que os picos de corrente dessas amostras se deslocaram para a direita, quando comparadas às amostras não irradiadas. Além desse deslocamento, há uma diminuição na intensidade do máximo de corrente nos dois picos das curvas de número 2. Nas medidas com cargas negativas as amostras irradiadas apresentaram um baixo potencial residual e as não irradiadas ficaram com um V_r bem elevado. Nas medidas com corona positiva ocorre o contrário, quando a amostra não é irradiada ela se descarrega e ao irradiarmos seu V_r fica elevado. Um outro ponto a considerar é o fato das amostras irradiadas apresentarem $\bar{X}_r > 12,5\mu m$, indicando que as cargas positivas depositadas pela corona ficam retidas, em média, mais próximas da superfície livre de metalização. Devemos lembrar que tais efeitos ocorrem para todos os metais aqui utilizados.

O fato das curvas de DTE apresentadas nas figuras acima possuírem nitidamente dois picos de corrente, é característica do próprio Teflon-Fep. Alguns autores^[13] já encontraram mais de dois picos, o que pode ser devido aos diferentes processos de fabricação desse material.

Pela hipótese de trabalho estabelecida, ao irradiarmos amostras de Teflon-Fep com contatos de alumínio, esse metal injeta uma certa quantidade de cargas positivas dentro do isolante. Ao carregarmos o Teflon-Fep com corona positiva, surge um campo elétrico agora com sentido contrário ao apresentado no esquema 2 e ao iniciar o processo de aquecimento, esse campo favorece o rápido movimento das cargas

injetadas de volta ao metal, como pode ser visto no esquema 6.

Esquema 6 - Amostra irradiada e carregada com corona positiva

Baseado nesse raciocínio, podemos dizer que apenas as cargas positivas que a corona depositou são as responsáveis pelo surgimento da corrente elétrica apresentadas pelas curvas de DTE. Com base no fato experimental de que há um deslocamento para a direita nas curvas de DTE com as amostras irradiadas e no fato de tais amostras reterem cargas positivas depois de aquecidas até 250° , leva-nos a crer que além da perturbação causada no contato, a luz UV está alterando também a estrutura interna do Teflon-Fep, fazendo com que as cargas positivas ao penetrarem no material sejam aprisionadas em regiões de armadilhas profundas. Essas cargas capturadas nas armadilhas profundas necessitam de maior energia (temperatura) para serem liberadas. É bom resaltar que essas alterações na estrutura interna do isolante tem seu efeito no movimento das cargas positivas que a corona depositou, não sendo constatado para as cargas negativas. Para averiguar se o efeito da luz UV era somente no volume do material, irradiamos uma amostra sem contato e comparamos seus resultados com uma amostra não irradiada (fig. 3.45).

Figura 3.45 - Medidas comparativas

Curva 1 - Amostra não irradiada

Curva 2 - Amostra irradiada sem metalização

Na curva 1 a amostra depois de metalizada foi carregada a +600 volts e recebeu uma DTE. Na curva 2 a amostra foi primeiro irradiada, depois metalizada e carregada ao mesmo potencial e logo após foi submetida a uma DTE. A amostra não irradiada ficou com um potencial residual de +5 volts e a amostra irradiada com +23 volts. Esperavamos que os dois picos de corrente da amostra irradiada também se deslocassem para a direita, mas o que observamos foi que só o segundo pico se deslocou. O fato do primeiro pico não se deslocar, até o momento, é inesplicável já que, a princípio, ele estaria relacionado com o movimento das cargas positivas próximo à superfície livre. Podemos supor então que a alteração causada pela luz UV na estrutura do material esteja relacionada somente com o segundo pico de corrente.

3.7 - ESTUDO DA PERSISTÊNCIA DO EFEITO DA LUZ UV - CORONA POSITIVA

Dando continuidade às experiências com corona positiva no Teflon-Fep, realizamos algumas medidas sobre a permanência do efeito da luz UV e o efeito que poderiam causar sucessivas irradiações em uma mesma amostra positivamente carregada. Nesta etapa foram realizadas medidas com contatos de alumínio e ouro.

3.7.1 - MEDIDAS COM CONTATO DE ALUMÍNIO

Na figura 3.46 uma mesma amostra foi carregada três vezes e sofreu três aquecimentos.

Figura 3.46 - Amostra não irradiada

Curva 1 - 1ª carga e 1ª DTE
 Curva 2 - 2ª carga e 2ª DTE
 Curva 3 - 3ª carga e 3ª DTE
 (ver resultados na tabela 18)

Na curva 1 a amostra foi metalizada, carregada a +600 volts e recebeu uma primeira DTE. Na curva 2 esta mesma amostra foi carregada novamente até completar +600 volts e recebeu nova DTE e na curva 3, após a carga ser completada novamente até

+600 volts, a amostra sofreu uma nova DTE. Os resultados para estas medidas estão na tabela 18, abaixo.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	+600	44,5	+15	11,7	2,4
2	+600	44,5	+74	18,0	7,6
3	+600	44,5	+156	17,0	17,0

Tabela 18 - Respostas para a amostra não irradiada

A figura 3.47 mostra as curvas de DTE para uma amostra irradiada uma única vez.

Figura 3.47 - Amostra irradiada uma única vez

- Curva 1 - Irradiação, 1ª carga e 1ª DTE
 - Curva 2 - 2ª carga e 2ª DTE
 - Curva 3 - 3ª carga e 3ª DTE
- (ver resultados na tabela 19)

Na curva 1 a amostra foi metalizada, irradiada, carregada a +600 volts e foi submetida a uma primeira DTE. Na curva 2 esta mesma amostra irradiada foi recarregada até atingir +600 volts e depois recebeu uma segunda DTE e na curva 3, depois de

carregada novamente até +600 volts, a amostra recebeu uma terceira DTE. Os resultados estão na tabela 19.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	+600	44,5	+94	13,4	13,0
2	+600	44,5	+187	14,4	24,1
3	+600	44,5	+208	14,3	27,0

Tabela 19 - Respostas para a amostra irradiada uma única vez.

Na figura 3.48 uma única amostra sofreu várias irradiações com sucessivas cargas e DTE.

Figura 3.48 - Amostra com várias irradiações

Curva 1 - 1ª irradiação, 1ª carga e 1ª DTE

Curva 2 - 2ª irradiação, 2ª carga e 2ª DTE

Curva 3 - 3ª irradiação, 3ª carga e 3ª DTE

(ver resultados na tabela 20)

Na curva 1 a amostra foi metalizada, irradiada, carregada a +600 volts e submeteu-se a uma primeira DTE. Na curva 2 essa mesma amostra foi irradiada novamente, carregada até completar

+600 volts e recebeu nova DTE e na curva 3 ela foi irradiada pela terceira vez, recarregada novamente ao mesmo potencial e sofreu uma terceira DTE. Os resultados estão na tabela 20.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	+600	44,5	+87	15,4	10,5
2	+600	44,5	+147	14	19,5
3	+600	44,5	+187	12,5	27,8

Tabela 20 - Respostas para a amostra com várias irradiações.

3.7.2 - MEDIDAS COM CONTATO DE OURO

Na figura 3.49 uma única amostra com contato de ouro recebeu três processos de carga e três DTE.

Figura 3.49 - Amostra não irradiada
 Curva 1 - 1ª carga e 1ª DTE
 Curva 2 - 2ª carga e 2ª DTE
 Curva 3 - 3ª carga e 3ª DTE

(ver resultados na tabela 21)

Na curva 1 a amostra foi metalizada, carregada a +600 volts e recebeu uma primeira DTE. Na curva 2 a mesma amostra foi carregada novamente até atingir +600 volts e recebeu nova DTE e na curva 3, depois de ser recarregada até +600 volts, ela sofreu uma terceira DTE. Os resultados destas medidas são apresentados na tabela 21, abaixo.

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
1	+600	44,5	-1	$\bar{x}$	$\bar{x}$
2	+600	44,5	+38	11,4	6,2
3	+600	44,5	+132	12,1	20,2

Tabela 21 - Respostas para a amostra não irradiada

Na figura 3.50 a amostra depois de irradiada, recebeu três cargas e três DTE. Os processos experimentais usados nessas medidas são os mesmos que apresentamos para a figura 3.47 e seus resultados estão na tabela 22.

Figura 3.50 - Amostra irradiada uma única vez
Curva 1 - Irradiação, 1ª carga e 1ª DTE
Curva 2 - 2ª carga e 2ª DTE
Curva 3 - 3ª carga e 3ª DTE
(ver resultados na tabela 22)

Curvas	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{X}_r$ (μm)	σ_r (nC/cm ²)
1	+600	44,5	+86	13,7	11,6
2	+600	44,5	+92	15,1	11,3
3	+600	44,5	+174	14,6	22,1

Tabela 22 - Respostas para a amostra irradiada uma única vez

- COMENTÁRIOS

Os resultados obtidos mostram que a radiação UV contribui na formação de armadilhas profundas para buracos ou alternativamente poderia está aumentando a seção de captura das armadilhas profundas já existentes que são evidenciadas pelos resultados obtidos com as sucessivas DTE em amostras não

irradiadas.

Como já foi mencionado, para o deslocamento dos picos de DTE não temos uma explicação qualitativa. Provavelmente se faça necessário termos uma hipótese de trabalho inicial mais elaborada. Entretanto, este trabalho o deixaremos para o futuro.

CAPÍTULO IV

SINAIS DO PULSO TÉRMICO

A forma da curva $\Delta V_0(t)$ obtida pela técnica do pulso térmico é muito influenciada pela forma da distribuição de cargas dentro do eletreto. Como mencionado no capítulo 2, o aperfeiçoamento dessa técnica nos levou à forma da curva $\Delta V_0(t)$ para as amostras irradiadas com luz UV, mesmo quando essas amostras apresentaram potenciais residuais baixos. O objetivo desse capítulo é tentar dar uma explicação plausível às formas das curvas $\Delta V_0(t)$ obtidas com a técnica do pulso térmico para as amostras irradiadas, já apresentadas no capítulo anterior.

4.1 - ESTUDO DOS SINAIS DO PULSO TÉRMICO

Faremos aqui alguns comentários sobre as formas das curvas $\Delta V_0(t)$ que algumas medidas podem apresentar em determinadas situações práticas. Comentaremos também sobre alguns erros de medidas que a técnica possa apresentar.

A figura 4.1.a, abaixo, é considerada como curva padrão em amostras de Teflon-Fep de $25\mu\text{m}$ de espessura na condição de circuito aberto, onde a carga depositada se encontra uniformemente distribuída na superfície não metalizada.

Figura 4.1 - Respostas $\Delta V_0(t)$ em diferentes escalas de tempo

O padrão é devido ao fato de já termos conhecimento prévio da distribuição de cargas e teoricamente (cap. 2) já se conhece qual deve ser a sua forma. Portanto, qualquer dúvida a respeito do bom funcionamento do sistema experimental, pode ser esclarecida pela curva padrão. Segundo Collins, teoricamente, o tempo gasto para que a temperatura se torne uniforme por todo o eletreto é de aproximadamente 10 ms. A partir daí, começa a perda gradativa de calor pela amostra, refletindo no decaimento de $\Delta V_0(t)$. Experimentalmente, a perda de calor pela amostra já é observada em torno de 6 ms pois, após esse instante, a curva da figura 4.1.a começa a decair. Para X. Cardoso^[4] esse decaimento prévio pode ser devido à perda de calor para o ar (meio) e também, em menor quantidade, ao suporte de lucite metalizado que sustenta a amostra. O decaimento de $\Delta V_0(t)$ para tempos longos é bem nítido na figura 4.1.b. Podemos observar que 100 ms após o pulso de calor, a amostra perdeu praticamente todo o calor fornecido a ela.

Normalmente, quando carregamos uma amostra de Teflon-Fep e realizamos uma DTE nessa amostra em torno de 200°C, as cargas ficam uniformemente distribuídas por todo o volume do material e o sinal do pulso térmico possui a forma apresentada na figura 4.2, abaixo.

Figura 4.2 - Resposta $\Delta V_0(t)$ para amostra com distribuição volumétrica uniforme

Com o auxílio da equação 2.14 e da curva na figura acima, o valor do centróide facilmente é determinado, já que necessitamos somente de dois pontos da curva, em $t=0$ e em $t=\tau$.

Podemos alcançar situações em que a carga depositada se encontra uniforme numa pequena região bem próxima à superfície metalizada. Nestas condições, a curva a ser obtida com a técnica do pulso térmico tem a forma apresentada pela figura 4.3.

Figura 4.3 - Resposta $\Delta V_0(t)$ para amostra com distribuição volumétrica próxima a $x=0$.

Observa-se que à medida que as cargas se afastam da superfície livre, a razão $\frac{\Delta V_0(t \geq \tau)}{\Delta V_0(t=0)}$ tende a diminuir, o que corresponde à aproximação do centróide da distribuição de cargas à superfície metálica de onde ele é medido.

Muitas vezes as cargas não se apresentam uniformemente distribuídas no material, o que provoca alterações consideráveis na forma do sinal do pulso térmico. As figuras 4.4.a e 4.4.b apresentam tais ruídos para amostras com cargas não uniformes na superfície e no volume, respectivamente.

Figura 4.4 - Respostas $\Delta V_0(t)$ para (a) amostra com distribuição de carga superficial não uniforme e (b) distribuição volumétrica não uniforme.

A anomalia nessas curvas é devido ao fato da distribuição não uniforme de cargas não permitir o cancelamento total do campo elétrico na região entre a superfície não metalizada da amostra e o eletrodo sensor. Desta forma, qualquer pequeno movimento na folha de eletreto, gerará um sinal elétrico que será somado ao sinal devido à variação de $\Delta V_0(t)$.

Conforme visto no capítulo 2, a espessura da metalização é um outro fator muito importante na obtenção do sinal verdadeiro que a técnica deve apresentar. Se ela for muito grossa, pode haver perdas na resolução da medida, pois o calor ficará retido por muito tempo na metalização e ao começar a difusão para dentro da amostra, uma parte do calor ainda se encontrará na metalização, prejudicando a não uniformidade na distribuição de calor num intervalo de tempo muito curto. Por outro lado, se a metalização for muito fina ao ponto de ser transparente, permitirá que parte da luz seja transmitida e parte dela

absorvida diretamente pela amostra, prejudicando a condição de não uniformidade do calor, além de prejudicar o contato.

4.2 - MODELO TEÓRICO SIMPLIFICADO PARA SINAIS DO PULSO TÉRMICO NA CONDIÇÃO $E(0,T) = 0$

Após termos apresentado no item anterior as possíveis respostas que a técnica do pulso térmico possa apresentar em medidas normais na determinação do centróide de cargas, ficou evidente que as amostras irradiadas com luz UV após serem aquecidas, tinham um comportamento diferente das amostras não irradiadas, haja visto que as curvas $\Delta V_0(t)$ que essas amostras apresentavam, eram totalmente diferentes daquelas até então conhecidas. Essa nítida diferença pode ser observada já no capítulo 3, ao compararmos as figuras obtidas para as amostras não irradiadas com as figuras 3.19, 3.20, 3.30, 3.32, 3.37 em cujas medidas as amostras foram irradiadas (as figuras 3.22, 3.23, 3.25, 3.26 e 3.35 são repetições das figuras citadas acima).

A característica de maior destaque que as amostras irradiadas apresentaram nos sinais do pulso térmico, é o fato das curvas $\Delta V_0(t)$ terem origem em zero para $t=0$, o que nos leva a crer que em $x=0$ (superfície metalizada da amostra), o campo elétrico seja nulo, ou seja; $E(0) = 0$. Para analisarmos a equação (2.9) é necessário que tenhamos conhecimento de como o calor é conduzido dentro da amostra, o que já foi mostrado graficamente na figura 2.11 do capítulo 2.

Assumindo que a quantidade de calor fornecida inicialmente ao sistema permaneça na amostra durante o processo de uniformização da temperatura, a equação da condução do calor

pode ter como solução^[18];

$$\Delta T(x,t) = a_0 + \sum_{n=1}^{\infty} a_n \cos \left(\frac{n\pi x}{L} \right) e^{-\left(\frac{n\pi}{L} \right)^2 \frac{t}{\tau}} \quad (4.1)$$

com os coeficientes a_0 e a_n dados por:

$$a_0 = \frac{1}{L} \int_0^L \Delta T(x,0) dx \quad \text{e} \quad a_n = \frac{2}{L} \int_0^L \Delta T(x,0) \cos \left(\frac{n\pi x}{L} \right) dx \quad (4.2)$$

e τ é definido pela equação 2.10 no capítulo 2, sendo este o tempo de equalização da temperatura por toda a amostra.

Os valores de a_0 e a_n podem ser determinados considerando que em $t=0$ o calor se concentre a uma profundidade x_0 onde $x_0 \ll L$, sendo L a espessura da amostra. Assumindo um valor constante para $\Delta T(x,0)$ nesse pequeno intervalo, podemos obter que, nessas condições,

$$a_n \cong 2a_0 \quad (4.3)$$

Resolvendo a equação (2.9) para $\Delta V_0(t)$ com $\Delta T(x,t)$ sendo dado pela equação 4.1 acima, obtemos :

$$\Delta V_0(t) = \Delta V_0(t \geq \tau) + \left(\frac{\alpha_x - \alpha_\epsilon}{\epsilon} \right) \sum_{n=1}^{\infty} \rho_n e^{-\left(\frac{n\pi}{L} \right)^2 \frac{t}{\tau}} \quad (4.4)$$

com $\Delta V_0(t \geq \tau)$ dado pela equação 2.13 e

$$\rho_n = \frac{L a_n}{n\pi} \int_0^L \rho(x) \sin \left(\frac{n\pi x}{L} \right) dx \quad (4.5)$$

onde $\rho(x)$ é a densidade volumétrica de carga e L é a espessura do material.

Como os coeficientes α_x e α_ϵ não são conhecidos é conveniente, para fins de cálculo, normalizar-mos a equação (4.4) em função de $\Delta V_0(t \geq \tau)$. Desta forma obtemos:

$$\frac{\Delta V_0(t)}{\Delta V_0(t \geq \tau)} = 1 + \frac{1}{a_0 \epsilon V_0} \sum_{n=1}^{\infty} \rho_n e^{-\frac{(n\pi)^2 t}{\tau}} \quad (4.6)$$

onde V_0 é o potencial equivalente dado pela equação (2.5).

Sabendo que o início das curvas $\Delta V_0(t)$ para as amostras irradiadas nos sugeria a condição $E(0, t) = 0$, além de sua forma nos levar a crer que estava ocorrendo uma superposição de sinais devido a cargas positivas próximas ao contato metálico e negativas no restante da amostra, optamos por uma distribuição de cargas da forma apresentada na figura 4.5, abaixo, para o desenvolvimento de nosso modelo teórico.

$$\rho(x) = \begin{cases} \rho_+ & \text{para } 0 < x < \alpha \\ \rho_- & \text{para } \alpha < x < L \end{cases}$$

$$\beta = \frac{\alpha}{L}$$

Figura 4.5 - Distribuição de cargas para $E(0, t) = 0$

A seguir, seram apresentadas algumas curvas obtidas com esse modelo, lembrando que para termos $E(0, t) = 0$, é necessário que $\rho_+ \alpha = -\rho_- (L - \alpha)$. Isto é, a carga total dentro da amostra é zero. Usando esta distribuição de cargas juntamente com a condição acima, temos como resposta para a equação (4.6) a expressão:

$$\frac{\Delta V_0(t)}{\Delta V_0(t \geq \tau)} = 1 + \frac{4}{(1-\beta)\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \left(\frac{1}{n^2} \right) \left\{ \left(\frac{1}{\beta} \right) [\cos(n\pi\beta) - 1] + 1 - (-1)^n \right\} e^{-\frac{(n\pi)^2 t}{\tau}} \quad (4.7)$$

com $\beta = \frac{\alpha}{L}$, estando α e L representados na figura 4.5, acima.

Figura 4.6 - Curvas padronizadas para distribuição "dupla-caixa"

4.3 - COMPARAÇÃO : TEORIA - EXPERIMENTO

Nesta seção, faremos uma comparação entre os resultados experimentais obtidos em amostras irradiadas com luz UV e os resultados que o modelo teórico, para simulação do pulso térmico, apresentou. Todas as curvas experimentais foram normalizadas, afim de que pudessemos confrontar seus resultados com os do modelo teórico proposto. Partindo da equação 2.10 do capítulo 2, podemos calcular o valor de τ , conhecendo os valores de $\mu = 2150 \text{ Kg/m}^3$, $K = 0,195 \text{ W/m K}$ e $c = 1172 \text{ J/Kg K}$ fornecidos pela DUPONT para o Teflon-Fep com espessura de $25\mu\text{m}$. Com esses valores obtemos, $\tau \cong 8\text{ms}$.

Apresentaremos, a seguir, o ajuste das curvas teóricas aos resultados experimentais, lembrando que usamos $\tau = 8\text{ms}$ em todas as curvas teóricas.

1 - Ajuste para as curvas 1, 2, 3 da figura 3.30 em cujas medidas a amostra foi irradiada apenas uma vez.

Figura 4.7 - Ajuste para a curva 1

Figura 4.8 - Ajuste para a curva 2

Figura 4.9 - Ajuste para a curva 3

2 - Ajuste para as curvas 1 e 2 da figura 3.32 em cujas medidas a amostra sofreu várias irradiações

Figura 4.10 - Ajuste para a curva 1

Figura 4.11 - Ajuste para a curva 2

3 - Ajuste para a curva da figura 3.20, na qual a amostra foi irradiada a 25cm de distância da fonte de luz, depois de carregada.

Figura 4.12 - Ajuste para a amostra irradiada depois de carregada

4 - Ajuste para a curva da figura 3.19, em cuja medida a amostra foi irradiada a 25cm de distância da fonte de luz, antes de ser carregada.

Figura 4.13 - Ajuste para a amostra irrdiada antes de ser carregada

5 - Ajuste para a curva da figura 3.37, na qual a amostra recebeu uma DTE até 200°C.

Figura 4.14 - Ajuste para a amostra com DTE até 200°C

- COMENTÁRIOS

O modelo teórico proposto talvez não seja o ideal, pois apresenta algumas falhas ao tentarmos ajustar as curvas das figuras 3.19, 3.20 e 3.37 mas, por outro lado, seu comportamento é muito bom nos ajustes das curvas apresentadas nas figuras 3.30 e 3.32. Isto vem mostrar que um estudo bem mais detalhado deva ser realizado afim de que todas as curvas sejam igualmente ajustadas para um único valor de τ . Devemos resaltar que um valor de τ maior que 8 ms ajusta melhor as últimas curvas, resultados estes não apresentados devido ao fato de termos fixado o valor de $\tau = 8$ ms obtido teoricamente pela equação 4.3.

Quanto ao conteúdo informativo que o modelo propiciou,

ficou claro que existe uma densidade de cargas positivas do lado da superfície metalizada que provavelmente seja oriunda da interface metal-isolante perturbada pela luz UV. Observando as figuras 4.7, 4.8 e 4.9 nas quais suas curvas ficaram perfeitamente ajustadas, notamos que a irradiação trás as cargas positivas injetadas para aproximadamente 80% do volume do material. À medida que aquecemos a amostra, fazendo novas DTE, estas cargas começam a se concentrar próximo à superfície de origem, como pode ser observado nas figuras 4.8 e 4.9 onde os valores de β foram reduzidos. Supõem-se então que depois de um certo número de aquecimentos a amostra venha a ficar com uma distribuição uniforme de cargas negativas por todo o volume do material, com o sinal do pulso térmico voltando a ter a sua forma normal (figura 3.28). Torna-se difícil chegar a este ponto devido ao fato das amostras romperem com sucessivos aquecimentos, além de perderem suas características próprias.

Quanto aos ajustes do item 2, referentes às curvas da figura 3.32, vale reforçar a idéia de que uma segunda e terceira irradiação numa mesma amostra, aumenta a quantidade de cargas. Com isso, o valor de β tende a aumentar para amostras com sucessivas irradiações. Se a curva 3 da figura 3.32 pudesse ser ajustada pelo modelo de dupla-caixa proposto, o valor de β seria bem maior que o valor da curva 2, haja visto que essa curva é bem mais aberta que as demais. Pelo fato de haver uma inversão na polaridade do sinal obtido, o modelo proposto não pôde ser aplicado.

Como mencionado inicialmente, as curvas apresentadas nos itens 3, 4 e 5 não foram bem ajustadas provavelmente devido ao fato de termos fixado o valor de τ em 8 ms.

Resumindo, podemos ver que muitas informações podem ser conseguidas com o auxílio da técnica do pulso térmico, uma vez que a forma da curva obtida pode nos dar respostas sobre a distribuição de cargas dentro do eletreto.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES GERAIS

De um modo geral, algumas conclusões podem ser tiradas pelos resultados apresentados tanto nas medidas de DTE como nos valores de V_r e $\bar{X}_r$ obtidos pela técnica do pulso térmico em amostras de Teflon-Fep irradiadas com ultravioleta.

1 - Irradiando com UV amostras de Teflon-Fep metalizadas, ocorre uma injeção de cargas positivas que se localizam nas adjacências do contato. Este fato tanto é observado nas curvas de DTE que se iniciam bem antes, quando comparadas às curvas das amostras normais, como no valor de V_r que vai quase a zero em amostras carregadas negativamente. Irradiando amostras de Teflon-Fep não metalizadas, foi constatado que nada ocorria, evidenciando que o efeito se dá na interface metal-isolante.

2 - Utilizando diferentes contatos metálicos em amostras de Teflon-Fep, ficou constatado que ao irradiarmos essas amostras, resultados diferentes eram encontrados para cada metal, havendo uma certa concordância nas respostas dadas pelo Al, Zn e In, como também nos contatos de Cu, Cr e Au. O índio diferenciando do Al e Zn na forma da corrente medida pela DTE e o ouro, no segundo grupo, diferenciando no valor do V_r para a amostra não irradiada. Segundo alguns autores^[14,15], a diferença observada está ligada aos diferentes valores das funções trabalho de cada metal.

3 - O efeito de injeção de cargas positivas pelo contato metálico também ficou evidente em amostras carregadas a elevados potenciais. Amostras carregadas a -1200 volts e -2000 volts ficaram praticamente limpas de cargas ao serem irradiadas com UV e depois aquecidas, e seus picos de corrente também se deslocaram para temperaturas menores. Pelas curvas de DTE, um aumento no campo elétrico já inicia o processo de injeção de cargas positivas, pois surge um pico de corrente em 160°C nas amostras não irradiadas.

4 - Um aumento substancial na intensidade da radiação não altera o efeito de injeção de buracos pelo contato e nem tão pouco acelera o processo pois, apesar dos potenciais residuais serem bem baixos, as curvas de DTE se deslocam para temperaturas maiores quando aumentamos a intensidade da luz que incide na amostra.

5 - Ficou evidente que a temperatura destrói o efeito que o ultravioleta causa na interface metal-isolante. Isto é observado em um segundo aquecimento, estando ou não a amostra carregada no ato da irradiação inicial. Constatamos também que um pré-aquecimento (annealing) posterior à irradiação, já destrói o efeito no contato e que uma DTE até 200°C em amostras irradiadas já evidencia o efeito.

6 - Apesar da temperatura destruir o efeito da luz UV nos contatos, uma segunda e/ou terceira irradiação reforça o efeito da primeira, reduzindo o potencial residual e fixando a posição dos picos de corrente nas medidas de DTE.

7 - A confirmação da injeção de buracos pelos contatos metálicos veio com a realização de medidas de DTE em amostras de Teflon-Fep metalizadas nas duas faces. Nessas medidas, todas as amostras que foram irradiadas no contato com polaridade positiva ficaram descarregadas, gerando uma corrente de condução maior, o que não ocorre para as amostras não irradiadas e nem para as amostras irradiadas no negativo.

8 - Medidas com amostras carregadas positivamente mostraram um efeito contrário do ultravioleta no Teflon-Fep. Além dos picos de corrente se deslocarem para a região de maior temperatura, os potenciais residuais ficaram maiores que nas amostras não irradiadas. Este comportamento pode ser causado pela presença de armadilhas profundas para buracos no volume do Teflon-Fep. Isto foi observado em amostras metalizadas com Al, Zn e Au.

9 - O modelo proposto para simulação do pulso térmico em amostras despolarizadas, apesar de simplificado, confirma a existência de cargas positivas em amostras irradiadas e carregadas negativamente pela corona.

Finalizando, alguns tópicos aqui abordados merecem de maior clareza para serem bem entendidos, como é o caso das amostras irradiadas e carregadas com corona positiva. Um estudo qualitativo e quantitativo mais específico com esses resultados talvez se faça necessário, bem como com os sinais do pulso térmico que as amostras irradiadas apresentaram. Ficam, pois, estas sugestões para futuros trabalhos.

BIBLIOGRAFIA

- [1] - HEAVISEDE, O. - Electrical Papers. Chelsea, N.Y., 1892. pp. 488-493
- [2] - SESSLER, G.M. - Electrets. Amsterdam, Springer-Verlag, 1980
(Topics in Applied Physics, V. 33)
- [3] - YOSHIDA, M. - Dissertação de mestrado. IFQSC - USP, 1983
- [4] - CARDOSO, C.X. - Dissertação de mestrado. IFQSC - USP, 1986
- [5] - JUNIOR, O. N. - Dissertação de mestrado. IFQSC - USP, 1984
- [6] - GUIMARÃES NETO, J.M. - Dissertação de mestrado. IFQSC - USP, 1982
- [7] - MALMONGE, J.A. - Dissertação de mestrado. IFQSC - USP, 1988
- [8] - COLLINS, R.E. - Appl. Phys. Lett., 26, 675 (1975)
- [9] - COLLINS, R.E. - Rev. Sci. Instrum., 48(1), 83 (1977)
- [10] - SEGGERN, H. Von; WEST, J.E.; KUBLI, R.A. - Rev. Sci. Instrum., 55(6), (1984)
- [11] - MOPSIK, F.I.; DERREGGI, A.S. - J. Appl. Phys. 53(6), (1982)
- [12] - KELVIN, L. - Phil. Mag. 46, 82 (1898)
- [13] - SESSLER, G.M.; WEST, J.E. - J. Appl. Phys. 47(8), 1976
- [14] - DAVIES, D.K. - Brit. J. Appl. Phys. 8, 1969
- [15] - FABISH, T.J. ; DUKE, C.B. - J. Appl. Phys. 48(10), 1977
- [16] - GIACOMETTI, J.A.; MALMONGE, J.A. -5th Intern. Symp. Electrets, Heidelberg, 1985
- [17] - CARSLAW, H.S. ; JAEGER, J.C. - Conduction of heat in solids. Oxford U.P.,
London 2^a ed. , 1959
- [18] - DEKKER, A.J. - Solid State Physics, editora Prentice-Hall Inc.