"MONTAGEM DA TÉCNICA DE PULSO TÉR-
MICO E SUA APLICAÇÃO AO ESTUDO DA
EVOLUÇÃO DE CARGAS TERMICAMENTE A-
TIVADAS DA SUPERFÍCIE".

Makoto Yoshida

Dissertação apresentada ao Instituto
de Física e Química de São Carlos, pa-
ra a obtenção do Título de Mestre em
Física Aplicada.

Orientador: Prof. Dr. René Armando More-
no Alfaro

Departamento de Física e Ciência dos Materiais

São Carlos - 1983

BIBLIOTECA DO INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS - USP
FÍSICA

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE _____
MAKOTO YOSHIDA

APRESENTADA AO INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS, DA
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, EM 13 DE julho DE 1983.

COMISSÃO JULGADORA:

Dr. Renê A. Moreno Alfaro - Orientador

Dr. Bernhard Gross

Dr. Paulo Cesar de Camargo

AGRADECIMENTOS

Devo minha gratidão

Ao Prof. Renê A. Moreno Alfaro, meu orientador e a quem devo a realização deste trabalho graças ao apoio e incentivo que me deu. Quero agradecer ainda pelas idéias e sugestões, pela preocupação com a minha formação, pelo respeito a minha individualidade e pela experiência com quem pude compartilhar com a realização deste trabalho.

Ao Prof. Guilherme F. Leal Ferreira por ter acompanhado o desenvolvimento do trabalho, pela inestimável ajuda que me deu com suas idéias e suas interpretações dos problemas abordados, e pelos modelos teóricos propostos e elaborados com as quais pude realizar este trabalho.

Ao Prof. Bernhard Gross pelas discussões e incentivo.

A Profa. Mariangela T. Figueiredo e Prof. José A. Giacometti pela ajuda que sempre me deram.

Ao Prof. Milton S. Campos e Prof. Roberto M. Faria pelo fornecimento das amostras, pelo apoio e incentivo.

A Yvone A. Biason, Dante L. Chinaglia, Marcos Semenzato e Fábio Fracaccio pela ajuda, paciência e amizade.

Ao Valdeci Massaro e Valdir C. Milchior pelo auxílio no computador.

A todos os colegas pós-graduandos pela ajuda e paciência, pelo esforço que fizeram para manter um bom ambiente de trabalho.

Este trabalho teve auxílio da TELEBRÁS, FAPESP e CNPq.

ÍNDICE

Lista de Ilustrações	I
Lista de Tabelas	IV
Resumo	V
Abstract	VI
INTRODUÇÃO	VII
CAPÍTULO I - TÉCNICA DE PULSO TÉRMICO: TEORIA	1
1.1 - Conceitos Básicos	1
1.1.1 - Potencial equivalente	1
1.1.2 - Carga total e centroide de cargas	2
1.1.3 - Modos de medida	5
1.2 - Transiente no Potencial Equivalente Causa- do por um Pulso Térmico	6
1.2.1 - Amostras com uma face metalizada.....	6
1.2.1.a - Transiente de potencial	6
1.2.1.b - Determinação do centroide de carga e carga total	12
1.2.2 - Amostras com ambas faces metalizadas	13
1.2.2.a - Transiente de potencial	13
1.2.2.b - Determinação do centroide de carga e carga total	17
1.3 - Cálculo de Curvas Teóricas para $\Delta V_0(t)$...	18
1.4 - Sobre a Determinação da Distribuição $\rho(x)$.	28
CAPÍTULO II - TÉCNICA DE PULSO TÉRMICO - DESCRIÇÃO DO SIS- TEMA DE MEDIDA	30
2.1 - Modo em Circuito-Aberto.....	30
2.2 - Modo em Curto-Circuito	33
2.3 - Medida do Potencial Equivalente	34
2.4 - Sistema Equivalente e Detector	37
2.4.1 - Análise simplificada do circuito de medida	37
2.4.2 - Circuito equivalente do sistema	39

	2.5 - Fonte de Pulso de Calor	41
	2.6 - Algumas Medidas e Comentários Sobre os Erros de Medida	42
CAPÍTULO	III -	
	3.1 - Introdução	54
	3.2 - Técnica de Corrente Termoestimulada em "Cir- cuito-Aberto"	54
	3.3 - Estabilidade de Cargas Negativas em Teflon FEP	56
	3.3.1 - Os efeitos do tratamento térmico no Teflon FEP	56
	3.3.2 - Medidas de corrente termoestimulada em amos- tras virgens e tratadas termicamente.....	60
	3.3.3 - Discussão segundo modelos teóricos	69
	3.4 - Efeitos da Radiação Ultra Violeta no Teflon FEP	79
	3.4.1 - Medidas e discussão	80
	3.4.2 - Determinação de frequência de escape	84
	3.5 - Corrente Termoestimulada em Teflon FEP Car - regas por Descarga Iônica	87
	3.5.1 - Medidas realizadas e discussão	87
	CONCLUSÕES GERAIS-	94
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	97

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA	1 - Eletreto plano	2
FIGURA	2 - Esquema de medida do potencial equivalente	3
FIGURA	3 - Configuração equivalente do eletreto	4
FIGURA	4 - Modos de medida	5
FIGURA	5 - Eletreto antes (a) e depois do pulso térmico (b)	8
FIGURA	6 - Eletreto com distribuição de carga em $x_0 < x < L$...	11
FIGURA	7 - Eletreto na configuração em "curto-circuito"....	14
FIGURA	8 - Medida usando amostras com ambas faces metalizadas em "circuito aberto"	15
FIGURA	9 - Curvas teóricas de $\Delta V_0(t)$ para distribuição planar	21
FIGURA	10 - Curvas teóricas de $\Delta V_0(t)$ para distribuição exponencial	22
FIGURA	11 - Curva teórica de $\Delta V_0(t)$ para distribuição tipo caixa.....	23
FIGURA	12 - Curva teórica de $\Delta V_0(t)$ para distribuição exponencial descontínua: 1º caso	24
FIGURA	13 - Curva teórica de $\Delta V_0(t)$ para distribuição exponencial descontínua: 2º caso	25
FIGURA	14 - Curva teórica de $\Delta V_0(t)$ com distribuição de cargas de sinais opostos $\alpha=2,3$	26
FIGURA	15 - Curva teórica de $\Delta V_0(t)$ com distribuição de cargas de sinais opostos $\alpha=3,0$	27
FIGURA	16 - Três curvas de $\Delta V_0(t)$ que podem representar uma mesma curva $\Delta V_0(t)$ medida experimentalmente....	29
FIGURA	17 - Bastidor e amostra com 1 face metalizada	30
FIGURA	18 - Suporte da amostra no modo de "circuito aberto".	31
FIGURA	19 - Esquema do suporte de amostra e detector	32
FIGURA	20 - Sistema de medida para o modo de "circuito aberto"	

	to".....	33
FIGURA 21 -	Bastidor e amostra com ambas faces metalizadas..	34
FIGURA 22 -	Suporte da amostra para o modo em "curto-circui- to".....	35
FIGURA 23 -	Montagem do sistema de medida	36
FIGURA 24 -	Esquema de medida do potencial equivalente	36
FIGURA 25 -	Eletreto após o pulso térmico	38
FIGURA 26 -	Circuitos equivalentes do sistema de medida	39
FIGURA 27 -	Circuito equivalente para medida de $R_m C_m$	40
FIGURA 28 -	Relação da corrente produzida numa fotocélula .. em função do tempo de duração dos pulsos.....	42
FIGURA 29 -	Respostas $\Delta V_o(t)$ em diferentes escalas de tempo.	43
FIGURA 30 -	Respostas de $\Delta V_o(t)$ para (a) amostra com distri- buição de carga superficial não uniforme (b) a - amostra com uma distribuição volumétrica e (c) com distribuição volumétrica não uniforme	44
FIGURA 31 -	Sinais de pulso térmico para várias espessuras da metalização	46
FIGURA 32 -	Superposição da distribuição de calor e carga...	48
FIGURA 33 -	Curvas de ΔV para medidas em curto circuito e circuito aberto.....	49
FIGURA 34 -	Medida do tempo de trânsito da frente de calor em amostras de (a) 25,0 μ m e (b) 50 μ m	52
FIGURA 35 -	Potencial equivalente (a), centroide de carga (b) e carga total (c) em amostra submetida a descar- ga termoestimulada.....	53
FIGURA 36 -	Sistema de medida de corrente termoestimulada em "circuito-aberto"	55
FIGURA 37 -	Correntes termoestimuladas em amostra do Lote I com e sem tratamento térmico	57
FIGURA 38 -	Correntes em amostras do Lote II com e sem trata	

	mento térmico	58
FIGURA 39	- Corrente em teflon virgem com várias cargas iniciais	61
FIGURA 40	- Carga residual depois da descarga termestimulada em função do potencial de carga	62
FIGURA 41	- Porcentagem de carga que abandona a amostra em função do potencial de carga	63
FIGURA 42	- Centroides de carga da distribuição residual em função do potencial de carga	63
FIGURA 43	- Potencial residual em função do potencial de carga	64
FIGURA 44	- Correntes em amostras tratadas termicamente e carregadas a vários potenciais de carga	65
FIGURA 45	- Carga residual em função do potencial de carga..	66
FIGURA 46	- Fração de carga que abandonam a amostra em função do potencial de carga	67
FIGURA 47	- Centroide de carga em função do potencial de carga	67
FIGURA 48	- Potencial residual em função do potencial de carga	68
FIGURA 49	- Corrente experimental e calculada	74
FIGURA 50	- Cargas residuais calculadas e experimentais.....	78
FIGURA 51	- Porcentagem de cargas que abandonam a amostra calculada e a experimental	78
FIGURA 52	- Potenciais residuais calculadas e experimentais.	79
FIGURA 53	- Transmissão em função de comprimento de onda....	80
FIGURA 54	- Correntes em amostra virgem (1) e em uma irradiada com u.v. (2)	80
FIGURA 55	- Correntes em uma amostra tratada termicamente (1) e uma irradiada u.v. (2)	81
FIGURA 56	- Correntes estimulando as cargas da superfície (1)	

	e do volume (2)	83
FIGURA 57	- Corrente calcula e experimental	86
FIGURA 58	- Esquema simplificado da câmara de evaporação	88
FIGURA 59	- Corrente em amostra carregada por descarga iônica - ca	88
FIGURA 60	- Correntes termoeestimulada em amostras carregadas. por descarga iônica a 10^{-2} torr e descarga corona.	89
FIGURA 61	- Correntes obtidas usando uma única amostra.....	90
FIGURA 62	- Sinal de pulso térmico em amostra carregada por descarga iônica	91
FIGURA 63	- $\Delta V_O(t)$ resultante da superposição de dois sinais $\Delta V_{O1}(t)$ e $\Delta V_{O2}(t)$	92
FIGURA 64	- Medidas de pulso térmico em 3 estágios de descar- ga termoeestimulada	93

LISTA DE TABELAS

TABELA	I -	59
TABELA	II -	60
TABELA	III -	81
TABELA	IV -	84
TABELA	V -	83

RESUMO

É apresentado neste trabalho a Técnica de Pulso Térmico com os aspectos teóricos envolvidos e a montagem do sistema experimental. A técnica é destinada à determinação do potencial de superfície, centróide de carga e carga total em filmes de polímeros.

A técnica foi aplicada em conjunto com a de descarga termoestimulada em "circuito-aberto" ao estudo das propriedades de transporte e armazenamento de cargas em filmes de Teflon FEP (25µm) em diferentes situações: amostras virgens, tratadas termicamente, submetidas a radiação ultra violeta e amostras submetidas à descarga iônica a baixa pressão.

Vários problemas foram levantados e alguns deles abordados segundo modelos teóricos simplificados na interpretação dos dados experimentais.

ABSTRACT

Theoretical and experimental aspects of the Heat Pulse Technic (HPT) are presented. The applications were the measurement of surface potentials, charge centroid, and total charge on the film samples. No tentative was made to determinate the spatial distribution of the observed charges.

The HPT was used as complement of TSC open circuits measurements in the study of conduction and polarization effects in 25µm Teflon FEP films for different initial conditions of the corona-charged samples: virgin samples, annealed, u.v. irradiated, and samples submitted to ionic glow discharge.

Several problems were raised and some of them were treated using very simple theoretical models to interpret the experimental results.

INTRODUÇÃO

NOÇÕES GERAIS E OBJETIVOS DO TRABALHO

Os eletretos de filmes de polímeros tem sido aplicados com intensidade em escala industrial no ramo de transdutores , dosimetria, xerografia , etc e tem motivado gradativamente os pesquisadores a se dedicarem à física dos eletretos. Sendo o mecanismo de transporte e armazenamento de cargas de fundamental importância na compreensão da física dos eletretos, várias técnicas de estudo foram já desenvolvidas e são aplicadas intensamente, entre as quais a de corrente termoestimulada⁽¹⁾ , técnica de implantação de cargas por feixe de elétrons⁽²⁾ e a técnica de corona com corrente constante⁽³⁾ recentemente desenvolvida. Neste trabalho procura-se basicamente introduzir neste conjunto mais uma técnica; a de Pulso Térmico, que foi originariamente desenvolvida por R.E.Collins⁽⁴⁾ e já aplicada por H.von Seggern no estudo do Teflon FEP⁽⁵⁾. Com a aplicação desta técnica, possibilita-se fundamentalmente a determinação experimental do potencial equivalente de uma amostra carregada , o centroide da distribuição de cargas e a carga total. Sua aplicação limita-se a filmes de polímeros com espessuras variando de 12 μ m a 50 μ m. Estes parâmetros também podem ser determinados usando as técnicas de implantação de cargas por feixe eletrônico e de corona a corrente constante, entretanto necessita-se de parâmetros que dependem do método de deposição de carga. Com a introdução da técnica de pulso térmico, isto pode ser feito de maneira simples e rápida e de forma não destrutiva.

O objetivo deste trabalho é introduzir a técnica e aplicá-la para situações nas quais o conhecimento do centroide

de de cargas e carga total venham contribuir para melhor entendimento do processo de transporte e armazenamento de carga nos eletretos.

Assim sendo, no capítulo I são discutidos os aspectos teóricos sobre os quais se baseia a técnica, seguido de uma exposição da montagem experimental e comentários sobre a sua eficiência no capítulo II. Finalmente no capítulo III se colocam as situações experimentais nas quais a técnica de pulso térmico pode ser aplicada com auxílio de informações obtidas do Teflon FEP através de medidas de corrente termoestimuladas em circuito aberto.

CAPÍTULO I

TÉCNICA DE PULSO TÉRMICO: TEORIA

1.1. Conceitos Básicos

Antes de dar início a exposição da técnica, alguns conceitos básicos são exigidos visto que constantemente servir-se-ão deles durante o desenvolvimento do trabalho. São eles o de potencial equivalente de uma amostra contendo cargas, o de centroi - de da distribuição de cargas e o de carga total equivalente. Para tanto, considere-se uma folha de eletreto de secção A e espesura L, cuja constante dielétrica é ϵ e uma de suas faces está à terra através de um contato metálico. Seja a distribuição de carga volumétrica representada por ρ , o campo elétrico por E e o potencial elétrico por ϕ . O problema será considerado em geometria planar onde x é a coordenada espacial cujo eixo é perpendicular a secção do eletreto com origem no contato metal-eletreto. Como mostrado na figura 1. Nestas condições o campo elétrico é dado pela equação de Poisson

$$\epsilon \frac{dE(x)}{dx} = \rho(x) \quad (1.1)$$

e o potencial elétrico por

$$\frac{d\phi(x)}{dx} = -E(x) \quad (1.2)$$

1.1.1- Potencial Equivalente

O potencial equivalente devido a uma distribuição de carga é definido como a diferença de potencial entre as superfícies do eletreto sempre que o campo elétrico externo seja nulo. Assim

sendo, utilizando-se das equações (1.1) e (1.2) e integrando - as impondo a condição de campo elétrico externo nulo obtém-se que a diferença de potencial entre as superfícies do eletreto é dado por

$$V_0 = \frac{1}{\epsilon} \int_0^L x \rho(x) dx \quad (1.3)$$

onde $V_0 = \phi(L) - \phi(0)$

FIGURA 1 - Eletreto Plano

Na prática, o valor de V_0 pode ser medido experimental - mente, bastando que se coloque um eletrodo sensor frente a face em $x=L$ a uma distância S e paralelamente impondo através de uma fonte externa uma diferença de potencial entre as placas metálicas de tal forma que o campo elétrico externo se anule. A leitura desta diferença de potencial é feita pelo medidor V como mostrado na figura 2.

1.1.2- Carga Total e Centroide de Cargas

Tomando o eletreto da configuração mostrada na figura 2 é necessário observar que o campo elétrico externo é tomado como nulo devido à presença de uma densidade de carga σ_0 induzida na

FIGURA 2 - Esquema de Medida do Potencial Equivalente

placa metálica do contato e cujo sinal é contrário ao das cargas volumétricas. Utilizando-se das equações (1.1) e (1.2) pode-se calcular que o campo elétrico na interface metal-eletreto é dada por $\epsilon E(0) = - \int_0^L \rho(x) dx$ e por meio da lei de Gauss, a carga na placa metálica é dada por

$$\sigma_0 = - \int_0^L \rho(x) dx$$

Por outro lado, observando a expressão do potencial equivalente na equação (1.3), nota-se que podem haver inúmeras formas de distribuição $\rho(x)$ que fornecem o mesmo valor para o potencial V_0 e o mesmo valor para σ_0 induzido. Pelo fato de não se conhecer a distribuição, introduz-se uma configuração equivalente à da figura 1, substituindo a distribuição de carga $\rho(x)$ por um plano imaginário situado a $\bar{x}$ da origem e sobre o qual esteja distribuída uma quantidade de carga equivalente cuja densidade seja $\sigma_T = - \sigma_0$. Pode-se tomar esta liberdade pois ambas configurações produzem os mesmos efeitos externamente. A densidade σ_T define-se "carga total equivalente" e é dada por

$$\sigma_T = \int_0^L \rho(x) dx \quad (1.4)$$

A posição $\bar{x}$ do plano em relação à origem para que mantenha o valor do potencial equivalente dado na eq.(1.3) inalterado, é definida "centroide de carga" e seu valor é dado por

$$\bar{x} = \frac{\int_0^L x \rho(x) dx}{\int_0^L \rho(x) dx} \quad (1.5)$$

FIGURA 3 - Configuração Equivalente de Eletreto

uma vez que na configuração equivalente mostrada na figura 3 se tem um capacitor onde o plano de carga e o contato metálico se separam por uma distância $\bar{x}$ e polarizada por uma diferença de potencial dado pelo potencial equivalente V_0 escrita por

$$V_0 = \frac{\sigma_T \bar{x}}{\epsilon} \quad (1.6)$$

Os conceitos dados de V_0 , σ_T e $\bar{x}$ contribuem na compreensão dos mecanismos pelos quais as cargas são armazenadas e distribuídas ao longo do eletreto tornando-se assim, parâmetros interessantes cujos valores são bastante desejáveis experimentalmente. A técnica de pulso térmico a ser desenvolvida destina-se

basicamente a determiná-los de uma maneira rápida e não destrutiva.

1.1.3- Modos de Medida

No processo de transporte e armazenamento de cargas em filmes de polímeros, as amostras a serem estudadas são geralmente colocadas entre dois eletrodos através das quais são registrados os sinais desejados. Entretanto, conforme a conveniência, há duas maneiras disso ser realizado. Numa delas, somente uma face fica em contato com um eletrodo sendo que a outra é colocada a uma curta distância de modo que fiquem separados por uma camada de ar. Na outra, ambas faces do eletreto ficam em contato com os eletrodos. Os dois casos são mostrados na figura 4.

FIGURA 4 - Modos de Medidas

Na prática é costume diferenciar ambos casos denominando-os de "modo de circuito aberto" e "modo de curto circuito". Os conceitos de potencial equivalente, carga total e contoride de carga foram introduzidos usando o eletreto no modo de "circuito aberto", contudo são também válidos para o de "curto-circuito".

Ambos modos são intensamente usados de maneira que neste trabalho serão considerados separadamente no desenvolvimento da técnica de pulso térmico.

1.2- Transiente no Potencial Equivalente Causado por um Pulso Térmico

A idéia da técnica de pulso consiste em perturbar a distribuição de cargas $\rho(x)$ no eletreto de uma forma conhecida sem que as cargas sejam removidas das armadilhas pela perturbação. Espera-se que desta forma se possa obter informações a respeito da densidade de cargas analisando a resposta dada pelo eletreto por meio de uma variação no valor do potencial equivalente. Existe já uma técnica, além desta, desenvolvida seguindo esta idéia que consiste fazer passar pela amostra um pulso de onda mecânica⁽⁶⁾. Contudo, a técnica exige que o pulso seja bastante rápido de modo que a torna tecnicamente dispendiosa. Neste trabalho, como foi dito anteriormente, seguir-se-ã as idéias de Collins⁽⁷⁾. A perturbação da distribuição consiste em introduzir numa das superfícies do eletreto uma certa quantidade de calor num tempo muito curto comparado ao tempo gasto para que o calor se difunda completamente no seu volume. O fluxo de calor será responsável por um transiente na temperatura que por sua vez, por efeito de dilatação e de variação na constante dielétrica, causará um transiente no valor do potencial equivalente via dependência temporal da temperatura. Serão tratados dois casos possíveis; para amostras com uma face metalizada e para as que possuem ambas faces metalizadas.

1.2.1- Amostras com uma Face Metalizada

a - Transiente do Potencial

Será admitido que o calor introduzido na amostra se conserva durante o transiente da temperatura e consequentemente supõe-se que não há perda de calor através da fina camada metálica da amostra. Para o cálculo do transiente no potencial equivalente, considere-se que o eletreto seja constituído por uma sucessão de fatias de espessura δx adjacentes entre si e que cada uma delas contenha uma carga correspondente $\rho(x) \delta x$. Desta forma, uma fatia situada em x contribuirá para o potencial equivalente com um acréscimo

$$\delta V_0 = \frac{x \rho(x) \delta x}{\epsilon} \quad (1.7)$$

Ao se depositar o calor na face em $x=0$, haverá nas redondezas uma expansão térmica instantânea devido a concentração de todo calor depositado, ocasionando uma variação abrupta no valor do potencial equivalente de V_0 para $V_0 + \Delta V_0$. A partir deste instante - instante inicial $t=0$ — o calor passará a se difundir pela amostra. Supondo que num instante t a frente de calor atinja o incremento de carga $\rho(x) \delta x$, a posição deste incremento é alterado para uma y uma vez que cada uma destas fatias que compõe o eletreto de 0 a x , sofreram uma expansão térmica correspondente às variações de temperatura em suas respectivas posições. (figura 5). Além deste fato, considerando que a constante dielétrica em cada uma das fatias sofre uma pequena variação para um novo valor ϵ' , a mesma passa a ser função da posição e temperatura impondo a mesma dependência para o campo elétrico visto que a carga em cada fatia deve sempre permanecer constante. Assim sendo, o campo elétrico $\Delta E(y, t)$ no intervalo de 0 a y devido a carga $\rho(y) \delta y$ é

$$\Delta E(y, t) = \frac{\rho(y) \delta y}{\epsilon'(y, T)}$$

de modo que o novo valor do incremento de potencial equivalente $\delta V'_0$ é

$$\delta V'_0 = \int_0^y \frac{\rho(y') \delta y'}{\epsilon'(y', T)} dy'$$

FIGURA 5 - a) Eletreto antes do pulso térmico;
b) Eletreto após um tempo t , dilatado pelo calor absorvido

Uma vez que $\rho(y') \delta y' = \rho(x) \delta x$ resulta que

$$\delta V'_0 = \rho(x) \delta x \int_0^y \frac{dy'}{\epsilon'(y', T)} \quad (1.8)$$

Considerando que $\Delta T(x, t)$ seja o acréscimo na temperatura em cada ponto x e a cada instante t e que a posição do incremento de eletreto e a constante dielétrica variam muito pouco com a temperatura, então em primeira aproximação dy' e ϵ' podem ser dados por

$$dy' = dx [1 + \alpha_x \Delta T(x, t)]$$

$$\epsilon' = \epsilon [1 + \alpha_\epsilon \Delta T(x, t)]$$

onde dx é a espessura do incremento de eletreto antes do aquecimento e ϵ a sua constante dielétrica. As constantes α_x e α_ϵ são respectivamente o coeficiente de expansão térmica linear e o coeficiente de variação térmica da constante dielétrica, dados por

$$\begin{aligned}\alpha_x &= \frac{1}{\Delta x} \frac{d(\Delta x)}{dT} \\ \alpha_\epsilon &= \frac{1}{\epsilon} \frac{d\epsilon}{dT}\end{aligned}\tag{1.9}$$

Assim sendo, desprezando os termos de segunda ordem na temperatura, o quociente dy'/ϵ' é

$$\frac{dy'}{\epsilon'} = \frac{dx}{\epsilon} [1 + (\alpha_x - \alpha_\epsilon) \Delta T(x, t)]$$

e consequentemente pela equação (1.8) o incremento $\delta V'_0$ é dado por

$$\delta V'_0 = \frac{\rho(x) \delta x}{\epsilon} \int_0^x [1 + (\alpha_x - \alpha_\epsilon) \Delta T(x', t)] dx'$$

Representando a variação total do potencial equivalente por $\Delta V_0(t)$, o seu valor a cada instante t é dado por

$$\Delta V_0(t) = \frac{\alpha_x - \alpha_\epsilon}{\epsilon} \int_0^L \rho(x) dx \int_0^x \Delta T(x', t) dx' \tag{1.10}$$

onde foi suposto que $\delta V'_0(t) - \delta V_0 = \delta(\Delta V_0(t))$ e δV_0 dado pela relação (1.7)

A forma de $\Delta V_0(t)$ depende essencialmente da forma da distribuição $\rho(x)$ e de um tempo de relaxação característica do material introduzido pela propagação do calor desde o instante inicial até ao instante em que a temperatura se torna uniforme ao longo de toda amostra. Este tempo característico é repre -

sentado por τ e definido pela relação ⁽⁷⁾

$$\tau = \frac{\mu c L^2}{K} \quad (1.11)$$

onde μ é a densidade de massa, c o valor específico, L a espessura da amostra e K a condutividade térmica. Lembrando que o calor se conserva no mínimo durante o intervalo $0 < t < \tau$, o seu valor pode ser dado por

$$Q = \mu c \int_0^L \Delta T(x, t) dx \quad (1.12)$$

Com isso, algumas interpretações podem ser feitas acerca da forma de $\Delta V_0(t)$ para um eletreto que contenha uma distribuição de carga genérica $\rho(x)$. Suponha que esta distribuição seja definida num intervalo de x_0 a L onde $0 < x_0 < L$ (figura 6). Tomando a expressão (1.10) para este caso e integrando-a por partes chega-se a

$$\Delta V_0(t) = \frac{\alpha x^{-\alpha}}{\epsilon} \left[\int_{x_0}^L \rho(x) dx \int_0^{x_0} \Delta T(x', t) dx' + \int_{x_0}^L \Delta T(x, t) dx \int_x^L \rho(x') dx' \right] \quad (1.13)$$

Por esta relação é possível concluir que uma variação no valor de $\Delta V_0(t)$ passa a ocorrer quando a frente de calor atinge pela primeira vez as cargas de $\rho(x)$. Isto pode ser verificado rapidamente tomando inicialmente o caso em que $x_0 \rightarrow L$. A distribuição de carga é $\rho(x) = \sigma_T \delta(x-L)$ e consequentemente com auxílio da equação (1.12) resulta que $\Delta V_0(t) = \frac{\alpha x^{-\alpha}}{\epsilon} \frac{Q \sigma_T}{\mu c}$ e é independente do tempo. Portanto, pode-se afirmar que toda vez que se tenha um plano de carga na superfície não metalizada, a resposta $\Delta V_0(t)$ é constante. Passando ao caso em que se considera a distribuição volumétrica, fazendo com que x_0 assumia valores menores que L , a e-

FIGURA 6 - Eletreto com distribuição de carga no intervalo $x_0 < x < L$

quação (1.13) mostra através de seus membros que o transiente $\Delta V_0(t)$ deve-se manter constante durante o intervalo de tempo em que a frente de calor percorre a região entre 0 e x_0 . Durante este intervalo, somente o termo que contém a integral $\int_0^{x_0} \Delta T(x,t) dx$ deve contribuir visto que é nessa região em que o calor se concentra. Assim, a resposta $\Delta V_0(t)$ se comporta como se a amostra tivesse uma espessura ζ_0 e que em sua superfície houvesse uma carga total $\sigma_T = \int_{x_0}^L \rho(x) dx$ onde $x_0 < \zeta_0 < L$. A partir do momento em que o calor penetra na distribuição $\rho(x)$, o segundo membro passa a contribuir no valor de $\Delta V_0(t)$ cuja forma em função do tempo depende da forma de $\rho(x)$. A partir deste instante a estrutura da distribuição de cargas influi efetivamente no transiente $\Delta V_0(t)$ o que permite a determinação de parâmetros ligados a distribuição de carga $\rho(x)$. Finalizando, se $x_0 > 0$, a variação de $\Delta V_0(t)$ no tempo tem início tão logo o calor seja depositado na superfície do eletreto.

b - Determinação do centroide de carga e carga total

No item a, foi analisado o comportamento do transiente de potencial durante o intervalo de 0 a τ , entretanto, não a respeito do que ocorre nos instantes $t=0$ e $t > \tau$. São estes dois pontos os mais interessantes da curva. Reescrevendo a expressão de $\Delta V_0(t)$ dada em (1.10) como

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

seu valor em $t=0$ depende unicamente da carga total pois o calor total neste instante se concentra em uma pequena região nas vizinhanças da origem. Consequentemente, usando a equação (1.12) seu valor pode ser dado por

$$\frac{Q}{\mu c} = \int_0^x \Delta T(x, 0) dx$$

de modo que

$$\Delta V_0(0) = \frac{\alpha x^{-\alpha} \epsilon}{\epsilon} \frac{Q}{\mu c} \int_0^L \rho(x) dx \quad (1.14)$$

$E = \frac{Q}{\epsilon} = \frac{2}{\epsilon}$
 $\nabla E = \frac{\rho}{\epsilon}$
 $\frac{dE}{dx} = \frac{\rho}{\epsilon}$
 $\int dE = \frac{1}{\epsilon} \int \rho dx$

Por outro lado, para tempos em que $t > \tau$, o calor já se distribuiu pelo eletreto de tal forma que a temperatura $\Delta T(x, t)$ é uniforme. Utilizando da equação (1.12) a temperatura é $\Delta T(x, t > \tau) = Q/\mu c L$ sendo que até este momento o calor se conserva no interior da amostra. Substituindo $\Delta T(x, t > \tau)$ na expressão de $\Delta V_0(t)$, seu valor resulta em

$$\Delta V_0(t > \tau) = \frac{(\alpha x^{-\alpha} \epsilon)}{\epsilon} \frac{Q}{\mu c} \cdot \frac{1}{L} \int_0^L x \rho(x) dx \quad (1.15)$$

$\bar{x} = \frac{1}{L} \int_0^L x \rho(x) dx$

Com a definição de centroide de cargas em (1.5) e as equações (1.14) e (1.15), seu valor é dado por

$$\bar{x} = \frac{\int_0^L x \rho(x) dx}{\int_0^L \rho(x) dx} = \frac{\Delta V_0(t=0)}{\Delta V_0(t>\tau)} L \quad (1.16)$$

Finalmente, tomando as equações (1.6) e (1.16), a carga total é determinada por

$$\sigma_T = \frac{\epsilon V_0}{L} \frac{\Delta V_0(t=0)}{\Delta V_0(t>\tau)} \quad (1.17)$$

1.2.2- Amostras com ambas faces metalizadas

a - Transiente de Potencial

O tratamento dado ao transiente no valor do potencial equivalente para o caso anterior pode ser estendido para eletretos que contenham ambas faces metalizadas, necessitando apenas algumas modificações.

Portanto, considere-se este eletreto admitindo que contenha uma distribuição de carga qualquer $\rho(x)$ e com ambos eletrodos a um mesmo potencial (figura 7). Em princípio esta última condição não é necessária, contudo será considerada por ser uma situação mais frequente na prática. Assim sendo, há nas faces metálicas a presença de cargas induzidas σ_1 e σ_2 respectivamente em $x=0$ e $x=L$, de tal forma que

$$\sigma_1 + \sigma_2 = - \int_0^L \rho(x) dx \quad (1.18)$$

Os valores de σ_1 e σ_2 podem ser determinados através da equação de Poisson, considerando nula a diferença de potencial entre as superfícies da amostra. Obtém-se então

FIGURA 7 - Eletreto na configuração em "curto-circuito"

$$\sigma_1 = - \int_0^L \rho(x) dx + \frac{1}{L} \int_0^L x \rho(x) dx \quad (1.19)$$

$$\sigma_2 = - \frac{1}{L} \int_0^L x \rho(x) dx$$

Nestas condições, a teoria exposta no caso anterior pode ser estendida para o caso em questão tomando a amostra tal qual anteriormente; porém considerando que na superfície em $x=L$ o eletrodo passe a fazer "parte da amostra" adicionando uma carga superficial σ_2 à distribuição $\rho(x)$. Portanto a distribuição a ser considerada neste caso é $\bar{\rho}(x) = \rho(x) + \sigma_2 \delta(x-L)$ como mostrado na figura 8. Reescrevendo novamente a variação $\Delta V_0(t)$ do caso anterior

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

e levando em consideração que a variação $\Delta V_0(t)$ se dá em torno do

FIGURA 8 - Medida para amostras com ambas faces metalizadas em circuito aberto

potencial $V_0 = 0$ com substituição de $\rho(x)$ por $\bar{\rho}(x)$, tem-se

$$\Delta V_0(t) = \frac{\alpha x^{-\alpha}}{\epsilon} \left[\int_0^L \rho(x) dx \int_0^x \Delta T(x',t) dx' + \sigma_2 \int_0^L \Delta T(x,t) dx \right] \tag{1.20}$$

O primeiro termo desta expressão corresponde ao transiente $\Delta V_0(t)$ do caso de amostras com uma face metalizada e o segundo surge ao se incluir a carga σ_2 induzida quando se colocaram as faces em curto. Neste caso também se pode obter os valores $\Delta V_0(t)$ para os instantes $t=0$ e $t > \tau$. Antes é necessário distinguir em qual das faces se deposita o calor uma vez que as densidades induzidas σ_1 e σ_2 são diferentes resultando em transientes $\Delta V_0(t)$ diferentes. Assim, sejam $\Delta V_{01}(t)$ e $\Delta V_{02}(t)$ as respostas obtidas depositando o calor respectivamente nos eletrodos 1 e 2 onde se encontram as cargas σ_1 e σ_2 . Tomando o caso em que se aquece a face 1, e usando a equação (1.19) em (1.20), a resposta $\Delta V_0(t)$ será

$$\Delta V_{01}(t) = \frac{\alpha x^{-\alpha}}{\epsilon} \left[\int_0^L \rho(x) dx \int_0^x \Delta T(x,t) dx - \frac{1}{L} \int_0^L x \rho(x) dx \int_0^L \Delta T(x,t) dx \right] \tag{1.21}$$

No instante $t=0$, o calor se encontra totalmente nas vizinhanças de $x=0$ de modo que

$$\frac{Q}{\mu c} = \int_0^x \Delta T(x,0) dx = \int_0^L \Delta T(x,0) dx$$

que levado em (1.21) resulta em

$$\Delta V_{01}(0) = - \frac{\alpha x^{-\alpha} \epsilon}{\epsilon} \frac{Q}{\mu c} \sigma_1 \quad (1.22)$$

Para o extremo $t > \tau$, a temperatura se tornou uniforme e seu valor é $\Delta T(x, t > \tau) = Q/\mu c L$. Usando este fato com as equações (1.19) e (1.20) resulta que

$$\Delta V_{01}(t > \tau) = 0$$

De maneira análoga, a análise pode ser feita para a resposta $\Delta V_{02}(t)$ quando se aquece a superfície 2 em $x=L$, bastando que a carga acrescida a distribuição seja σ_1 . Portanto na equação (1.20) a carga σ_2 deve ser substituída por σ_1 e assim

$$\Delta V_{02}(t) = \frac{\alpha x^{-\alpha} \epsilon}{\epsilon} \left\{ \int_0^L \rho(x) dx \int_0^L \Delta T(x', t) dx' + \left[\frac{1}{L} \int_0^L x \rho(x) dx - \int_0^L \rho(x) dx \right] \int_0^L \Delta T(x, t) dx \right\} \quad (1.23)$$

Consequentemente, usando as mesmas considerações feitas nos instantes $t=0$ e $t > \tau$ anteriormente tem-se que

$$\Delta V_{02}(0) = - \frac{\alpha x^{-\alpha} \epsilon}{\epsilon} \frac{Q}{\mu c} \sigma_2 \quad (1.24)$$

$$\Delta V_{O2}(t > \tau) = 0$$

b - Determinação do centroide de carga e da carga total

O valor do centroide de carga pode ser agora determinado de maneira imediata. Para tanto tomando as equações (1.23) e (1.24) tem-se

$$\frac{\sigma_2}{\sigma_1 + \sigma_2} = \frac{\Delta V_{O2}(0)}{\Delta V_{O1}(0) + \Delta V_{O2}(0)}$$

Substituindo os valores de σ_1 e σ_2 dadas na equação (1.19) com a definição de centroide dado na (1.5) resulta

$$\bar{x} = \frac{\Delta V_{O2}(0)}{\Delta V_{O1}(0) + \Delta V_{O2}(0)} L \quad (1.25)$$

Quanto à carga total não há uma forma direta de determiná-la uma vez que o potencial equivalente V_0 não é conhecido. Contudo, pode ser escrita pela soma das equações (1.23) e (1.24)

$$\sigma_T = \frac{\epsilon \mu C}{(\alpha_x - \alpha_e) Q} [\Delta V_{O1}(0) + \Delta V_{O2}(0)] \quad (1.26)$$

e seu valor somente será conhecido caso se saiba o valor da constante $K = \epsilon \mu C / (\alpha_x - \alpha_e) \cdot Q$.

O valor de K pode ser determinado experimentalmente através desta mesma técnica para amostras com uma só face metalizada. Deve-se observar que a constante depende somente de propriedades térmicas do material e da quantidade de calor fornecida, de modo que a quantidade de calor fornecida para se determinar K deve ser a mesma fornecida à amostra para determinar σ_T na equação (1.26). Assim sendo, tomando o transiente $\Delta V_0(t)$ dado na

equação (1.10) seu valor no instante $t=0$ é dado por

$$\Delta V_0(t=0) = \frac{\alpha x^{-\alpha} \epsilon}{\epsilon} \frac{Q}{\mu c} \int_0^L \rho(x) dx$$

de modo que K é dada por

$$K = \frac{\int_0^L \rho(x) dx}{\Delta V_0(0)}$$

Em princípio qualquer distribuição $\rho(x)$ utilizada serviria para este propósito, contudo é conveniente tomar uma que se conheça previamente. A única em questão seria uma distribuição plana σ na superfície. Assim sendo, utilizando-se das equações (1.3) e (1.5) com $\bar{x} = L$ resulta que

$$K = \left[\frac{\epsilon V_0}{L \Delta V_0(0)} \right]^*$$

onde o asterístico distingue o caso "circuito aberto" do "curto-circuito"

Entrando com o valor de K na equação (1.26), σ_T fica determinado onde

$$\sigma_T = \left[\frac{\epsilon V_0}{L \Delta V_0(0)} \right]^* [\Delta V_{01}(0) + \Delta V_{02}(0)] \quad (1.27)$$

1.3. Cálculo de Curvas Teóricas Para $\Delta V_0(t)$

Até o momento não houve necessidade de ser saber como varia a temperatura no eletreto visto que somente dois pontos extremos da curva de $\Delta V_0(t)$ foram utilizados. Porém necessita-se dela quando se quer conhecer a forma de $\Delta V_0(t)$ a partir de distribuição de cargas previamente conhecidas. Portanto, neste item,

a temperatura $\Delta T(x,t)$ será calculada e algumas curvas teóricas do transiente $\Delta V_0(t)$ serão mostradas.

Segundo a teoria do transporte de calor, a temperatura na lâmina de espessura L e difusividade térmica λ é dada por

$$\frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} = \frac{1}{\lambda} \frac{\partial T(x,t)}{\partial t}$$

A condição exigida no problema é que a quantidade de calor fornecida inicialmente permaneça na amostra durante o processo de uniformização da temperatura. Portanto é necessário que:

$$\left. \frac{\partial T(x,t)}{\partial x} \right|_{x=L} = \left. \frac{\partial T(x,t)}{\partial x} \right|_{x=0} = 0$$

Para estas condições, a variação de temperatura é dado por⁽⁸⁾

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

onde

$$a_0 = \frac{1}{L} \int_0^L \Delta T(x,0) dx$$

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

$$\tau^{-1} = \lambda/L^2$$

Assumindo que no instante $t = 0$ o calor penetre até a profundidade x_0 onde $x_0 \ll L$, é uma boa aproximação assumir que

$$\Delta T(x,0) = \begin{cases} H_0 & , \quad 0 < x < x_0 \\ 0 & , \quad x_0 < x < L \end{cases}$$

de modo que, os coeficientes a_0 e a_n ficam imediatamente determinados.

Portanto, levando a expressão de $\Delta T(x,t)$ na equação (1.10), resulta que

$$\Delta V_0(t) = \Delta V_0(\infty) + \frac{x - x_0}{\epsilon} \sum_{n=1}^{\infty} \rho_n \exp\left[-(n\pi)^2 \frac{t}{\tau}\right] \quad (1.28)$$

onde $\Delta V_0(\infty)$ é dado na equação (1.15) e ρ_n é dado por

$$\rho_n = \frac{La_n}{n\pi} \int_0^L \rho(x) \sin\left(\frac{n\pi x}{L}\right) dx \quad (1.29)$$

Para fins de cálculo, é conveniente o uso das curvas normalizadas de modo que, novamente usando (1.15) e considerando que $a_n \approx 2a_0$, tem-se

$$\frac{\Delta V_0(t)}{\Delta V_0(\infty)} = 1 + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2\rho_n}{\epsilon V_0} \exp\left[-(n\pi)^2 \frac{t}{\tau}\right] \quad (1.30)$$

Segue-se agora algumas curvas teóricas calculadas supondo distribuições de cargas previamente conhecidas. A finalidade destes cálculos é conhecer a forma de $\Delta V_0(t)$ visando um acúmulo de dados com os determinados experimentalmente caso uma das distribuições supostas ocorra na prática. Este cálculo será realizado somente para o caso de amostras com uma face metálica visto que sua extensão para o caso de "curto-circuito" é imediata. A constante de termalização usada em todos os casos considerados foi de 10 ms.

1,3.a- Caso de distribuição planar de cargas na amostra representada por $\rho(x) = \sigma_0 \delta(x - \xi)$. O parâmetro $\alpha = \xi/L$ usado dá a posição dos planos com $0 < \alpha < 1$

FIGURA 9 - Curvas de $\Delta V_0(t)$ para distribuição planar

1-) $\alpha = 0,4$; 2-) $\alpha = 0,5$; 3-) $\alpha = 0,6$;
 4-) $\alpha = 0,7$; 5-) $\alpha = 0,8$; 6-) $\alpha = 1,0$

1.3.b) - Caso de distribuição exponencial de cargas representada por $\rho(x) = \rho_0 \exp[-\alpha(1 - \frac{x}{L})]$ onde α é o parâmetro de decaimento de carga em x

FIGURA 10 - $\Delta V_0(t)$ para distribuição exponencial

1-) $\alpha = 6,9$; 2-) $\alpha = 1.15$; 3-) $\alpha = 0,28$

1.3.c) Caso de distribuição tipo caixa representada por

$$\rho(x) = \begin{cases} \rho_0, & \xi < x < L \\ 0, & 0 < x < \xi \end{cases}$$

O parâmetro $\alpha = \xi/L$ dá a posição da descontinuidade

FIGURA 11 - $\Delta V_0(t)$ para distribuição caixa

1-) $\alpha = 0,25$; 2-) $\alpha = 0,5$; 3-) $\alpha = 0,75$

1.3.d) Distribuição de cargas exponencial com descontinuidade em x_0 representada por

$$\rho(x) = \begin{cases} \rho_0 \exp\left[-\theta\left(1 - \frac{x}{L}\right)\right] & , \quad x_0 < x < L \\ 0 & , \quad 0 < x < x_0 \end{cases}$$

O parâmetro θ indica o decaimento da carga em x e o $\alpha = x_0/L$ dá o ponto da descontinuidade

FIGURA 12 - $\Delta V_0(t)$ para distribuição exponencial com $\theta = 6,9$

1-) $\alpha = 0,5$; 2-) $\alpha = 0,7$; 3-) $\alpha = 0,9$

1.3.e- Mesma distribuição do caso anterior porém com $\theta = 1.15$

FIGURA 13 - $\Delta V_0(t)$ para distribuição exponencial para $\theta = 1.15$

1-) $\alpha = 0,2$; 2-) $\alpha = 0,5$; 3-) $\alpha = 0,7$
 4-) $\alpha = 0,9$

1.3.f- Caso em que há na amostra cargas de sinais opostos representada por $\rho(x) = \sigma \delta(x-L) - \rho_0 e^{-\alpha x/L}$. O parâmetro α dá o decaimento de carga no espaço e $\theta = \sigma/\rho_0 L$

FIGURA 14 - $\Delta V_0(t)$ com $\alpha = 2.3$

- 1-) $\theta = 0,02$; 2-) $\theta = 0,05$; 3-) $\theta = 0,17$;
 4-) $\theta = 0,2$; 5-) $\theta = 0,27$; 6-) $\theta = 0,8$

1.3g- Mesmo caso anterior porém com $\alpha = 3,0$

FIGURA 15 - $\Delta V_o(t)$ para $\alpha = 3,0$

- 1-) $\theta = 0,02$; 2-) $\theta = 0,03$; 3-) $\theta = 0,15$
 4-) $\theta = 0,17$; 5-) $\theta = 0,19$; 6-) $\theta = 0,2$

1.4- Sobre a determinação da distribuição $\rho(x)$

Observando a equação (1.29), pode-se fazer a hipótese de que a distribuição de carga $\rho(x)$ seja determinada invertendo a integral. Para tanto, se houver um conjunto de coeficientes ρ_n , um número suficiente para que $\rho(x)$ possa ser representada por uma hipotética série

$$\rho(x) = \sum_{n=1}^N \left(\frac{n\pi\rho_n}{La_n} \right) \cdot \text{sen}\left(\frac{n\pi x}{L}\right)$$

então $\rho(x)$ seria determinável. Os valores de ρ_n podem ser calculados digitalizando-se a curva experimental $\Delta V_0(t)$ em intervalos de tempo $\Delta t = t_{k+1} - t_k$ obtendo um conjunto de valores $\Delta V_0(t_k)$. Para cada instante t_k considerado, o valor de $\Delta V_0(t_k)$ é dado pela série na equação (30). Tomando N como o número de termos desta série, obtém-se um sistema de equações $N \times N$ onde N valores de $\Delta V_0(t_k)$ são considerados. Através deste sistema supõe-se que N coeficientes ρ_n possam ser determinados.

Algumas tentativas foram realizadas neste sentido⁽⁹⁻¹⁰⁾, entretanto o problema se mostrou pobre numericamente não permitindo a determinação dos coeficientes ρ_n em número suficiente para compor a série que representa $\rho(x)$. Na prática, este fato compromete a solução $\rho(x)$ encontrada. Para ilustrar, considere-se que se tenha três medidas experimentais do transiente de potencial $\Delta V_0(t)$ como mostra a Figura 16. Dentro da tolerância no erro experimental, estas curvas poderiam corresponder aos sinais obtidos com uma única amostra com a mesma distribuição de cargas. Entretanto, se a partir destas curvas forem calculadas $\rho(x)$ com a técnica numérica exposta, as soluções obtidas podem ser completamente diferentes. Isto quer dizer que se numa medida de $\Delta V_0(t)$ houver um pequeno desvio, inevitável experimentalmente, a solução obtida

FIGURA 16 - Três curvas de $\Delta V_0(t)$ que podem representar uma mesma curva $\Delta V_0(t)$ medida experimentalmente.

para $\rho(x)$ não será única. Segundo von Seggern⁽⁹⁾, mesmo que a diferença relativa nas medidas seja menor que 1%, a determinação de $\rho(x)$ é impossível. Isto decorre exatamente do fato de não se poder encontrar numericamente um conjunto de coeficientes ρ_n suficientes.

Portanto, pode-se concluir que não é possível a utilização da técnica de pulso térmico para determinação da distribuição de cargas $\rho(x)$. Contudo o problema foi abordado por ser um problema de interesse acadêmico.

CAPÍTULO II

TÉCNICA DE PULSO TÉRMICO - DESCRIÇÃO DO SISTEMA DE MEDIDA

2.1- Modo em Circuito Aberto

Para o caso de circuito aberto, as amostras são tensionadas e presas por meio de um bastidor de alumínio como mostrado na Figura 17. Este bastidor é pressionado e acoplado sobre uma base circular de lucite e envolvido por um anel de alumínio fino nesta base. Por sua vez, esta base circular propositadamente perfurada fora do seu centro é acoplada e fixa sobre o topo de um cilindro de latão como mostra a figura 18. O topo deste cilindro é tomado de tal forma que fique cavada uma fina depleção circular com aproximadamente $50\mu\text{m}$ de profundidade e $8,3\text{mm}$ de raio.

FIGURA 17 - Bastidor e amostra com uma face metalizada

No seu centro uma perfuração é feita de modo que o eletrodo sensor de forma circular seja presa devidamente isolado eletricamente do cilindro por um pino de teflon. O eletrodo tem um raio de 6.0mm e é nivelada com o fundo da depleção de modo que se forme aí uma camada de ar de $50\mu\text{m}$ de espessura quando a amostra

tra é acoplada. O fundo da depleção que contorna o eletrodo é o anel de guarda e são separados por uma fina camada de ar. A assimetria imposta na base de lucite (fig.18) tem a finalidade de tornar possível medidas de pulso térmico em várias regiões de uma mesma amostra simplesmente girando o bastidor.

FIGURA 18 - Suporte da amostra para o modo de circuito aberto

O eletrodo sensor é conectado a um detetor com impedân-

cia de entrada aproximadamente de $10^{14} \Omega$, havendo um sistema de duas chaves de proteção separando-os. Uma delas coloca a entrada do detector em curto e a outra uma resistência R paralela à impedância de entrada com a finalidade de atenuar as variações bruscas de voltagem através da camada de ar durante a medi - da do potencial equivalente. O sistema detector é constitui - do basicamente por um transistor de efeito de campo — MOSFET 3N128, RCA — polarizado por uma diferença de potencial aproxima - damente de 8,0V. O sinal captado por este transistor é cole - tado e armazenado por um osciloscópio. O esquema do conjunto descrito é mostrado na figura 19.

FIGURA 19 - Esquema do suporte da amostra e detector

Também faz parte do sistema um guia de luz de lucite cuja superfície lateral é polida e aluminizada, sendo ainda sua função a de evitar ruídos externos tanto elétricos como a cústicos. Logo acima do guia é colocada uma unidade de flash comercial — SUNPAK TIRYSTOR 611 — que fornece pulsos luminosos de curta duração. Estes pulsos luminosos incidem na superfície metalizada da amostra que por sua vez irradia pulsos de calor para o seu volume. Como mostra a figura 20, externamen-

te é acoplado um auto-falante com a finalidade de gerar ondas acústicas fazendo vibrar a amostra durante a medida de potencial e quivalente.

FIGURA 20 - Sistema de medida para modo de circuito aberto

2.2- Modo em "Curto-Circuito"

As partes da montagem que diferem da anterior reside nas formas do suporte da amostra e da amostra propriamente dita. A amostra também é tensionada e presa por um bastidor de alumínio, contudo no modo em curto o anel de guarda é introduzido na própria amostra durante o processo de metalização das suas faces com o uso de uma máscara adequada, como pode ser vista na figura 21. O suporte da amostra é basicamente um cilindro oco onde no seu topo se pressiona e se fixa o bastidor sobre um anel isolante de

teflon. No seu interior há um condutor metálico isolado elétrica-

FIGURA 21 - Bastidor e Amostra com Ambas faces Metalizadas

mente do cilindro por uma peça de teflon que coloca em contato a superfície inferior da amostra com o detector.

Por sua vez a face superior é levada à terra por um fio flexível fixo numa haste metálica localizada ao lado do cilindro como mostrado na figura 22. O sistema detector é o mesmo usado no caso anterior assim como a unidade de flash. Apenas o guia de lucite tem uma forma ligeiramente diferente. Finalmente, na figura 23 se mostra a montagem do sistema no modo de curto-circuito.

2.3- Medida do Potencial Equivalente

Conforme visto no Capítulo I, o valor do potencial equivalente pode ser determinado caso se imponha a condição de campo elétrico externo nulo. Na prática, isto pode ser conseguido aplicando uma diferença de potencial entre os eletrodos por uma fonte variável externa e ter um meio de se saber quando esta condição o

FIGURA 22 - Suporte da amostra para o modo em curto-circuito

corre. A figura 24 mostra o esquema de medida usado. A técnica usada consiste em oscilar a amostra por meio de ondas acústicas, resultando disso uma corrente de deslocamento na camada de ar cujo valor pode ser controlado pela tensão externa aplicada. No momento em que a tensão registrada sobre a resistência R pelo medidor V_2 for nula, tem-se conseguido a condição de campo nulo de modo que o valor do potencial equivalente é conseguido pela leitura no medidor V_1 .

FIGURA 23 - Montagem do sistema de medida
- Modo de curto-circuito

FIGURA 24 - Esquema de medida de potencial equivalente

Na montagem usada neste trabalho, a leitura do potencial é feita na própria fonte externa e o medidor V_2 é o detector mostrado na figura 19.

2.4- Sistema equivalente e detector

2.4.1- Análise simplificada do circuito de medida

Será feita uma rápida discussão de como o sinal $\Delta V_0(t)$ é medido, tentando se ter uma idéia da relação entre o sinal medido e o valor absoluto de $\Delta V_0(t)$. Este fato passa a ter importância quando se quer determinar a carga total em amostras com ambas faces metalizadas, visto que neste caso é necessário se obter o valor absoluto da quantidade de calor fornecido à amostra por meio da técnica em circuito aberto.

Assim sendo, considere-se inicialmente a situação inicial onde uma amostra com uma carga planar σ na superfície não tenha sido aquecida pelo pulso térmico. A diferença de potencial na amostra é V_a dada por $V_a = \sigma L / \epsilon$, a tensão externa é $V_0 = V_a$ e $E_0 = \sigma / \epsilon$ o campo no interior da amostra. A capacitância do detector é representada por C_m e se encontra diretamente conectado ao eletrodo sensor, (figura 25). Imediatamente após o pulso de calor a superfície do eletreto em $x=L$ é deslocada instantaneamente de Δx devido à expansão térmica. Consequentemente, o campo no interior da amostra passa a ser E_1 e na camada de ar E_2 resultando numa rápida indução de cargas nas placas do capacitor C_m através do qual se obtém o valor de ΔV_0 . Contudo a quantidade de carga induzida em C_m depende também da capacitância total do conjunto eletreto — camada de ar. Assim sendo considere-se $\Delta V_{om}(t)$ a diferença de potencial no capacitor C_m de modo que a carga induzida nos seus terminais é $Q_m = C_m \Delta V_{om}$ ou ainda, a densidade de cargas

FIGURA 25 - Eletreto logo após o pulso térmico

no eletrodo sensor é $\sigma_1 = C_m \Delta V_{om} / A$ onde A é a secção da amostra .
Sendo $E_2 = \sigma_1 / \epsilon_0$ na camada de ar então

$$E_2 = \frac{C_m \Delta V_{om}}{\epsilon_0 A} \quad (2.1)$$

Por outro lado, com a aplicação da lei de Gauss e Kirchhoff na configuração da figura 25. tem-se

$$\epsilon E_1 - \epsilon_0 E_2 = \sigma \quad (2.2)$$

$$\Delta V_{om} + E_1 (L + \Delta x) + E_2 (S - \Delta x) - V_0 = 0 \quad (2.3)$$

Considerando que a capacitância do eletreto é C_e e da camada de ar é C_a , o valor da equivalente ao conjunto eletreto-ar é $C_T = C_e C_a / (C_e + C_a)$. Sabendo que o valor da variação de potencial ΔV_0 num caso ideal ($C_m = 0$) é $\Delta V_0 = \sigma \Delta x / \epsilon$, então com a solução do sistema de equações (2.1), (2.2) e (2.3) em ΔV_{om} encontra-se que

$$\Delta V_{Om} = - \frac{C_T}{C_T + C_m} \Delta V_O \quad (2.4)$$

Segundo as dimensões dadas no ítem 2.1, a capacitância total C_T é aproximadamente 16.0 pF e C_m é da ordem de 5pF. Portanto o valor medido de variação de potencial é aproximadamente 0,76 do valor ideal e consequentemente, nas situações em que houver necessidade do valor absoluto de ΔV_O , o valor medido deve ser corrigido por um fator de 1.31.

2.4.2- Circuito Equivalente do Sistema

O conjunto amostra - detector pode ser representada esquematicamente pelos circuitos equivalentes mostrados na figura 26. No caso de circuito aberto, C_T é a capacitância equivalente do sistema eletreto-camada de ar, ΔV_O representa o transiente de potencial originado pelo deslocamento de carga permanente no eletreto e V_O a fonte que polariza a amostra. Conectado a eles, mostra-se um circuito equivalente da entrada do detector onde está representado por uma capacitância C_m , uma resistência R_m e a

(1) circuito aberto

(2) curto-circuito

FIGURA - 26 - Circuitos equivalentes do sistema de medida

saída representada equivalentemente por uma fonte F que reproduz proporcionalmente o sinal ΔV_0 introduzido na entrada do detector. Ainda é mostrado capacitâncias parasitas C_{p1} e C_{p2} introduzidas pelas chaves de proteção S_1 e S_2 embora não venham a prejudicar a medida. A chave S seleciona o modo de medida em circuito aberto posicionada em 1 ou o modo em curto-circuito quando posicionada em 2.

O uso de um detector de alta impedância de entrada surge da necessidade de se evitar a descarga do capacitor C_m durante o intervalo de tempo de medida. Exige-se portanto, que o valor da resistência R_m deva ser suficientemente grande para que o tempo de relaxação característico $R_m C_m$ de descarga também o seja, garantindo a não deformação do sinal desejado em circuito aberto e cuja leitura se faz sobre a fonte F . O valor da constante $R_m C_m$ para o MOSFET usado é aproximadamente 500s. Experimentalmente, o teste para comprovar este valor foi realizado usando o circuito equivalente mostrado na figura 27 onde C_1 simula a amostra e C_2 a camada de ar respectivamente com valores de 80pF e 20pF. A excitação foi feita com um gerador de onda quadrada no limite de sua menor frequência permitindo que se aplicasse um de -

FIGURA 27 - Circuito equivalente para medida de $R_m C_m$

grau de tensão de 10 segundos. Concluiu-se que o valor estimado de 500 mA deve ser correto pois durante a medida, nenhum decaimento foi observado no valor da tensão aplicada.

No caso do sistema para medidas em curto-circuito, a descrição é análoga salvo que não se necessita da fonte de tensão V_0 e a capacitância C_T é substituída por C_e como mostra a figura 26.

2.5- Fonte de Pulso de Calor

Visto que as informações possíveis são obtidas durante o regime transiente do potencial equivalente, estas dependem fundamentalmente da não uniformidade de calor em função do tempo ao longo da amostra. Portanto, o pulso de calor fornecido à amostra deve ser bastante rápido, o suficiente para que no instante inicial da medida o calor total esteja concentrado nas proximidades da superfície na qual foi depositado, permitindo assim, que se defina de maneira simples as condições iniciais do problema. Para tanto, o tempo de duração do pulso deve ser da ordem de centenas de vezes menor que o tempo de uniformização da temperatura τ para que esta condição seja satisfeita.

Na prática a deposição do calor é feita por meio de um pulso luminoso de uma unidade de flash sobre a face metalizada da amostra que por sua vez fornece o pulso de calor à amostra. Esta unidade — SUNPAK THYRISTOR 611 — possui recursos para controle de duração do pulso luminoso. O tempo de duração do pulso a ser usado, exige o conhecimento aproximado de τ o qual pode ser obtido pela relação $\tau = \mu CL^2/K$ já definida anteriormente na equação 1.11.

A duração dos pulsos da unidade de flash são mostradas pelas curvas de 1 a 8 na figura 28, onde é feita uma relação em

tre a intensidade da luz com as respectivas durações dos pulsos. Estas curvas foram obtidas incidindo os pulsos de luz da unidade sobre uma fotocélula onde a corrente gerada foi medida em função

FIGURA 28 - Relação da corrente produzida numa fotocélula em função do tempo de duração dos pulsos.

do tempo. A curva nº 8 mostra a intensidade de luz do pulso que tem a maior duração. As curvas de 1 a 7 são resultados das interrupções permitidas pelos recursos da unidade de flash de modo que se tem um bom controle sobre a duração dos pulsos. A região de trabalho para a técnica de pulso térmico é de 80 μs a 150 μs .

2.6- Algumas Medidas e Comentários sobre os Erros de Medida

Apresenta-se algumas medidas realizadas em amostras submetidas a determinadas situações que podem ocorrer na prática, procurando paralelamente, traçar alguns comentários sobre os erros de medida. A figura 29(a) mostra a curva típica obtida em circuito aberto para uma amostra de teflon FEP de 25 μm de espessura onde a carga se encontra uniformemente distribuída em sua superfície. A curva $\Delta V_0(t)$ obtida nestas condições pode ser tomada como uma curva padrão uma vez que se conhece a priori a distribui

FIGURA 29 - Resposta $\Delta V_0(t)$ em diferentes escalas de tempo

ção de cargas e teoricamente se conhece qual deve ser a sua forma. Portanto, qualquer anomalia no sistema experimental como um todo pode ser interpretada baseado nesta curva.

Para o Teflon FEP de $25\mu\text{m}$ de espessura, o tempo gasto para que a temperatura se torne uniforme é aproximadamente 10 ms. Após este instante, tem início a perda gradativa de calor pela amostra refletindo no decaimento de $\Delta V_0(t)$. Este efeito é mostrado comparando a curva da figura 29.a com a mesma curva vista numa escala de tempo maior mostrada na figura 29.b. Pode-se observar que, 100ms após o pulso de calor a amostra perdeu praticamente todo calor fornecido. Este tempo pode não corresponder ao real da amostra no ar mas sim, reduzido pela contribuição da dissipação de calor através do suporte de latão sobre o qual repousa a amostra. Portanto, deve-se considerar que este fato pode interferir no processo de uniformização da temperatura. Este comportamento pode ser percebido já na figura 29.a, onde a partir do instante 6ms a curva $\Delta V_0(t)$ começa a decrescer levemente, o que obriga a calcular um fator de correção para todas as medidas realizadas ao cabo de 10ms. Este fator é aproximadamente 1,08.

Pode-se otimizar o sistema construindo o suporte e todo aparato que fique em contato com a amostra com um material que absorva pouco calor, no mínimo, durante o intervalo de tempo de uniformização da temperatura.

Além deste problema, outras situações de desvios em medidas podem ser encontradas. Em circuito aberto, um desvio visível é causado pela não uniformidade da distribuição de cargas. A resposta com carga planar na superfície já foi mostrada na figura 29.a. Contudo se esta carga planar é distribuída não uniformemente sobre a superfície, o sinal obtido através do pulso térmico apresenta deformação na sua forma, como mostrada na figura 30.a. Estes ruídos ocorrem também em amostras com distribuição de carga volumétrica. Por exemplo, em experiências de corrente termoestimulada, as amostras carregadas por descarga corona de pois de aquecidas até 170°C apresentam curvas de pulso térmico como a mostrada na figura 30.b. Entretanto, curvas como a apresentada na figura 30.c, costumam ocorrer com certa frequência para amostras submetidas as mesmas condições experimentais. O ruído apresentado tanto na curva da figura 30.a como na da figura 30.c se deve basicamente a vibração do eletreto causado pelo ruído acústico introduzido simultaneamente com o pulso luminoso. Sendo que as cargas se distribuem de maneira não uniforme na superfície ou no volume da amostra, não é possível anular completamente o campo elétrico na camada de ar e conseqüentemente qualquer movimento da folha de polímero será registrada simultaneamente com o sinal de pulso térmico.

Outra observação a ser feita diz respeito aos efeitos causados pela espessura da metalização usadas como contato que podem causar perdas na resolução das medidas. Caso esta metalização seja muito espessa, há o inconveniente do calor ficar retido por um tempo maior que o exigido. Nesta situação, a condição de

FIG.30 - Respostas de $\Delta V_0(t)$ para (a) amostra com distribuição de carga superficial não uniforme (b) amostra com uma distribuição volumétrica e (c) com distribuição volumétrica não uniforme.

se obter a não uniformidade na distribuição de calor num intervalo de tempo muito curto passa a não ser obedecida, pois durante a difusão de uma fração do calor haverá ainda a injeção da restante até que o sistema metal-eletreto atinja o equilíbrio térmico.

co.

Por outro lado, caso o metal seja fino ao ponto de ser transparente, permite que parte da luz seja transmitida e absorvida pela amostra. Esta situação também gera perda de resolução sendo que a amostra se aquece com a absorção da luz e a condição de não uniformidade extrema fica comprometida. No caso de amostras com ambas faces metalizadas, parte da luz transmitida através do primeiro eletrodo será absorvida pelo segundo aquecendo-o nas suas vizinhanças, também neste caso, as medidas ficam comprometidas visto que ambas faces sofrerão aquecimento simultâneo.

Para eliminar este problema basta que se use uma espessura intermediária — aproximadamente $400 \text{ \AA}$ — conseguida por uma deposição controlada de alumínio. Na figura 32 mostra-se as distorções sofridas pela espessura da metalização para o caso de amostras com uma só face metalizada. Todas as observações feitas a

FIGURA 31 - Sinais de pulso térmico obtidas para várias espessuras de metalização usando amostra de teflon FEP de $25 \mu\text{m}$.

respeito da metalização não foram comprovadas de maneira sistemática durante este trabalho. Contudo, foram baseados nos resultados experimentais obtidas por Collins⁽⁷⁾.

Uma situação que também pode acarretar erros no cálculo de centroide e carga total é aquela em que uma parte considerável de cargas estejam muito próxima à face metalizada sobre a qual se deposita o calor. Sabe-se que o valor do centroide de cargas depende fundamentalmente do valor do transiente de potencial $\Delta V_0(t)$ no instante inicial e que por sua vez, depende de quanto calor e como se distribui nas redondezas da face metalizada. Assim sendo, no instante $t=0$ assume-se que o calor se concentra numa região limitada num intervalo de $x=0$ a $x=\xi_0$ com $\xi_0 \ll L$ e a expansão térmica desta parte do eletreto num intervalo de tempo muito curto é responsável pela variação súbita do potencial de V_0 para $V_0 + \Delta V_0(0)$.

Por outro lado, reescrevendo a equação (1.3) e considerando que $\rho(x)$ encoste na placa metalizada em $x=0$, com $x_0 \rightarrow 0$ tem-se

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

Supondo que no instante inicial $\Delta T(x,0)=F(x)$ com $0 < x < \xi_0$ e $\int_0^L \rho(x) dx = \int_x^L \rho(x') dx + \int_0^x \rho(x') dx'$ o valor do transiente de potencial no instante $t=0$ é na realidade

$$\Delta V_0(0) = \frac{(\alpha_x - \alpha_\epsilon)}{\epsilon} \frac{Q\sigma_T}{\mu C} - \frac{\alpha_x - \alpha_\epsilon}{\epsilon} \int_0^{\xi_0} F(x) dx \int_0^x \rho(x) dx \quad (2.5)$$

onde

$$Q/\mu C = \int_0^{\xi_0} F(x) dx \quad \text{e} \quad \sigma_T = \int_0^L \rho(x) dx$$

No capítulo II, o valor de $\Delta V_0(0)$ dado pela relação (14) é um valor idealizado onde foi suposto que o calor no instante $t=0$ se concentrava na origem. Contudo, caso o parâmetro ξ_0 seja rela-

tivamente grande e sobretudo se $\rho(x)$ no intervalo $0 < x < \xi_0$ assume valores consideráveis, o segundo termo na eq.(1) não é completamente desprezível de modo que na prática os valores do centroide de carga e da carga total determinados para esta situação levam um grau de erro. Pode-se fazer uma avaliação rápida deste erro. Num caso extremo em que se tenha a maior parte das cargas próximas à face metalizada, suponha que $\rho(x) = \rho_0$ para $0 < x < L/4$, $\sigma_T = \int_0^L \rho(x) dx = \rho_0 L/4$ e que $F(x)$ seja dada por $F(x) = Q/\mu C \xi_0$ como na figura 32. Neste caso,

$$\Delta V_0(0) = \frac{\alpha x^{-\alpha} \epsilon}{\epsilon} \frac{Q}{\mu C} \sigma_T \left(1 - \frac{2\xi_0}{L}\right)$$

Concluindo, se o fato do calor estar concentrado num intervalo de $0 < x < \xi_0 = L/4$ é uma hipótese razoável, o valor medido de $\Delta V_0(0)$ deve ser multiplicado por um fator corretivo de 1,25, antes de usá-lo para cálculo de centróide e carga total.

FIGURA 32 - Superposição da distribuição de carga e calor no instante $t=0$

A princípio, qualquer situação experimental em que se necessite dos valores de centróide e carga total, a técnica de pulso térmico pode ser aplicada. Assim, finalizando a discussão sobre as medidas, mostra-se a seguir algumas experiências realizadas utilizando-se da técnica.

A primeira tem a finalidade de mostrar as curvas típicas obtidas com o sistema em circuito aberto e curto-circuito e ao mesmo tempo comparar medidas de centroide obtidas com a aplicação dos dois modos em uma mesma amostra. Tomou-se uma amostra de Teflon FEP de 25 μm de espessura carregada por descarga corona a um potencial de 600V correspondente a carga equivalente de $4,4 \times 10^{-8} \text{C/cm}^2$. Esta amostra foi aquecida até a temperatura de 190°C com o propósito de injetar cargas para o volume sendo depois submetida a medida de pulso térmico em circuito aberto. A curva $\Delta V_O(t)$ é mostrada na Figura 33a. O centróide de carga e carga total e o potencial equivalente obtidos foram respectivamente de $13,9\mu\text{m}$, $3,6 \times 10^{-8} \text{C/cm}^2$ e 272.0V. Esta mesma amostra foi utilizada para medida no modo em curto com a devida metalização da

FIG. 33 - Curvas de ΔV para Medidas em Curto-Circuito e circuito Aberto.

outra face. As curvas $\Delta V_{O1}(t)$ e $\Delta V_{O2}(t)$ são mostradas na Figura 33b. O centróide de carga resultante foi $14,3\mu\text{m}$ que concorda com o valor obtido em circuito aberto. Entretanto esta concordância não costuma ocorrer sempre. Uma medida semelhante foi realizada com uma outra amostra na qual a maior parte das cargas estavam concentradas na superfície não metalizada. Estas cargas, como no caso anterior, foram injetadas por estimulação térmica. O centróide de carga obtido em circuito aberto foi de $21,0\mu\text{m}$ e a carga total $\sigma_T \sim 4.0 \times 10^{-8} \text{C/cm}^2$. Logo após foi metalizada a outra superfície dessa amostra — na que possui a maior quantidade de carga — e submetida a medida de pulso em curto circuito de onde resultou que $\bar{x} = 13,6 \mu\text{m}$. A ambiguidade nos valores do centróide pode ser atribuída a não contribuição de grande parte das cargas presas, na superfície e ainda a uma possível perda de carga durante o processo de metalização desta superfície. Quanto à carga total, em ambas experiências, não foi determinada experimentalmente através da técnica de pulso. Embora isto seja possível teoricamente, na prática o mesmo não ocorre sendo que a determinação do valor absoluto da temperatura através da própria técnica de pulso em circuito aberto é bastante imprecisa. A carga total obtida é no melhor dos casos, duas vezes maior que a prevista tanto na experiência com a primeira amostra como com a segunda. As origens dessa incompatibilidade não foram detectadas, de modo que se evitou neste trabalho o uso da técnica em curto para determinação de carga total. Quanto à determinação do centroide de carga, a técnica em curto pode ser aplicada embora de maneira prudente, uma vez que a sua determinação envolve somente valores relativos do transiente de potencial $\Delta V_O(t)$.

Uma outra situação em que a técnica de pulso em circuito aberto foi aplicada consistiu em determinar, de modo aproxima-

mado o tempo gasto para que o calor depositado atinja o outro extremo da amostra. A idéia da experiência baseia-se no fato do decaimento do transiente $\Delta V_0(t)$ ter início somente no instante em que a frente de calor atinja a distribuição de cargas ou ainda , quando encontre pela frente um dissipador de calor. Assim sendo , inicialmente uma amostra de Teflon FEP de $25\mu\text{m}$ de espessura foi carregada a um potencial equivalente de 500V por descarga corona. Logo após uma folha idêntica de teflon virgem com suas faces não metalizadas foi posta em contato com a anterior de tal forma que se simulasse uma de $50\mu\text{m}$ de espessura e contendo uma distribuição planar de carga em $x = 25\mu\text{m}$. O conjunto foi submetido a medida de pulso térmico e o transiente de potencial $\Delta V_0(t)$ é mostrada na Figura 34a. No instante $t = 0,6\text{ ms}$ se dá o início do decaimento dando a entender que nesse instante o calor atingiu a distribuição de carga. Assim sendo, o tempo aproximado para que o calor percorra $25\mu\text{m}$ de teflon é de $0,6\text{ ms}$. Em condições normais , o transiente $\Delta V_0(t)$ numa amostra de $50\mu\text{m}$ com uma lâmina de carga injetada situada em $x = 25\mu\text{m}$ deveria decair até à metade do seu valor inicial em $t = 0$. Contudo, no caso em questão o decaimento é rápido e o valor do transiente depois de 2 ms é aproximadamente três vezes menor que o valor inicial. A diferença pode ser justificada pelo fato da simulação de uma amostra de $50\mu\text{m}$ com a junção de duas de $25\mu\text{m}$ ser precária, e que na interface a difusão do calor não se dá em condições normais. Outra experiência semelhante foi realizada, mas com uma amostra de $50\mu\text{m}$ e uma de $25\mu\text{m}$ simulando uma de $75\mu\text{m}$. A amostra de $50\mu\text{m}$ foi carregada por contato líquido através de uma esponja embebida em álcool na ponta de um condutor metálico polarizado a 400V . Esta amostra foi colocada em contato com a outra de forma a se ter uma de $75\mu\text{m}$ de espessura com carga planar em $x = 50\mu\text{m}$. A Figura 34b mostra o sinal obtido através de pulso térmico. O decaimento neste caso

FIGURA 34 - Medida de Tempo de Trânsito do Calor em Amostras de
(a) 25,0μm e (b) 50μm.

tem início a $t \approx 3,0$ ms após o fornecimento de calor, de modo que aproximadamente 3,0 ms são gastos para que a frente de calor percorra 50μm do teflon. Também neste caso, o decaimento é excessivo pelas mesmas razões atribuídas no caso anterior acrescida a uma dissipação de calor que pode ter ocorrido devido a presença de líquido espalhado usado para a deposição de carga.

A grande diferença nos valores do tempo de trânsito, encontrada pode ser explicado segundo a teoria difusão de calor⁽¹¹⁾. A variação de temperatura em sólidos infinitos é

$$\Delta T \sim \frac{1}{\sqrt{\pi D t}} \exp \left(-\frac{x^2}{4 D t} \right)$$

onde D é o coeficiente de difusão. Sendo que a propagação de calor se dá segundo uma gaussiana, então a evolução média da frente de calor pode ser avaliada pela variação da "meia largura" dessa gaussiana de modo que a propagação da frente é proporcional a $\sqrt{t}$. Portanto o tempo de trânsito varia quadraticamente com a espessura do sólido o que explica os resultados obtidos experimen

talmente .

Finalizando, com o uso da técnica de pulso foram realizadas medidas sucessivas do centróide de carga e carga total em uma amostra de teflon FEP de 25 μm carregada negativamente por descarga corona e posteriormente submetida a descarga termestimulada a razão de aquecimento constante. O procedimento foi intercalar as medidas de pulso térmico com intervalos de aquecimento da amostra, sendo que em cada um desses intervalos, o aquecimento foi realizado até a temperatura necessária para estimulação das cargas presas e esfriada posteriormente. Com isso, obtêm-se uma evolução de cargas por etapas através da amostra e com medidas de centróide e carga total uma idéia da evolução da distribuição de cargas. A figura 35 mostra os valores do centróide, carga total e potencial equivalente em função da temperatura para uma amostra com carga total inicial de $45,0 \text{ nC/cm}^2$ na superfície.

FIG.35 - Potencial equivalente (a),centroide de cargas (b) e carga total (c) em amostra submetida a descarga termestimulada.

CAPÍTULO III

3.1- Introdução

Neste capítulo, alguns aspectos do transporte e armazenamento de cargas em filmes de Teflon são abordados com a aplicação conjunta da técnica de pulso térmico e de corrente termoestimulada em circuito aberto. Todas as amostras utilizadas tem espessuras de 25µm e foram carregadas com cargas negativas através de descarga corona no ar.

Embora recentemente um estudo da estabilidade de cargas tenha sido realizado com a técnica de corrente termoestimulada e com o mesmo material⁽¹²⁾, o grau de complexidade que envolve o seu estudo permite que mais informações sejam acrescentadas com auxílio de uma outra técnica. Neste sentido, a técnica de pulso térmico é introduzida, contudo sem pretender um estudo detalhado, senão colocar as situações onde se possam aplicá-la como um meio oportuno e eficaz para compreensão do processo de armazenamento de carga no Teflon FEP.

3.2- Técnica de Corrente Termoestimulada em Circuito Aberto

As medidas de corrente termoestimulada podem ser realizadas sob dois modos : a de "curto-circuito" e "circuito-aberto". Ambos tem sido intensamente usados em estudo de eletretos de modo que os detalhes pormenorizados podem ser encontrados na literatura^(1,12,13). O modo usado neste trabalho é o de circuito-aberto e sua aplicação em filmes de polímeros consiste em tomá-la com uma

de suas faces metalizadas, colocando-a com sua face não metálica frente a um eletrodo sensor separados por uma camada de ar. Este eletrodo é conectado à face metálica externamente por um eletrômetro e ainda com uma fonte de tensão se necessário (Figura 31)

FIG. 36 - Esquema do Sistema de Medida de Corrente Termoestimulada em Circuito Aberto.

A amostra é colocada no interior de um forno cujo aquecimento é feito a razão constante em função do tempo. Com isso, a idéia é estimular termicamente as cargas presas na superfície e injetá-las para o volume sob ação do campo elétrico estabelecido durante a deposição de cargas por corona a temperatura ambiente. Uma vez injetadas, ficam expostas às armadilhas volumétricas cuja influência no movimento de cargas é refletida na forma da corrente medida.

Basicamente, esta é a idéia da técnica e de maneira geral, sua montagem e as equações foram relatadas na dissertação de J.Mariz⁽¹²⁾. A corrente externa segundo a referência é dada por

$$I(t) = C_T \frac{dV_0(t)}{dt} \quad (3.1)$$

onde C_T é a capacitância total do conjunto formado pela amostra e camada de ar, e $V_0(t)$ é o potencial de superfície na amostra.

O sistema experimental usado⁽¹²⁾ sofreu pequenas modificações entre elas as substituições do forno e do controlador de temperatura permitindo agora o aquecimento num intervalo de temperatura de 25°C a 300°C a razão de aquecimento constante. Neste trabalho, a razão de aquecimento usada foi de 1,46°C/min.

3.3- Estabilidade de Cargas Negativas em Teflon FEP

3.3.1- Os efeitos do tratamento térmico no teflon FEP

A dificuldade de se estudar o teflon FEP, reside no fato de suas propriedades de condução não se apresentarem de forma regular em medidas de correntes termoestimuladas quando são usadas amostras de diferentes procedências, ou até mesmo com as de mesma procedência, embora neste último caso a irregularidade ocorra com menor frequência. A ambiguidade nas formas e valores da corrente introduz um aspecto a mais na interpretação dos já complexos mecanismos de armazenamento do teflon, de modo que uma tentativa de eliminar a irregularidade foi feita com o processo de tratamento térmico prévio nas amostras. Por tratamento térmico entende-se o aquecimento das amostras a uma determinada temperatura durante um intervalo de tempo antes que sejam carregadas e submetidas a descarga termoestimulada. Com este tratamento, uma uniformização das formas das correntes é obtida para amostras de mesma procedência, porém as características apresentadas variam com a temperatura na qual as amostras foram aquecidas e com o intervalo de tempo de aquecimento.

Embora não se tenha realizado um estudo intensivo e sistemático, serão mostrados rapidamente os efeitos do tratamento térmico sobre as propriedades de condução e armazenamento no Teflon FEP, que foram observadas através de medidas de corrente termoestimulada em circuito aberto com amostras carregadas por descarga corona. Foram usadas amostras de dois lotes de diferentes procedências, ambas fabricadas pela Dupont, mas um de 1976 e outro de 1979. Para distingui-las, serão usados os termos "amostra do lote I" e amostras do lote II". Nas Figuras 37 e 38 são mostradas as correntes medidas respectivamente em amostras do lote I e II. A Figura 37 mostra três curvas de corrente obtidas com amostras do lote I apresentando os efeitos causados pelo tratamento térmico prévio. A corrente da curva (1) foi obtida usando uma amostra não tratada com carga ini

FIG. 37 - Correntes Termoestimulada em Amostra do Lote I

cial de $44,5 \text{ nC/cm}^2$ equivalente a um potencial de superfície de 600V. Depois do processo de descarga até 258°C a carga residual foi de $33,5 \text{ nC/cm}^2$ equivalente ao potencial de 245,0 V com o centróide de cargas a $13,7\mu\text{m}$. A fração de carga retida foi de 0,75 e a distribuição de carga é quase uniforme. A curva (2) foi obtida com a amostra tratada a 220°C por 1 hora e 30 minutos e com uma mesma quantidade de carga. Ao final, o potencial equivalente foi de

202,0V com carga total residual de $24,0 \text{ nC/cm}^2$ e centróide de carga em $15,3 \mu\text{m}$. A fração de carga retida é 0,54 da inicial. A curva (3) foi obtida com uma amostra tratada a 220°C durante 2 horas. A carga inicial depositada foi $37,0 \text{ nC/cm}^2$ com 500V na superfície. Depois do processo, restam $32,0 \text{ nC/cm}^2$ e um potencial de superfície de 341,0V com o centróide de cargas a $19,5 \mu\text{m}$. Neste último caso, 0,85 das cargas permaneceram na amostra e pelo valor do centróide, a maior parte delas se concentra ainda na superfície ou em suas vizinhanças. A Figura 38 mostra as correntes medidas em 2 "a-

FIG. 38 - Correntes Termoestimuladas em Amostras do Lote II com e sem Tratamento Térmico.

mostras do Lote II" sendo que uma foi submetida a descarga termoes-
timulada sem tratamento térmico (1) e a outra com tratamento a 190°C
por 2 horas (2). Ambas foram carregadas com $67,0 \text{ nC/cm}^2$ a um poten-

cial de 900V. Ao final do processo, a amostra sem tratamento reteve uma carga de $30,0 \text{ nC/cm}^2$ correspondente a um potencial de su-perfície de 203,0V com o centróide de carga em $12,5\mu\text{m}$. A amostra tratada termicamente reteve $26,0 \text{ nC/cm}^2$ correspondente a um potencial equivalente de 185,0V com centróide de carga a $12,8\mu\text{m}$. A fração de carga retida no primeiro caso foi 0,45 e no último foi 0,40 e em ambos casos, a distribuição final de cargas é praticamente uniforme.

A diferença nas medidas de corrente com amostras de diferentes procedências, no caso as do lote I e II, costuma ser atribuída às diferentes condições a que foram submetidas durante a fabricação. As amostras do lote I são mais sensíveis ao tratamento térmico, enquanto que as do lote II são bem mais comportadas. Pelas medidas de corrente, pode-se notar que em ambos casos a estrutura de distribuição de armadilhas é alterada⁽¹³⁾, sendo que em alguns casos há uma separação nítida dos níveis rasos e profundos, e em outros um "aprofundamento" dos níveis de energia das armadilhas como é o caso mostrado na curva (3) da Figura 37. Cabe observar (ver Tabela I e II).

AMOSTRAS DO LOTE I

	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	$\bar{x}_i$ (μm)	V_r (V)	σ_r (nC/cm ²)	x_r (μm)	σ_r/σ_i
Não Tratada	600,0	44,5	25,0	245,0	33,5	13,7	0,75
Tratada a 220°C por 1h e 30 min.	600,0	44,5	25,0	202,0	24,0	15,3	0,54
Tratada a 220°C por 2 horas	500,0	37,0	25,0	341,0	32,0	19,5	0,85

TABELA I

AMOSTRAS DO LOTE II

	V_1 (V)	σ_1 (nC/cm ²)	$\bar{x}_1$ (μ m)	V_T (V)	σ_T (nC/cm ²)	$\bar{x}_T$ (μ m)	σ_T/σ_1
Não tratada	900,0	67,0	25,0	203,0	30,0	12,5	0,44
Tratada a 190°C por 2 horas	900,0	67,0	25,0	185,0	26,0	12,8	0,40

TABELA II

que a hipótese das amostras tratadas termicamente armazenarem maior quantidade de carga ao final do processo de descarga termoeestimulada a 260°C, depende da temperatura e do tempo de duração desse tratamento. Enfim, estes foram os principais efeitos observados durante as medidas de corrente termoeestimulada. As conclusões e interpretações rigorosas desses efeitos sobre o processo de condução e armazenamento de carga, depende de um estudo mais cuidadoso e amplo e que não foi realizado neste trabalho.

3.3.2- Medidas de corrente termoeestimulada em amostras virgens e tratadas termicamente

Apresenta-se a seguir algumas medidas que foram realizadas, com as quais se pretende discutir a estabilidade de cargas em amostras virgens e tratadas termicamente. As medidas feitas foram de corrente termoeestimulada e de pulso térmico ao final de cada processo de descarga.

Assim, inicialmente se tomou amostras virgens do Lote I, já referidas, e foram submetidas a descarga termoeestimulada com várias tensões de cargas iniciais (Figura 39). Os processos foram interrompidos a temperatura e 258°C onde se dá o início da ativação das cargas presas em armadilhas profundas. As energias de ativação calculadas pelo método da subida inicial resultaram de 0,8eV

a 1,3 eV para as armadilhas supostamente de superfície. Ao final

FIG. 39 - Correntes em Teflon Virgem com Várias Cargas Iniciais

de cada processo, o potencial residual V_{or} , o centróide de carga $\bar{x}$ e a carga total residual e as que abandonam a amostra foram determinados e os resultados são mostrados na sequência de Figuras 40, 41, 42 e 43.

Observando as correntes medidas, há um sensível aumento no valor de pico da corrente na amostra carregada a 800V quando comparado ao da corrente medida na amostra carregada a 700V. A interpretação que se pode dar a este fato é que a quantidade de carga liberada pelas armadilhas de superfície passam a exceder a capacidade de captura das armadilhas profundas de volume que por sua vez diminui a medida que estas são preenchidas. Isto é um sinal de que as armadilhas profundas sofrem uma saturação quando a quantidade de carga depositada inicialmente na superfície corresponde a

tensões de carga maiores que 800V. A Figura 40 mostra a quantidade de carga que permanece na amostra depois do processo de descarga termoestimulada em função da tensão de carga inicial. A curva confirma a saturação uma vez que na região acima de 800V a carga residual tende a assumir valores constantes.

Na Figura 41 é mostrada a porcentagem de cargas que abandonam a amostra em função do potencial de carga. As medidas mostram que esta fração de cargas depende linearmente do campo elétrico inicial, mas de uma maneira não contínua. A Figura 42 mostra os centróides de carga para as distribuições de carga finais

FIG. 40 - Carga residual depois da descarga termoestimulada em função do potencial de carga de corona. Os vários pontos na figura referem-se às medidas realizadas em diferentes regiões de uma mesma amostra.

FIG. 41 - Porcentagem de carga que abandona a amostra em função do potencial de carga. Os vários pontos na Figura referem-se às medidas realizadas em diferentes regiões de uma mesma amostra.

FIG. 42 - Centrôide de cargas para distribuição residual em função do potencial de carga

FIG. 43 - Tensão residual em função do potencial de carga

em função do potencial inicial. O centróide varia em torno de $12,0\mu\text{m}$ a $15,0\mu\text{m}$, já bem próximos do valor $12,5\mu\text{m}$ que corresponde ao centróide de uma distribuição uniforme. O que chama atenção nestes resultados é que mesmo a baixos valores de potencial de carga, a distribuição de carga no final do processo de descarga termoestimulada é quase uniforme. A distribuição final de cargas não depende do campo elétrico inicial no interior da amostra. Era de se esperar que nestes casos a distribuição de carga tivesse seu centróide próximo a superfície da qual foi injetada, uma vez que o material possui no volume uma razoável quantidade de armadilhas profundas e que a mobilidade das cargas é relativamente pequena.

Na Figura 43 é apresentado o potencial residual final em função do inicial. Da mesma forma que a carga residual, o potencial tende a saturar uma vez que na região de carga maiores que 800V a capacidade de armazenamento sofre uma saturação.

Finalizando, visto que foi observada a tendência de saturação das armadilhas profundas, pode-se calcular sua densidade ao longo do volume. Supondo que a saturação ocorra quando a carga total residual é 45 nC/cm^2 e que a distribuição de cargas é uniforme, então a densidade de armadilhas é aproximadamente $1.1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Na literatura⁽¹⁵⁾ encontra-se que o número total de armadilhas de volume é aproximadamente $1.4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$, sendo portanto o valor encontrado acima bastante razoável.

Prosseguindo, apresenta-se medidas realizadas com amostras do mesmo lote, contudo tratadas termicamente a 230°C por duas horas tomando o devido cuidado para que todas as amostras fossem tratadas sob as mesmas condições. Na Figura 44 são mostradas as correntes termestimuladas com vários valores iniciais do potencial de carga. Comparando as correntes medidas com as do caso anterior, observa-se que quantidades de carga bem menores abandonaram a amostra. Os picos de corrente não se apresentam

FIG. 44 - Correntes em amostras tratadas termicamente e carregadas a várias tensões de carga

de forma nítida demonstrando uma completa reestruturação de armadilhas no material. Os resultados ao final de cada processo de

descarga são apresentadas na sequência de Figuras 45, 46, 47 e 48.

Na Figura 45, é dada a carga total residual em função da inicial. Neste caso, a quantidade de carga que permanece no material é sensivelmente maior que no caso de amostras sem tratamento. Este fato é um indício de que o número de armadilhas profundas tem sido aumentado. Isto também pode ser visto na Figura 46 onde a fração de carga que abandona a amostra é bem menor. A dependência da saída de cargas com o campo inicial não se dá por etapas como no caso anterior senão por uma curva contínua. A hipótese do aumento no número de armadilhas pode ainda ser reforça -

FIG.45 - Cargas residuais em função do potencial de carga. Os diferentes pontos na Figura referem-se às medidas realizadas em diferentes regiões de uma mesma amostra.

FIG. 46 - Fração de carga que abandona a amostra em função do potencial de carga. Os vários pontos na Figura referem-se às medidas realizadas em diferentes regiões de uma mesma amostra.

FIG. 47 - Centróide de carga em função do potencial de carga

FIG. 48 - Potencial residual em função do potencial de carga

da observando que o centróide de carga - Figura 47 - permanece próximo à superfície da qual foi injetada demonstrando que logo que as cargas são injetadas rapidamente são capturadas por armadilhas profundas. Também no caso de amostras tratadas, a posição do centróide de cargas é praticamente independente do campo elétrico inicial na amostra sugerindo que a forma da distribuição de cargas também independe do campo inicial. Na Figura 48 são mostrados os valores da tensão residual depois do processo de descarga em função do potencial de carga inicial. Neste caso, nada se pode dizer quanto à saturação das armadilhas profundas. Somente uma medida a alto valor de potencial de carga poderia dar algum indício desta saturação. Infelizmente este fato não pode ser comprovado durante a realização deste trabalho.

3.3.3- Discussão dos resultados segundo modelos teóricos

A solução das equações diferenciais parciais que descrevem o transporte de carga em isolantes tem sido possível somente por integração numérica^(16,17). Contudo, se algumas aproximações forem feitas nas equações básicas, alguns modelos teóricos podem ser elaborados e que são úteis nas interpretações das medidas experimentais. Portanto, seguindo esta idéia, são sugeridos alguns modelos que podem ser ajustados às medidas realizadas.

Em geometria planar, as equações básicas que descrevem o transporte de carga em um isolante de espessura L e contendo um nível de armadilhas são

$$\epsilon \frac{\partial E(x,t)}{\partial x} = \rho(x,t) + \rho_t(x,t) \quad (3.2)$$

$$\frac{\partial \rho(x,t)}{\partial t} + \frac{\partial \rho_t(x,t)}{\partial t} + \mu \frac{\partial}{\partial x} [\rho(x,t)E(x,t)] = 0 \quad (3.3)$$

$$\frac{\partial \rho_t(x,t)}{\partial t} = \frac{\rho(x,t)}{\tau} - k\rho_t(x,t) \quad (3.4)$$

$$J(t) = \epsilon \frac{\partial E(x,t)}{\partial t} + \mu \rho(x,t)E(x,t) = 0 \quad (3.5)$$

onde

E = campo elétrico

ϵ = constante dielétrica

ρ = densidade de carga livre

ρ_t = densidade de carga nas armadilhas

τ = tempo de captura

k = probabilidade de uma carga ser libertada por unidade de tempo

x, t = coordenadas espacial e temporal

μ = mobilidade

$J(t)$ = densidade de corrente total

A equação (3.2) é a de Poisson, (3.3) de continuidade onde se tem desprezado a corrente de difusão, (3.4) a equação que descreve o mecanismo de "trapping" e "detrapping" de cargas pelas armadilhas e a (3.5) é a equação da densidade de corrente obtida pela integração do sistema de equações (3.2) e (3.3) com a imposição da condição de circuito aberto - $J(t)=0$ - que é o caso de interesse.

Inicialmente, tentar-se-á interpretar os resultados obtidos com amostras não tratadas termicamente. Observando que há somente um pico de corrente no intervalo de 100°C a 250°C , para todas tensões de carga, pode-se supor que este pico seja atribuído a uma injeção exponencial de cargas⁽¹⁷⁾ a partir de um nível de armadilhas de superfície e atenuado por captura das cargas por armadilhas profundas sem "detrapping". Assim sendo, o modelo a ser adotado descreveria a cinética de cargas em um dielétrico contendo um número finito de armadilhas profundas, cujas cargas seriam injetadas a uma razão exponencial do tempo. As equações que descrevem a cinética neste modelo são basicamente as apresentadas (3.2; 3.3; 3.4; 3.5) exceto que na equação (3.4) o fator k seria nulo e que τ_t seria substituído por um tempo de captura dependente do tempo uma vez que, se o número de armadilhas profundas é finito, a probabilidade de captura por unidade de tempo é diminuída à medida que estas armadilhas são preenchidas. Embora nenhuma tentativa tenha sido realizada, o ajuste deste modelo seria uma boa sugestão principalmente quando se sabe experimentalmente que o número de armadilhas profundas é limitado e distribuídas uniformemente ao longo da amostra. O modelo de cinética de carga

em isolantes para número de armadilhas profundas foi obtido por Jonã Leitão (18).

O modelo descrito seria aplicado para o caso em que as amostras são carregadas inicialmente por potenciais de carga de 150V até 700V pois são os casos em que o número de cargas inicial não é suficiente para saturar as armadilhas profundas. Para os casos de potenciais de cargas maiores que 800V, um modelo mais simplificado pode ser utilizado.

Assim sendo, admita-se as seguintes considerações:

- a) No início do processo há uma densidade superficial de cargas σ_0 e a medida que são injetadas assume valores $\sigma(t)$ dadas por

$$\sigma(t) = \sigma_0 \exp\left[-\int_{t_0}^t \omega(t') dt'\right] \quad (3.6)$$

onde $\omega(t')$ é a probabilidade de escape de uma carga por unidade de tempo das armadilhas de superfície

- b) No volume do dielétrico há dois níveis de armadilhas. Um é muito profundo e é populado rapidamente com densidade ρ_T constante a medida que as cargas avançam ao longo do volume. O outro nível é raso e a população de cargas é dada por $\rho_t(t)$ uniforme no espaço. Estas armadilhas rasas capturam cargas segundo um tempo de "trapping" τ e as libertam segundo um fator k .

- c) Tanto ω como k dependem da temperatura num caso não isotérmico e são definidas por

$$\omega(T) = \omega_0 \exp(-\phi/k_B T) \quad (3.7)$$

$$k(T) = v_0 \exp(-U/k_B T) \quad (3.8)$$

onde ω_0, ν_0 = são respectivamente as frequências de escape das cargas em armadilhas de superfície e nas rasas de volume

ϕ, U = são respectivamente as energias de ativação das armadilhas de superfície e das rasas de volume

k_B = constante de Boltzmann

T = temperatura

d) Tão logo as cargas sejam injetadas, estabelece-se um equilíbrio rápido na troca de cargas entre a banda de condução e as armadilhas rasas de modo que se tenha $\partial \rho_t / \partial t = 0$ na equação (3.4). Portanto a fração de cargas não capturadas pelas armadilhas profundas se alteram entre a banda de condução e armadilhas rasas segundo a relação : $\rho(t) = k_T \rho_t$ onde $\rho(t)$ é a densidade de cargas livres. Neste caso, a corrente de condução $\mu \rho E$ pode ser substituída por uma equivalente dada por uma densidade de carga $\rho_1(t) = \rho(t) + \rho_t(t)$ e por uma mobilidade efetiva μ_e de tal forma que se tenha $\mu \rho(t) E = \mu_e \rho_1(t) E$ e

$$\mu_e = \mu \frac{k_T}{1+k_T} \quad (3.9)$$

Com estas considerações o modelo fica descrito pelas seguintes equações

$$\mu \frac{\partial E(x,t)}{\partial x} = \rho_1(t) + \rho_T \quad (3.10)$$

$$J_C(x,t) = \mu_e \rho_1(t) E(x,t) \quad (3.11)$$

$$\sigma_0 - \sigma(t) = [\rho_1(t) + \rho_T] s(t) \quad t < T_t \quad (3.12)$$

$$\frac{d\sigma(t)}{dt} + L \frac{d\rho_1(t)}{dt} = - \mu_e \rho_1(t) E(L, t) \quad t > T_t \quad (3.13)$$

$$V(t) = \int_0^L E(x, t) dx \quad (3.14)$$

onde T_t é o tempo de trânsito da frente de carga, $s(t)$ sua posição num instante $t < T_t$ e $J_c(x, t)$ a corrente de condução. Deve-se considerar ainda que a solução do problema para o caso $t > T_t$ pressupõe que $\sigma_0 > \rho_T L$.

Para $t < T_t$, integrando (3.10) e levando a (3.12) em (3.14) com $E(0, t) = \sigma(t)/\epsilon$ tem-se que

$$V(t) = \frac{\sigma_0 L}{\epsilon} - \frac{\sigma_0 - \sigma(t)}{2\epsilon} s(t) \quad (3.15)$$

A posição da frente no instante t é $s(t)$ e em $t + \Delta t$ é $s + \Delta s$. A carga total presente no espaço Δs é $[\rho_1(t) + \rho_T] \Delta s$ de modo que a corrente de condução em s é $[\rho_1(t) + \rho_T] ds/dt$. Levando esta relação em (3.11) e usando a (3.12) resulta que

$$\frac{ds}{dt} = \mu_e \frac{\sigma_0}{\epsilon} \left[1 - \frac{\rho_T s}{\sigma_0 - \sigma(t)} \right] \quad (3.16)$$

onde se considerou que $E(s, t) = \sigma_0/\epsilon$. Com a solução do sistema de equações (3.15) e (3.16) obtém-se o potencial $V(t)$ na superfície da amostra.

Para $t > T_t$, integrando novamente (3.10) e levando em (3.14) com $E(0, t) = \sigma(t)/\epsilon$, o potencial é dado por

$$V(t) = \frac{\sigma(t)L}{\epsilon} + (\rho_1 + \rho_T) \frac{L^2}{2\epsilon} \quad (3.17)$$

e com a equação (3.13) se tem

$$L \frac{d\rho_1}{dt} + \frac{\mu_e \rho_1(t)}{\epsilon} [\sigma(t) + \rho_T L + \rho_1(t)L] + \frac{d\sigma(t)}{dt} = 0 \quad (3.18)$$

Assim sendo, o problema é completamente resolvido com a solução dos sistemas formados por (3.15) e (3.16) para $t < T_t$ e por (3.17) e (3.18) para $t > T_t$; a continuidade de $V(t)$ é estabelecida com a condição

$$\rho_1(T_t) = \frac{\sigma_0 - \sigma(T_t)}{L} - \rho_T$$

A passagem para o problema não isotérmico é feita simplesmente tomando $T = T_0 + \beta t$ onde T_0 é a temperatura no início da descarga termestimulada e β a razão de aquecimento. No caso em questão, experimentalmente se mede a corrente dada pela equação (3.1) de modo que a grandeza de interesse é a variação dV/dt .

As equações do modelo foram resolvidas numericamente e uma tentativa de reproduzir teoricamente a curva experimental foi realizada. O melhor resultado é mostrado na Figura 49, onde os parâmetros usados foram

$$\mu = 1.6 \times 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{Vs} \quad \Phi = 0.9 \text{ eV} \quad U = 1.23 \text{ eV} \quad \omega_0 = 10^{11} \text{ s}^{-1}$$

$$\nu_0 = 10^{11} \text{ s}^{-1} \quad \rho_T = 9.2 \times 10^{-6} \text{ C/cm}^3 \quad \tau = 68.0 \text{ s} \quad \beta = 0.024 \text{ }^\circ\text{K/s}$$

FIG.49 - Corrente experimental e a calculada

O modelo simplificado adotado pode não corresponder ao modelo real o que explica a discrepância no ajuste das curvas teórica e experimental. A energia de ativação utilizada para as armadilhas de superfície foi de 0,9 eV determinada experimentalmente pelo método da "subida inicial". O modelo neste caso se ajusta à experimental para baixas temperaturas, de 130°C a 160°C. Contudo em temperaturas maiores, a teórica é mais larga. Este fato pode ser justificado pela forma como as cargas são injetadas. O modelo assume uma injeção exponencial com um único nível de armadilhas sendo que na realidade pode haver uma distribuição de níveis. Outra hipótese a ser considerada é que a curva experimental apresentada na Figura 49 corresponde a uma corrente medida num estágio em que a saturação de armadilhas profundas não tenha sido atingida. Em todo caso, este modelo permite uma interpretação razoável das medidas experimentais.

Para o caso de amostras tratadas termicamente o modelo a ser adotado deve ser um que considere grande capacidade de captura de carga pela amostra. Um modelo que corresponde às medidas feitas, é o de Batra-Kanazawa⁽¹⁷⁾. Este modelo considera um número muito grande de armadilhas profundas de modo que as equações que descrevem a cinética de cargas são as dadas por 3.2, 3.3, 3.4 e 3.5 exceto que na equação 3.4, $k = 0$ e τ é constante. Neste trabalho se tomará o caso especial em que $\rho(x,t) \ll \rho_t(x,t)$.

Assim sendo, tem-se que

$$\epsilon \frac{\partial E(x,t)}{\partial x} = \rho_t(x,t) \quad (3.19)$$

$$\tau \frac{\partial \rho_t(x,t)}{\partial t} = \rho(x,t) \quad (3.20)$$

$$\epsilon \frac{\partial E}{\partial t} + \mu \rho(x,t) E(x,t) = 0 \quad (3.21)$$

Levando (3.20) em (3.19) e integrando se tem que

$$\ln\left[\frac{E(x,t)}{E(x,0)}\right] = -\frac{\mu\tau}{\epsilon} \rho_t(x,t)$$

A situação de interesse é a final; depois do processo de descarga. Assim sendo, assumindo que o instante da interrupção seja tal que $t = t_0 \gg \tau$ e levando a expressão de $\rho_t(x, t_0)$ em (3.19) resulta.

$$\frac{dE(x, t_0)}{dx} = -\frac{1}{\mu\tau} \ln\left[\frac{E(x, t_0)}{E(x, 0)}\right]$$

Integrando esta equação obtem-se

$$\int_{M_1}^{M_2} \frac{e^{-y}}{y} dy = -\frac{L}{\mu\tau E(L, 0)}$$

onde $M_1 = \ln[E(L, 0)/E(0, t_0)]$, $M_2 = \ln[E(L, 0)/E(L, t_0)]$ e $y = -\ln[E(x, t_0)/E(x, 0)]$. Admitindo que o campo na origem $E(0, t_0)$ seja bem menor do que o campo inicial, a integral acima pode ser escrita como

$$E_1(M_2) = \frac{L}{\mu\tau E(L, 0)} \quad (3.22)$$

onde

$$E_1(z) = \int_z^{\infty} \frac{e^{-y}}{y} dy$$

Lembrando que experimentalmente em todos os casos poucas cargas abandonaram a amostra, o campo elétrico em $x = L$ deve ter sofrido pouca variação de modo que se no instante $t = 0$ seu valor era $E(L, 0)$, a constante M_2 tem valor próximo a zero. Lem -

brando ainda que a função $E_1(z)$ em $z=0$ diverge, pode-se contornar o problema expandindo a integral $E_1(M_2)$ em torno de $M_2 \approx 0$. Dessa expansão resulta

$$E_1(M_2) \approx \gamma - \ln M_2 - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n \cdot n!} M_2^n$$

onde $\gamma \approx 0.577$. Sabendo que $E(L,0) = \sigma_0/\epsilon$ e $E(L,t_0) = \sigma_r/\epsilon$ onde σ_0 e σ_r são respectivamente a carga inicial e final, e utilizando (3.22) resulta que

$$\frac{L^2}{\mu\tau V_0} = 0,577 - \ln \left| \ln \left(\frac{\sigma_r}{\sigma_i} \right) \right| - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n \left[\ln \left(\frac{\sigma_r}{\sigma_i} \right) \right]^n}{n \cdot n!} \quad (3.23)$$

Os valores de V_0 , σ_r e σ_i são obtidos experimentalmente

A constante $\mu\tau$ pode ser calculada com esses dados. Para $V_0 = 400V$, $\sigma_r/\sigma_i = 0.92$ e $L = 25,0\mu m$ o valor de $\mu\tau$ experimental é dado por

$$\frac{1}{\mu\tau} = 1.27 \times 10^{-8} \text{ V/cm}^2$$

Com este valor é possível calcular teoricamente os resultados obtidos experimentalmente. Com a equação (3.23) e os valores experimentais de σ_r/σ_i pode-se ter os potenciais de carga inicial. A partir deste potencial determina-se o valor de σ_i e consequentemente o valor de σ_r correspondentes aos potenciais V_0 .

Nas Figuras 50, 51 e 52 são mostrados os valores de σ_r médios $1 - \sigma_r/\sigma_i$ e V_r calculados comparando-os com os obtidos experimentalmente.

FIG.50 - Cargas residuais calculadas e experimentais

FIG. 51 - Porcentagem de cargas que abandonam amostra calculada e a experimental

FIG. 52 - Potenciais residuais experimentais e calculadas

3.4- Efeitos da Radiação Ultra Violeta no Teflon FEP

O espectro de absorção luminosa do teflon FEP - Figura 53 - mostra que este material é transparente a radiação ultra-violeta, contudo, quando é exposto a esta radiação durante algum tempo, as propriedades de armazenamento de carga são sensivelmente alteradas. Estes efeitos foram detectados por medidas de corrente termoestimulada e ao final de cada uma das medidas, o potencial residual, o centróide de carga e a carga total foram medidos pela técnica de pulso térmico. Utilizou-se de uma lâmpada de xenônio como fonte de radiação tomando o cuidado de ser certificado que somente a radiação u.v produz os ditos efeitos. A intensidade luminosa usada foi de 13.5 mW/cm^2 .

FIG.53 - Transmissão em função do comprimento de onda

3.4.1- Medidas e discussão

Na Figura 54, a curva (1) mostra a corrente medida com uma amostra do Lote II virgem sem tratamento térmico e sem ter sido irradiada, com carga inicial de 45 nC/cm^2 na superfície correspondente a um potencial equivalente de 600V. A curva (2) mostra a corrente usando uma amostra irradiada por 3 horas e 45 minutos com a mesma carga inicial. Ambos processos de descarga foram

FIG.54 - Correntes em uma amostra virgem (1) e em uma irradiada com u.v (2)

realizados até a temperatura de 250°C. A tabela III mostra os dados iniciais e finais onde V_i é o potencial equivalente inicial e V_r o final, σ_i a carga inicial e σ_r a final e $\bar{x}_r$ o centróide de cargas da distribuição final.

	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{x}_r$ (µm)	σ_r (nC/cm ²)
Amostra Virgem	600	45,5	140,0	13,0	20,0
Amostra Irradiada	600	45,5	12,0	13,0	2,0

TABELA III

O mesmo efeito ocorre em amostra tratadas termicamente. Na Figura 55, a curva 1 é a corrente medida com uma amostra tratada termicamente e com carga inicial 45 nC/cm². A curva 2 é a corrente obtida usando uma amostra tratada nas mesmas condições porém submetida a radiação u.v por 4 horas. A carga inicial depositada foi também de 45 nC/cm² (Tabela IV).

FIG.55 - Correntes em uma amostra tratada termicamente (1) e uma irradiada com u.v (2)

	V_1 (V)	σ_1 (nC/cm ²)	V_r (V)	x_r (μ m)	σ_r (nC/cm ²)
Amostra Tratada	600,0	45,5	150,0	13,0	22,0
Amostra Tratada e Irradiada	600,0	45,5	30,0	13,0	4,0

TABELA IV

Estas medidas foram realizadas usando amostras do Lote II já referido. Entretanto, o efeito também ocorre para as do Lote I. Em ambos casos mostrados a radiação introduz um efeito que reduz a capacidade de armazenamento de cargas em armadilhas profundas, cujas cargas presas seriam, em uma amostra não irradiada, excitadas somente a temperaturas de 270°C a 280°C. Pelos dados nas Tabelas, aproximadamente 10% das cargas permanecem no material. Portanto ocorre uma alteração na distribuição de armadilhas profundas de volume segundo um mecanismo pela qual são destruídas. Os valores do centróide de cargas indicam que o efeito ocorre ao longo de toda a amostra de maneira homogênea.

Um fenômeno curioso, é que o efeito é introduzido independentemente do fato da amostra estar ou não carregada quando é irradiada. Uma amostra que é irradiada com cargas na superfície e uma irradiada antes da deposição desta carga, apresentam as mesmas alterações nas propriedades de armazenamento. Também o efeito ocorre se as armadilhas profundas de volume estejam ou não ocupadas. Na Figura 56, a curva (1) é a corrente medida numa amostra do lote I sem tratamento térmico e sem ser irradiada. A curva (2) é a corrente medida com a mesma amostra após uma irradiação u.v. por 2 horas, com as cargas que permaneceram nas armadilhas profundas depois do primeiro processo de descarga termoestimulada até a temperatura 258°C.

FIG.56 - Correntes termoeestimuladas obtidas estimulando as cargas a partir da superfície (1) e do volume (2)

	V_i (V)	σ_i (nC/cm ²)	V_r (V)	$\bar{x}_r$ (μm)	σ_r (nC/cm ²)
Amostra Virgem	300,0	22,0	125,0	12,5	18,0
Amostra Irradiada	125,0	18,0	20,0	12,5	3,0

TABELA V

Conclui-se portanto, que a alteração introduzida não consiste em excitações diretas de cargas das armadilhas pela radiação, senão através de um mecanismo pelo qual as armadilhas profundas são destruídas com simultânea criação de armadilhas menos profundas, cujas cargas presas são excitadas em temperaturas menores. Quanto às armadilhas de superfície, caso tenham a mesma natureza, devem sofrer os mesmos efeitos.

As energias de ativação calculadas pelo método da "subida inicial" giram em torno de 1,0eV quando as cargas são estimuladas termicamente da superfície e 1,27eV quando são estimuladas

das no volume. A energia do nível de armadilhas de volume foi de terminado usando a corrente medida para os casos em que as amostras são irradiadas com cargas volumétricas presas em armadilhas profundas.

3.4.2- Determinação da frequência de escape

A experiência feita irradiando amostras já contendo cargas distribuídas uniformemente, possibilita uma situação na qual a condução de carga pode ser interpretada segundo um modelo simplificado onde se considera que há na amostra um nível de armadilhas de volume preenchidos no início do processo. A medida que se aquece a amostra, estas armadilhas passam a libertar as cargas presas segundo um fator $\omega(t)$ definido na equação (3.7) porém, não recapturam as cargas libertadas, i.é, o tempo de "trapping" assume valores $\tau \gg 1/\omega(t)$. Considerando ainda que $\rho(x,t) \ll \rho_t(x,t)$, as equações do modelo se resumem em

$$E \frac{\partial E(x,t)}{\partial x} = \rho_t(x,t) \quad (3.24)$$

$$\frac{\partial \rho_t(x,t)}{\partial t} + \omega(t) \rho_t(x,t) = 0 \quad (3.25)$$

$$V(t) = \int_0^L E(x,t) dx \quad (3.26)$$

onde $V(t)$ é a diferença de potencial entre as superfícies da amostra.

Pelas observações experimentais do centróide de carga, pode-se assumir inicialmente que $\rho_t(x,0) = \rho_0$ de modo que por integração das equações (3.24), (3.25) e (3.26) a diferença de potencial é dada por

$$V(t) = \frac{q_0 L^2}{2} \exp\left[- \int_0^t \omega(\xi) d\xi\right]$$

Lembrando que a corrente em "circuito aberto" foi dada em (3.1), tem-se que neste caso

$$I(t) = C_T V_0 \omega(t) \exp\left[- \int_0^t \omega(\xi) d\xi\right] \quad (3.27)$$

onde $V_0 = q_0 L^2 / 2e$ e C_T é a capacitância total.

Tomando a expressão de $\omega(t)$ na equação (3.7) e assumindo o caso não isotérmico onde $T = T_0 + \beta t$ onde β é a razão de aquecimento e T_0 a temperatura inicial, a corrente é

$$I(t) = C_T V_0 \omega_0 \exp\left[- \frac{\phi}{k_B T} - \int_{T_0}^T \frac{\omega_0}{\beta} \exp\left(- \frac{\phi}{k_B T'}\right) dT'\right] \quad (3.28)$$

Segundo este modelo, a curva $I(T)$ apresenta um máximo de corrente cuja variação a partir da temperatura inicial até a temperatura de máximo é devido a saída rápida das cargas da amostra tão logo sejam ativadas. Assim, o valor da frequência de escape ω_0 para que a corrente seja máxima em $T=T_m$ é dada por

$$\omega_0 = \frac{\phi \beta}{k_B T_m^2} \exp(\phi / k_B T_m) \quad (3.29)$$

Para o caso em questão, experimentalmente se tem que $\phi = 1,27\text{eV}$ determinada pelo método da subida inicial e $T_m = 208^\circ\text{C}$. Desta forma, sendo $\beta = 0,024^\circ\text{C/s}$ a frequência ω_0 é aproximadamente $3,0 \times 10^{+10} \text{s}^{-1}$.

Com o objetivo de discutir a validade da adoção deste modelo, tomou-se a relação (3.22) e a curva teórica de $I(T)$ foi ajustada a experimental usando os próprios dados experimentais. O resultado obtido é mostrado na Figura 57.

FIG.57 - Corrente calculada e a experimental

A corrente calculada teoricamente tem seu valor máximo maior que a da curva experimental. O argumento que pode justificar este resultado é o de se ter considerado no cálculo teórico, uma temperatura de máximo que na realidade corresponde a da corrente experimental cuja dinâmica de carga pode não ser completamente descrita pelo modelo adotado. Na verdade, o erro é antes introduzido no cálculo da frequência de escape, o que explica o desvio do valor obtido com os valores usuais de 10^{11}s^{-1} a 10^{12}s^{-1} . De qualquer maneira, a adoção deste modelo é uma boa aproximação pois mostra de modo razoável que a variação da cor-

rente experimental de $I(T_0)$ a $I(T_m)$ se deve basicamente a ativação gradativa de cargas das armadilhas com o aquecimento e a rápida saída das cargas da amostra.

2.5- Corrente Termoestimulada em Teflon FEP Carregadas Por Descarga Iônica

Os contatos metálicos das amostras utilizadas durante todo o trabalho foram obtidas por meio de evaporação de alumínio a vácuo. Durante este processo de metalização, há uma etapa intermediária na qual a pressão no recipiente onde se encontra a amostra é aproximadamente 10^{-2} torr podendo-se neste momento ionizar o gás residual polarizando um condutor situado no interior deste recipiente. A Figura 58 mostra o recipiente e a situação na qual foi dada a descarga iônica. Devido a alta capacidade do Teflon de reter cargas, é de se supor que os ions sejam absorvidos pelas armadilhas de modo que ao final do processo de deposição de alumínio na amostra, a mesma esteja carregada. Pela Figura 58, nota-se que a superfície bombardeada pelos ions é a mesma que logo depois será metalizada. Nestas condições, o potencial de superfície da amostra ao final do processo de metalização é em geral de 150V a 240V e as cargas se distribuem de modo não uniforme sobre a superfície.

3.5.1- Medidas realizadas e discussão

Ao se submeter uma destas amostras a descarga termoestimulada, a corrente característica obtida é mostrada na Figura 59.

FIG.58 - Esquema simplificado da câmara de evaporação

FIG.59 - Corrente em amostra carregada por descarga iônica

Se a amostra carregada por descarga iônica na evaporadora também for submetida a carga pelo método de corona e submetida a descarga termestimulada, as correntes características são mostra-

das na Figura 60. Neste caso foram usadas amostras do lote I e

FIG.60 - Correntes termoestimada em amostras carregada por descarga a pressão 10^{-2} torr e descarga corona

lote II. Em ambos casos, as correntes são bem diferentes se comparadas com as obtidas com amostras carregadas somente pelo método de corona. Uma vez que o potencial em ambos casos se anulam no final do processo, a amostra do lote II foi recarregada somente por corona cujo potencial equivalente foi de 800V e novamente submetida a TSC. O processo foi novamente repetido com a mesma amostra porém recarregada a potencial de 500V. As correntes medidas são mostradas na Figura 61. Novamente o potencial equivalente final em cada caso é nulo. A diferença é que da segunda vez em que a amostra foi utilizada, não se obtém os picos de corrente a 70°C e 160°C , mas um único a 136°C . Observando a corrente obtida, tem-se a impressão que este pico deve ser uma superposição de dois picos. Quando a amostra é utilizada pela 3a. vez, não há uma mudança sensível na corrente.

FIG.61 - Correntes obtidas usando uma única amostra

O fato que chama atenção em todos os casos, é que a descarga das amostras se dão relativamente a baixas temperaturas em se tratando de cargas negativas em teflon. No caso de amostras somente carregadas na evaporadora, talvez isto pudesse ser atribuído a natureza das cargas e às condições em que a amostra tenha sido carregada. Contudo o fato das cargas depositadas por corona posteriormente também deixarem a amostra é curioso, principalmente sob o aspecto da capacidade de armazenamento em armadilhas profundas de volume apresentada por uma amostra carregada somente pelo método de corona. Ao menos na temperatura ambiente, as armadilhas de superfície existem pois a amostra tem capacidade de reter cargas de corona na superfície depois da descarga iônica.

Além das apresentadas, pode-se ainda adicionar observações segundo análise de medidas de pulso térmico. Uma amostra por descarga iônica apresenta um potencial de superfície negativa indicando que na amostra há presença de cargas negativas na superfície não metalizada. Uma medida de pulso térmico característica com estas amostras é apresentada na Figura 62. Nota-se que a subida no

instante $t=0$ do transiente de potencial é bastante lenta comparada aos sinais obtidos com amostras carregadas por descarga corona. Esta subida lenta pode ser justificada segundo duas hipóteses: a primeira seria a alteração das propriedades térmicas do

FIG.62 - Sinal de pulso térmico em amostra carregada por descarga iônica

Teflon nas redondezas da superfície metalizada ocorrida durante o bombardeamento iônico de modo que, a dilatação dessa região que antes se dava quase instantaneamente, agora ocorre lentamente, num intervalo de tempo de 1 a 2 ms. A segunda hipótese justificaria o efeito supondo que haja uma certa quantidade de cargas positivas nas vizinhanças da face metalizada de modo que a curva apresentada na Figura 62 seria o resultado de uma superposição de transientes $\Delta V_0(t)$ devido às cargas negativas e positivas como mostrado na Figura 63 e já mostrado por cálculo numérico no capítulo I página 26. Dentre as duas hipóteses feitas, a segunda parece ser a mais razoável embora nenhuma outra experiência tenha sido realizada para comprová-la. Contudo, a primeira hipótese pode ser descartada devido aos resultados obtidos com uma amostra carregada por descarga iônica e descarga coro -

(1) $\Delta V_{O1}(t)$ devido a uma distribuição de cargas negativas na superfície não utilizada

(2) $\Delta V_{O2}(t)$ devido a uma distribuição de cargas positivas nas vizinhanças da face metalizada

(3) $\Delta V_O(t)$ resultante

FIG.63 - $\Delta V_O(t)$ resultante da superposição de dois sinais $\Delta V_{O1}(t)$ e $\Delta V_{O2}(t)$

na a 600V. Quando esta amostra é submetida a pulso térmico, o sinal do transiente $\Delta V_O(t)$ é semelhante a uma obtida utilizando-se uma amostra carregada somente por descarga corona. Caso a primeira hipótese pudesse ser aplicada, a subida lenta do transiente $\Delta V_O(t)$ deveria também ocorrer neste caso. Assim sendo, assumir a segunda hipótese seria mais prudente; contudo merecendo experiências para comprová-la.

Finalizando, quando o processo de descarga termoestimulada é interrompida logo após o primeiro pico de corrente, uma destas amostras que tinha potencial de superfície de 600V passa a ter aproximadamente um potencial de 140V e as curvas de pulso térmico estão mostradas na Figura 62. Se esta amostra for novamente submetida a descarga termoestimulada obtém-se um pico a 160°C - 170°C . Quando já a temperatura de 220°C - 230°C o processo é interrompido, o potencial residual é nulo. O sinal $\Delta V_O(t)$ de pulso térmico é mostrado na Figura 64 pela curva 3.

FIG.64 - Medida de pulso térmico em 3 estágios durante a descarga termoestimulada.

Estes foram os principais efeitos observados em Teflon carregados na câmara de evaporação a 10^{-2} torr. Acredita-se que maiores informações possam ser obtidas com um estudo sistematizado do processo de carga e descarga caso um trabalho futuro possa vir a ser realizado.

CONCLUSÕES GERAIS

Pelos resultados apresentados até agora, conclui-se que a técnica de pulso térmico é de utilidade no estudo de armazenamento de cargas em polímeros principalmente quando aplicada juntamente com uma outra ou várias outras técnicas. As situações para as quais foram aplicadas durante este trabalho juntamente com a técnica de corrente termoestimulada permitiram que se interpretassem as experiências com Teflon FEP ou ainda que se levantassem outras questões de fundamental importância na compreensão do transporte de cargas. Uma dessas questões levantadas encontra-se, por exemplo, nas medidas de centróide de cargas ao final dos processos de descarga termoestimulada com amostras virgens carregadas a baixos potenciais de carga. Os centróides variam de 12,5µm a 15,0µm quando se esperava que o centróide se encontrasse mais próximo a superfície da qual foi injetada pois o número de armadilhas profundas se distribuem uniformemente ao longo da amostra e o número delas excede o número de cargas depositadas na superfície a baixas tensões. Ainda se pode observar nestas amostras uma saturação das armadilhas quando o potencial de carga é maior que 800V e sua densidade volumétrica resultou em 10^{14} cm^{-3} . Este valor concorda com os valores apresentados na literatura^(12,15) dando a entender que em amostras de Teflon FEP virgens este valor da densidade de armadilhas é uma característica que se apresenta independente da procedência destas amostras.

Observa-se também que o tratamento térmico em teflon altera a estrutura da distribuição de armadilhas em energia. O efeito introduzido depende da temperatura e da duração do tratamento. Isto parece ser também uma característica presente no teflon independente da sua procedência. Notadamente em amostras do

lote I, o número de armadilhas profundas aumenta com o tratamento principalmente quando é feito a altas temperaturas. Os efeitos in trozidos pelo tratamento leva a crer que durante a descarga ter moestimulada em amostras virgens esteja havendo a criação de arma dilhas simultaneamente com o processo de descarga. Provavelmen - te isto deve ocorrer o que torna a compreensão do mecanismo de ar - mazenamento extremamente complexo. Isto é uma barreira por enquan - to intransponível, tornando-se necessário ajustar vários modelos simplificados para uma tentativa de interpretar os dados experi - mentais isoladamente. Numa destas experiências, a adoção destes mo delos e do ajuste às curvas experimentais, resultam que $\mu\tau \approx 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{V}$ para amostras de teflon FEP virgens carregadas a poten - ciais de carga de 900V. Para amostras tratadas termicamente $\mu\tau \approx 8 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{V}$. Naturalmente os valores de $\mu\tau$ apresentados se refe - rem a diferentes modelos de condução.

Sobre os efeitos da radiação ultra violeta sobre o te - flon, pode-se dizer que a capacidade de armazenamento de cargas ne - gativas é diminuída sensivelmente. As armadilhas profundas cujas cargas são excitadas a temperaturas acima de 260°C são destruídas contudo, com a criação simultânea de armadilhas rasas. Foi verifi - cado ainda que a luz ultra violeta não produz transições de car - gas para a banda de condução uma vez que nenhum decaimento do po - tencial de superfície é observado durante a irradiação. O mode - lo adotado para o caso em que se considera inicialmente uma dis - tribuição de cargas uniforme descreve o transporte de carga par - cialmente, notadamente na etapa da descarga em que o processo de "detrapping" de cargas é dominante. A frequência de escape obtida com o ajuste do modelo foi de $3,0 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$ que concorda com os u - sualmente adotados de 10^{11} s^{-1} .

Finalmente, a capacidade de armazenamento é também redu - zido quando a amostra é bombardeada por ions a baixa pressão. Nes

te caso, as armadilhas profundas são também destruídas. Uma característica nestas amostras é que grande parte das cargas depositadas por corona posteriormente a descarga iônica são excitadas a baixas temperaturas - de 80°C a 140°C . O fenômeno parece ser bem mais complexo do que em amostras irradiadas por u.v.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) TURNHOUT, J. van - Thermal stimulated discharge of polymer.
Electrets - Elsevier, Amsterdam, 1975
- (2) GROSS, B.; SESSLER, G.M.; WEST, J.E. - J. Appl. Phys. 45, 2841
(1974)
- (3) GIACOMETTI, J.A. - Tese de Doutorado. IFQSC-USP (1982)
- (4) COLLINS, R.E. - Appl. Phys. Lett. 26, 675 (1975)
- (5) SEGGERN, H. von - J. Appl. Phys. 52(6), 4081 (1981)
- (6) LAURENCEAU, B.; DREYFUS, G.; LEWINER, J. - Phys. Rev. Lett.
38, 46 (1977)
- (7) COLLINS, R.E. - Rev. Sci. Instrum, 88(1), 83 (1977)
- (8) CARSLAW, H.S.; JAEGER, J.C. - Conduction of heat in solids.
Oxford U.P., London 2^a ed., 1959
- (9) SEGGERN, H. von - Appl. Phys. Lett., 33(2), 134 (1978)
- (10) DEREGGI, A.S., et al. - Phys. Rev. Lett., 40(6), 413 (1978)
- (11) JOST, W. - Diffusion in solids, liquids, gases. Academic Press
1960, p. 17
- (12) GUIMARÃES NETO, J.M. - Dissertação de Mestrado (1983)
- (13) SESSLER, G.M. - Electrets. Amsterdam Springer-Verlag, 1980
(Topics in Applied Physics V.33)
- (14) IKEZAKI, K.; HATTORI, M.; ARIMOTO, Y. - Japan J. Appl. Phys., 16
863 (1977)
- (15) SEGGERN, H. von - J. Appl. Phys. 50(4), 2817 (1979)
- (16) FIGUEIREDO, M.T. - Dissertação de Mestrado. IFQSC-USP (1982)
- (17) SEGGERN, H. von - J. Appl. Phys. 50(11), 7039 (1979)
- (18) LEITÃO, J. - Dissertação de Mestrado. IFQSC-USP (1982)
- (19) KANAZAWA, K.K.; BATRA, I.P. - J. Appl. Phys., 43, 1845 (1972)