



Universidade Federal  
do Rio de Janeiro  

---

Escola Politécnica

## **INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DAS CARGAS NA RIGIDEZ DIELÉTRICA DE NANOCOMPÓSITOS EPÓXI/ALUMINA**

Paulo Sergio da Silva Carvalho

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia de Materiais da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro.

Orientador: Paula Mendes Jardim  
Co-orientador: Alexander Polasek

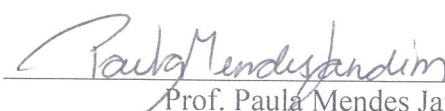
Rio de Janeiro  
Julho de 2018

INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DAS CARGAS NA RIGIDEZ DIELÉTRICA  
DE NANOCOMPÓSITOS EPÓXI/ALUMINA

Paulo Sergio da Silva Carvalho

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE  
ENGENHARIA DE MATERIAIS DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE  
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS  
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO DE MATERIAIS.

Examinada por:



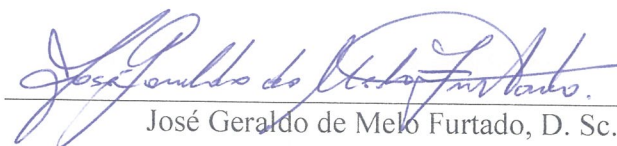
Prof. Paula Mendes Jardim, D. Sc.



Alexander Polasek, D. Sc.



Prof. Bluma Guenther Soares, D. Sc.



José Geraldo de Melo Furtado, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL  
JULHO DE 2018

Carvalho, Paulo Sergio da Silva

Influência da Granulometria das Cargas na Rigidez Dielétrica de Nanocompósitos Epóxi/Alumina / Paulo Sergio da Silva Carvalho. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2018.

IX, 52 p.: il; 29,7 cm.

Orientador: Paula Mendes Jardim.

Co-orientador: Alexander Polasek.

Projeto de graduação – UFRJ / Escola Politécnica / Curso de Engenharia de Materiais, 2018.

Referências Bibliográficas: p. 50-52.

1. Nanocompósito. 2. Epóxi. 3. Alumina. 4. Nanopartículas  
I. Jardim, Paula Mendes. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia de Materiais. III Influência da Granulometria das Cargas na Rigidez Dielétrica de Nanocompósitos Epóxi/Alumina

## **Agradecimentos**

Ao meu pai Paulo e minha mãe Mirna pelo apoio incondicional durante todos os dias. Aos quais serei grato por todas as conquistas em minha vida.

Aos meus orientadores Polasek e Paula, por todo o conhecimento que me foi transmitido, pela paciência, e por acreditarem em mim.

A todos os meus familiares, que sempre me incentivaram, apoiaram e torceram por mim.

Ao meu parceiro Fernando, por estar ao meu lado sempre. Por me incentivar e me dar forças em todos os desafios. A quem irei compartilhar todas as conquistas daqui para frente.

A minha amiga Juliana, por ser minha inspiração de vida. Por me fazer ser uma pessoa melhor. A quem extremamente grato eu sou, por tudo.

Aos meus amigos Tânia, Lucas, Carlos Henrique, Pedro, João e Thiago por estarem comigo há tanto tempo e me apoiarem em todas as situações.

Aos meus amigos de laboratório André, Fernando, Luiz, Micahel, Rodrigo e Felipe por todo o apoio durante estes dois anos de convivência.

Ao Arthur, pesquisador do CEPEL, por toda enorme ajuda e orientação. De todos, quem mais me ajudou no presente trabalho.

Ao Marcio, pesquisador do CEPEL, pela disponibilidade e pela ajuda nos ensaios elétricos, as quais foram fundamentais.

Ao Gláucio, pesquisador do CEPEL, pela ajuda nas análises de microscopia eletrônica.

A todos que estiveram comigo até aqui.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado à Escola Politécnica/ UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro de Materiais.

## INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DAS CARGAS NA RIGIDEZ DIELÉTRICA DE NANOCOMPÓSITOS EPÓXI/ALUMINA

Paulo Sergio da Silva Carvalho

Julho/2018

Orientador: Paula Mendes Jardim

Co-orientador: Alexander Polasek

Curso: Engenharia de Materiais

Compósitos de matriz polimérica reforçados com cargas minerais, na forma de fibras ou partículas micrométricas, são materiais amplamente utilizados em diversas áreas. Por conta de suas propriedades dielétricas, destaca-se a utilização dos compósitos de matriz polimérica no setor elétrico, mais especificamente como isolantes elétricos. A utilização de nanopartículas como cargas, em substituição às partículas micrométricas, têm se mostrado alternativa promissora para contornar limitações encontradas nos compósitos tradicionais, como peso elevado e baixa processabilidade, por conta da alta concentração de cargas.

Neste sentido, o presente trabalho busca investigar como a rigidez dielétrica de nanocompósitos constituídos de resina epóxi reforçada com nanopartículas de alumina varia em função do tamanho das partículas. Os ensaios de rigidez dielétrica mostraram que a melhoria nas propriedades elétricas do nanocompósito com partículas menores foi bem mais eficiente, enquanto que a rigidez dielétrica permaneceu praticamente inalterada no nanocompósito com partículas maiores. Isto se deve ao fato da melhor dispersão alcançada, gerando uma maior quantidade de interfaces com a utilização de partículas menores, como observado pela caracterização microestrutural.

Abstract of Undergraduate Project presented to POLI/UFRJ as a partial fulfillment of  
the requirements for the degree of Materials Engineer.

INFLUENCE OF FILLER LOAD GRANULOMETRY ON DIELECTRIC STRENGTH OF  
EPOXY/ALUMINA NANOCOMPOSITES

Paulo Sergio da Silva Carvalho

Mês/2018

Advisor: Paula Mendes Jardim

Alexander Polasek

Course: Materials Engineering

Polimeric matrix composites with mineral filler reinforcement, in fiber form or micrometric particles, are widely used in many industry areas. On behalf of their dielectric properties, polymeric matrix composites application stand out in electrical industry, more specifically as electrical insulation. The use of nanoparticles as composite filler, in place of traditional micrometric particles, has been shown as promising alternative to overcome limitations of traditional composites, like high weight and low processability due high filler load fraction.

In this sense, the present work search to investigate how dielectric strength of nanocomposites with epoxy matrix and alumina nanoparticles vary in function of its load particle size. The dielectric strength tests have shown that improvements in dielectric properties of the nanocomposite with smaller particles were more efficient, while dielectric strength of nanocomposites with bigger particles remained statistically unchanged. It can be explained due to the fact that better dispersion was achieved, hence more interfaces were created with the utilization of smaller particles, as it is shown by microstructural characterization.

# SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1. Isolantes e Isoladores.....	3
2.1.1. Polímeros utilizados como isolantes elétricos.....	8
2.1.1.1. Resina epóxi.....	9
2.2. Materiais Compósitos.....	11
2.3. Nanocompósitos e nanopartículas.....	12
2.3.1. Métodos de produção de um nanocompósito.....	15
2.3.1.1. Método de preparação por dissolução.....	15
2.3.1.1.1. Sonicação.....	16
2.3.1.2. Método de preparação por fusão.....	17
2.3.1.3. Método de preparação <i>in situ</i> .....	17
2.4. Rigidez dielétrica.....	17
2.4.1. Mecanismos de ruptura dielétrica.....	18
2.4.1.1. Processo de ruptura eletrônico.....	19
2.4.1.2. Processo de ruptura térmico.....	19
2.4.1.3. Processo de ruptura eletromecânico.....	20
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	21
3.1. Materiais.....	21
3.2. Métodos de preparação dos corpos de prova.....	23
3.2.1. Resina epóxi pura.....	23
3.2.2. Nanocompósitos.....	24
3.2.3. Epóxi isolante comercial (Araldite CW 229).....	26
3.3. Preparação dos corpos de prova para ensaio elétrico.....	26



3.4. Medição da espessura no centro do corpo de prova .....	27
3.5. Ensaio de rigidez dielétrica.....	28
3.6. Análise Termogravimétrica .....	30
3.7. Difração de Raios X .....	30
3.8. Determinação do tamanho das partículas .....	31
3.8.1. Espalhamento de luz dinâmico (DLS).....	31
3.8.2. Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	32
3.9. Análise da dispersão das nanopartículas na matriz .....	32
3.9.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	32
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	33
4.1. Caracterização das nanopartículas.....	33
4.1.1. Dynamic Light Scattering (DLS) .....	33
4.1.2. Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	35
4.1.3. Difração de Raios X (DRX) .....	38
4.2. Caracterização dos compósitos.....	39
4.2.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	39
4.2.2. Análise Termogravimétrica (TGA) .....	42
4.2.3. Difração de Raios X (DRX) do compósito CW 229 .....	44
4.3. Ensaio de Rigidez Dielétrica .....	45
5. CONCLUSÕES .....	49
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	50
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	51

# 1. INTRODUÇÃO

Isoladores são componentes essenciais em linhas de transmissão e distribuição de energia elétrica, e são responsáveis por sustentar mecanicamente os cabos e barramentos, além de isolá-los eletricamente. Os materiais utilizados em isoladores são vidros, porcelanas, e mais recentemente, os materiais compósitos [1]. Por conta de suas propriedades como baixo peso, facilidade de processamento e resistência ao impacto, os compósitos vêm crescendo como materiais utilizados na produção de isoladores. Tais materiais são comumente constituídos de uma matriz polimérica reforçada com cargas minerais micrométricas, responsáveis por aumentar a resistência mecânica e elétrica do componente. Apesar da utilização de partículas micrométricas já estar consolidada, pouca melhoria no desempenho de tais materiais tem sido alcançada nos últimos anos, indicando a saturação da tecnologia. Como apresentado nos estudos de Tanaka *et al* e Cao *et al*, pesquisas dos últimos 50 anos indicam que a utilização de baixas quantidades de cargas nanométricas, como nanopartículas de sílica, alumina, titânia e silicatos em proporções de até 10% em peso pode levar a melhorias significativas nas propriedades elétricas dos nanocompósitos, como aumento da resistência a descargas parciais e aumento da rigidez dielétrica [2] [3].

Um problema encontrado na utilização das micropartículas é a dificuldade de se conseguir melhorias significativas nas propriedades dos materiais sem aumento da proporção de carga utilizado. A necessidade da utilização de grande quantidade de carga mineral acaba aumentando o peso do componente e dificultando a processabilidade do material. Desta forma, surgiu como alternativa a utilização de partículas nanométricas. Por conta da elevada área superficial específica das nanopartículas, os fenômenos interfaciais entre o polímero e a carga tendem a ser maximizados. Com isto, é possível

alcançar propriedades equivalentes ou até superiores aos materiais convencionais, mesmo com a utilização de pequenas concentrações de carga.

O objetivo deste trabalho é comparar a propriedade de rigidez dielétrica de compósitos feitos de resina epóxi reforçados com nanopartículas de alumina de diferentes granulometrias. Será investigado o impacto na rigidez dielétrica do material em função dos diferentes tipos de carga e da dispersão obtida.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1. Isolantes e Isoladores**

Isolantes elétricos são materiais que, por conta da ausência de cargas elétricas livres, apresentam alta resistência à passagem de corrente elétrica, sob influência de um campo elétrico [4]. No setor elétrico, diversos dispositivos com função de isolante elétrico são essenciais. Dentre eles, pode-se destacar, principalmente, os isoladores. Isoladores são dispositivos utilizados em linhas de distribuição (abaixo de 138 kV) e transmissão (acima de 138 kV) de energia elétrica, e possuem a função de sustentar mecanicamente os elementos condutores, como cabos e barramentos, além de isolar eletricamente elementos com diferentes potenciais. Durante seu tempo de operação, estes dispositivos devem ser capazes de suportar os esforços mecânicos solicitados, a tensão de operação, e também eventuais sobrecargas na rede [5].

Os primeiros isoladores eram do tipo pino, e surgiram em 1835, em linhas de telégrafo. Neste tipo de isolador, o condutor fica apoiado em uma pequena depressão no seu topo ou na lateral e é fixado através de fios ou outros dispositivos aplicados para isso. A figura 1 mostra exemplos de isolador do tipo pino, de porcelana. A construção da primeira linha de transmissão ocorreu em 1882, na Alemanha, onde os níveis de tensão utilizados inicialmente eram da ordem de 1 kV. Em poucos anos os níveis de tensão subiram para centenas de kilovolts. Surgiu, então, uma constante necessidade de fabricação de isoladores que suportassem níveis de tensão cada vez mais altos e solicitações mecânicas mais severas [1].



Figura 1 - Isoladores tipo pino [4].

Quanto aos materiais utilizados, os isoladores inicialmente eram de vidro ou porcelana. Para os baixos níveis de tensão das linhas de telégrafo, isoladores de vidro eram eficazes. Porém, a grande quantidade de defeitos existentes, como poros e inclusões, passaram a ser um grande limitador. Desta forma, foi necessário o desenvolvimento das formas de processamentos dos vidros e porcelanas para que se pudesse aumentar os níveis de tensão das linhas de transmissão. Isto levou a produção de isoladores cerâmicos e vítreos de maior qualidade e a de isoladores cerâmicos revestidos [1].

Apesar do desenvolvimento dos isoladores cerâmicos e vítreos, algumas de suas propriedades intrínsecas passaram a se tornar limitantes na produção de isoladores. Por conta de sua fragilidade, por exemplo, isoladores cerâmicos estão altamente susceptíveis a danos físicos por ação de vandalismo ou outros impactos, o que pode levar a enormes prejuízos às empresas concessionárias de energia elétrica. Além disso, sua alta densidade acarreta no aumento drástico do peso de componentes maiores. Outra limitação dos cerâmicos é seu comportamento hidrofílico, que leva a formação de uma camada de água em sua superfície, aumentando a corrente de fuga e a diminuição da vida útil do componente. Tais fatores levaram à produção de isoladores poliméricos. De suas vantagens, podemos citar, principalmente: seu baixo peso específico, sua alta resistência específica, sua facilidade de processamento e, sobretudo, o comportamento hidrofóbico existente numa grande quantidade de polímeros. Porém, por conta de suas limitações como baixa resistência mecânica e baixas temperaturas de operação, os isoladores

poliméricos raramente são feitos de polímeros puros, e sim de copolímeros ou, mais comumente, com a adição de cargas minerais. Atualmente, percebe-se que a utilização do princípio híbrido é a mais vantajosa, onde o isolador é caracterizados por um núcleo feito de resina (geralmente resina epóxi), reforçada com fibras de vidro (RBGF – Resin-Bonded Glass Fibre), e uma camada externa polimérica reforçada com cargas minerais, como ilustrado na figura 2. Desta forma, os isoladores poliméricos são, na verdade, materiais compósitos [1]. Na tabela 1 estão apresentados os valores de algumas propriedades dos materiais utilizados em isoladores.

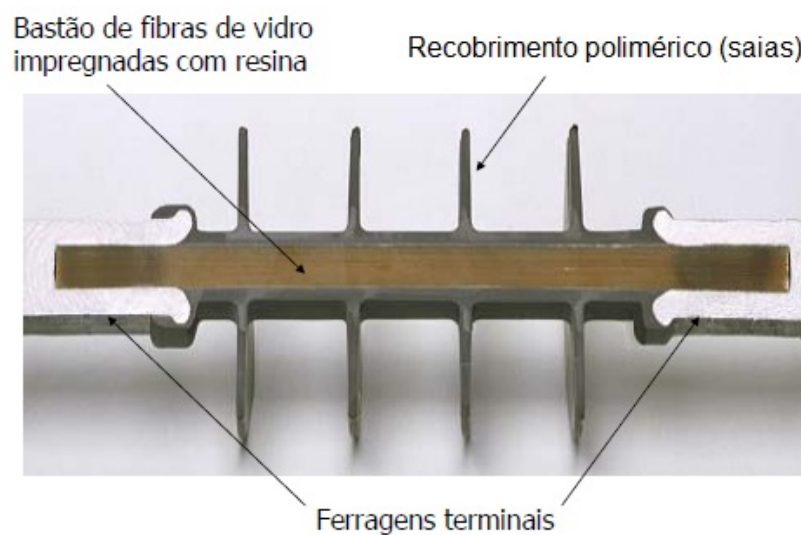


Figura 2 - Exemplo de isolador polimérico típico [5].

O ambiente externo sob a qual o componente isolante estará sujeito é determinante para escolha do material utilizado e de sua geometria. Neste sentido, os isoladores podem ser divididos em dois grupos: os isoladores externos e os internos.

Tabela 1 - Propriedades de Materiais Dielétricos [1]

Propriedade	Unidade	Porcelana	Vidro	Polímero	RBGF
Densidade	g/cm	2.3-3.9	2.5	0.9-2.5	2.1-2.2
Resistência a tração	MPa	30-100	100-120	20-35	1300-1600
Resistência a	lb/in <sup>2</sup> ( × 10 <sup>3</sup> )	4.0-14.0	14.5-17.4	3.0-13	190-230
compressão	MPa	240-820	210-300	80-170	700-750
Módulo de Young	lb/in <sup>2</sup> ( × 10 <sup>3</sup> )	34-120	30-40	11-24	100-107
Cond. Térmica	GPa	50-100	72	0.6-16	43-60
Expansabilidade	lb/in <sup>2</sup> ( × 10 <sup>6</sup> )	7-14	10.1	0.1-2	6.0-8.0
Permissividade	W/m <sup>2</sup> K	1-4	1.0	0.17-0.9	0.2-1.2
(50 - 60 Hz)	( × 10 <sup>-6</sup> )/K	3.5-9.1	8.0-9.5	45-200	7.5-20
	Air = 1	5.0-7.5	7.3	2.3-5.5	2.5-6.5

Os isoladores externos são expostos diretamente ao meio ambiente, sofrendo então condições climáticas severas como: chuva, radiação UV, gradiente térmico, etc. Tais condições levam a um envelhecimento acelerado do componente. A combinação de água e partículas de poeira na superfície dos isoladores, por exemplo, leva a formação de uma camada condutora que agrava a corrente de fuga, uma corrente elétrica superficial que leva a um aumento da temperatura, geração de produtos eletroquímicos e descargas elétricas parciais, que, por sua vez, levarão a erosão da superfície do isolador. Eventualmente, haverá a formação de um caminho condutor contínuo, o que levará ao fenômeno conhecido como *flashover*, onde há uma descarga elétrica entre as duas extremidades do isolador. Já os isoladores internos são utilizados em ambientes fechados, de forma que o componente não sofre condições climáticas tão severas, o que leva a uma vida útil maior do isolador [6].

A primeira linha de transmissão com utilização de isoladores poliméricos foi instalada em 1969, na Alemanha [6]. E, aos poucos, os isoladores poliméricos passaram a substituir grande parte dos isoladores convencionais cerâmicos e vítreos. No Brasil, sua utilização se iniciou na década de 80 e até hoje cresce. Porém, por conta das vantagens e desvantagens de cada um dos materiais, tanto os isoladores cerâmicos quanto os vítreos

e os poliméricos continuam sendo utilizados em diferentes aplicações e situações [7]. A figura 3 mostra isoladores de vidro, porcelana e polimérico.



**Figura 3** - Isoladores para linhas de transmissão. (A) Isolador de vidro; (B) Isolador de porcelana; (C) Isolador polimérico [7]

O diagrama da figura 4 ilustra a fração de cada tipo de material no mercado mundial de isoladores de alta tensão no ano de 2015. Percebe-se que há atualmente uma grande parcela do mercado conquistada pelos isoladores compósitos poliméricos, que cresce a cada ano.





Figura 4 - Mercado global de isoladores de alta tensão por tipo de material [5]

### 2.1.1. Polímeros utilizados como isolantes elétricos

Além dos isoladores, outros componentes com função de isolamento elétrico são utilizados no setor elétrico, como, por exemplo: isolamento de fios e cabos, de transformadores, de motores, de disjuntores, buchas e espaçadores.

Por volta de 1920, os primeiros componentes isolantes poliméricos, a base de resinas fenólicas, foram utilizados em aplicações de baixa tensão. Algumas décadas depois, nos anos 60 e 70, novos polímeros como poliuretano, resinas epóxi e silicones passaram a ser utilizados em aplicações de média e alta tensão [8].

Dentre os polímeros utilizados como isolantes, podemos destacar: a borracha de silicone, utilizada principalmente em isoladores externos, o polietileno, utilizado principalmente em isolamento de cabos e fios e em espaçadores, e as resinas epóxi, utilizadas principalmente em isoladores internos e outros dispositivos isolantes como buchas e isolamento de transformadores e disjuntores. Tais materiais possuem elevadas propriedades elétricas, e diferem principalmente em relação a suas propriedades

mecânicas, custo, e seu comportamento hidrofílico ou hidrofóbico. Dos materiais utilizados em isoladores, a resina epóxi apresenta elevada resistência mecânica, resistência à erosão, e custo mais baixo, enquanto o silicone apresenta baixa rigidez, resiste menos a erosão, e possui preço mais elevado. Por outro lado, a resina epóxi possui comportamento frágil e hidrofílico, enquanto o silicone possui alta ductilidade e o comportamento hidrofóbico [9]. Além do comportamento hidrofóbico, a maior resistência por degradação ultra-violeta do silicone torna este material mais vantajoso como isolador externo, enquanto as resinas epóxi são preferíveis para isolares internos.

#### **2.1.1.1. Resina epóxi**

Resinas epóxi, também conhecidos como poliepóxidos, são polímeros termorrígidos que possuem como base os grupos funcionais ésteres e éteres. A alta densidade de ligações cruzadas existente entre as cadeias promove uma elevada resistência mecânica, além de tenacidade e durabilidade. Outras características são alta resistência química, boa resistência ao calor, boa processabilidade e estabilidade dimensional. Por outro lado, a principal desvantagem deste material é seu comportamento hidrofílico, que reduz a vida útil dos componentes sujeitos a serem molhados. As principais aplicações deste material são: adesivos, matrizes para compósitos estruturais, materiais elétricos e recobrimentos [8].

Uma característica importante das resinas epóxi, que as fazem ser amplamente utilizadas em diferentes aplicações, é a grande variedade de reações químicas possíveis em seu processo de cura, que permite a obtenção de uma ampla gama de propriedades finais. Dos reagentes possíveis utilizados como catalisadores, destacam-se aminas, ácidos, fenóis, álcoois e tióis [10]. Desta forma, dependendo do processo de polimerização utilizado para produzi-las, quantidades diferentes de grupos epoxídeos são gerados, produzindo os vários tipos de resina epóxi. Além dos diferentes tipos, a adição

de aditivos, agentes plastificantes e cargas gera uma gama ainda maior de variedade de resinas epóxi. Das resinas epóxi mais utilizadas, destacam-se:

- Diglicidil Éter de Bisfenol A

Esta classe de resina epóxi é produzida através da reação entre as moléculas de epícloridrina e bisfenol-a, gerando a estrutura química ilustrada na figura 5.

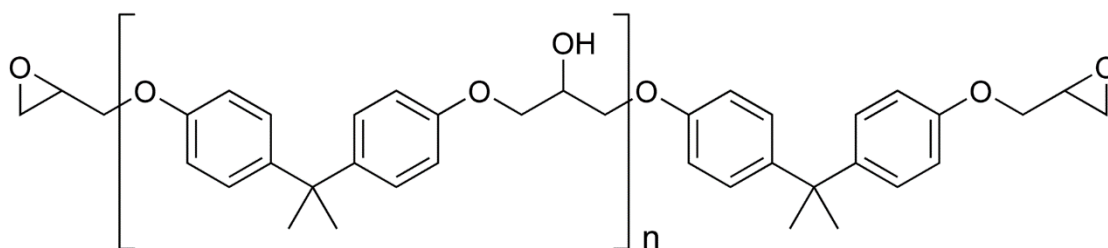


Figura 5 - Estrutura química do Diglicidil Eter de Bisfenol-a. Adaptado de [10].

A mudança na quantidade relativa de precursores gera materiais com propriedades físicas bem diversas, que vão desde semi-sólidos à sólidos cristalinos de alta dureza. Esta versatilidade faz com este tipo de resina epóxi seja uma das mais utilizadas industrialmente.

- Diglicidil Éter de bisfenol F

Esta classe de resina é obtida substituindo-se o precursor bisfenol-A pelo bisfenol-F, gerando um material com menor viscosidade e maior número de grupo epoxídeos, o que resulta em maior resistência química [10].

Além das resinas citadas anteriormente, as resinas epóxi Novolac, resinas epóxi cíclicas alifáticas e resinas de glicidilamina são variantes bastante utilizadas pela indústria.

## **2.2. Materiais Compósitos**

A combinação de dois ou mais materiais, visando melhorar as propriedades do material resultante, é o princípio de desenvolvimento dos materiais compósitos. Por definição, pode ser considerado um material compósito qualquer material multifásico em que a propriedade final é uma combinação das propriedades das fases presentes. Além disso, as fases presentes devem ser quimicamente diferentes e estarem separadas por uma interface distinta [11].

No desenvolvimento dos materiais compósitos, combina-se de forma controlada os materiais iniciais, que podem ser metálicos, cerâmicos ou poliméricos, dando origem a um novo material, com propriedades diferenciadas. A maior parte dos materiais compósitos é constituída de apenas duas fases. Uma delas é a fase contínua, denominada matriz. A outra fase é constituída pelo material de reforço, denominada fase dispersa. A propriedade final do compósito depende não apenas das propriedades das fases constituintes, mas também depende fortemente das proporções de cada fase, da geometria e da dispersão da fase dispersa e da interação entre a matriz e a carga [12].

De acordo com a geometria da fase dispersa, os materiais compósitos podem ser divididos em três grandes tipos: reforçados por partículas, reforçados por fibras, e ainda os compósitos em camadas, onde as fases matriz e reforço são projetados em forma de placas uma sob as outras [11].

### **2.3. Nanocompósitos e nanopartículas**

O termo nanocompósito é utilizado para indicar um material compósito em que pelo menos uma das fases se encontra em escala nanométrica. Comumente, os nanocompósitos de matriz polimérica são constituídos de uma matriz polimérica reforçada com nanopartículas minerais, que tenham pelo menos uma de suas dimensões com tamanho entre 1 – 100 nm, e fração mássica entre 1 e 10%. Os nanocompósitos são materiais de engenharia avançados e recentes, com grande desenvolvimento nos últimos anos. Potencialmente, suas aplicações são extremamente amplas e incluem: engenharia eletroeletrônica, embalagens alimentícias, construções, entre outros [12].

A principal vantagem das nanopartículas em comparação com as tradicionais micropartículas é o fato de possuírem área superficial específica extremamente maior. Por conta do aumento drástico de interfaces entre matriz/carga, estudos recentes mostram que mesmo pequenas quantidades de carga já tornam possível a obtenção de propriedades semelhantes ou superiores aos compósitos tradicionais. Para que as propriedades desejadas dos nanocompósitos sejam obtidas, é necessário que haja a total separação das partículas dentro da matriz, maximizando as interações entre partículas e a matriz. A obtenção de uma dispersão ideal, porém, é a maior dificuldade existente na produção de um nanocompósito [13]

Nanocompósitos podem ser separados em três tipos, de acordo com a dimensionalidade da fase dispersa. Nanocompósitos com dimensionalidade zero são constituídos de nanopartículas esféricas idealmente isoladas. Já os com dimensionalidade um são formados por nanobastões ou nanotubos, e os de dimensionalidade dois, formados por partículas em formato de placas. A figura 6 ilustra os 3 tipos de nanocompósitos, separados de acordo com a dimensionalidade da segunda fase.

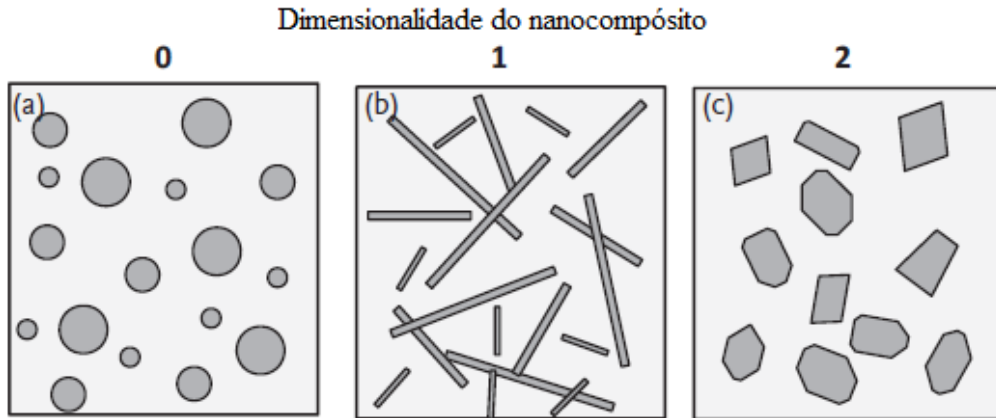


Figura 6 - Três tipos nanocompósitos de acordo com a dimensionalidade. Adaptado de [13].

A diminuição do tamanho de uma partícula gera um aumento drástico da razão área superficial por volume total da partícula, o que torna os fenômenos superficiais e interfaciais cada vez mais relevantes conforme se diminui o tamanho das partículas. Em outras palavras, pode se dizer que, para partículas pequenas, a porcentagem de átomos e moléculas na superfície da partícula é cada vez maior. Para tais átomos e moléculas superficiais, o número de ligações não satisfeitas começa a se tornar cada vez mais relevantes, o que leva a um aumento drástico da energia superficial conforme o diâmetro da partícula diminui [13]. Tal conclusão pode ser confirmada sabendo que a energia superficial de  $N$  moles de partículas pode ser expressa conforme a equação 1.

$$U_{sup} = Na\gamma \quad (1)$$

Onde  $N$  é o número de moles de partículas,  $a$  é a área superficial da partícula e  $\gamma$  sua energia superficial específica. Sabe-se que o número de partículas por mol e a área  $a$  de uma esfera podem ser expressas conforme as equações 2 e 3 abaixo.

$$N = \frac{M}{\rho v} \quad (2)$$

$$a = \pi d^2 \quad (3)$$

Onde  $M$  é a massa molar,  $\rho$  a densidade do material e  $v$  o volume de uma partícula e  $d$  o seu diâmetro. Sabendo que o volume da esfera pode ser escrito de acordo com a equação 4.

$$v = \frac{\pi}{6} d^3 \quad (4)$$

Substituindo as equações (2), (3) e (4) em (1), temos a equação 5, que descreve a energia superficial molar.

$$U_{sup} = 6\gamma \frac{M}{\rho} \frac{1}{d} \quad (5)$$

A equação (5) mostra que a energia superficial molar é inversamente proporcional ao diâmetro da partícula.

Por conta de sua elevada energia superficial, nanopartículas tendem a formar aglomerados entre si, diminuindo a energia do sistema. Caso isto ocorra no nanocompósito, os agregados passam a se comportar como partículas micrométricas, limitando as propriedades atingidas no compósito. É preciso garantir na etapa de mistura da carga com a matriz que os aglomerados não se formem ou sejam desfeitos.

Na etapa de mistura da carga com a matriz, é necessário que a viscosidade do sistema seja diminuída para permitir a incorporação da carga à resina, seja por adição de solvente, por alteração da temperatura do sistema, ou ambos. Nesta etapa, a formação dos agregados pelas partículas é fortemente influenciada pelo movimento browniano aleatório das partículas, onde estas eventualmente se aproximam. Com a aproximação das partículas, forças atrativas se tornam suficientes para ligar fortemente as partículas primárias. A frequência de colisões é determinada pela concentração de partículas na matriz, pelas propriedades físicas das partículas, pela viscosidade da resina e da temperatura do sistema [14].

O processo de aglomeração das partículas primárias, que se aproximam e se ligam fortemente, é chamado de coagulação. A coagulação pode ser prevenida alterando-se a densidade de cargas superficiais das partículas, levando à repulsão eletrostática, ou pela aplicação de camadas de moléculas adsorvidas na superfície das partículas que impedem a colisão das partículas, processo conhecido como funcionalização. Uma vez que a coagulação já tenha ocorrido, a quebra dos aglomerados só pode ser alcançada por altos níveis de força cisalhante [13].

É importante ressaltar que as propriedades finais do nanocompósito dependem não apenas do tamanho, distribuição e dispersão das cargas, mas também do tipo de interação entre a matriz e a fase dispersa. A compatibilidade entre a matriz e carga é fator fundamental para garantir as propriedades desejadas do material compósito. Visando o aumento desta compatibilidade, a principal estratégia adotada é a modificação orgânica das nanopartículas, que fundamenta-se na ligação química de uma espécie orgânica na superfície da partícula, reduzindo sua energia superficial e aumentando sua compatibilidade com a matriz.

### **2.3.1. Métodos de produção de um nanocompósito**

Dependendo do tipo de matriz e da carga que será fabricada o nanocompósito, uma forma de produção que viabilize a inserção e dispersão da carga na matriz deverá ser escolhida. Três métodos têm sido utilizados na produção de um nanocompósito.

#### **2.3.1.1. Método de preparação por dissolução**

Este método consiste na dispersão das partículas em uma solução orgânica contendo o polímero, seguido da evaporação do solvente ou precipitação do polímero. É importante que o solvente utilizado seja capaz de solubilizar o polímero e que possua boa



interação com as partículas, tornando possível sua desaglomeração [15]. Este método foi o adotado na produção dos nanocompósitos do presente trabalho.

#### 2.3.1.1.1. Sonicação

No presente trabalho, a abordagem adotada para a quebra dos aglomerados foi a sonicação. A sonicação consiste em aplicar ondas ultrassônicas (ondas com frequência maior que 20 kHz) num colóide a fim de agitar as partículas em suspensão. As ondas podem ser aplicadas na forma de banho ultrassônico ou por uma ponteira ultrassônica, conhecida como sonicador [14] [16]. Na figura 7 está ilustrado o esquema de ponteira ultrassônica utilizada no trabalho.

Ao se propagarem no líquido, as ondas sonoras geram ciclos alternados de compressão e decompressão, que levam a formação de pequenas bolhas que colapsam violentamente, num processo conhecido como cavitação. A cavitação produz jatos de alta energia e aumento drástico da temperatura localizada. Tal energia leva à separação das partículas aglomeradas [14].

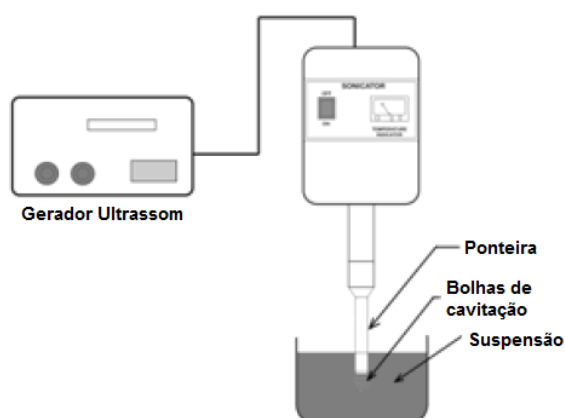


Figura 7 - Ilustração esquemática de sonicação [16]

### **2.3.1.2. Método de preparação por fusão**

Neste método, a nanocarga é mecanicamente misturada ao polímero termoplástico fundido, por extrusão. No caso da utilização de argila como fase dispersa, os nanocompósitos obtidos são geralmente intercalados, havendo ainda a possibilidade de obtenção de nanocompósitos esfoliados. Para isto, deve haver grande compatibilidade entre a matriz e carga, além de condições adequadas de processamento [15].

### **2.3.1.3. Método de preparação *in situ***

Neste método, a nanocarga, o catalisador e o monômero são colocados diretamente no reator de polimerização. Quando se utiliza argila, é importante que a polimerização ocorra no interior da galeria da argila, a fim de que a esfoliação ocorra efetivamente pelo crescimento das cadeias poliméricas em seu espaço interlamelar. Diferente da utilização do polímero fundido, em que a viscosidade do meio é extremamente elevada, a viscosidade do meio reacional da polimerização *in situ* é bem inferior, permitindo uma maior dispersão das cargas [15].

## **2.4. Rigidez dielétrica**

A rigidez dielétrica de um material pode ser entendida como a capacidade do mesmo atuar como isolador elétrico. Ela é definida como a tensão máxima aplicada entre dois eletrodos, com a qual ocorre a ruptura dielétrica através do material, e é expressa em Volts por unidade de espessura [17]. Os valores de rigidez dielétrica de um material variam fortemente em função das condições sob o qual o ensaio foi realizado, tais como: frequência e tempo de aplicação da tensão, espessura do corpo de prova, temperatura, pressão e umidade da atmosfera ambiente e do material, dimensões e formato dos eletrodos utilizados. No momento de ruptura dielétrica, a voltagem aplicada é suficiente

para levar a falha do material isolante, seja por fluxo de corrente ou degradação do material. No ensaio, a ruptura dielétrica é comumente evidenciada por um arco elétrico abrupto, audível e visível, que passa através da espessura do espécime, resultando num furo no material isolante. A tensão sob a qual ocorre a ruptura dielétrica é chamada de Tensão de Ruptura Dielétrica [17] [18] [19]. Na tabela 2 estão apresentados os valores de rigidez dielétrica para alguns materiais.

Tabela 2 - Rigidez dielétrica de diferentes materiais. Adaptado de [19].

<b>Substância</b>	<b>Rigidez Dielétrica (kV/mm)</b>
Hélio (relativo ao nitrogênio)	0.15
Ar (relativo ao nitrogênio)	3
Vidro de janela	9.8-13.8
Óleo de silicone, óleo mineral	10-15
Benzeno	163
Poliestireno	19.7
Polietileno	18.9-21.7
Neoprene	15.7 - 26.7
Água destilada	65-70
Alto vácuo	20 - 40
Sílica	470 - 670
Papel parafinado	40 - 60
Teflon extrudado	19.7
Teflon (filme isolante)	60 - 173
Mica	118

#### **2.4.1. Mecanismos de ruptura dielétrica**

Tendo em vista o crescimento da utilização dos materiais poliméricos como isolantes, o entendimento dos mecanismos de ruptura dielétrica destes materiais é fundamental para o desenvolvimento dos compósitos dielétricos. Devido à complexidade do fenômeno, a ruptura dielétrica tem se apresentado como assunto difícil e confuso. Atualmente, três propostas de processos que explicam o fenômeno são mais aceitas, e podem ocorrer simultaneamente ou não, levando à falha do componente [20].

#### **2.4.1.1. Processo de ruptura eletrônico**

Dos vários modelos que tentam explicar o processo de ruptura eletrônico [21], um dos mais aceitos é de avalanche eletrônica, que se baseia no mecanismo de Townsend, o qual sugere a avalanche sucessiva de elétrons secundários. Neste caso, um elétron livre, que pôde ter sido injetado pelos eletrodos por emissão Schottky, ou derivado de impurezas no material (efeito Poole-Frenkel), sob a ação do campo elétrico, poderá quebrar ligações químicas por colisão ionizante. Quando isto ocorre, dois elétrons estão livres para continuar a cadeia de colisões ionizantes, promovendo a chamada avalanche. Um avalanche deve conter por volta de  $10^{12}$  elétrons, o que corresponde a 40 ionizações por colisão, por cada elétron inicial [20] [21].

#### **2.4.1.2. Processo de ruptura térmico**

Sempre que o material dielétrico possuir condutividade suficiente para que haja aquecimento considerável por efeito Joule, pode haver a possibilidade de ruptura térmica, que ocorre quando o aquecimento produzido leva à instabilidade térmica do material. Uma vez que o aumento da temperatura leva ao aumento da condutividade elétrica do dielétrico, o que aumenta o aquecimento por efeito Joule, e assim sucessivamente. Eventualmente, o aumento drástico da temperatura pode levar à falha do material, por fusão, formação de trincas ou degradação. Em campos alternados, poderá ocorrer aquecimento adicional devido a processos de relaxação existentes. A possibilidade ou não de ocorrer a ruptura térmica dependerá fortemente da taxa com que o calor é transferido para o ambiente. Desta forma, a falha por processo de ruptura térmico é mais provável de ocorrer em componentes sujeitos a ambientes de alta temperatura e componentes sujeitos a campos alternados de alta frequência [20] [21].

### 2.4.1.3. Processo de ruptura eletromecânico

Eletrodos fixados sob as superfícies do corpo de prova durante do ensaio de rigidez dielétrica irão exercer forças compressivas sob o espécime devido a atração Coulombiana dos eletrodos quando a voltagem é aplicada [20] [21]. Se esta força for suficiente para causar deformação considerável, a rigidez dielétrica será reduzida. Segundo esta teoria, a maior rigidez dielétrica aparente ( $E_a$ ) que pode ser alcançada é dada pela equação 6.

$$E_a = 0.6\left(\frac{Y}{\epsilon_0 \epsilon'}\right)^{1/2} \quad (6)$$

Onde  $Y$  é o módulo de elasticidade do material,  $\epsilon_0$  a constante dielétrica e  $\epsilon'$  a permissividade relativa no vácuo.

Muitos materiais borrachosos de baixa rigidez dielétrica possuem comportamento que é bem descrito pela equação 6, ou seja, falham pelo mecanismo eletromecânico. A maioria dos plásticos, sob altas temperaturas, também falham por mecanismo eletromecânico [21].

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1. Materiais**

A principal resina epóxi utilizada no presente trabalho foi a Araldite GY 260 (Diglicidil Éter de Bisfenol-a), da fabricante Hunstman O endurecedor utilizado foi o Aradur XB 3473 (amina especial), da mesma fabricante. Como cargas, foram utilizadas nanopartículas de alumina de duas fabricantes diferentes: alumina pirogênica SpectrAl 81, da fabricante Cabot, e alumina da fabricante Sigma-Aldrich. Segundo a primeira fabricante, tais partículas de alumina são sub-micrométricas, e, segundo a fabricante Sigma-Aldrich, as nanopartículas possuem tamanho primário de 13 nm (menor tamanho de partícula encontrada por microscopia eletrônica de transmissão). Além disso, o sistema epóxi Araldite CW 229 com o endurecedor Aradur HW 229-1 também foi utilizado. Este tipo de sistema epóxi já é amplamente utilizado pela indústria como isolante elétrico, e possui cargas micrométricas minerais em proporção de aproximadamente 50% em peso.

Quatro variações do material foram processadas e analisadas. A primeira delas foi a resina epóxi ausente de carga. A seguir, os dois tipos de nanocompósitos foram produzidos, com nanopartículas de alumina de tamanhos diferentes. Nos dois nanocompósitos, a proporção de carga foi mantida em 5% em peso de alumina. Por fim, foi testada a resina epóxi comercial para isolamento. Na tabela 3 abaixo, estão apresentados os materiais que foram testados e suas nomenclaturas utilizadas.

**Tabela 3 - Materiais utilizados**

Quantidade de CPs	Material utilizado	Nomenclatura
3	Araldite GY 260/Aradur XB 3473	Epóxi puro
3	Araldite CW 229/Aradur HW 229-1	Epóxi isolante comercial
3	Araldite GY 260/Aradur XB 3473 + Alumina SpectrAl® 81, fabricante Cabot. (5% em peso)	Nanocompósito 1
3	Araldite GY 260/Aradur XB 3473 + Alumina Sigma-Aldrich (5% em peso)	Nanocompósito 2

Estudos como os de Tanaka *et al* [2] e Cao *et al* [3] mostram que a fração mássica de carga adicionada nos nanocompósitos é mais eficiente na melhoria das propriedades se utilizada na faixa de 1 – 10% em peso. Já estudos como os de Sarathi *et al* [22] e Mohanty *et al* [23] mostram que, utilizando matriz de resina epóxi, a adição de até 5% em peso de nanopartículas leva a melhorias nas propriedades elétricas, e, acima desta concentração, as propriedades começam a cair. Desta forma, foi adotado no presente trabalho, a escolha da concentração de 5% em peso de nanopartículas em ambos os nanocompósitos.

## **3.2. Métodos de preparação dos corpos de prova**

### **3.2.1. Resina epóxi pura**

Para a produção dos corpos de prova (CP's) do epóxi puro, as quantidades requeridas de resina e endurecedor foram pesadas com uma balança analítica, respeitando a proporção indicada pelo fabricante (100:23). Os componentes foram colocados em bécheres diferentes e levados para a etapa de secagem, feito em uma estufa à vácuo durante 24 horas, com pressão de 80 mbar e temperatura de 60 °C. A seguir, a mistura dos componentes foi realizada por agitação mecânica durante 10 minutos. Após a mistura dos componentes, o material foi vazado para os moldes de aço inoxidável, que haviam sido previamente preparado para receber a resina epóxi. A preparação do molde de aço consiste na limpeza do molde para retirada de qualquer contaminação, seguida da aplicação dos agentes desmoldantes. Após várias tentativas, o melhor agente desmoldante encontrado foi a combinação: aplicação de uma fina camada de silicone RTV (*Room-Temperature-Vulcanizing*) no fundo do molde, somado à aplicação de uma fina camada de vaselina sólida nas paredes do molde. A aderência da resina nas paredes do molde é extremamente destrutiva para o corpo de prova futuro. A principal consequência observada durante a preparação dos corpos de prova foi o trincamento do CP durante o resfriamento após a cura. Tal fato ocorria pela diferença de expansão térmica entre o polímero e o molde metálico, o que levava a fratura do CP. A presença do agente desmoldante permite que a resina não adira ao molde, permitindo sua contração e expansão durante os ciclos térmicos.

O material foi então levado novamente à estufa a vácuo, com pressão de 80 mbar e 60 °C, durante 10 minutos. Esta etapa tem a função de retirar as bolhas de ar que entraram no material durante a mistura. Por fim, o material é submetido a um ciclo térmico de 2 horas sob 120 °C, seguido de 2 horas sob 140° e 2 horas sob 180 °C. O



resfriamento antes da retirada do CP foi feito por aproximadamente 12 horas dentro do forno.

A preparação dos CPs do epóxi puro e de todos os demais CPs foi realizada no Laboratório de Polímeros e no Laboratório de Análises Químicas, do CEPTEL.

### **3.2.2. Nanocompósitos**

Para a produção dos nanocompósitos, a quantidade requerida de nanopartículas foi separada em um bécher de vidro e levada à estufa sob 120 °C por 12 horas, para a retirada da umidade. A resina também foi separada em sua quantidade requerida e levada à estufa sob 40 °C e pressão de 80 mbar, para retirada da umidade absorvida pela resina. Para produção de um corpo de prova, são necessários 30 g de resina e 1,57 g de nanopartículas, para obtenção da fração mássica de 5%. A seguir, as nanopartículas foram retiradas da estufa e levadas ao dessecador, sob temperatura ambiente, para resfriamento. A seguir, foi adicionado à carga 100 ml de acetona P.A. O sistema foi levado ao sonicador (Processador Ultrassônico modelo 750W, Thomas Scientific) com a ponteira inserida na suspensão, e sonicada durante 30 minutos, com banho de resfriamento de 5 °C, para evitar a evaporação do solvente, e funcionando com 30% da potência máxima e ciclo *on-off* de 10-10 s. A seguir, a suspensão é adicionada ao bécher contendo a resina. O sistema é novamente levado a sonicação durante 30 minutos. A figura 8 mostra o processo de sonicação com ponteira.



Figura 8 - Processo de sonicação

Na próxima etapa, o sistema é levado ao agitador magnético, com agitação moderada e temperatura de 120 °C, durante aproximadamente 5 horas. Esta etapa é importante para a retirada da acetona da mistura. Porém, percebeu-se que somente essa abordagem não foi suficiente para a retirada da acetona, que continuava retida na mistura. Desta forma, uma segunda etapa de secagem foi realizada numa estufa à vácuo, durante 12 horas. Por fim, foi adicionada à mistura a quantidade requerida de endurecedor, respeitando a proporção de 23 partes de endurecedor para 100 de resina. A mistura das partes foi realizada com agitação manual, de forma branda, para evitar a entrada de bolhas de ar. Antes da mistura ser despejada nos moldes, é levada a estufa à vácuo por 5 minutos e submetida ao banho ultrassônico por 5 minutos, para a retirada de eventuais bolhas de ar. A mistura então é despejada nos moldes de aço inoxidável, previamente preparados. No preparo prévio dos moldes, é aplicada uma camada de silicone RTV no fundo do molde, e vaselina sólida nas paredes do molde, o que evita a adesão do polímero ao molde.

**Por fim, o processo de cura é realizado, em um ciclo térmico de 120 °C nas duas primeiras horas, seguido de 140 °C nas duas horas seguintes e 180 °C nas duas horas finais.**

### **Epóxi isolante comercial (Araldite CW 229)**

Para a produção dos corpos de prova da resina epóxi Araldite CW 229, as quantidades requeridas de resina e endurecedor foram separadas em bécheres diferentes, respeitando a proporção de 1:1 sugerida pelo fabricante, e levadas para a etapa de secagem, sob vácuo de 80 mbar, durante 24 horas. A seguir, os dois componentes foram aquecidos a 80 °C, até que a viscosidade da resina tivesse diminuído. Os componentes então foram misturados com um agitador magnético durante 10 minutos, mantendo a temperatura de 80 °C, em agitação branda, para minimizar a entrada de bolhas de ar. A mistura foi despejada em um molde pré-aquecido a 80 °C, contendo um agente desmoldante a base de óleo de silicone aplicado em sua superfície. Para esta resina, foi observado que o óleo de silicone funciona bem como desmoldante, evitando a adesão da resina ao molde. A seguir, o material foi levado para a etapa de cura, sob 100 °C durante 2 horas, seguido da etapa de pós-cura, sob 140 °C durante 2 horas.

### **3.3. Preparação dos corpos de prova para ensaio elétrico**

De acordo com os moldes utilizados, os corpos de prova produzidos possuem dimensões de 100 mm de largura e de comprimento, e 3 mm de espessura. Esta espessura se mostrou grande demais para que houvesse a perfuração dos materiais analisados no ensaio de rigidez dielétrica. Mesmo com a imersão em óleo isolante sob a qual o ensaio ocorreu, a descarga elétrica que ocorre em altas tensões se propagava pela superfície externa dos corpos de prova, não levando a perfuração do material. Desta forma, fez-se necessária a diminuição da espessura na região central dos corpos de prova. Para isto, foi

utilizada uma lixa rotatória com granulometria de 120, que desbastou a região central dos corpos de prova até atingir a espessura de aproximadamente 1 mm.

### 3.4. Medição da espessura no centro do corpo de prova

A determinação da espessura no centro do corpo de prova é importante para que seja possível o cálculo da rigidez dielétrica. Para tal, foi utilizado o micrômetro de peso morto, modelo 553 MM, da Testing Machines Inc., localizado no Laboratório de Propriedades Elétricas e Magnéticas do CEPEL.

Buscando determinar a espessura do ponto central do corpo de prova, uma esfera metálica de diâmetro conhecido foi calibrada no micrômetro como referência. A seguir, o corpo de prova foi posicionado no micrômetro com a esfera metálica em seu centro. A espessura do ponto central do CP, então, é calculada como a espessura medida pelo equipamento menos a espessura da esfera metálica. A figura 9 apresenta fotos da medição, contendo o CP e a esfera metálica localizada em seu centro.

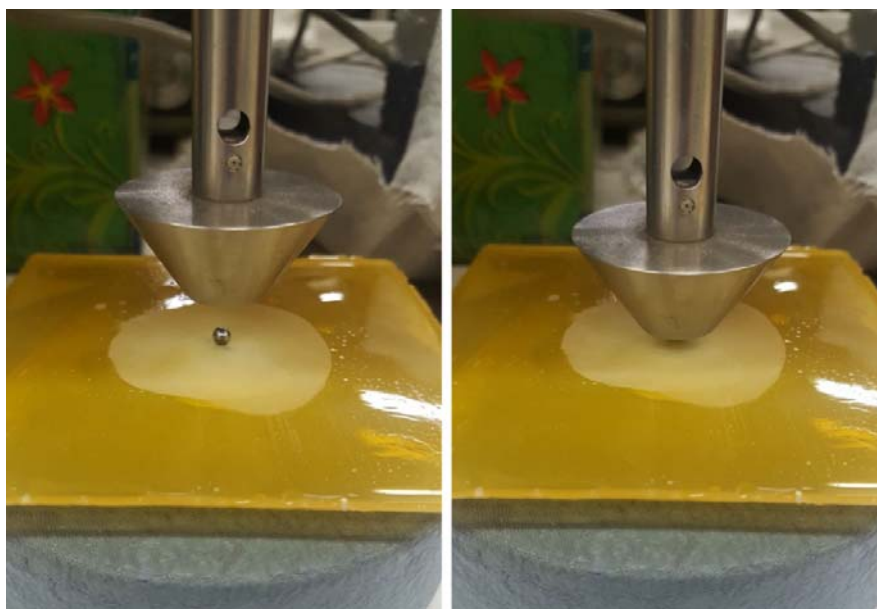


Figura 9 – Medição da espessura no centro do CP

### **3.5. Ensaio de rigidez dielétrica**

O ensaio para determinação da rigidez dielétrica dos materiais ocorreu no Laboratório de Propriedades Elétricas e Magnéticas do CEPTEL e foi realizado com base nas normas ASTM D149 – 09 (Dielectric Breakdown Voltage and Dielectric Strength of Solid Electrical Insulating Materials at Commercial Power Frequencies), ABNT NBR 5405 (Materiais isolantes sólidos – Determinação da rigidez dielétrica sob tensão em frequência industrial) e ABNT NBR 7559 (Ensaio de Rigidez Dielétrica de Papel Kraft para Transformadores).

No ensaio, o corpo de prova com área de 100 cm<sup>2</sup> e espessura na região central de aproximadamente 1 mm é posicionado perpendicularmente entre dois eletrodos esféricos com diâmetro de 10 mm. O conjunto é imerso num banho de óleo mineral isolante e os eletrodos são conectados à fonte de tensão. O esquema do ensaio realizado está ilustrado na figura 10. De acordo com as normas adotadas, diferentes configurações e formatos de eletrodos podem ser utilizados.

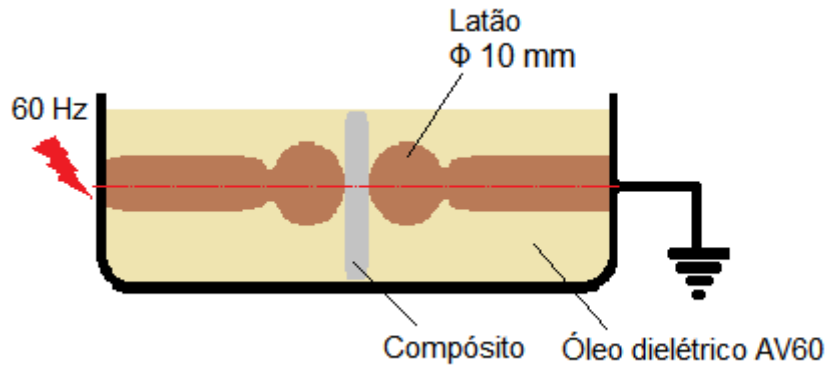


Figura 10 - Esquema do ensaio de rigidez dielétrica

Com o sistema devidamente posicionado, a fonte de tensão é ligada. A tensão é aumentada de forma contínua e gradual a partir de 0 Volts, até que haja a perfuração do corpo de prova, evidenciado por um abrupto arco elétrico, visível e audível. Neste momento, o ensaio é interrompido e a tensão sob a qual ocorreu o fenômeno é tida como tensão de ruptura dielétrica. É comum que haja uma segunda aplicação de tensão após a perfuração do corpo de prova, para confirmar a ruptura dielétrica do material. Caso a falha tenha realmente ocorrido, o arco elétrico ocorrerá para baixos níveis de tensão. A figura 11 contém fotos do ensaio sendo realizado.

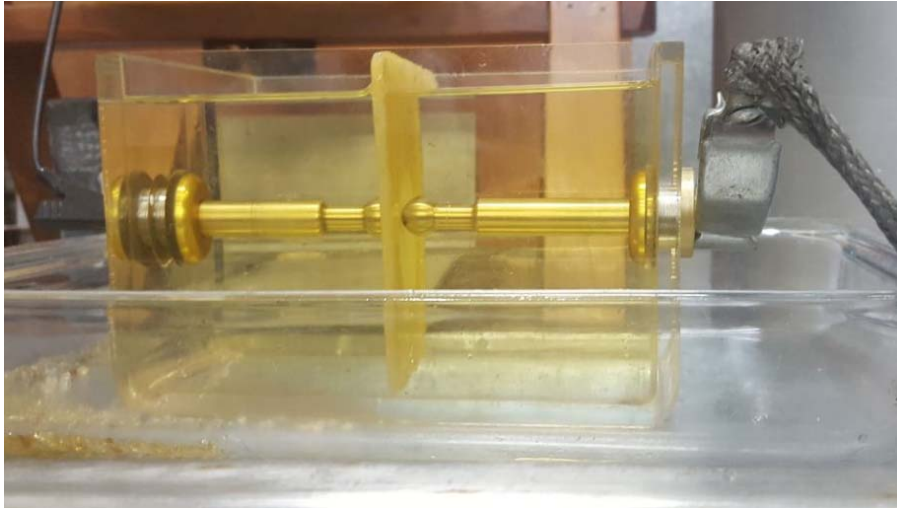


Figura 11 - Ensaio de rigidez dielétrica

Por fim, a rigidez dielétrica do material analisado é determinada dividindo a tensão de ruptura, encontrada anteriormente, pela espessura no ponto central do corpo de prova, obtendo-se o valor da rigidez dielétrica em kV/mm.

### **3.6. Análise Termogravimétrica**

Análise do comportamento térmico do compósitos produzidos foi realizada pelo analisador termogravimétrico modelo Q50 V 20.10, da TA Instruments, localizado no Laboratório de Multiusuário de Caracterização de Materiais, da COPPE. A temperatura foi variada entre 25 °C e 800 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min, e a análise foi realizada em atmosfera de Nitrogênio.

### **3.7. Difração de Raios X**

A análise de difração de raios X foi realizada nos dois tipos de alumina utilizados para a produção dos nanocompósitos, visando identificar as fases presentes em tais materiais, e também no compósito CW 229, visando identificar os minerais presentes

como carga. O equipamento utilizado foi um difratômetro Xpert Pro, da PANalytical, com fonte de radiação  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1,542 \text{ \AA}$ ), passo de  $2^\circ/\text{min}$ , localizado no CEPEL.

### **3.8. Determinação do tamanho das partículas**

A determinação do tamanho das partículas nanométricas utilizadas é de extrema importância para entender os resultados elétricos obtidos no trabalho. Desta forma, duas técnicas de caracterização foram utilizadas para tentar encontrar a dispersão das duas cargas utilizadas (Alumina pirogênica SpectraAl 81, da Cabot, e Alumina nanométrica da Sigma-Aldrich) e comparar com os dados fornecidos pelo fabricante.

#### **3.8.1. Espalhamento de luz dinâmico (DLS)**

A técnica de espalhamento de luz dinâmico foi utilizada visando encontrar a faixa de tamanhos de partículas de cada tipo de Alumina utilizada. A maior dificuldade encontrada com esta análise é que o diâmetro hidrodinâmico medido pelo equipamento pode ser o tamanho dos aglomerados, e não da partícula primária. Desta forma, é necessário que uma dispersão quase ideal das partículas seja alcançada. Além disso, é importante saber interpretar os dados obtidos para discernir se os resultados são condizentes ou não com o esperado.

O equipamento utilizado para a análise foi o Zetasizer ZS, da Malvern, localizado no Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais, do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, da COPPE. Para a análise, as amostras foram diluídas em água destilada, com adição de um agente dispersante (detergente) e ajuste do pH para alcalino. É conhecido, por análises prévias, que tais condições são relativamente eficazes para obtenção da dispersão das partículas.



### **3.8.2. Microscopia Eletrônica de Transmissão**

Visando confirmar os resultados obtidos pela análise no DLS, a microscopia eletrônica de transmissão das partículas foi realizada, o que torna possível a obtenção de imagens em escala nanométrica que revelam o real tamanho e morfologia das partículas.

O microscópio utilizado no presente trabalho foi do modelo Tecnai G2 20, da fabricante FEI, com filamento de Hexaboreto de Lantânio, e voltagem de aceleração de 200 kV. Este microscópio está localizado no Centro de Pesquisas de Energia Elétrica, CEPEL. Para a análise, uma pequena quantidade de material, aproximadamente 1 mg, foi suspensa em 30 mL de álcool etílico PA. A suspensão foi submetida a um banho ultrassônico por 10 minutos, para garantir a quebra dos aglomerados. Duas gotas da suspensão foram adicionadas à uma grade de cobre recobertas com um filme de carbono, ideal para análises no MET.

### **3.9. Análise da dispersão das nanopartículas na matriz**

#### **3.9.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

Com o intuito de observar como as nanopartículas estiveram dispersas dentro da matriz polimérica, o microscópio eletrônico de varredura foi o principal equipamento utilizado. O microscópio utilizado no presente trabalho é o modelo Vega 3, da Tescan, localizado no Núcleo de Microscopia Eletrônica, da COPPE. Para a análise, foi utilizado o detector de elétrons retroespalhados e feixe com energia de 15 keV. Além disso, foi utilizado o modo de baixo vácuo, permitindo que a análise fosse realizada sem a utilização de recobrimento condutor. Ainda que o MEV não tenha resolução para partículas nanométricas, pode ser útil na avaliação da formação de aglomerados.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Caracterização das nanopartículas

#### 4.1.1. Dynamic Light Scattering (DLS)

Os dois tipos de nanopartículas utilizadas foram analisadas pela técnica de Dynamic Light Scattering, com a intenção de determinar a distribuição de tamanhos de cada uma. Os resultados obtidos para a alumina da fabricante Cabot e da fabricante Sigma-Aldrich estão apresentados nas figuras 12 e 13, respectivamente.

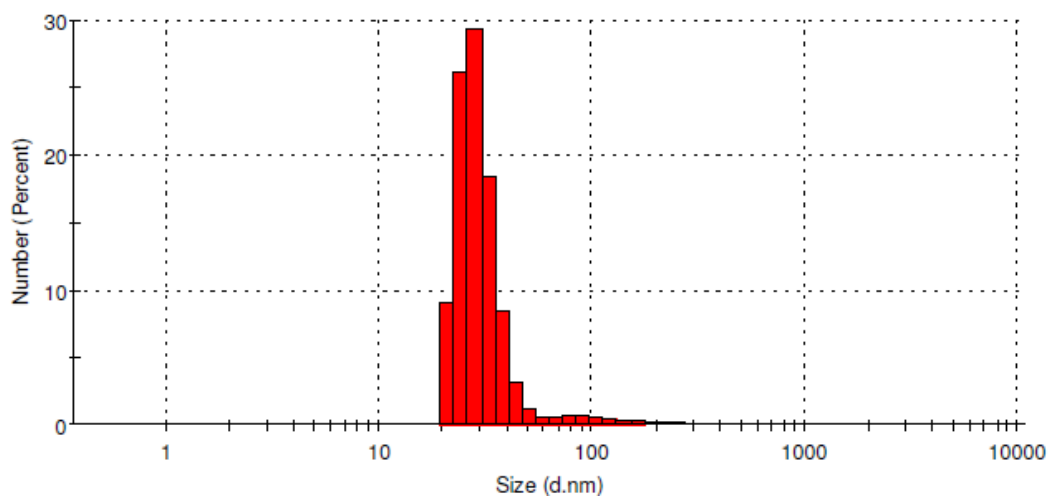


Figura 12 - Distribuição de tamanhos (alumina Cabot)

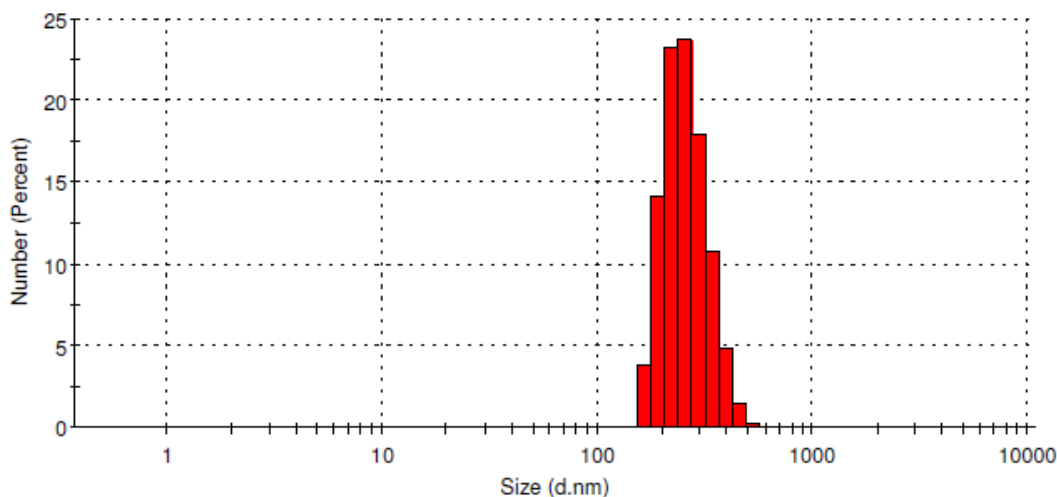


Figura 13 - Distribuição de tamanhos (alumina Sigma-Aldrich)

Os resultados obtidos mostram que a dispersão das partículas foi mais eficiente para a alumina da fabricante Cabot. Para esta, percebe-se que as partículas, ou aglomerados, possuem entre 20 e 50 nm. Não foram detectadas partículas menores que esta faixa, enquanto uma pequena quantidade de partículas, ou aglomerados, com mais de 50 nm, foram detectados. Segundo a fabricante Cabot, as partículas de alumina SpectraAl 81 possuem dimensões submicrométricas. Desta forma, os resultados obtidos para tal material são coerentes com o esperado.

No caso da alumina da fabricante Sigma-Aldrich, é informado que tais partículas possuem tamanho primário de 13 nm. Os resultados obtidos pelo DLS indicam uma faixa de tamanhos de 160 a 400 nm. Desta forma, pode-se concluir que a dispersão das partículas não foi alcançada neste caso, e os resultados são referentes aos aglomerados formados em meio aquoso.

Embora as condições de análise tenham sido idênticas para os dois tipos de partículas, o meio aquoso e o agente dispersante utilizado foram mais eficientes no primeiro caso, e não foram adequados para dispersar as partículas da Sigma-Aldrich.

Mesmo no caso da alumina Cabot, não é possível afirmar, através desta técnica, que os resultados são referentes exclusivamente às partículas primárias e não aos aglomerados.

#### **4.1.2. Microscopia Eletrônica de Transmissão**

A análise das nanopartículas por microscopia eletrônica de transmissão nos indicou a faixa de tamanhos de partículas de cada um dos tipos de alumina utilizados. Dez fotomicrografias de diferentes regiões foram obtidas para cada amostra, permitindo a visualização de uma grande quantidade de partículas e tornando possível a confirmação, ou não, dos resultados obtidos pelo DLS. As figuras 14 e 15 apresentam 4 micrografias obtidas para a alumina Cabot e para a alumina Sigma-Aldrich, respectivamente.

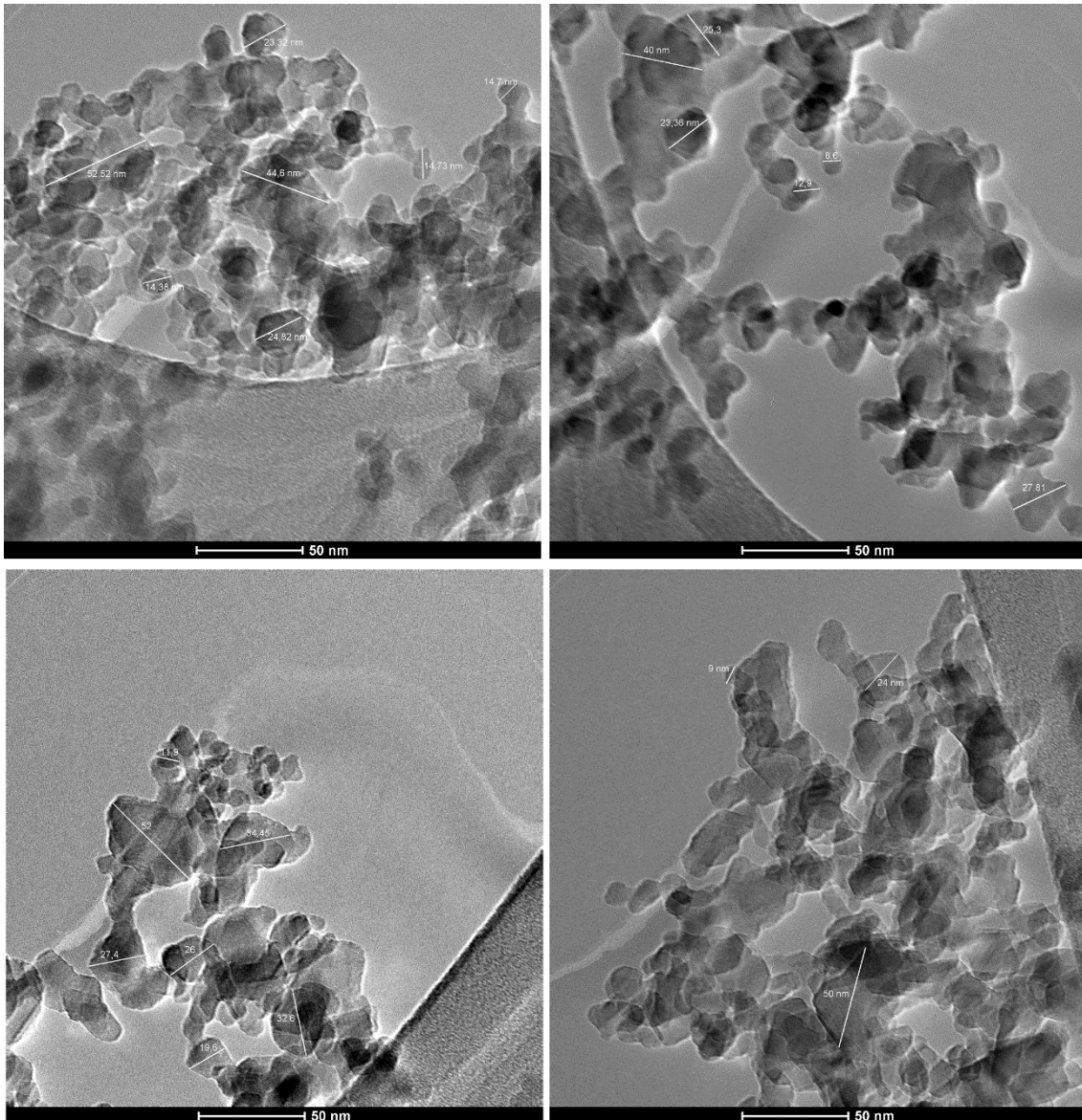


Figura 14 - Microscopia Eletrônica de Transmissão: Alumina Cabot

É possível observar pelas micrografias obtidas que a faixa de tamanhos de cada uma das nanopartículas utilizadas foi de 10 – 50 nm para a Alumina da fabricante Cabot e de 10 – 20 nm para a Alumina da fabricante Sigma-Aldrich. Além disso, percebe-se que a morfologia das partículas é mais esférica e homogênea para a segunda fabricante, justificando, junto com a menor granulométrica, seu preço mais elevado pelo processo de fabricação mais controlado.

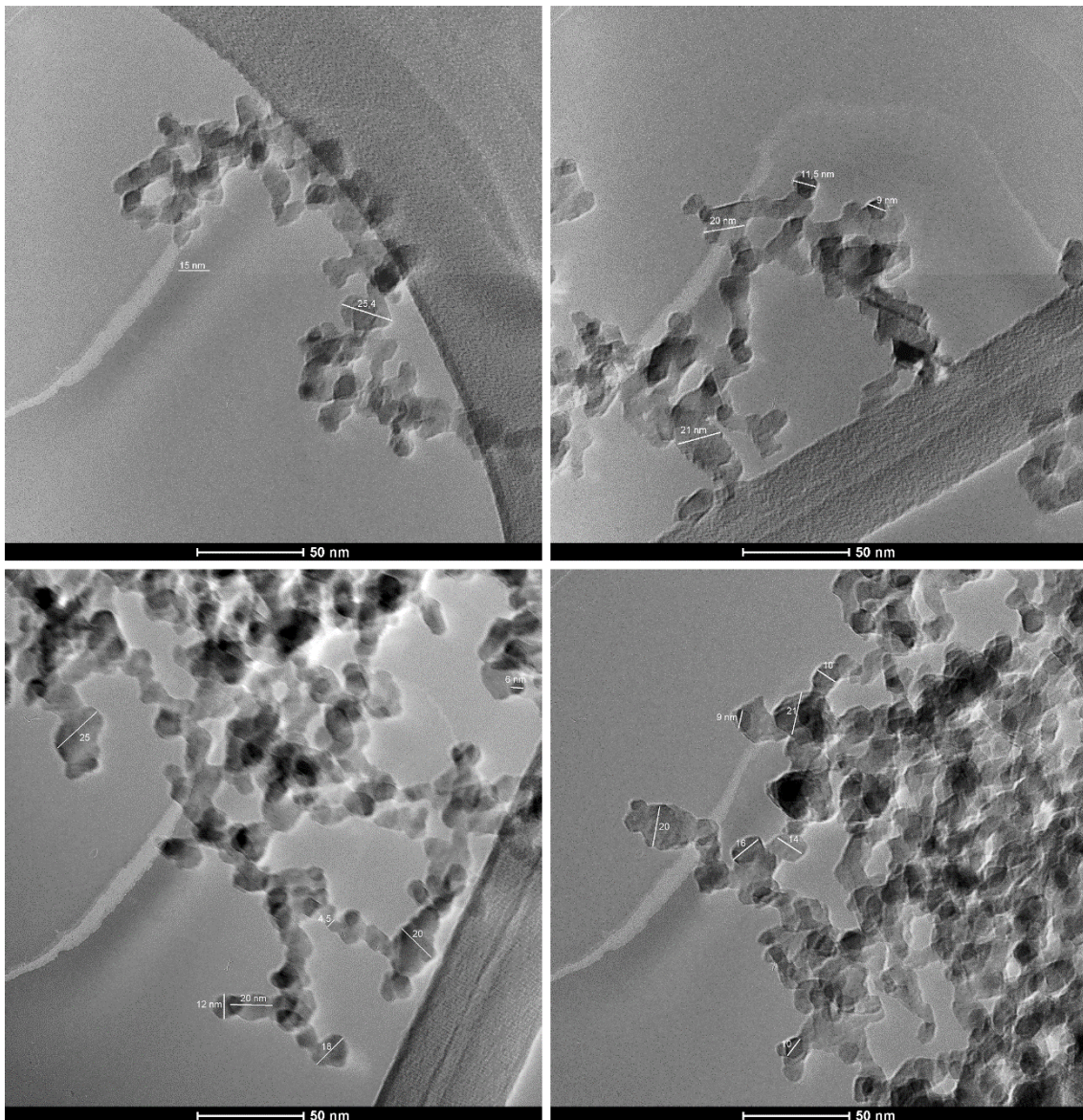


Figura 15 - Microscopia Eletrônica de Transmissão: Alumina Sigma-Aldrich

Desta forma, pode-se concluir que a análise por DLS foi condizente para a alumina Cabot, embora partículas menores que 20 nm não tenham sido detectadas, talvez por falta de resolução do equipamento. Já a análise por DLS para a alumina Sigma-Aldrich, como se suspeitava, não foi condizente com o tamanho real das nanopartículas, e sim com o tamanho dos aglomerados que não foram desfeitos.

### 4.1.3. Difração de Raios X (DRX)

A análise por difração de raios x foi realizada visando confirmar as fases da alumina presentes em ambos os materiais utilizados (Alumina Cabot e Alumina Sigma-Aldrich). Segundo as duas fabricantes, há a presença das fases Gama, Delta e Theta da alumina. O resultado da análise está apresentado no difratograma da figura 16.

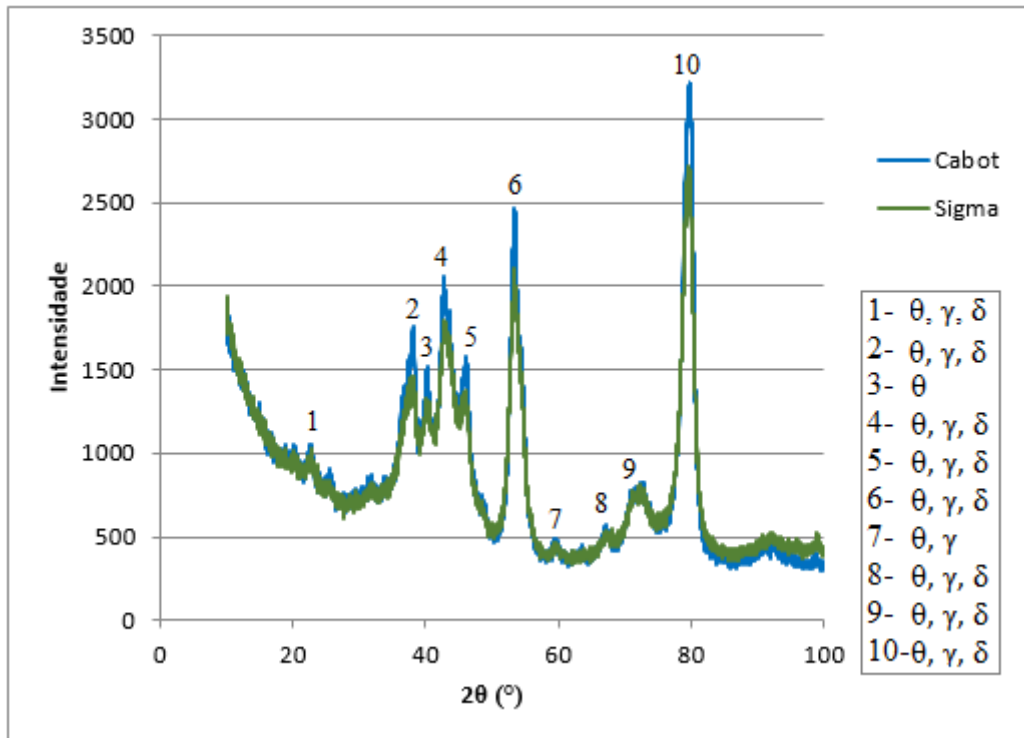


Figura 16 - Difratograma das aluminas utilizadas

Percebe-se que para as aluminas das duas fabricantes, as fases presentes são as mesmas. Segundo as fichas, elas são, de fato, referentes às fases Delta ( $\delta$ ), com estrutura tetragonal, Gama ( $\gamma$ ), com estrutura cúbica, e Theta ( $\theta$ ), com estrutura monoclinica.

## 4.2. Caracterização dos compósitos

### 4.2.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As análises por microscopia eletrônica de varredura do compósito convencional (Araldite CW 229) permitiram a observação das partículas micrométricas utilizadas. A amostra analisada foi um pedaço do corpo de prova produzido, onde foi observado sua seção transversal. A figura 17 apresenta uma micrografia da seção transversal da amostra vista com baixo aumento.

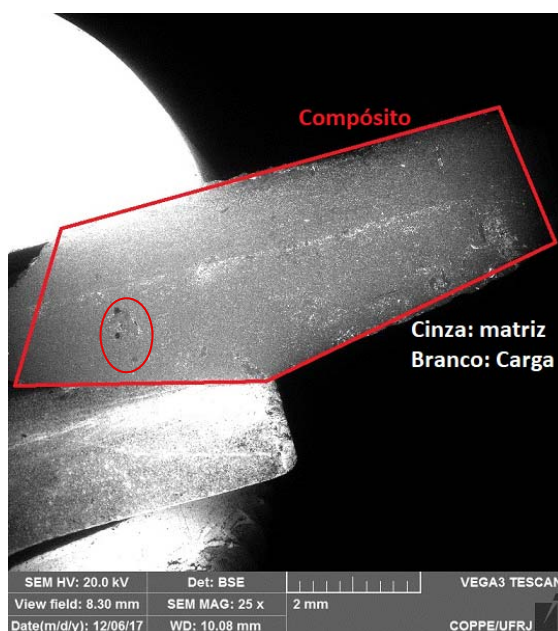


Figura 17 - Seção transversal com baixo aumento

Pelo que se pode perceber, a dispersão das partículas é uniforme por toda a espessura do material, com exceção de uma aglomeração em toda região central da espessura da amostra, evidenciado pela faixa mais clara na figura. Percebe-se também a presença de pequenas bolhas na espessura da amostra, destacadas pela elipse em vermelho. A figura 18 apresenta duas micrografias obtidas com aumento maior, tornando possível a observação das partículas na matriz.



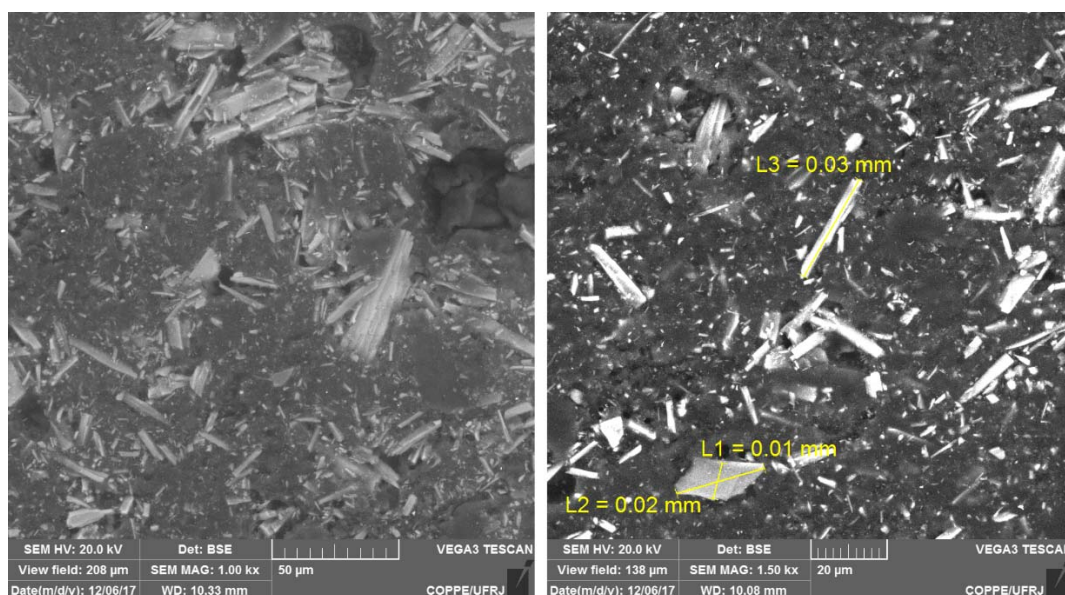


Figura 18 - Microscopia eletrônica de varredura do compósito CW 229

Percebe-se que as partículas possuem formato retangular e dimensões de dezenas a centenas de microns. A espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS), apresentado na figura 19, revelou que as partículas contêm os elementos Cálcio e Silício, além do Oxigênio.

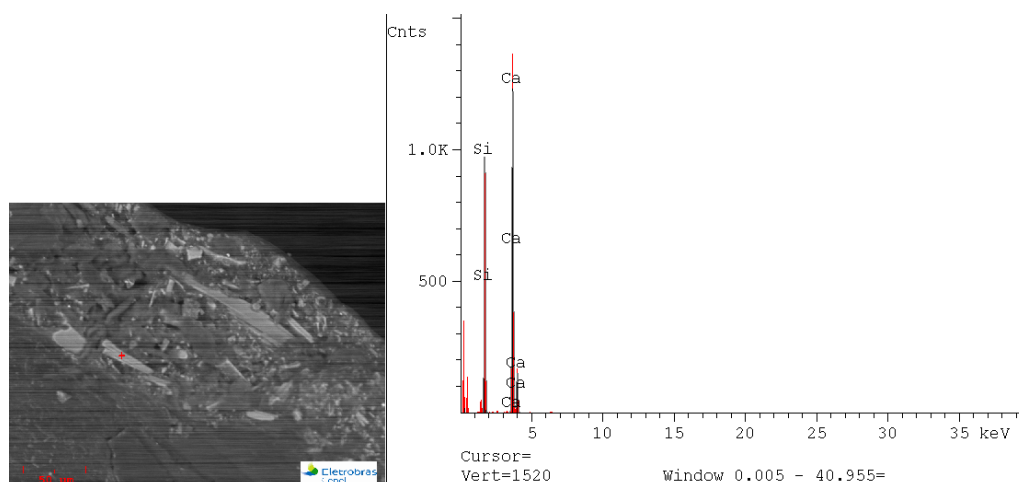


Figura 19 – EDS compósito CW 229

As análises microscópicas dos nanocompósitos permitiram a observação de como as nanopartículas se dispersaram na matriz polimérica. As micrografias, apresentadas na

figura 20, mostram que em ambos os nanocompósitos as partículas formaram pequenos aglomerados, que se encontram homogeneamente dispersos pela matriz polimérica.

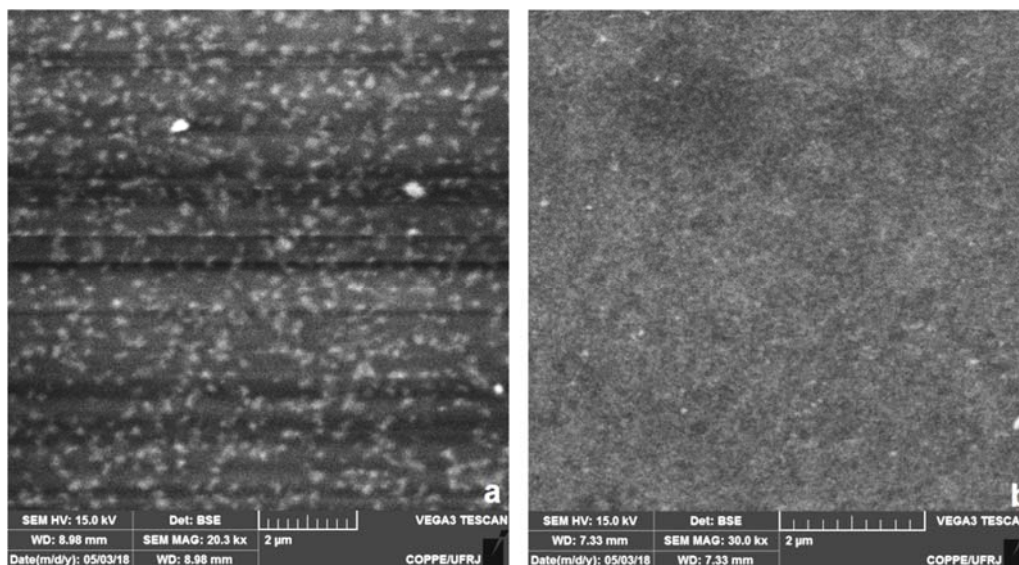


Figura 20 - Microscopia eletrônica de varredura dos compósitos contendo:  
alumina Cabot (a) e alumina Sigma-Aldrich (b)

No caso dos aglomerados observados na figura 20a, referente ao nanocompósito contendo alumina da fabricante Cabot, percebe-se que seus tamanhos são da ordem de 100 a 200 nm. Já os aglomerados formados pelas nanopartículas de alumina da fabricante Sigma-Aldrich, apresentados na figura 15b, são menores e não são totalmente resolvidos pelo microscópio. Percebe-se que a ordem dos aglomerados é de dezenas de nanômetros, o que indica que tais aglomerados são formados por algumas poucas partículas, ou que, em algumas regiões, as partículas podem estar separadas. Fica claro pelas micrografias que houve uma maior dispersão e conseqüentemente criação de mais interfaces entre matriz/partícula no caso do nanocompósito contendo alumina da Sigma-Aldrich e que o processamento e a forma como foi feita a dispersão também foi mais eficiente neste caso.

#### 4.2.2. Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica foi realizada com o intuito de analisar o comportamento térmico dos materiais, onde os resultados estão apresentados na figura 21.

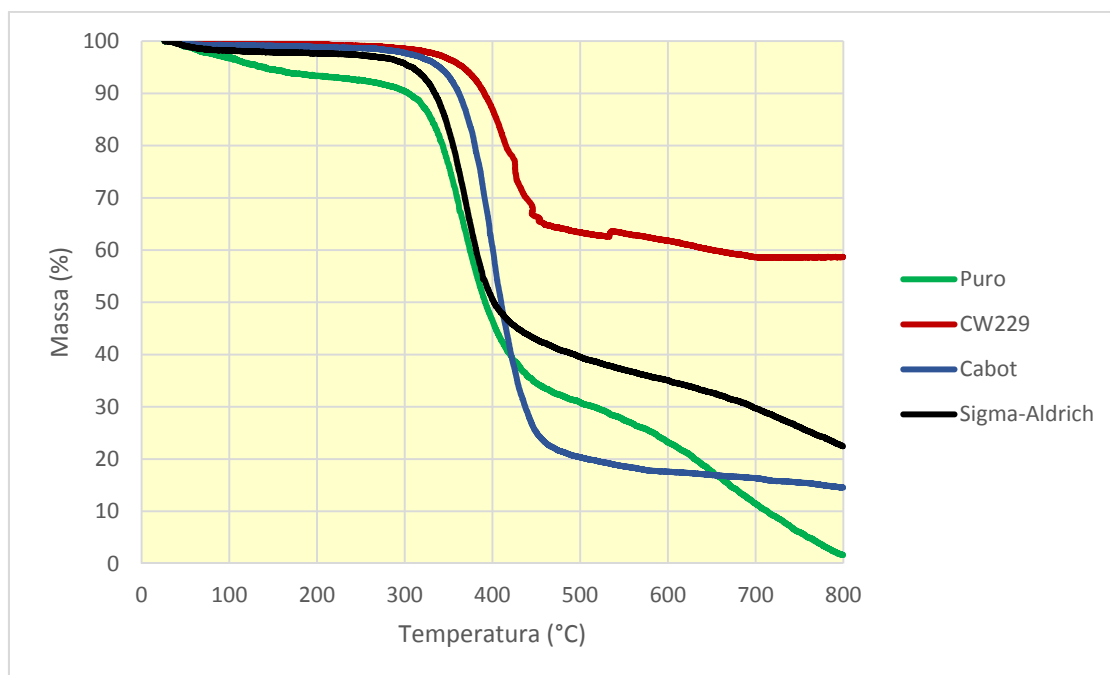


Figura 21 - Resultados da análise termogravimétrica da resina pura e compósitos

Pode-se perceber pelos resultados que a adição de carga mineral, tanto na forma de micropartículas quanto de nanopartículas, retardou os processos de degradação do polímero, ilustrado pelo deslocamento das curvas para a direita. Tais resultados também foram encontrados em estudos como de Sarathi *et al* e Mohanty *et al*, onde nanopartículas de alumina e de argila também foram adicionadas à resina epóxi [22] [23].

Percebe-se, na resina epóxi pura, um processo de degradação a 100 °C, relacionado a perda de água. Tal processo de degradação não é notado nos compósitos, indicando que a absorção de água em tais materiais foi consideravelmente reduzido.

Como também foi observado pelos estudos [22] e [23], a adição de carga mineral impede a decomposição total do polímero em temperaturas elevadas, o que leva a presença de uma grande quantidade de massa (acima de 20%), mesmo a temperatura de 800 °C. Desta forma, percebe-se para o compósito CW 229 que a massa restante foi de aproximadamente 60%, enquanto os nanocompósitos contendo alumina Sigma-Aldrich e Cabot, a massa restante foi de 22,5 e 14,5%, respectivamente. A diferença na quantidade de massa restante nos nanocompósitos é referente, provavelmente, a diferença na taxa de degradação do polímero gerada pela adição das cargas e das diferentes dispersões obtidas. Percebe-se que a degradação do compósito Cabot ocorre em uma principal etapa, entre 310 °C e 450 °C, e, após esta degradação, a maior parte do polímero já havia degradado. Já no compósito contendo alumina Sigma-Aldrich, o principal processo de degradação ocorre entre 300 °C e 400 °C, o que indica que a utilização da alumina Cabot retardou o principal processo de degradação do polímero. Porém, no caso do compósito Sigma-Aldrich, após o processo de degradação principal, 40% da massa ainda é mantida. Após 400 °C, outro processo de degradação, mais lento, se inicia, fazendo com que, a 800 °C, mais de 20% de massa ainda reste.

Nos estudos de Mohanty *et al*, os nanocompósitos epóxi/alumina, com variação na fração mássica de carga, também apresentarem degradação em apenas uma etapa, enquanto nos estudos de Savathi *et al*, os nanocompósitos epóxi/argila apresentaram degradação em duas etapas, como também encontrado no compósito contendo alumina Sigma-Aldrich.

As diferenças encontradas no comportamento térmico dos nanocompósitos estudados se deve, provavelmente, a maior quantidade de interfaces geradas no caso do nanocompósito contendo alumina Sigma-Aldrich. Sabe-se que, nas regiões interfaciais entre a matriz e a carga, mudanças estruturais no polímero agem alterando suas

propriedades locais. Desta forma, a obtenção de uma melhor dispersão e consequente formação de aglomerados menores e em maior quantidade, foi responsável por alterar consideravelmente o comportamento térmico dos materiais.

#### 4.2.3. Difração de Raios X (DRX) do compósito CW 229

Buscando determinar os minerais presentes no compósito com partículas micrométricas CW 299, a análise por difração de raios x foi realizada. O resultado do DRX está apresentado na figura 22.

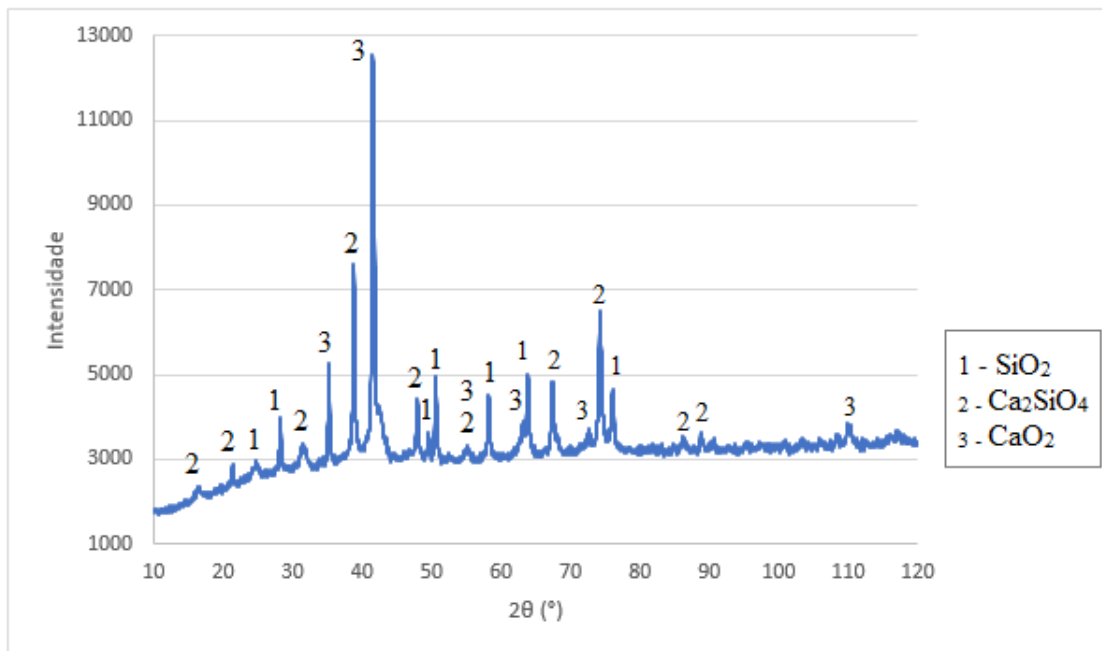


Figura 22 - Difratograma Compósito CW229

Pela análise do difratograma, pôde se concluir que as partículas minerais presentes no compósito são de Óxido de Silício ( $\text{SiO}_2$  – estrutura hexagonal). Silicato de Cálcio ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$  – estrutura ortorrômbica) e Óxido de Cálcio ( $\text{CaO}_2$  – estrutura tetragonal). As

informações foram retiradas das fichas PDF com códigos: 00-014-0260, 00-020-0237 e 00-003-0865, respectivamente.

### 4.3. Ensaio de Rigidez Dielétrica

Os resultados de rigidez dielétrica obtidos pelos ensaios elétricos estão apresentados na tabela 4.

Tabela 4 - Resultados dos ensaios de rigidez dielétrica

<b>CW 229</b>			
	Tensão (kV)	Espessura (mm)	Rigidez Dielétrica (kV/mm)
CP1	24	0,85	28,24
CP2	26	0,96	27,08
CP3	27	0,88	30,68
Média			28,67
DP			1,838
<b>GY 260 puro</b>			
CP1	33	0,79	41,77
CP2	33	0,72	45,83
CP3	30	0,7	42,86
Média			43,49
DP			2,8717
<b>GY 260 + Alumina Cabot</b>			
CP1	37	0,8	46,25
CP2	30	0,66	45,45
CP3	30	0,68	44,12
Média			45,27
DP			1,078
<b>GY 260 + Alumina Sigma</b>			
CP1	32	0,64	50
CP2	34	0,69	49,28
CP3	34	0,64	53,13
Média			50,80
DP			2,046

Para a melhor visualização dos resultados, a figura 23 apresenta a média dos resultados de rigidez dielétrica em forma de gráfico de barras.

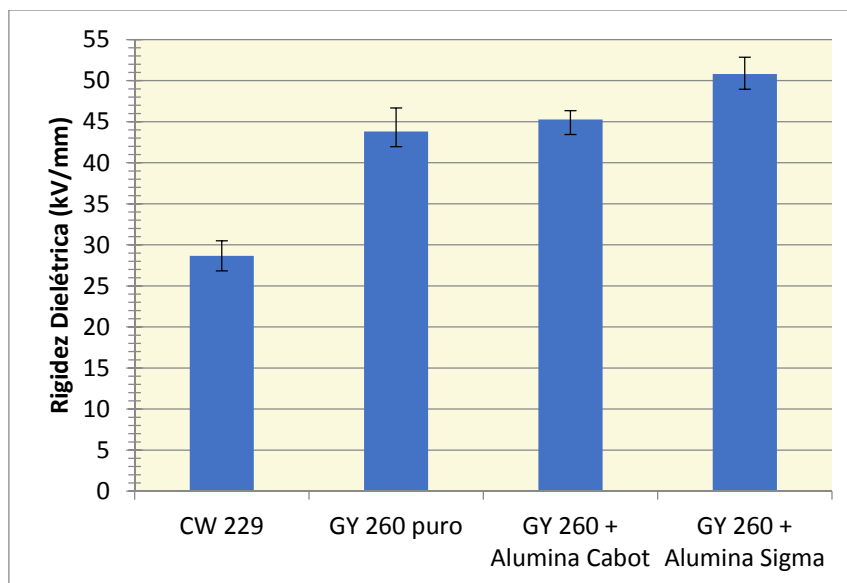


Figura 23 - Resultados de rigidez dielétrica

Percebe-se que a rigidez dielétrica mais baixa encontrada foi a do compósito com partículas micrométricas (28,7 kV/mm), enquanto o valor mais alto foi o do nanocompósito contendo a Alumina da fabricante Sigma-Aldrich (50,8 kV/mm), apresentando um aumento de 16% na rigidez dielétrica em comparação com o polímero puro (43,8 kV/mm).

Foi observado por Mohanty *et al* que a adição de nanopartículas de alumina em resina epóxi, com até 5% em peso de carga, gerou um aumento de 21 kV na tensão de ruptura dielétrica do material, sendo verificado um tensão de 11 kV no caso do polímero puro, e uma tensão de 32 kV no nanocompósito com 5% de alumina. Já nos estudos de Sarathi *et al* os nanocompósitos de epóxi/argila apresentaram um ganho de aproximadamente 10 kV na tensão de ruptura com a adição de 5% de carga. Em ambos os estudos, o aumento da quantidade de carga para concentrações de até 10% em peso levou a diminuição das propriedades alcançadas. É importante ressaltar que os valores de tensão de ruptura dielétrica e, conseqüentemente, os de rigidez dielétrica, são altamente

influenciados pela espessura do corpo de prova, dos eletrodos utilizados e das condições de ensaio. Desta forma, a comparação entre tensão de ruptura dielétrica dos materiais analisados, como no caso dos trabalhos citados, só é possível quando uma mesma espessura para todos os corpos de prova é alcançada, bem como mesmos eletrodos e mesmas condições de ensaio

Cao *et al* apresenta um estudo onde a adição de nanopartículas de alumina em matriz de poliamida, com fração de 5% em peso, gera um ganho de 16% na rigidez dielétrica do material, mesmo resultado encontrado para a adição de 5% em peso de nanopartículas de sílica na matriz de poliamida, do mesmo estudo.

No presente trabalho, o compósito tradicional apresentou rigidez dielétrica 34,5% mais baixa que a resina ausente de carga. Tal fato pode ser explicado por conta da presença de bolhas que se formaram nos corpos de prova do compósito. A presença de uma grande quantidade de carga mineral aumenta drasticamente a viscosidade do material, reduzindo sua processabilidade e tornando difícil a obtenção de um corpo de prova livre de bolhas. A presença de bolhas no corpo de prova age como defeitos na espessura da amostra que atuam diminuindo a tensão necessária para que ocorra a ruptura dielétrica.

Pelos resultados obtidos, percebe-se que a melhor dispersão alcançada no nanocompósito contendo alumina da Sigma-Aldrich de fato foi mais eficiente no aumento das propriedades elétricas do material. Com esta, houve um aumento de 16% na rigidez dielétrica da resina epóxi, mesmo resultado encontrado por Cao *at al*. Já com a utilização da alumina Cabot, a rigidez dielétrica da resina permaneceu estatisticamente igual à resina pura, indicando que as interfaces geradas neste material não foram tão eficientes na variação da propriedade elétrica.



Como sugerido por Sarathi *et al*, a melhoria das propriedades elétricas nos nanocompósitos está relacionado à alteração das propriedades do polímero nas regiões interfaciais entre matriz e carga. Uma explicação possível é que as regiões interfaciais, junto com as próprias nanopartículas, agem como sítios que impedem ou retardam a formação da avalanche de elétrons responsável pela ruptura dielétrica.

## 5. CONCLUSÕES

A partir dos resultados apresentados, é possível verificar que a rigidez dielétrica de nanocompósitos de epóxi/alumina é fortemente influenciada por parâmetros como: tamanho médio de partículas, distribuição do tamanho de partículas, forma das partículas e dispersão das partículas dentro da matriz. Utilizando nanopartículas de alumina na matriz de resina epóxi, foi observado que os nanocompósitos contendo as partículas com faixa de tamanhos mais estreita (10 – 20 nm) e melhor dispersas na matriz alcançaram um aumento significativo na rigidez dielétrica do material, comparado à resina pura, enquanto o nanocompósito contendo partículas com faixa de tamanho maior (10 – 50 nm) não alcançou melhorias significativas no valor de rigidez dielétrica, tendo apresentado mais aglomeração das nanopartículas. Ou seja, observou-se o aumento da rigidez dielétrica com a melhoria da dispersão das nanopartículas.

Além disso, percebe-se que a presença de bolhas nos materiais influencia fortemente nos seus valores de rigidez dielétrica, o que demonstra a necessidade do cuidado e do aprimoramento do processamento dos materiais que serão utilizados com fins de isolamento elétrico. Tal conclusão é demonstrada pelos resultados de rigidez dielétrica do compósito que contém micropartículas minerais. Devido à grande fração de cargas minerais neste compósito, seria de se esperar que a rigidez dielétrica fosse maior que a resina pura. Entretanto, a diminuição da processabilidade deste material levou a formação de bolhas que diminuiu drasticamente sua rigidez dielétrica, desqualificando a comparação de seus resultados com os demais materiais analisados.

## 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Tendo em vista as dificuldades encontradas na caracterização de nanopartículas dispersas em matriz poliméricas, sugere-se como trabalhos futuros, visando o desenvolvimento das formas de processamento dos nanocompósitos e melhor entendimento de suas propriedades:

- i. Caracterização por microscopia eletrônica de transmissão (MET) e outras formas de caracterização dos nanocompósitos, permitindo a melhor observação da dispersão das partículas;
- ii. Utilização de concentrações de cargas diferentes, tornando possível a verificação de como as frações mássicas de carga influenciam nos resultados de rigidez dielétrica;
- iii. Verificar o comportamento de outras propriedades dielétricas como permissividade e fatores de perda em função do tamanho das cargas;
- iv. Analisar a utilização da funcionalização das partículas como forma de aumentar a compatibilidade entre a matriz e a carga, levando ao estudo de como a interação nas interfaces altera as propriedades dielétricas destes nanocompósitos.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- [1] LOOMS, J. S. T., 2006, **Insulators for High Voltages, IET Power and Energy Series, Volume 7.**
- [2] TANAKA, T., IMAI, T., 2013, **Advances in Nanodielectric Materials Over the Past 50 Years, IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 29, No 1.**
- [3] CAO., Y., IRWIN, P.C., YOUNSI, K., 2004, **The Future on Nanodielectrics in the Electric Power Industry, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 11, No 5.**
- [4] ATKINS, P., JONES, L., 2012, **Princípios de Química, Bookman, 5 ed.**
- [5] ELETROBRAS-CEPEL, 2006, **CURSO SOBRE ISOLADORES PARA LINHAS DE TRANSMISSÃO, CIGRÉ-BRASIL.**
- [6] KINDERSBERGER, J., SCHÜTZ, A., KÄRNER, H.C., HUIR, R.V.D., 1996, **Service performance, material design and applications of composite insulators with silicone rubber housings, In: CIGRÉ Session, SC 33-303. Paris.**
- [7] SILVA, P.P.J.C.G.P.O., 2009, **Inspeção da degradação nos isoladores de compósito de linhas de transmissão através de ensaios não destrutivos, Tese de mestrado, Universidade Federal de Pernambuco.**
- [8] BERNLAND, K., 2005, **Hydrophobic epoxy resin for outdoor electrical insulation, Tese de Mestrado, Lulea University of Technology.**
- [9] KALTENBORN, U., MEIER, P., DIRIX, Y., 2002, **Loss and Recovery of Hydrophobicity of Novel Hydrophobic Epoxy Resins, Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena.**

- [10] ELLIS, B., 1993, **Chemistry and Technology of Epoxy Resins**, Springer – Science+Business Media, B.V.
- [11] CALLISTER JR., W.D., 2008, **CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS UMA INTRODUÇÃO**, 7 ed, LTC ed.
- [12] TANAKA, T., 2005, **Dielectric Nanocomposites with Insulating Properties**, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 12, No. 5.
- [13] VOLLATH, D., 2005, “**Nanoparticles – Nanocomposites – Nanomaterials. An introduction for beginners**”, Wiley-VCH.
- [14] YONG, V. H., 2005, **Nano-Particulate Dispersion and Reinforcement of Nanostructured Composite Materials**, Tese de Doutorado, Universidade da California.
- [15] BEAUVALET, M., S., 2010, **Desenvolvimento de processos para produção de nanocompósitos de polietileno de alta densidade via polimerização in situ**, Tese de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- [16] AKRAM M., CHOWDHURY A., CHAKRABARTI S., 2016, “**Removal of Rhodamine B Dye from Wastewater by Ultrasound-Assisted Fenton Process: A Comparison between Bath and Probe Type Sonicators**”, Environmental Science: An Indian, Volume 12.
- [17] **Materiais isolantes sólidos — Determinação da rigidez dielétrica sob tensão em frequência industrial ABNT NBR 5405.**
- [18] **Standard Test Method for Dielectric Breakdown Voltage and Dielectric Strength of Solid Electrical Insulating Materials at Commercial Power Frequencies ASTM D149 – 09, 2013.**

- [19] DAVARI, P., 2013, **High Frequency High Power Converters for Industrial Applications**, Tese de D.Sc., Queensland University of Technology.
- [20] CANEVAROLO JR., S.V., 2003, **Técnicas de Caracterização de Polímeros**, Artliber Editora.
- [21] BLYTHE, T., BLOOR, D., 2005, **Electrial Properties of Polymers**, Cambrige University Press, 2ed.
- [22] SARATHI, R., SAHU, R.K., RAJESHKUMAR, P., 2007, **Understanding the thermal, mechanical and electrical properties of epoxy nanocomposites**, *Materials Science & Engineering, A* 445 – 446, p. 567 – 578, Elsevier.
- [23] MOHANTY, A., SRIVASTAVA, V.K., 2013, **Dielectric breakdown performance of alumina/epoxy resin nanocomposites under high voltage application**, *Materials and Design* 47, p. 711 – 716, Elsevier.