

# ANÁLISE TÉRMICA APLICADA AO ESTUDO DE DEGRADAÇÃO DE ESMALTES ELETRO-ISOLANTES

José Ulisses Jansen (PG), Luci Diva Brocardo Machado (PQ)

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/ CNEN/ SP  
nana021295@uol.com.br; lmachado@net.ipen.br

Palavras-chave: Esmaltes eletro-isolantes, TGA, DSC

Esmaltes eletro-isolantes são compostos poliméricos usados no recobrimento de fios magnéticos destinados ao uso na indústria eletro-eletrônica em geral. São aplicados normalmente na forma líquida em soluções de cresol/fenol, em equipamentos especiais denominados esmaltaadoras. A evaporação do solvente e a cura dos filmes poliméricos ocorrem em estufas que podem atingir temperaturas de até 750°C. O produto final (fio magneto) se caracteriza por suas propriedades térmicas e mecânicas.

Neste trabalho, a Termogravimetria (TG) foi empregada na avaliação da resistência à degradação térmica dos compostos "in natura" em meio inerte e em atmosfera ambiente. As curvas TG possibilitam observar as etapas de perda de massa dos produtos testados que ocorrem por volatilização do solvente leve e evaporação do solvente pesado praticamente simultânea à emissão de subprodutos voláteis das reações de cura por policondensação; os patamares de estabilidade térmica e as reações de degradação com perda de massa do polímero. Observa-se que eventuais reações de reticulação ocorrem na mesma faixa da evaporação dos solventes pesados, não sendo possível separar esses efeitos pela análise das curvas TG. A mesma característica pode ser observada nas curvas DSC obtidas com as mesmas amostra. Nestas, as reações de polimerização são representadas por picos endotérmicos (e não exotérmicos, como era de se esperar) uma vez que o calor envolvido na volatilização simultânea de solvente e de subprodutos de reação é maior do que o calor gerado pela reação. Os resultados permitiram avaliar a resistência crescente à degradação térmica entre distintas classes químicas de compostos (Poluretanos, Poliésteres imídicos soldáveis e Poliésteres imídicos), assim como a perda de massa em função da atmosfera utilizada.

Por fim, a observação do comportamento do produto submetido a uma variação controlada de temperatura permitiu elucidar que o fenômeno de cura química durante o processo de esmaltação ocorre a temperaturas em muito inferiores às temperaturas de estufa empregadas nos respectivos processos industriais.

(São Marco Ind. e Com. Ltda.)

# DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY DETERMINATION OF THERMAL STABILITY AND HOMOGENEITY OF FLUORIDE GLASSES SYNTHESIZED BY SOL-GEL

R. Rolim (PG), P. Melnikov (PQ), A. Delben (PQ), J.R. Delben (PO)  
DFI/UFMS – Campo Grande, MS - e-mail: asdelben@yahoo.com

Keywords: DSC, glasses synthesized

The extended transmission window, low phonon energy and high rare earth solubility of heavy metal fluoride glasses makes them suitable for passive as well active optical systems such as fiber laser, optical amplifier and ultra-low loss optical fiber for telecommunications, planar waveguide and upconversion devices. Nonetheless conventional melt quench techniques limit producing glasses with required purity or specific geometry, for some of these applications. For oxide materials the sol-gel method provides a simple way to prepare glasses of high purity in various shapes (thin films and layers, and large monolithic devices); but for fluoride glasses this technique is not so well established. At present work fluorozirconate glasses  $ZBL_{Al}$  ( $47ZrF_4$ ,  $14BaF_2$ ,  $4LaF_3$ ,  $30LiF$  in mol %) were prepared by sol-gel, using primarily acetates as starting materials, instead of the usual alkoxides. The gel matrices contained the final glass desired cations, however associated to organic radical or oxygen, any which must be replaced by F. After drying at  $60^\circ C$  for 72h, hydrofluoric acid was added to these gels in order to fluorinate them. Melting occurred in a dry box at  $850^\circ C$  for 20 min under  $N_2$  atmosphere. Samples were poured in brass mould and quenched at  $260^\circ C$  for 30 min. A reference sample was melted at same conditions using commercial high purity fluorides as raw materials. Differential Scanning Calorimetry, DSC, provided a simple way to determine the thermal stability parameter,  $T_x - T_g$ , ( where  $T_x =$  crystallization onset and  $T_g =$  glass transition temperature) and homogeneity of the glasses. Fiber drawing process from preform requires high thermal stability parameter to avoid nucleation and crystallization that would increase optical losses. Light scattering due to refractive index variation should also be prevented. Refractive index depends on composition so glass homogeneity must be assured. The reference sample presented  $T_x - T_g = 72^\circ C$  and crystallization with peaks at  $340^\circ C$ , a dominant one at  $382^\circ C$  and the last at  $405^\circ C$ , and melting peaks of similar intensity at  $522^\circ C$  and  $542^\circ C$ . Fig. 1. The sample prepared by sol-gel has greater thermal stability,  $T_x - T_g = 86^\circ C$ , presented only one crystallization peak at  $380^\circ C$  and first melting peak seriously decreased, associated to higher homogeneity. DSC can be used as primary characterization of glass optical quality.

## PRODUÇÃO TÉCNICO CIENTÍFICA

DO IPEN  
DEVOLVER NO BALCÃO DE  
EMPRÉSTIMO

Fig. 1 DSC curves for ZBL<sub>Al</sub> glasses obtained from (a) commercial fluorides; (b) sol-gel matrix.



Financial Support:  
UFMS, CAPES, PADCT