



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**



TESE DE DOUTORADO

**REVESTIMENTO DE ISOLADORES ELÉTRICOS UTILIZANDO
BORRACHA DE SILICONE/ALUMINA TRIHIDRATADA/
NANOSÍLICA**

DANIELLA CIBELE BEZERRA

Orientadoras: Profa. Dra. EDCLEIDE MARIA ARAÚJO

Profa. Dra. ANA CRISTINA FIGUEIREDO DE MELO COSTA

CAMPINA GRANDE – PB

2014

Daniella Cibele Bezerra

**REVESTIMENTO DE ISOLADORES ELÉTRICOS UTILIZANDO
BORRACHA DE SILICONE/ALUMINA TRIHIDRATADA/
NANOSÍLICA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, como exigência parcial para obtenção do Título de Doutor em Ciências e Engenharia de Materiais

Orientadoras: Profa. Dra. EDCLEIDE MARIA ARAÚJO

Profa. Dra. ANA CRISTINA FIGUEIREDO DE MELO COSTA

CAMPINA GRANDE – PB

Novembro/2014

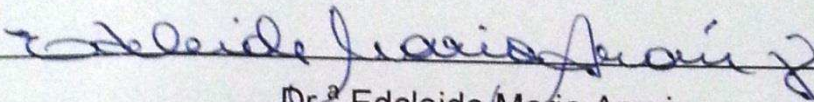
FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

B574r	Bezerra, Daniella Cibele.
	Revestimento de isoladores elétricos utilizando borracha de silicone/alumina thihidratada/nanosilica / Daniella Cibele Bezerra. – Campina Grande, 2014. 110 f.: il. color.
	Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2014.
	"Orientação: Prof. ^a Dr. ^a Edcleide Maria Araújo, Prof. ^a Dr. ^a Ana Cristina Figueiredo de Melo Costa".
	Referências.
	1. Isoladores Elétricos. 2. Revestimento. 3. Alumina Thihidratada (ATH). 4. Nanosilica (NS). 5. Borracha de Silicone. I. Araújo, Edcleide Maria. II. Costa, Ana Cristina Figueiredo de Melo. III. Título.
	CDU 621.315.6(043)

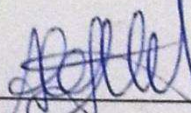
REVESTIMENTO DE ISOLADORES ELÉTRICOS UTILIZANDO BORRACHA DE
SILICONE/ALUMINA TRIHIDRATADA/NANOSÍLICA

DANIELLA CIBELE BEZERRA

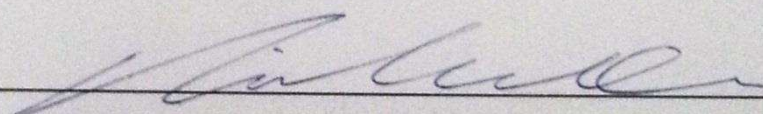
Tese Aprovada em 03/11/2014 pela banca examinadora constituída dos seguintes
membros:



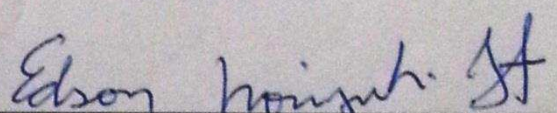
Dr.^a Edcleide Maria Araujo
Orientadora
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



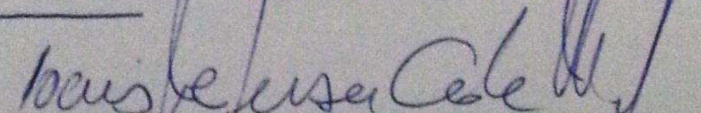
Dr.^a Ana Cristina Figueiredo de Melo Costa
Orientadora
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



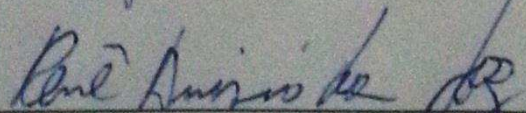
Dr. Tarso Vilela Ferreira
Examinador Externo
CEEI/UFCG



Dr. Edson Noriyuki Ito
Examinador Externo
DEMat/UFRN



Dr. Tomás Jeferson Alves de Melo
Examinador Interno
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



Dr. Renê Anísio da Paz
Examinador Externo
UFCG

Dedico este trabalho a Deus, ao meu amado David e aos meus tesouros, meus pais.



AGRADECIMENTOS

A Deus, ao qual não tenho palavras para agradecer sua bondade e fidelidade, estando presente em todo tempo, me auxiliando, iluminando, guiando e dando forças na minha caminhada. Senhor sem Ti nada sou, Tudo na minha vida é Teu!

Aos meus queridos e amados pais Assis e Lêda, pelo exemplo de vida, pelos ensinamentos, pelo apoio incondicional, ajuda sincera, incentivo, paciência e por todo amor dedicado.

A David, pelo apoio incondicional, paciência, carinho e por todo amor dedicado. Você é um exemplo pra mim, meu amor! A este agradeço também pela compreensão nos momentos de ausência.

Aos meus irmãos, Hítallo e Aristóteles, pela amizade e amor e por inúmeras vezes ir à universidade nos fins de semana e à noite comigo, quando ia desligar ou terminar um experimento, para que não ficasse sozinha.

À minha orientadora, Profa. Edcleide Maria Araújo pela confiança, paciência, carinho, pelo acolhimento e toda contribuição pra realização desta pesquisa. Serei sempre grata.

À minha orientadora Profa. Ana Cristina Figueiredo de Melo Costa, pelo privilégio de sua orientação, ajuda, confiança, compreensão, apoio e contribuições preciosas. Muitíssimo obrigada!

Ao Prof. Edson Guedes da Costa, por todo o conhecimento, apoio e contribuição.

Ao Prof. Tarso Vilela, pela gentileza de aceitar o convite para participação da banca examinadora e por toda contribuição e apoio ao realizar experimentos no Laboratório de Alta Tensão.

Ao Prof. Tomás Jeferson Alves de Mélo, ao Dr. Edson Noriyuki Ito, por terem aceitado o convite para participarem da banca examinadora deste trabalho.

Ao querido colega cubano Ignat Perez Almirall, por toda ajuda prestada e por toda contribuição para realização deste trabalho. Foi um prazer trabalhar com você!

Aos colegas do LAT Felipe Lucena, Lenilson e Jalbert, muito obrigada, por toda gentileza que vocês me receberam e me ajudaram a realizar os experimentos e sempre prontos a tirar minhas dúvidas.

À Amanda Melissa, Renê Anísio, Vanessa e Larissa, pela amizade, pelo carinho, apoio e por saber que posso sempre contar com vocês. Vocês têm um lugar muito especial em meu coração.

À minha amiga Valéria Vital: nossa amizade ultrapassou os muros da universidade e aprendemos a importância de seu valor.

Às minhas amigas da pós graduação, Patrícia Costa, Taciana Regina, Keila Machado, Sara Verusca, Divânia, Juliana Barbosa, Dayane pela força, companheirismo e amizade diante desse trabalho.

Aos colegas do LabSMac, em especial à Kleberson, Isabele, Pascally, Polyana Tarciana, Lucius, Antônio Júnior, Hiago por todo carinho, apoio, companheirismo.

Aos professores da Unidade Acadêmica de Ciências e Engenharia de Materiais, pela contribuição direta ou indireta na etapa de disciplinas.

Aos funcionários da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais, em especial à Márcia e André pela sua gentileza e sua atenção.

A Unidade Acadêmica de Engenharia mecânica, em especial ao Prof. Carlos José de Araújo, Prof. João Batista, Prof. Manassés e Prof. Erinaldo, por toda compreensão e por terem me apoiado em momentos difíceis que passei durante o período do doutorado.

Aos meu colegas do Laboratório de Engenharia Mecânica, Francisco Fernando, Raphael, George Anselmo, Estephanie, Henrique, Jackson, Suelene, Roana, Mariana Karla, Ângelo, Eduardo, o meu sincero agradecimento, vocês tornam meus dias de trabalho mais divertidos.

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) e ao PROCAD/NF/CAPES, pelo apoio financeiro.

E a todos que contribuíram direta ou indiretamente para realização deste trabalho.

RESUMO

Um dos principais problemas do isolamento elétrico externo é o acúmulo de contaminantes em sua superfície. A ocorrência deste evento faz com que a resistência da superfície diminua, aumentando a presença de correntes de fuga pela superfície. Entre as técnicas desenvolvidas para diminuir esse tipo de efeito, está o revestimento do isolador existente convencional (porcelana ou vidro, conforme o caso) com uma borracha de silicone que é vulcanizada à temperatura ambiente (BS). O objetivo deste trabalho foi desenvolver uma mistura de borracha de silicone/alumina trihidratada/nanosílica (BS/ATH:NS) para ser usada em revestimento de isoladores elétricos de vidro. Cargas de ATH e NS foram adicionadas à BS, produzindo uma mistura feita em diferentes proporções mássicas (79/21; 77/23 e 75/25) de BS/ATH:NS, utilizada nos revestimento dos isoladores elétricos de vidro. As cargas e os revestimentos foram caracterizados por difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), teste de inflamabilidade, ensaio na câmara de névoa salina, molhabilidade e avaliação da hidrofobicidade. As cargas apresentaram características morfológicas bem distintas, o que interferiu diretamente na morfologia dos revestimentos. A silanização das cargas favoreceu uma interação entre elas, assim como houve uma pequena melhora na interação das cargas com a BS. Observou-se também que no teste de inflamabilidade, os revestimentos que continham ATH, apresentaram resultados mais significativos, não havendo queima. Para os ensaios na câmara de névoa salina, o revestimento com BS/20:1 e os revestimentos com cargas silanizadas apresentaram os menores valores de corrente de fuga, o que foi comprovado com a avaliação da hidrofobicidade, na qual estes conseguiram recuperar a hidrofobicidade até HC=1 (nível de hidrofobicidade), de acordo com o guia STIR (*Swedish Transmission Research Institute*).

Palavras-chave: revestimento, alumina trihidratada (ATH), nanosílica (NS), borracha de silicone (BS), isoladores elétricos.

ABSTRACT

One of the main problems of external electrical isolation is due to accumulation of contaminants on its surface. The occurrence of this event causes the insulation resistance of the surface decreases, increasing the flow of leakage currents on the surface. Among the techniques developed to reduce this type of event is the coating of the conventional existing insulator (porcelain or glass, as appropriate) with a silicone rubber vulcanized at room temperature (BS). The aim of this study was to develop a mixture of silicone rubber/ alumina trihydrate/nanosilica (BS/ATH:NS) for use in coating glass electrical insulators. Loads of ATH and NS were added to BS, producing a mixture made in different mass ratios (79/21, 77/23 and 75/25) BS/ATH:NS used in the coating of glass electrical insulators. Loads and coatings were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), flammability test, measurement salt spray chamber, test of wettability and hydrophobicity. Loads showed distinct morphological features, which directly affects the morphology of the coatings. The silanization loads favored interaction among them, as there was a small improvement in the interaction of the loads with the BS. It was also observed that the flammability test, the coatings containing ATH showed more significant results, without burning. For tests of the salt spray chamber, coat with BS/20:1 and with silanized fillers had the lowest leakage current, which was confirmed by measuring the hydrophobicity, where they managed to recover the hydrophobicity $HC = 1$ (level of hydrophobicity) according to STIR (*Swedish Transmission Research Institute*) guide.

Keywords: coating, alumina trihydrate (ATH), nanosilica (NS), silicone rubber (BS), electrical insulators.

LISTA DE PUBLICAÇÕES

ALMIRALL, I. P.; **BEZERRA, D. C.**; FERNÁNDEZ, M. C.; COSTA, E. G.; DANTAS, A. G. Nanosilica as filler in the Room temperature vulcanized silicone rubber used to coat insulators. **Revista Ingeniería Energética**, v. XXXIII, n.1, 2012.

ALMIRALL, I. P.; COSTA, E. G.; **BEZERRA, D. C.** ; Castro, M., F. ; DANTAS, A. G. Efecto de la variación de la ATH como carga en la cubierta polimérica de aisladores de vidrio. In: **IV Simpósio Brasileiro de Sistemas Elétricos**, 2012.

BARBOSA, J. M. B.; **BEZERRA, D. C.**; ARAÚJO, E. M. Aplicação de nanotecnologia na obtenção e caracterização de compósitos a base de silicone com cargas de alumina e nanosilica; **20º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, CBECIMAT, v. 1. p. 4772-4778, 2012.

BEZERRA, D. C.; ALMIRALL, I. P.; JÚNIOR, A. D. S. C.; COSTA, E. G.; ARAÚJO, E.M.; COSTA, A. C. F. M. Evaluation of the electrical permittivity in composites of ath/ns/silicone rubber for coating electrical insulation. **6th International Conference on Electroceramics**, ICE, 2013.

BEZERRA, D. C.; ALMIRALL, I. P.; COSTA, E. G.; COSTA, A. C. F.M.; ARAÚJO, E. M. Avaliação da hidrofobicidade nos compósitos de borracha de silicone com cargas de alumina trihidratada e nanosilica para uso em revestimentos de isoladores elétricos. **58º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, CBC, 2014.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Isolador do tipo roldana.....	233
Figura 2 - Isolador do tipo de pino. (a) isolador tipo pino monocorpo; (b) isolador tipo pino multicorpo.	233
Figura 3 - Isolador do tipo castanha.	244
Figura 4 - Isolador do tipo pilar.....	244
Figura 5 - Isoladores de suspensão (a) isolador tipo disco; (b) isolador tipo bastão.	255
Figura 6 - Representação esquemática da formação das bandas secas e descargas parciais em cadeias de isoladores.	288
Figura 7 - Estrutura molecular do silicone.	3030
Figura 8 - Diagrama esquemático dos isoladores empregados nos ensaios.	3042
Figura 9 - Materiais utilizados na obtenção dos revestimentos: a) ATH; b) NS; c) BS + agente de cura; d) agente de acoplamento silano (APTES).....	4343
Figura 10 - Fluxograma da metodologia de obtenção dos revestimentos de BS com cargas de ATH e NS.....	455
Figura 11 - Fluxograma da metodologia da silanização das cargas de ATH e NS.	466
Figura 12 - Esquema da vista superior da câmara de névoa salina.....	50
Figura 13 - Representação da medida do ângulo de contato (θ), formado entre a gota e a superfície.....	511
Figura 14- Representação de uma superfície hidrofílica ($\theta = 0$), superfície, predominantemente hidrofílica ($90^\circ > \theta > 0^\circ$), e hidrofóbica ($\theta > 90^\circ$).....	522
Figura 15 - Escala de hidrofobicidade conforme padrões STRI.	533
Figura 16 - DRX das cargas: (a) ATH, (b) NS, (c) 20:1, (d) 20:3, (e) 20:5, (f) 20:1(S), (g) 20:3(S), e (h) 20:5(S).	555

Figura 17 - Difratoogramas de raios X: (a) BS pura, (b) BS/NS, (c) BS/ATH, (d) BS/20:1, (e) BS/20:3 (f) BS/20:5, (g) BS/20(S), (h) BS/20:1(S), (i)BS/20:3(S) e (j) BS/20:5(S).....	57
Figura 18 - Fotomicrografias obtidas por MEV para a ATH: (a) 10 μm e (b) 2 μm	58
Figura 19 - Fotomicrografias obtidas por MEV da NS: (a) 10 μm e (b) 2 μm	58
Figura 20 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:1: (a) 10 μm e (b) 2 μm	59
Figura 21 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:3: (a) 10 μm e (b) 2 μm	59
Figura 22 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:5: (a) 10 μm e (b) 2 μm	60
Figura 23 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:1(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm , silanizados com APTES.	600
Figura 24 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:3(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm , silanizados com APTES.	600
Figura 25 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:5(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm , silanizados com APTES.	61
Figura 26 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/NS: (a) 10 μm e (b) 2 μm	611
Figura 27 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/ATH: (a) 10 μm e (b) 2 μm	622
Figura 28 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:1: (a) 10 μm e (b) 2 μm	633
Figura 29 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:3: (a) 10 μm e (b) 2 μm	633
Figura 30 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:5 (a) 10 μm e (b) 2 μm	644
Figura 31 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm	644

Figura 32 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:1(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm	644
Figura 33 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:3(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm	655
Figura 34 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:5(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm	655
Figura 35 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS pura: a) no momento da queima, b) após a queima.....	666
Figura 36 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/NS: a) no momento da queima, b) após a queima.....	666
Figura 37 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/ATH: a) no momento da queima, b) após a queima.....	677
Figura 38 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:1: a) no momento da queima, b) após a queima.....	677
Figura 39 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:3: a) no momento da queima, b) após a queima.....	6868
Figura 40 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:5: a) no momento da queima, b) após a queima.....	6868
Figura 41 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20(S): a) no momento da queima, b) após a queima.....	69
Figura 42 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:1(S): a) no momento da queima, b) após a queima.....	69
Figura 43 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:3(S): a) no momento da queima, b) após a queima.....	7070
Figura 44 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:5(S):: a) no momento da queima, b) após a queima.....	700
Figura 45 - Resultado do ensaio da câmara de névoa salina.....	75

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Comparação entre os tipos de isoladores.	26
Tabela 2 - Proporções mássicas das cargas utilizadas nos revestimento. .	4747
Tabela 3 - Proporções mássicas da mistura da BS com as cargas utilizadas nos revestimento.....	477
Tabela 4 - Valores do tamanho de cristalito do pico principal(d002) e cristalinidade.	56
Tabela 5 - Valores de corrente de fuga medidos para cada ciclo.....	722
Tabela 6 - Tabela de fatores, obtendo-se as médias da corrente de fuga e as médias dos ciclos.	733
Tabela 7 - Tabela ANOVA 1.....	744
Tabela 8 - Tabela ANOVA.2.....	744
Tabela 9 - Resultados das medidas do ângulo de contato para as amostras da BS e os revestimentos.	777
Tabela 10 - Resultado das medições de hidrofobicidade.....	778

ABREVIATURAS, UNIDADES E GRANDEZAS

Θ – Ângulo de contato;

μm – Micrómetro;

μl – Microlitro;

$\mu\text{S/cm}$ – Condutividade elétrica;

ρ – Densidade teórica;

kV – Kilovolts;

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas;

ATH – Alumina trihidratada;

ASTM – American Society for Testing and Materials;

mA – Miliampere;

CCT – Centro de Ciências e Tecnologia;

cm – Centímetro;

$^{\circ}\text{C}$ – graus Celsius;

DRX – Difração de Raios-X;

D_{DRX} – Tamanho de cristalito calculado a partir dos dados de DRX;

EPDM – etileno-propileno- monômero dieno;

HTV – High Temperature Vulcanizing;

JCPDS - Joint Committee on Powder Diffraction Files;

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura;

MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão;

m^2/g – Área superficial;

mN/m – Tensão superficial;

NS – Nanosílica;

PDMS – Polidimetilsiloxano;

rpm – rotações por minuto;

RTV – Room Temperature Vulcanizing;

X_c – Grau de cristalinidade

APTES – 3- aminopropiltriétoxisilano

BS – Borracha de silicone

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	19
1.1.1. Objetivo Geral	20
1.1.2. Objetivos Específicos	20
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	22
2.1 Isoladores Elétricos	22
2.2 Falha nos Isoladores Elétricos	26
2.3 Borracha de Silicone	29
2.4. Borracha de Silicone Vulcanizada a Temperatura Ambiente	31
2.5. Uso da Alumina Trihidratada e Nanosílica como Cargas na Borracha de Silicone	33
2.6. Revestimento Polimérico de Borracha de Silicone (BS).....	35
2.7. Modificação da Superfície das Cargas com Agente Tipo Silano	38
3. METODOLOGIA.....	42
3.1. Material.....	42
3.2. Métodos.....	43
3.2.1. Preparação da Carga	43
3.2.2. Preparação dos Revestimentos	44
3.2.3. Silanização da Carga ATH/NS	45
3.3. Caracterizações	48
3.3.1. Difração de Raios-X (DRX)	48
3.3.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	48
3.3.3. Ensaio de Inflamabilidade	49
3.3.4. Ensaio na Câmara de Névoa Salina	50
3.3.5. Molhabilidade	51
3.3.6. Avaliação da Hidrofobicidade	52

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	54
4.1. Difração de Raios X	54
4.2. Microscopia Eletrônica de Varredura	57
4.3. Teste de Inflamabilidade	65
4.4. Ensaio na Câmara de Névoa Salina	70
4.5. Molhabilidade	76
4.6. Avaliação da Hidrofobicidade	77
5. CONCLUSÕES	79
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	81
REFERÊNCIAS.....	82
ANEXO A	90
ANEXO B	91
ANEXO C	95
APÊNDICE A.....	97
APÊNDICE B.....	98
APÊNDICE C	99

1. INTRODUÇÃO

Isoladores são equipamentos fundamentais em todas as etapas de um sistema elétrico. De um modo geral, eles provêm sustentação para condutores e massas energizadas sem permitir que se estabeleça corrente elétrica através de si. Todavia, é impossível realizar um isolamento ideal, de modo que sempre existirá uma corrente de fuga no isolador. Esta corrente deve ser mantida dentro de certos limites, de forma a garantir o bom funcionamento do isolador e conseqüentemente do sistema (PORTELLA et al., 2008). Para tanto, são empregados materiais isolantes de diversas naturezas e nos mais variados formatos. Quanto à natureza tem-se os isoladores desenvolvidos a partir de materiais cerâmicos (porcelanas e vidro) e por polímeros (borracha de silicone, borracha de etileno-propileno-monômero dieno – EPDM ou blendas de borracha de silicone/EPDM).

A utilização de isoladores elétricos em linhas de distribuição localizadas em regiões que estão sujeitas à névoa salina e poluição atmosférica, envolve certo risco, uma vez que a ocorrência de *flashover*¹ ou descarga disruptiva é mais provável. A causa destas descargas é decorrente do depósito de resíduos de poluição ou névoa salina que, associados à presença de umidade, resultam em um eletrólito que permite a passagem de corrente ao longo do isolador. Com base nestes aspectos, há duas maneiras de se atuar sobre o problema: evitar a contaminação do isolador ou evitar a presença de umidade (LIEBERMANN, 2002).

Como a presença de contaminantes é inevitável, outras soluções são estudadas no sentido de impedir a formação de filmes líquidos na superfície do isolador e a conseqüente formação do eletrólito condutor. Considerando a não formação de um eletrólito na superfície do isolador, duas são as principais estratégias utilizadas atualmente: deposição de um material hidrofóbico (polímeros) na superfície do isolador (graxas ou filmes aplicados) ou mesmo a fabricação de isoladores integralmente em material polimérico e a utilização de esmaltes semicondutores para promover o aquecimento da superfície.

¹ Nome dado porque o curto circuito é provocado por um arco voltaico (flash) que contorna (over) toda a cadeia de isoladores (KARADY et al., 1995; TSARABARIS et al., 2005).

Este último pode evitar a presença de umidade, além de possibilitar uma distribuição mais homogênea de tensão elétrica ao longo do isolador (MONTROYA-TENA, et al., 2005; FONTANELLA et al., 2008).

Com a finalidade de melhorar o desempenho elétrico do isolador quando em presença de poluição e névoa salina, este trabalho tem como objetivo desenvolver uma espécie de filme de borracha de silicone (BS) com cargas nanométricas de sílica (nanosílica-NS) e cargas micrométricas de alumina trihidratada (ATH), para revestir a superfície de isoladores elétricos de vidros, a fim de aliar a durabilidade e o menor custo que os isoladores de vidro possui à hidrofobicidade da borracha de silicone. Esta propriedade de repulsividade à água que a borracha de silicone possui é amplamente desejada em materiais como isoladores elétricos, pois dificultam a formação de um caminho para a corrente elétrica. Além disso, investigou-se a dispersão das cargas de ATH/NS na borracha de silicone(BS) e avaliou-se as proporções mássicas das cargas de ATH e NS que resultem em melhor desempenho, relativo a uma menor perda de corrente de fuga, de modo a combater à erosão e apresentar uma melhor resistência ao trilhamento.

1.1. Objetivo Geral

Desenvolver revestimentos de borracha de silicone (RTV SR)/ATH/NS para ser utilizados na superfície de isoladores elétricos de vidro, visando a melhoria no desempenho, a fim de prevenir a formação de descargas disruptivas e formação do arco.

1.2. Objetivos Específicos

- Preparar as cargas ATH e NS visando a melhor interação e dispersão de forma a se obter uma mistura adequada para preparação dos revestimentos, nas proporções mássicas de 20:1; 20:3 e 20:5;

- Preparar os revestimentos com proporções mássicas de 79:21; 77:23 e 75:25 de BS/ATH:NS;
- Avaliar a silanização da carga ATH:NS com o 3-aminopropiltrietóxisilano, para investigar a melhor interação BS/ATH:NS;
- Caracterizar quanto à estrutura e morfologia as cargas e os revestimentos pelas técnicas de: difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Avaliar os revestimentos obtidos quanto à inflamabilidade e molhabilidade;
- Realizar nos isoladores elétricos de vidro revestidos com BS/ATH:NS o ensaio da medição da corrente de fuga na câmara de névoa salina e avaliação de perda e recuperação da hidrofobicidade dos isoladores revestidos com BS/ATH:NS.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Isoladores Elétricos

Isoladores em geral são aplicados a sistemas elétricos com a função de manter a distância de isolamento entre duas estruturas com potenciais elétricos diferentes, impedindo a presença de corrente, além de prover a sustentação mecânica dos cabos entre duas estruturas (SARAIVA, 1988; BARROS et al., 2013). Os isoladores devem suportar distúrbios meteorológicos (chuvas, vendavais, granizo), ataques por contaminantes (sal, maresia, poluição), ataques de fungos nas regiões de alta umidade como a floresta amazônica, e ainda suportarem a ação do vandalismo (GORUR et al., 1999; PORTELLA et al., 2008; LAVIERI, A., 2010).

Os tipos de isoladores utilizados podem ser classificados por critérios, por exemplo: material empregado na construção, composição química e adequação à tensão. O tipo de isolador mais adequado para uma determinada rede elétrica é definido a partir dos custos operacionais e desempenho eletromecânico (FONTANELLA, et al., 2008).

O isolador é um sistema constituído de um material dielétrico, eletrodos terminais e partes internas que ajudam a conectar o dielétrico aos eletrodos. Quanto à aplicação, os isoladores utilizados em linhas de transmissão podem ser divididos em isoladores tipo roldana, pino, castanha, pilar, disco e bastão. O uso destes diversos tipos de isoladores na rede elétrica leva em conta a que níveis de tensão estes isoladores vão ser submetidos, além de fatores como peso e tamanho.

O isolador do tipo roldana é utilizado em montagem horizontal (fixados por parafusos nos postes) ou vertical (estrutura com estribos), para uso em rede de distribuição secundária (baixa tensão-residência e indústrias) (ISOLADORES SANTA TERESINHA, 2002), conforme Figura 1.

Figura 1- Isolador do tipo roldana.



Fonte: Isoladores Santa Terezinha, 2002.

O isolador do tipo pino é um isolador rígido com corpo isolante, ou dois ou mais corpos ligados permanentemente entre si, projetados para serem instalados rigidamente numa estrutura de suporte, por meio de um pino não integrante que penetra no interior do seu corpo isolante (NBR 5482, 1986). De acordo com o nível de tensão que o isolador de pino suporta ele pode ser de dois tipos: monocorpo e multicorpo. O isolador monocorpo atinge tensões até 25kV, enquanto que os isoladores multicorpo podem atingir tensões de até 72,5kV, sendo aplicados em linhas de 69kV, em cor marrom ou cinza (ROTH, 1966). A Figura 2 ilustra o isolador tipo pino.

Figura 2 - Isolador do tipo de pino. (a) isolador tipo pino monocorpo; (b) isolador tipo pino multicorpo.



Fonte: Isoladores Santa Terezinha, 2002.

Outro tipo de isolador é o tipo castanha. É um corpo isolador de forma especial, feito em porcelana, projetado para converter o esforço de tração exercido

por um condutor ou *estai* (elementos estruturais flexíveis, formados por feixes de cabos de aço), em esforço de compressão simétrica no corpo isolador. São utilizados em estais de poste de distribuição ou em ancoragem (fim de linha) de linhas de distribuição e estão disponíveis nas tensões de 7kV até 16kV, nas cores marrom e cinza (ISOLADORES SANTA TEREZINHA, 2002; NBR 10621, 2005), ilustrados na Figura 3.

Figura 3 - Isolador do tipo castanha.



Fonte: Isoladores Santa Terezinha, 2002.

Isoladores do tipo pilar são semelhantes aos isoladores de pino, porém são fixados diretamente ao poste ou estrutura de sustentação. Possuem maior resistência à perfuração elétrica e à compressão. Como não possuem o pino de aço para oferecer flexibilidade, são susceptíveis a esforços impulsivos de tração na linha (NBR 5472, 1986). Este isolador pode ser encontrado em porcelana e materiais poliméricos. A Figura 4 ilustra um isolador tipo pilar.

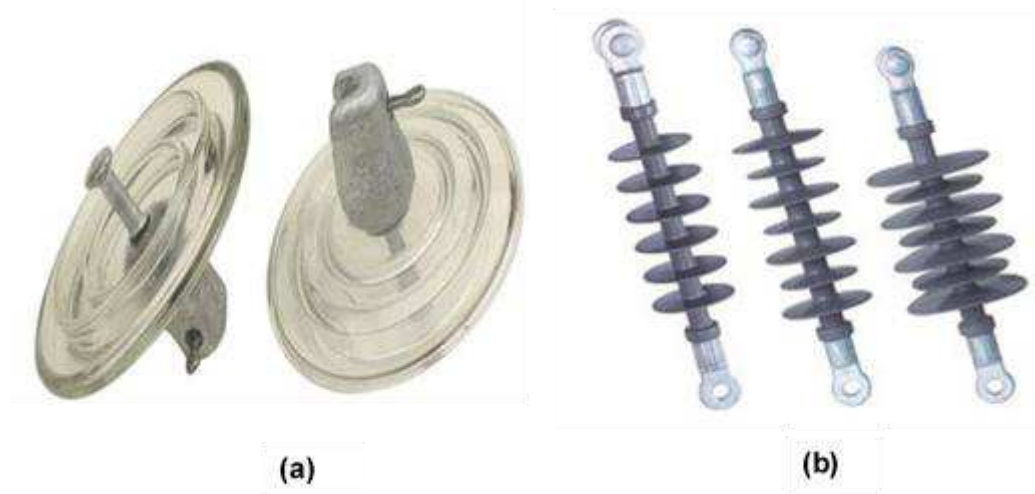
Figura 4 - Isolador do tipo pilar



Fonte: Isoladores Santa Terezinha, 2002.

O isolador tipo disco é um isolador de cadeia em forma de disco côncavo-convexo (ABNT, 1989; NBR 10621, 2005) com ferragens integrantes em ambas as faces destinadas a ligá-lo flexivelmente a um suporte, ao condutor ou a outros isoladores, podendo formar assim cadeias de vários elementos considerados como isoladores de suspensão. As cadeias formadas por este tipo de isolador são articuladas nos engates que podem ser do tipo concha-bola, garfo-olhal redondo, garfo olhal quadrado. O corpo dos isoladores tipo disco é em porcelana vitrificada ou vidro temperado. Ainda na classificação de isolador de suspensão pode ser citado o isolador do tipo bastão, que possui estrutura semelhante ao isolador do tipo disco, porém é constituído de várias aletas em seu corpo podendo ser de porcelana ou de material polimérico. A Figura 5(a) e (b) ilustra um isolador do tipo disco e um isolador tipo bastão.

Figura 5 - Isoladores de suspensão (a) isolador tipo disco; (b) isolador tipo bastão.



Fonte: Isoladores Santa Terezinha, 2002.

As cadeias de isoladores de suspensão são as mais comuns devido às estruturas em que elas são instaladas serem simples e econômicas.

Quanto ao material, os isoladores podem ser divididos em três tipos: os isoladores de porcelana, de vidro e materiais poliméricos. Naturalmente cada tipo de isolador apresenta características físicas e de operação distintas, cada um com suas vantagens e limitações. A Tabela 1 ilustra a comparação entre os tipos de isoladores elétricos.

Tabela 1 - Comparação entre os tipos de isoladores.

Isoladores	Vantagens	Limitações
Porcelana	Longo histórico de uso Desempenho conhecido Fácil intercambialidade	Peso Defeitos ocultos Susceptível ao vandalismo Técnicas de detecção de falhas nas linhas ainda não são 100% confiáveis
Vidro	Vida útil acima de 30 anos Desempenho conhecido Facilidade de manutenção Defeitos facilmente visualizáveis	Percepção negativa quanto à fragilidade Peso Atrativo para o vandalismo
Polimérico	Bom desempenho sob contaminação Leveza Facilidade de instalação	Risco de fratura frágil no núcleo Efeito do tempo no processo de envelhecimento Defeitos ocultos Menor intercambialidade

Fonte: PRÓPRIA, 2014

2.2 Falha nos Isoladores Elétricos

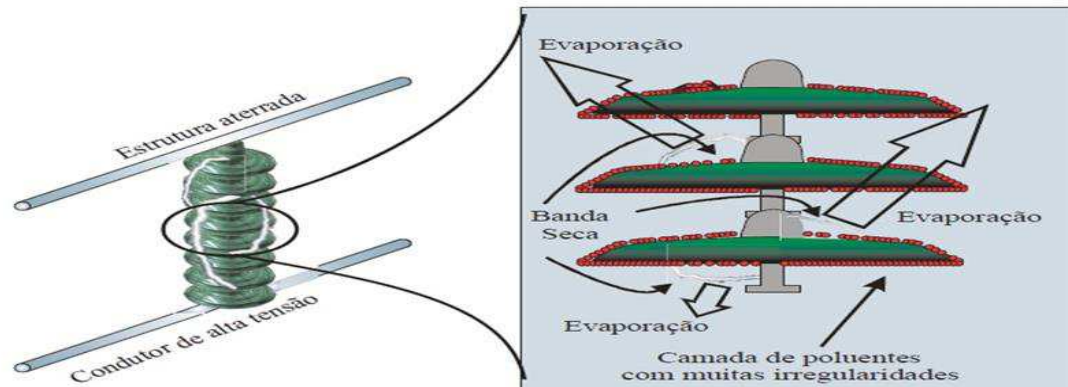
As falhas em isolamentos elétricos estão entre as principais causas de interrupções no fornecimento de energia elétrica aos diversos consumidores supridos por um sistema de potência. No caso de linhas de transmissão, seu desempenho está diretamente relacionado ao desempenho dos isoladores (NIGRI, 1999; TSARABARIS et al., 2005).

Os defeitos em isoladores podem ser causados durante o processamento, distribuição, instalação, além de outros fatores como vandalismo, envelhecimento, radiação UV, vento e degradação biológica por microorganismos. Porém uma das principais causas de falhas em isoladores está diretamente ligada a poluentes (sal, poeira) que se depositam sobre eles durante períodos secos do ano. Com o aumento da umidade, seja pelo orvalho, chuva fina ou nevoeiro, esses poluentes podem se tornar condutivos e promover a produção de descargas na superfície do isolador, iniciando um processo que poderá levar a uma falha total do isolador (MELLO, 1999, D'AJUZ, 1987; SANTOS et al., 2013).

A formação de arcos devido à contaminação dos isoladores é um dos problemas mais críticos encontrados em linhas de transmissão e distribuição de energia, uma vez que resulta em diversos problemas como, por exemplo, a degradação do esmalte em isoladores de porcelana, a interferência em equipamentos que trabalham em radiofrequência e, em casos mais extremos, a interrupção da transmissão de energia elétrica. A formação destes arcos elétricos seguem as seguintes etapas: primeiramente, correntes de ar levam poluição seca à superfície do isolador; a umidade, o orvalho, névoas e chuvas umedecem a superfície do isolador, que dissolve os contaminantes e forma um eletrólito condutor. Este eletrólito diminui a resistência na superfície e uma corrente de fuga é gerada; e a energia é dissipada pela corrente de fuga na forma de calor e o resultado é a evaporação da umidade. Devido à geometria do isolador a corrente tende a se concentrar em determinadas regiões (locais de menor secção reta), com isso, estas são secas mais rapidamente. Devido à secagem não uniforme na superfície do isolador são formadas bandas secas, interrompendo o fluxo de corrente ao longo da superfície. O campo elétrico intenso aplicado sobre as bandas secas quebra a rigidez dielétrica do material criando uma descarga parcial (KARADY e SHAH, 1995; ABDELAZIZ et al., 2004).

Enquanto a camada de poluentes estiver dentro de limites aceitáveis, o surgimento das descargas parciais ocorre de maneira isolada e é pouco prejudicial ao isolamento da cadeia de isoladores como um todo. Porém à medida que a camada de poluentes torna-se maior, quando a umidade do ambiente estiver alta, muitas bandas secas surgirão provocando descargas parciais em diversos pontos da cadeia quase que simultaneamente. A Figura 6 ilustra uma representação esquemática da ocorrência do flashover.

Figura 6 - Representação esquemática da formação das bandas secas e descargas parciais em cadeias de isoladores.



Fonte: Oliveira, 2008.

Se os poluentes não forem removidos, natural ou artificialmente, e a deposição evoluir, quando a umidade estiver alta, pode ocorrer um *flashover*, danificando os isoladores.

Estudos têm sido realizados visando tornar os isoladores elétricos mais eficazes frente ao fenômeno de *flashover*, através de alterações na composição, no design, na geometria, dimensões e afastamento dos discos dos isoladores. Outros estudos sugerem a aplicação de revestimentos superficiais sobre os isoladores.

As superfícies antipoluentes aplicadas sobre isoladores elétricos podem levar a uma diminuição dos custos com manutenção e através de recobrimentos adequados pode-se evitar ou diminuir a ocorrência do fenômeno de *flashover*. O uso de camadas de materiais orgânicos para dar propriedades hidrofóbicas à superfície dos isoladores torna possível melhorar o desempenho elétrico dos isoladores e minimizar correntes de fuga sob condições industriais (LIEBERMANN, 2002; FONTANELLA et al., 2008).

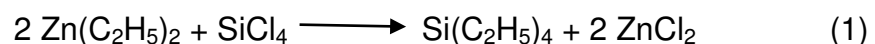
Os isoladores poliméricos, em especial os de borracha de silicone ou com revestimento de silicone, exibem um comportamento mais favorável frente às correntes de fuga com relação a isoladores cerâmicos (a menos que sua superfície seja convertida de hidrofóbica em hidrofílica). Esta característica superior surge da hidrofobicidade do silicone. A propriedade desse material em repelir a água, impede a formação de películas de água e de zonas contínuas de condução. Em uma superfície hidrofóbica, a água coalesce em gotas separadas umas das outras por áreas secas, o que torna menos provável a ocorrência de corrente de fuga

significativa, mesmo em níveis elevados de contaminação (DENG et al., 1995; LIEBERMANN, 2002; ZHU et al., 2005; SILVA et al., 2010). Porém, os isoladores poliméricos mesmo apresentando um melhor desempenho em relação às correntes de fuga, se comparados aos isoladores cerâmicos, ainda não é uma solução definitiva para minimizar a ocorrência de flashover, sendo ainda motivo de pesquisas (KARAGIANNOPOULOS, 2007; OLIVEIRA, 2008).

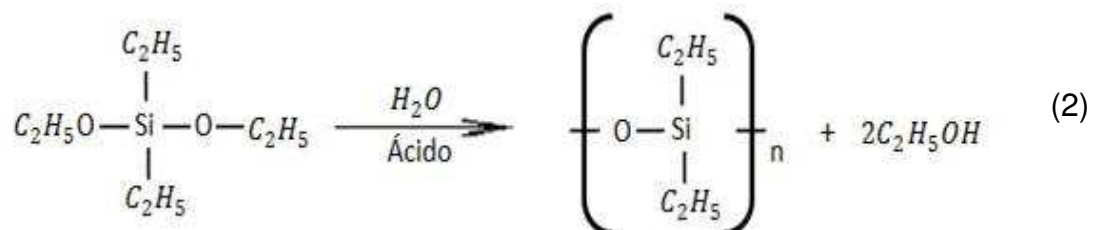
2.3. Borracha de Silicone

Silicones é um material semi-orgânicos com a cadeia baseada em átomos de silício combinados principalmente com oxigênio e radicais orgânicos (metil, etil ou fenil). A originalidade do silicone, comparada com a sílica natural, reside nos grupos orgânicos, contendo carbono, que se encontra em sua estrutura molecular (WIEBECK e HARADA, 2005).

De acordo com o tipo de grupos orgânicos, ligados dessa maneira, e dos métodos de composição e produção utilizados, uma grande variedade de produtos pode ser obtida, com textura final fluida, viscosa ou pastosa, elastomérica ou até mesmo rígida (WIEBECK e HARADA, 2005). O primeiro composto orgânico de silício foi preparado em 1863 por Friedel e Crafts, através da reação de dietileno de zinco com tetracloreto de silício, conforme a reação 1:

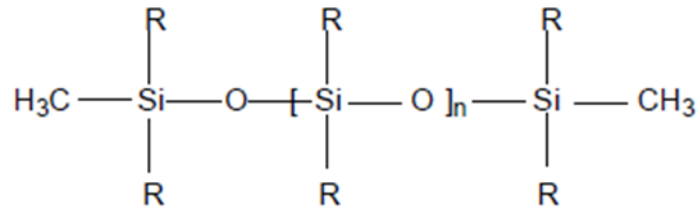


O primeiro polímero de silicone foi preparado por Ladenburg em 1872, quando ele obteve um óleo viscoso com a reação de dietildietóxisilana com água na presença de um pouco de ácido, conforme a reação 2.



Pela analogia com as cetonas, em 1901, o nome silicone foi dado por Kipping aos compostos de fórmula genérica R_2SiO . Estes compostos foram rapidamente identificados como sendo poliméricos e atualmente correspondem aos polidialquilsiloxanos, de acordo com a Figura 7.

Figura 7 - Estrutura molecular do silicone.



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Onde R é um radical orgânico, como por exemplo, metil, etil ou fenil. Estes materiais consistem de uma “espinha dorsal” inorgânica silício-oxigênio-silício (...-Si-O-Si-O-Si-O-...) com radicais orgânicos ligados aos átomos de silício.

Os polímeros de silicone, conforme a estrutura mostrada na Figura 7, são considerados quanto a sua composição, como um material intermediário entre os silicatos puramente inorgânicos e os polímeros orgânicos, constituindo-se na única classe de polímeros semi-inorgânicos que apresentam importância comercial. Os silicones encontram inúmeras aplicações, dentre elas temos: os fluídos, usados em aplicações hidráulicas como acabamento impermeável na indústria têxtil, como agentes surfactantes, graxas e lubrificantes etc, as resinas, estas altamente efetivas como isolantes elétricos, vernizes, tintas, compostos de moldagem, isolantes elétricos, adesivos e laminados, os elastômeros, podendo ser usados como selantes, adesivos, correias, isolante elétrico, material de moldagem e revestimentos (CALLISTER, 2002).

A alta estabilidade térmica do “esqueleto” inorgânico do siloxano, resultante da sua elevada energia de ligação, pode ser reduzida devido à natureza orgânica destas cadeias laterais. A massa molecular, bem como outras propriedades como a viscosidade, é modificada pela presença de grupamentos di ou trimetil ligados aos siloxanos. Da mesma forma, a presença de grupos laterais orgânicos influencia nas propriedades superficiais, de tal maneira que os silicones apresentam uma baixa tensão superficial (AMIN et al., 2007).

Os silicões com grupamentos metil são hidrofóbicos e, portanto, bons repelentes de água. Propriedade esta que para uso em aplicações elétricas, mais precisamente em isoladores elétricos de borracha de silicone, confere a estes isoladores uma maior resistência ao desenvolvimento de correntes de fuga e descargas de banda seca, mesmo na presença de contaminantes (GORUR et al., 1999).

Devido à relativa importância da borracha de silicone como polímero base para a aplicação em isoladores, uma das propostas deste trabalho está focada no uso deste material. Apesar de existirem alguns tipos diferenciados de processo de cura, neste trabalho abordaremos o processo de Vulcanização a Temperatura Ambiente.

2.4. Borracha de Silicone Vulcanizada a Temperatura Ambiente

A vulcanização polimérica é um processo químico de fundamental importância, que ocorre quando as cadeias poliméricas lineares ou ramificadas são interligadas por ligações covalentes, um processo conhecido como crosslink ou ligação cruzada, ou seja, ligações entre cadeias lineares produzindo polímeros tridimensionais com alta massa molar. A vulcanização da borracha é um exemplo de ligações cruzadas (ZHU et al., 2006).

Um sistema de vulcanização (enxofre, óxidos metálicos, compostos difuncionais e peróxidos) e, se necessários, aceleradores, ativadores, retardadores, etc., são usados para produzir as características de vulcanização desejadas. A vulcanização pode ser obtida de duas formas: a vulcanização a alta temperatura (*high temperature vulcanizing* – HTV) e a vulcanização a temperatura ambiente (*room temperature vulcanizing* – RTV) (ZHU et al., 2006; MOMEN e FARZANEH, 2011).

O RTV diferencia-se em função do agente catalisador utilizado e as ligações cruzadas que realizam e são assim designados de RTV1 e RTV2.

O RTV1 tem como característica ser monocomponente e utiliza como agentes catalisadores dibutiltin dilaurato e dibutiltin octoato promovendo a reação de certos carbonos dos dihidroxipolidimethylsiloxanos e ésteres do ácido silícico desencadeados pela exposição à umidade do ar.

O RTV2 caracteriza-se por utilizar metais de platina, paládio ou ródio em complexas moléculas como agentes catalisadores entre outros. O RTV2 pode sofrer cura por condensação ou por adição, na dependência do processo e pelo tipo de ligações que forma com radicais de carbono. A cura desses materiais acontece à temperatura ambiente, porém outros catalisadores do tipo piridina, benzonitrila, ou benzotriazol permitem que ela aconteça à quente.

No RTV2, a cura por condensação e a mistura entre os componentes podem ser variadas, dentro dos limites. Os agentes catalisadores dibutildilaurato e o dibutiltinooctoato de ligações cruzadas estão presentes nos dois componentes, catalisando a reação entre o dihidroxipolidimetilsiloxano e ésteres do ácido silícico. Tem a cura acelerada pela presença de água e a taxa de cura é independente da temperatura, até certos limites. Apresenta contração de cura pela liberação de álcool. Pode sofrer reversão a temperaturas superiores a 80°C.

Na cura por adição a mistura dos componentes é fixa não devendo ser alterada. O agente de ligação cruzada (H- Siloxano) presente no componente 1 e os compostos catalisadores encontram-se no componente 2. A cura pode ser prejudicada por compostos de enxofre, talco, etc. A taxa de cura é fortemente dependente da temperatura, acelerando consideravelmente o período de vulcanização e praticamente não sofrem contração depois de curados.

Geralmente, as formulações dos revestimentos RTV são compostas pelo polímero polidimetilsiloxano (PDMS), reforçadas com aditivos como a alumina trihidratada (ATH) e a sílica. As propriedades elétricas e físicas dos revestimentos RTV variam consideravelmente dependendo de sua formulação. Estas propriedades são, em grande parte, dependentes da quantidade ou do tipo de aditivo acrescentado e do grau de interligação entre o aditivo e a matriz polimérica. Três importantes propriedades necessárias para o bom desempenho dos revestimentos RTV são a adesão da cobertura aos isoladores, a repulsão de água e a resistência às descargas de banda seca. Entre as características que são importantes em um revestimento RTV está a capacidade de suprimir as correntes de fuga. A supressão de correntes de fuga é totalmente regida pela natureza hidrofóbica das borrachas de silicone (GORUR et al., 1999).

As descargas de baixa energia, comumente chamadas de descargas de banda seca, são um tipo de descarga que pode conduzir à ocorrência de trilhamento e erosão no material muito mais rápido que o efeito corona. O efeito corona ou

descargas parciais na superfície do isolador, precedendo descargas de banda seca, podem reduzir a hidrofobicidade na superfície da borracha de silicone, embora estas descargas parciais não representem um risco imediato para o isolador. A resistência da composição a estas descargas é vinculada diretamente à sua formulação, onde os aditivos têm um papel importante na resistência ao trilhamento e erosão (MEYER, 2003).

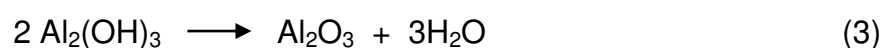
2.5. Uso da Alumina Trihidratada e Nanosílica como Cargas na Borracha de Silicone

O uso de cargas se faz necessário na obtenção das propriedades desejadas para as formulações de borracha de silicone. As cargas são utilizadas para proporcionar maior dureza, tenacidade, rigidez, resistência à abrasão. Outra razão para o uso de cargas nas composições de borracha de silicone é a redução do custo final do material, já que as cargas apresentam menor custo que o polímero base, e sua adição acarreta na redução da quantidade de polímero utilizado nas composições (MEYER, 2003). Na borracha de silicone as cargas mais utilizadas são a sílica e a alumina trihidratada (ATH) (GONZALEZ et al., 2001; MEYER et al., 2004).

A ATH e a sílica são utilizadas como carga, de modo, a proteger os revestimentos do calor gerado por arcos que possam surgir nas bandas secas, durante o período de perda da hidrofobicidade do revestimento.

A ATH que também é conhecida como alumina hidratada ou trihidróxido de alumínio (tem a forma $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ – porque é constituída por microcristais de gibsita) é um produto inorgânico de origem sintética, com elevada pureza e grande consistência físico-química. A ATH oferece várias vantagens: é relativamente barata, é facilmente incorporada em polímero, não é tóxica, também não produz odor e é um excelente retardante de chama (FARHANG et al., 2009; SCHMIDT et al., 2010).

Este composto é largamente empregado em materiais cujo processamento ocorre abaixo de 200°C , por exemplo, polímeros e compósitos poliméricos. Na faixa entre 250 e 300°C , a alumina se decompõe endotermicamente, como apresentada na reação 3 a seguir:



Por tratar-se de uma reação que absorve calor (cerca de 1,17J/kg), acaba contribuindo com a redução da temperatura do material ao qual está sendo incorporada. A água liberada em torno de 35% dos produtos da reação acaba por diluir os gases, como o dióxido de carbono (CO_2), combustíveis na chama. A formação de óxido de alumínio age como uma camada protetora, na superfície da matriz polimérica, reduzindo a difusão do oxigênio, para o meio reativo o que dificulta a troca de calor e, portanto, a propagação do fogo (MEYER, et al., 2004; HAMDANI et al., 2009;).

O objetivo do uso da ATH é reduzir a possibilidade de combustão e a velocidade de propagação da chama quando incorporada a uma matriz polimérica.

A sílica ou dióxido de silício (SiO_2), se tornou um importante ingrediente de reforço em elastômeros a partir de 1950 e 1960. As sílicas podem ser obtidas pelo processo pirogênico (sílica *fumed*) ou pelo processo de precipitação (sílica precipitada). Esta última é hidrofílica, tem forte caráter polar superficial, sendo principalmente os grupos hidroxila ligados ao silício (silanol) o centro dessa polaridade. A superfície da carga é capaz de absorver não só a umidade e compostos contendo grupos hidroxilas, mas também substâncias básicas. A sílica fumed é hidrofóbica, de pequeno tamanho de partícula e elevada pureza.

A sílica possui um alto poder reforçante em polímeros polares e necessita de agente de acoplamento em polímeros apolares. Esta possui alta energia de superfície, o que afeta a interação carga-carga e seu caráter polar é causado pelo grupos hidroxila ligado ao silício (silanol). Em contrapartida, sua baixa dispersão está correlacionada com a interação entre a carga e o polímero (RODGERS, 2004).

A utilização da sílica melhora a resistência, dureza, tenacidade e outras propriedades físicas das composições de borracha de silicone. Assim, a sílica transmite uma maior resistência ao trilhamento e à erosão, devido à sua afinidade molecular com o polímero de silicone, seu forte vínculo com a matriz de borracha de silicone. A ATH não tem esta afinidade, e suas partículas não são quimicamente ligadas à matriz polimérica. Para prover esta capacidade de vínculo, a ATH requer um tratamento de superfície, chamado silanização, mas isto aumenta consideravelmente os custos de fabricação. Dependendo do tempo cura, a adição de ATH sem tratamento torna-se problemática devido a uma distribuição desigual das partículas ao longo de todo o material (MEYER, 2003).

No entanto, deve-se ter cuidado com a quantidade tanto da ATH quanto da sílica, incorporadas à matriz polimérica, o que pode acabar prejudicando a resistência mecânica. O alto teor de reforço pode trazer desvantagens nas propriedades dos revestimentos produzidos, tais como aumento da densidade do produto e perda de tenacidade devido à possível incompatibilidade interfacial entre a matriz polimérica e o reforço inorgânico (carga). Desta forma, recomenda-se fazer tratamentos com agentes silanos para aumentar a aderência da carga inorgânica à matriz polimérica. Além disso, a processabilidade do material com o elevado teor de aditivo inorgânico torna-se mais difícil, necessitando de equipamentos de misturas mais potentes, gerando maior dificuldade de dispersão do reforço inorgânico (SIDERAKIS et al., 2008; MOMEN e FARZANEH, 2011).

2.6. Revestimento polimérico de borracha de silicone (BS)

Na literatura encontram-se alguns trabalhos que utilizam borracha de silicone como revestimento em isoladores convencionais de vidro ou porcelana. Podem-se citar os trabalhos de Lei e Wen (2002), Meyer et al. (2002), Lei et al. (2004), Zhu et al. (2005), El-Hag et al. (2006), Naderian et al. (2006), Venkatesulu e Thomas (2008), Suwarno y Pratomosiwi (2009), Venkatesulu e Thomas (2010), Bian et al. (2010), Almirall et al. (2012), Inoue et al. (2013).

Lei e Wen (2002) estudaram a resistência à erosão da BS comparando com a resistência da erosão de três diferentes nanocargas (CaCO_3 , TiO_2 y ZnO) com BS. Os resultados mostram que os compostos que continham TiO_2 e ZnO apresentaram uma maior resistência a erosão que os demais, o que pode estar associado a estrutura das nanocargas. No entanto, isto é questionável, visto que, nos três casos, os compostos de nanocargas presentes e as concentrações utilizadas são diferentes, o que poderia influenciar nos resultados.

Meyer et al. (2002) estudaram a influência do tamanho das partículas e concentração de cargas usados em compostos de BS para o isolamento elétrico. ATH e a sílica com tamanhos de partículas média de 5 e 10 μm foram usadas como cargas em diferentes concentrações de 10, 30 e 50% em massa em borracha de silicone vulcanizada à temperatura ambiente. Os resultados indicaram que amostras com altas concentrações de carga e/ou menor tamanho de partícula apresentou a melhor resistência ao trilhamento e a erosão do que amostras com menor

concentração e/ou maior tamanho de partícula, isso devido ao comportamento dessas cargas dentro da matriz.

Lei et al. (2004) analisaram a resistência e o envelhecimento por efeito corona os compósitos de BS pura e outros compósitos que continham 2% e 5% em massa de NS, cuja estrutura era em forma de capas (*nano-layered silicate*). Para isso prepararam cinco grupos de amostras: BS pura, BS com NS 2% em massa, BS com NS 5% em massa, BS com NS em camada 2% em massa e BS com NS em camada 5% em massa. Os resultados indicaram que ao misturar NS a BS, melhora sua resistência ao envelhecimento, associado a radiação ultravioleta produzida pelo efeito corona, sendo superiores os casos onde se utilizou a estrutura de capas, isto porque a NS cria uma espécie de barreira e dificulta o avanço da erosão no interior da BS.

Zhu et al. (2005) estudaram o efeito da adição de alumina trihidratada (ATH) para preenchimento da borracha de silicone em relação à erosão, onde os corpos de prova foram expostos à descarga de arco de banda seca. Neste estudo, um sistema de eletrodos foi usado para simular a geração de descarga do arco de banda seca e foi medida a massa de erosão da borracha de silicone com carga de alumina com 30 e 50% em massa. Observaram-se que o aumento da concentração de carga de ATH (50%) podem melhorar a resistência à erosão.

El-Hag et al. (2006) apresentaram uma comparação entre amostras de borracha de silicone com cargas de sílica em escala nanométrica (12 nm) com relação a escala micrométrica (5 μm) usando o teste de resistência ao trilhamento e erosão no plano inclinado. As cargas foram adicionados à borracha de silicone para reduzir o custo, melhorar a resistência ao arco de banda seca e para melhorar propriedades mecânicas nos isoladores. Os resultados obtidos confirmaram que a carga de sílica em tamanho nanométrico (12nm) representa uma maior resistência à erosão em comparação com a carga de tamanho micrométrico (5 μm).

Naderian et al. (2006) analisaram parâmetros importantes para avaliar revestimentos de BS em isoladores de alta tensão de subestações e linhas aéreas. Os autores apresentam os resultados de testes realizados por 3 diferentes RTV comerciais, onde um continha sílica, o segundo alumina e o terceiro alumina com sílica (micrométrica). Como conclusão final, a borracha de silicone que contém o ATH (54% em massa) com o tamanho de enchimento de 1 μm , mostrou o melhor

desempenho elétrico, mecânico e químico entre os isoladores disponíveis, apresentando melhor resultado em relação à erosão e trilhamento.

Venkatesulu e Thomas (2008) realizaram análises comparativas sobre o uso do dióxido de magnésio em tamanho nano (5% em massa) e ATH de tamanho convencional (micro) e 5% em massa como aditivos retardadores de chama da borracha de silicone (RTV). A análise foi realizada por meio do teste do plano inclinado, indicando que o dióxido de magnésio tem um melhor comportamento que a alumina com relação à perda de massa produto na erosão, isso devido a uma maior área de superfície e estabilidade térmica das cargas manométricas do dióxido de magnésio. Os resultados afirmaram que nesta concentração de pequena quantidade de carga, o dióxido de magnésio tem um melhor desempenho em termos de erosão em massa, profundidade, largura e comprimento.

Suwarno e Pratomosiwi (2009) pesquisaram a influência dos contaminantes no comportamento elétrico de isoladores cerâmicos cobertos com BS. A pesquisa se baseou fundamentalmente na variação e características da corrente de fuga a medida que se aumentava a tensão aplicada aos isoladores elétricos. Os autores concluíram que a BS manteve boas características para diferentes condições de contaminação. Contudo, não citaram se estas características foram mantidas após longos períodos de atividade elétrica na superfície da BS.

Venkatesulu e Thomas (2010) estudaram sobre a resistência à erosão de nanocompósitos de BS com baixa concentração de nano alumina (2,5% e 4% em massa) e microcompósitos com alta concentração (5%, 10%, 15%, 20% e 30% em massa ATH). A análise termogravimétrica mostrou que a estabilidade térmica dos nanocompósitos foi melhor que a dos microcompósitos mesmo com a baixa concentração das cargas nanométricas estudadas, apresentando melhor desempenho com relação à erosão e melhor interação entre as cargas nanométricas e a matriz polimérica. O uso de menores concentrações de cargas como no caso dos nanocompósitos conduziram a uma melhor flexibilidade, facilidade de processamento durante a fabricação do produto e ao mesmo tempo um melhor desempenho elétrico.

Bian et al. (2010) avaliaram a técnica de eletrofiliação na mistura de BS com cargas de NS, com concentrações de 2,5 a 15% em massa, com o intuito de melhorar a dispersão das cargas na matriz em comparação com a mistura mecânica de cisalhamento e assim melhorar as propriedades desse compósito, visto que a

aglomeração das cargas interferiram no resultado final do compósito. A morfologia dos compósitos foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura, observando uma melhor dispersão pelo método de electrospinning nas composições de 3 e 6% em massa e para o ensaio de aquecimento térmico, utilizando um laser de infravermelho sugeriu uma melhor condutibilidade térmica.

Almirall et al. (2012) realizaram um estudo sobre a influência da carga de NS na BS usada para revestimento em isoladores de vidro. Foram analisadas a dispersão da carga por MEV, a permissividade da BS com e sem carga para várias frequências, a influência da NS na resistência à erosão, as medidas das correntes de fuga durante o ensaio de névoa salina e também a perda e recuperação da hidrofobicidade. Baseado nos resultados obtidos, concluíram que a adição de NS à BS limitou o processo de perda da hidrofobicidade e aumentou a resistência à erosão, reduzindo o valor da corrente de fuga em comparação com a BS sem carga.

Inoue et al. (2013) avaliaram o efeito da adição de NS à BS, a fim de melhorar o trilhamento, resistência à erosão e a resistência à chama, bem como melhorar as propriedades mecânicas. Os resultados experimentais afirmaram que a resistência ao trilhamento e ao arco elétrico das amostras aumentaram com a diminuição do tamanho das nanocargas de sílica. A resistência à chama aumentou com a diminuição do tamanho das NS e para a resistência à tração, alongamento na ruptura e rasgamento, observaram que as propriedades mecânicas aumentaram com o aumento da concentração, sendo mais eficaz para 3 e 5% em massa da NS.

2.7. Modificação da Superfície das Cargas com Agente Tipo Silano

A química dos organossilanos é extremamente versátil. Eles são chamados agente de acoplamento porque permitem melhorias da adesão de materiais orgânicos com inorgânicos.

Os silanos organofuncionalizantes mais utilizados são do tipo bifuncional: $Y_3Si-R-X$. A aplicabilidade desses silanos bifuncionais é determinada pelas reatividades dos seus grupos X (aminas, haletos ou alcóxidos), estando esta função orgânica X no extremo da cadeia orgânica em que R é normalmente formado por três grupos metilenos, ligados ao átomo de sílcio. Por outro lado, Y pode ser um haleto X ou mesmo um grupo amina (NH_2), porém mais comumente encontrado como grupo alcóxido (RO). Dentre os alcóxidos mais comuns encontram-se o

métóxi, o etóxi, o n-propóxi e o sec-butóxi. Esse último aspecto é relevante do ponto de vista prático, porque os silanos com grupos alcóxidos reagem facilmente com substratos hidroxilados. Como resultados dessa reatividade, formam-se ligações covalentes entre as moléculas do silano e a superfície hidroxilada do suporte, neste caso específico o óxido, com conseqüente eliminação do álcool correspondente (VIEIRA, 1997; ARAKAKI e AROLDI, 1999).

Outro aspecto correspondente está relacionado às duas extremidades da molécula de silano, que estando livres podem sofrer modificações químicas separadamente ou simultaneamente, dependendo das condições de reação. A reatividade do grupo trialcóxi e a natureza específica do grupo funcional X são determinantes na utilidade de certos silanos, que podem ser extensivamente variados, facilitando uma ampla aplicabilidade desses tipos de compostos.

De um modo geral, após a imobilização do suporte, o novo material pode ser utilizado na catálise, trocadores iônicos, cromatografia, na odontologia, preparação de materiais luminescentes, ensaios de hormônios e enzimas, como âncoras para a imobilização de fármacos e biomoléculas (ARAKAKI e AROLDI, 1999; TRECCANI et al., 2013).

Existe uma ampla variedade de agente silano disponível para modificação da superfície, dentre os vários tipos os mais utilizados são: cloropropiltrimetoxisilano, viniltriclorosilano, aminopropilsilano, mercaptoalquiltrialcoxissilano (SANTOS, 2011).

Na literatura são reportados vários trabalhos utilizando o agente silano como modificador de superfície, em diversas áreas. A seguir são reportados alguns destes trabalhos.

Yang et al. (2004) citados por Santos (2007) funcionalizou nanopartículas de sílica com o agente silano 3-aminopropiltrimetoxissilano e o carboidrato glutaraldeído que é um monossacarídeo de estrutura química bastante simples, que recebe esse nome por apresentar um grupo funcional aldeído em sua estrutura. Utilizaram as nanopartículas funcionalizadas em técnicas de imunensaio, imobilizando o anticorpo HBsAg (antígeno de superfície da hepatite B) e analisaram pelo método convencional ELISA (*Enzyme Linked Immuno Sorbent Assay*), que é um teste imunoenzimático que permite a detecção de anticorpos específicos no plasma sanguíneo. As nanopartículas de sílica funcionalizadas e imobilizadas com HBsAg apresentaram precisão, e confiabilidade e resultados satisfatórios de 92% nos testes

de recuperação sobre a média de seis determinações, com um desvio padrão relativo de 9,0% .

Rong et al. (2004) utilizaram γ -methacriloxipropiltrimetóxisilane no tratamento da superfície das partículas de nanosílica para formar compósito com polipropileno. Os compósitos de polipropileno contendo partículas de nanosílica silanizada apresentaram maior tensão de escoamento à tração do que os que possuíam nanosílica não silanizada.

Batistela et al. (2008) caracterizaram nanocompósitos à base de resina epóxi modificada com nanopartículas de sílica *fumed* (0,1; 0,3 e 0,5% vol.) com diferentes tratamentos de superfície (não modificado e modificado com o uso dos agentes de acoplamento silano 3-aminopropiltrimetóxisilano e o 3-glicidiloxipropiltrimetóxisilano). O grau de dispersão resultante e a adesão interfacial foram investigados por MET e MEV. Os desempenhos de fadiga de nanocompósitos foram então comparados com os do epóxi puro. Três condições de modificação de superfície diferentes foram testados para nanocompósitos de sílica *fumed*/resina epóxi. As análises morfológicas com MET e MEV mostraram que a melhor dispersão foi conseguida com nanopartículas de sílica modificada com o 3-glicidiloxipropiltrimetóxisilano, enquanto que a sílica modificada com o 3-aminopropiltrimetóxisilano e a sílica *fumed* não tratada apresentaram-se ligeiramente mais aglomeradas. No ensaio de fadiga, algumas melhorias foram visíveis apenas com 0,5 vol.%, mas não de forma significativa.

Silva et al. (2013) investigaram o efeito de micropartículas de Al_2O_3 calcinada com diferentes granulometrias (80 μm e 6 μm), com e sem agente de acoplamento silano (3-cloropropiltriétoxisilano), nas proporções de 1%, 3% e 5%, em massa, nas propriedades térmicas e mecânicas de compósitos de polipropileno produzidos pela técnicas de intercalação por fusão. A caracterização térmica e as propriedades mecânicas dos compósitos foram avaliadas por análise termogravimétrica (TGA), ensaios de tração e impacto. Como resultado observou-se que houveram ganhos nas propriedades mecânicas e térmicas do compósito em comparação ao PP puro. O compósito PP- Al_2O_3 1% (6 μm) na ausência do silano como agente de acoplamento, apresentou melhor resultado quanto as propriedades mecânicas (módulo de tenacidade e alongamento (%)) e o compósito na presença do agente de acoplamento silano S-PP- Al_2O_3 5% (6 μm) apresentou o melhor desempenho térmico.

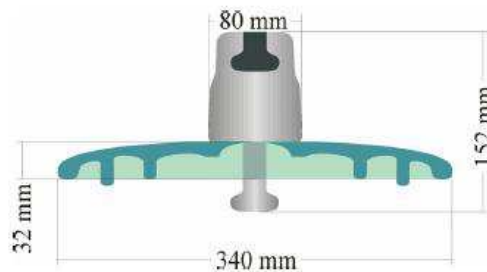
Com relação ao uso do agente de acoplamento silano em revestimentos de BS com cargas de ATH e NS, a literatura é ainda escassa.

3. METODOLOGIA

3.1. Materiais

Nesta pesquisa foram utilizados unidades de isoladores de vidro a fim de revesti-los. A Figura 8 ilustra uma representação gráfica dos isoladores empregados. Os isoladores pesam aproximadamente 3,5 kg cada. A campânula e o pino são constituídos de aço e recobertos com uma camada de liga antioxidante. O vidro é fixado às regiões metálicas através de cimento.

Figura 8 – Diagrama esquemático dos isoladores empregados nos ensaios.



Fonte: FERREIRA, 2011.

Para a obtenção dos revestimentos nos isoladores foram utilizados os seguintes materiais, indicados na Figura 9:

- Alumina trihidratada – (ATH) (Hydrogard-GP), fornecida pela ALCOA;
- Nanosílica (Sílica Fumed S5505) (14nm) nanoparticulada na forma de pó, fornecida pela Sigma-Aldrich.
- Silicone (RTV 615) A com agente de cura B, adquirido pela Momentive Performance Materials;
- Agente de acoplamento silano 3-aminopropiltriétoxissilano [H₂N(CH₂)₃Si(OC₂H₅)₃], (APTES) adquirido pela Sigma-Aldrich.

Figura 9 - Materiais utilizados na obtenção dos revestimentos: a) ATH; b) NS; c) BS + agente de cura; d) agente de acoplamento silano (APTES).



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

3.2. Métodos

3.2.1. Preparação da Carga

As cargas utilizadas para preparação dos revestimentos foram obtidas a partir da mistura da ATH com a NS em três diferentes proporções mássicas: i) 20 g de ATH para 1 g de NS designada carga 20:1 de ATH:NS; ii) 20 g de ATH para 3 g de NS designada carga 20:3 de ATH:NS e iii) 20 g de ATH para 5g de NS designada carga 20:5 de ATH:NS. As cargas foram individualmente pesadas e misturadas em um misturador rotativo modelo 713 D, potência 70-130 W, com rotação de 1500 rpm, por 30 minutos. Foi utilizada 50 ml de água destilada, o que foi suficiente para possibilitar uma mistura com boa fluidez.

Em seguida, o material foi secado em estufa a 80°C por 24 horas, para eliminar toda água residual do processo. A mistura foi posteriormente desaglomerada em almofariz e peneirada em malha ABNT 200 mesh (abertura 74 μ m).

3.2.2. Preparação dos Revestimentos

Para a preparação dos revestimentos foram utilizadas as seguintes proporções mássicas da matriz BS e da carga ATH:NS: i) 95% em massa de borracha de silicone (BS) para 5% em massa de NS sendo designada BS/NS; ii) 80% em massa de BS para 20% de ATH sendo designado por BS/ATH; iii) 79% em massa de BS para 21% em massa da carga (20:1 de ATH:NS) sendo designado BS/20:1; iv) 77% em massa de BS para 23% em massa da carga (20:3 de ATH:NS) sendo designado BS/20:3 e v) 75% em massa de BS para 25% em massa da carga (20:5 de ATH:NS) sendo designado BS/20:5.

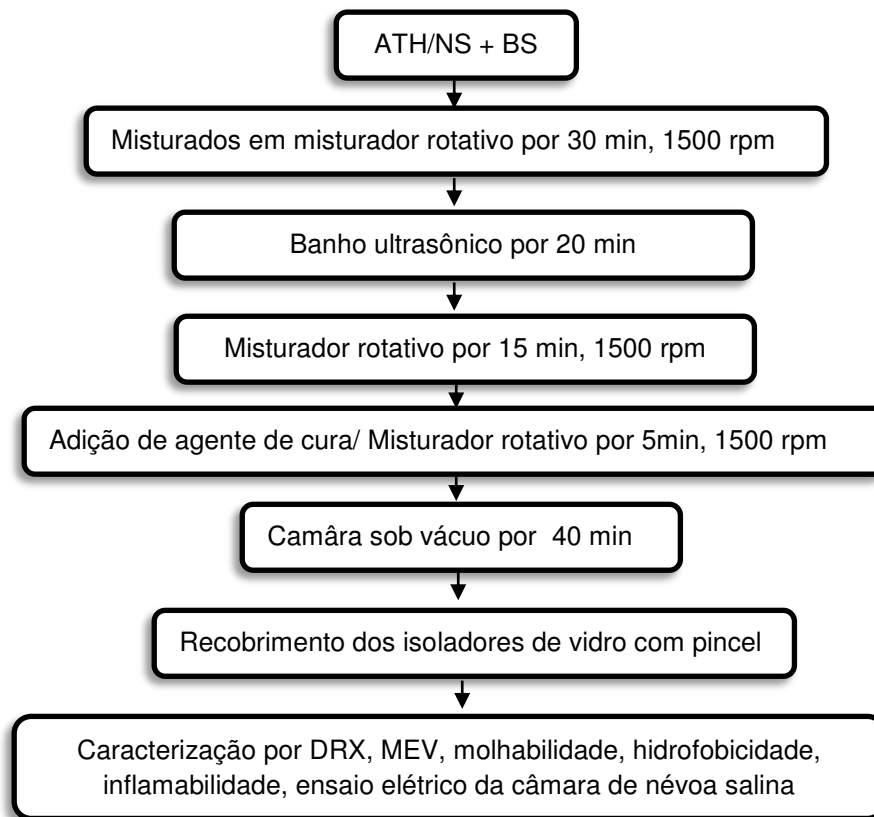
Todos os revestimentos foram preparados usando um becker de 600 ml em um misturador rotativo modelo 713 D, potência 70-130W, com rotação de 1500 rpm, por 30 minutos. Posteriormente, a mistura foi colocada em banho ultrassônico, modelo UtraCleaner 1450 A, marca Unique, por mais 20 minutos, e em seguida, a mistura retornou ao misturador rotativo a 1500 rpm, por mais 15 minutos.

Logo após, foi adicionado o agente de cura em concentração de 1% em massa e misturado novamente por mais 5 minutos no misturador rotativo a 1500 rpm. Essa mistura foi levada para uma câmara sob vácuo por aproximadamente 40 minutos para que fossem retiradas as bolhas do silicone.

Após a preparação e retirada da mistura da câmara sob vácuo, foi feito o revestimento da superfície dos isoladores de vidro. Inicialmente as superfícies dos isoladores foram limpas e logo após, com um pincel, foi colocada a mistura da BS na superfície, recobrimo-a. Esperou-se o tempo de cura (aproximadamente 24 horas) e em seguida encaminharam-se para o ensaio na câmara de névoa salina.

Para realizar os ensaios de DRX e MEV, foram retirados destes isoladores uma parte desse revestimento e a película foi analisada. A Figura 10 ilustra o fluxograma da metodologia dos revestimentos da BS com cargas de ATH e NS. No Anexo A, encontram-se as fotos do procedimento de recobrimento dos isoladores elétricos de vidro.

Figura 10 - Fluxograma da metodologia de obtenção dos revestimentos de BS com cargas de ATH e NS.



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

3.2.3. Silanização da Carga ATH/NS

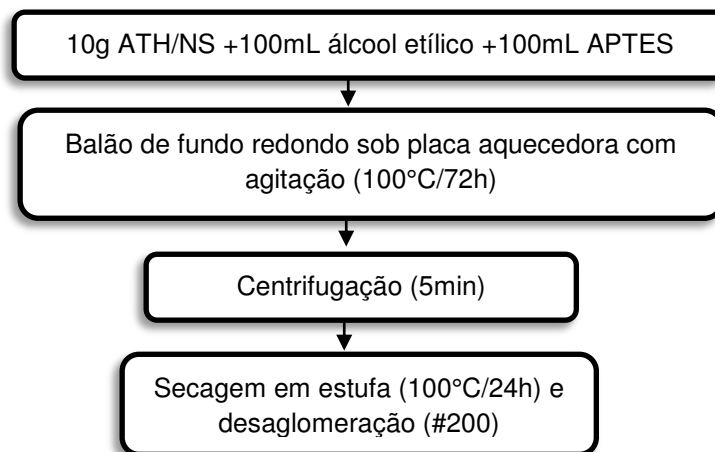
Para modificação da superfície das cargas de ATH e NS, o agente silano de acoplamento do tipo 3-aminopropiltriétoxisilano [$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$] (APTES) foi utilizado de acordo com a metodologia proposta por Camilo (2006).

Inicialmente, 10 g da carga de ATH:NS, nas proporções mássicas de 20:1, 20:3 e 20:5 respectivamente, previamente misturadas, foram colocadas em 100 mL de álcool etílico e 10 mL do agente silano APTES. A mistura foi preparada em um balão de fundo redondo de 500 ml, sob uma placa aquecedora com controlador digital da temperatura e um condensador de bolas. Essa mistura permaneceu sob a placa aquecedora a uma temperatura de 100°C, por 72 horas com agitação. Após esse processo a solução foi levada a uma centrífuga, durante 5 minutos para que ocorresse a decantação da ATH:NS, posteriormente, as cargas foram secas em estufa modelo FANEM a 100°C por 24 h e por fim foram novamente

desaglomeradas em peneira malha ABNT 200, de acordo com o fluxograma ilustrado na Figura 11.

Esse mesmo procedimento foi realizado para a carga de ATH pura. Para a NS pura não foi viável realizar esta metodologia, devido ao tamanho das partículas se apresentar tamanho nanométrico.

Figura 11 - Fluxograma da metodologia da silanização das cargas de ATH e NS.



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Após a silanização das cargas, estas foram designadas por 20(S); 20:1(S); 20:3(S) e 20:5(S), sendo posteriormente adicionadas a BS seguindo o mesmo procedimento para preparação dos revestimentos descrito na seção 3.2.3., sendo então designados por BS/20(S); BS/20:1(S); BS/20:3(S); BS/20:5(S).

A Tabela 2 ilustra as proporções mássicas das misturas das cargas e a Tabela 3 ilustra as proporções mássicas das misturas da BS com as cargas utilizadas.

Tabela 2 - Proporções mássicas das cargas utilizadas nos revestimento.

Proporções mássicas	BS	ATH (g)	NS (g)
20:1	_____	20	1
20:3	_____	20	3
20:5	_____	20	5
20(S)	_____	20*	_____
20:1(S)	_____	20*	1*
20:3(S)	_____	20*	3*
20:5(S)	_____	20*	5*

Tabela 3 - Proporções mássicas da mistura da BS com as cargas utilizadas nos revestimentos.

Proporções mássicas	BS	ATH	NS	20:1	20:3	20:5
BS puro	100	_____	_____	_____	_____	_____
BS/NS	95	_____	5	_____	_____	_____
BS/ATH	80	20	_____	_____	_____	_____
BS/20:1	79	_____	_____	21	_____	_____
BS/20:3	77	_____	_____	_____	23	_____
BS/20:5	75	_____	_____	_____	_____	25
BS/20(S)	80	20*	_____	_____	_____	_____
BS/20:1(S)	79	_____	_____	21*	_____	_____
BS/20:3(S)	77	_____	_____	_____	23*	_____
BS/20:5(S)	75	_____	_____	_____	_____	25*

*(Indica que foi utilizado nas cargas o agente silano de acoplamento do tipo 3-aminopropiltriétoxissilano $[H_2N(CH_2)_3Si(OC_2H_5)_3]$).

3.3. Caracterizações

3.3.1. Difração de Raios X (DRX)

Para avaliar a estrutura e fases presentes nas cargas e nos revestimentos de BS/ATH/NS, foi usado um difratômetro de raios X Siemens (modelo D6000, radiação Cu K) que opera com tubo de alvo de cobre a uma tensão de 40 kV e 40 mA de corrente. Os difratogramas de raios X foram obtidos na faixa 2θ de 10° a 80° em passo de 0.02° com tempo de passo de 1 segundo, na temperatura ambiente de 25°C . Este ensaio foi realizado no Laboratório de Engenharia de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG.

O tamanho de cristalito foi calculado a partir da linha de alargamento de raios X (d_{311}) por meio da deconvolução da linha de difração secundária do cério policristalino (utilizado como padrão) utilizando-se a equação (1) de Scherrer:

$$d = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad (1)$$

Em que, d é o diâmetro médio das partículas; k é a constante de proporcionalidade que depende da forma das partículas, assumida como sendo esférica (0,89); λ o comprimento de onda da radiação do $\text{CuK}\alpha$ (1,5418 Å); e, β a largura à meia altura do pico.

Para identificação das fases foi utilizado o programa Pmgr da Shimadzu e para obtenção das fichas cristalográficas padrões foi acessado o banco de dados JCPDS. A cristalinidade foi obtida no programa Pmgr da Shimadzu cristality que utiliza o coeficiente de correção de Lorentz, para calcular a porcentagem de fase cristalina.

3.3.2. Microscopia Eletrônica de Varredura

O aspecto morfológico das amostras de ATH e da NS e dos revestimentos de BS/ATH/NS foram analisados por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no equipamento SSX 550 Superscan – Shimadzu. Para as cargas na forma de pó, as amostras foram dispersas em acetona e desaglomeradas em ultrassom.

Uma gota da suspensão bem diluída foi depositada sobre o porta-amostra, previamente polido com alumina, o qual foi recoberto com uma fina película de ouro, que atua como meio condutor para realização da análise. Para os revestimentos, foram avaliadas a superfície e a seção transversal. As superfícies das amostras foram revestidas com ouro com o objetivo de evitar o acúmulo de carga negativa, operando-se em 15 kV. As amostras foram recobertas com ouro utilizando o Metalizador Shimadzu –IC-50, utilizando uma corrente de 4 mA por um período de 3 minutos. A análise foi realizada no Laboratório de Engenharia de Materiais/ CCT/UFMG.

3.3.3. Ensaio de Inflamabilidade

Quanto às propriedades de inflamabilidade, os ensaios de queima horizontal representam a velocidade de propagação da chama, ou seja, estão diretamente relacionados à reatividade do material, e, portanto, a sua taxa de decomposição e liberação de compostos combustíveis. Materiais que permitem a manutenção da chama e maior velocidade de propagação da mesma podem ser classificados como inflamáveis. Neste tipo de teste é muito difícil se obter dados absolutos para todos os materiais em todas as aplicações, uma vez que as condições reais onde eles serão exigidos variam bastante (JANG e LEE, 2001; CANAUD et al. 2001). Para o teste de inflamabilidade, os corpos de prova foram submetidos a testes de queima na posição horizontal, fixados na garra suporte. O gás butano foi suprido ao queimador, o qual foi colocado à extremidade do corpo de prova. De modo a apresentarem a normalização da Underwrites Laboratories (Norma UL 94). Esse teste é utilizado com o objetivo de classificar como *horizontal burning* (HB) o material polimérico com uma velocidade de queima abaixo de um valor mínimo especificado (40 mm/min). As dimensões dos corpos de prova foram as seguintes: $12,5 \pm 5$ mm de comprimento, $13 \pm 0,5$ mm de largura e espessura mínima de $3,0 \pm 0,2$ mm. Em média 10 corpos de prova foram testados. Encontram-se no Apêndice A as Figuras da aparelhagem utilizada para a realização deste ensaio e os corpos de prova utilizados, segundo a Norma UL94.

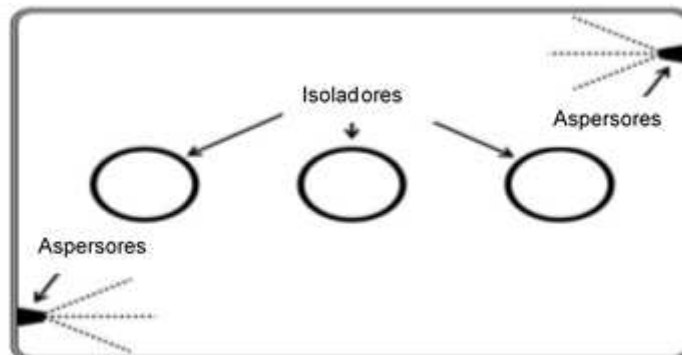
3.3.4. Ensaio na Câmara de névoa salina

O objetivo do ensaio de névoa é medir a variação da corrente de fuga nos isoladores operando em ambientes com névoa salina ou com materiais orgânicos depositados na superfície. O cloreto de sódio ou os materiais orgânicos depositados sobre os isoladores aumentam a condutividade dos materiais diminuindo a ação isolante do dispositivo.

Para a realização deste ensaio usou-se como referência as condições descritas por Kim et al. (1992) e Deng e Hackam (1999).

Os isoladores foram colocados dentro de uma câmara de névoa salina de 1,2 x 1,0 x 1,0 m, onde os aspersores foram colocados de forma que evitassem a incidência direta da névoa salina sobre os isoladores, como ilustra a Figura 12.

Figura 12 - Esquema da vista superior da câmara de névoa salina.



Fonte: ALMIRALL et al., 2012.

A tensão aplicada para cada isolador foi de 16 kV para alcançar 0,5 kV/cm de comprimento de fuga. O fluxo de água no interior da câmara foi ajustada a $1,6 \pm 0,1$ L/min e a salinidade se manteve constante com um valor de $1000 \pm 3\%$ $\mu\text{S/cm}$. (DENG et al., 1996).

Como fonte de alta tensão foi utilizado um transformador FERRANTI 220V/600 kV – 1 kVA, que foi conectado ao pino dos isoladores por meio de cabos. Na parte superior existe uma conexão no sistema de medição, composto por um osciloscópio Tektronix-TSD 5104B, taxa de amostragem de 5 GS/s, conectado em paralelo a uma resistência de 1k Ω . Os isoladores se mantiveram com tensão aplicada de forma constante durante 120 horas. Esse tempo se dividiu em cinco ciclos de 24 horas, cada um, e o ciclo de névoa salina consistiu em 6 horas por dia

de aplicação da mesma. Nas demais 18 horas do dia, os isoladores elétricos ficaram sob tensão aplicada, mas sem névoa salina.

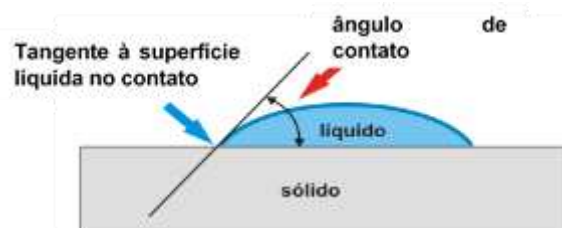
As medidas de corrente de fuga foram feitas em três momentos diferentes de cada ciclo: antes de aplicar a névoa salina, trinta minutos depois de começar a aplicação da névoa salina e antes de se retirar a névoa salina.

A fim de avaliar se há variações das correntes de fuga tanto para os ciclos (dias de ensaio) como para os diferentes revestimentos, realizou-se uma análise estatística utilizando o modelo de regressão linear, seguida da análise de variância (ANOVA). A descrição do método utilizado encontra-se no Anexo B.

3.3.5. Molhabilidade

Para quantificar a molhabilidade dos compósitos obtidos foi utilizado o método de ângulo de contato. Neste método, uma gota de água de aproximadamente 4 μl foi colocada suavemente sobre a superfície dos compósitos como pode ser observado na Figura 13. Foi registrada a imagem de 10 gotas diferentes dispostas sobre as superfícies do compósito para obtenção da medida dos ângulos obtidos.

Figura 13 - Representação da medida do ângulo de contato (θ), formado entre a gota e a superfície.

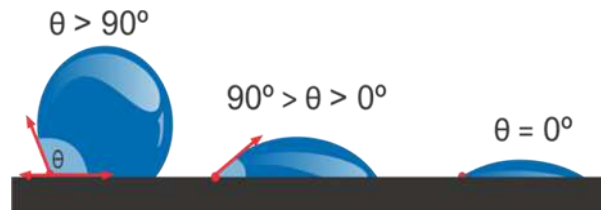


Fonte: ALHANATI, 2012.

A hidrofobicidade está relacionada com o não molhar, que envolve a não interação de um líquido com a superfície. A molhabilidade é afetada pela presença de grupos polares na superfície do material. O comportamento da gota sobre a superfície indica diferentes situações de molhabilidade de uma superfície: para ($\theta = 0$), pode-se dizer que a superfície apresenta alta molhabilidade ou que é hidrofílica; para ($0^\circ < \theta < 90^\circ$), a superfície é predominantemente hidrofílica; para ($90^\circ < \theta <$

180°), a superfície é predominantemente hidrofóbica e para ($\theta = 180^\circ$) a superfície é totalmente hidrofóbica ou não molhável. A Figura 14 ilustra estas situações.

Figura 14 - Representação de uma superfície hidrofílica ($\theta = 0^\circ$), superfície, predominantemente hidrofílica ($90^\circ > \theta > 0^\circ$), e hidrofóbica ($\theta > 90^\circ$).



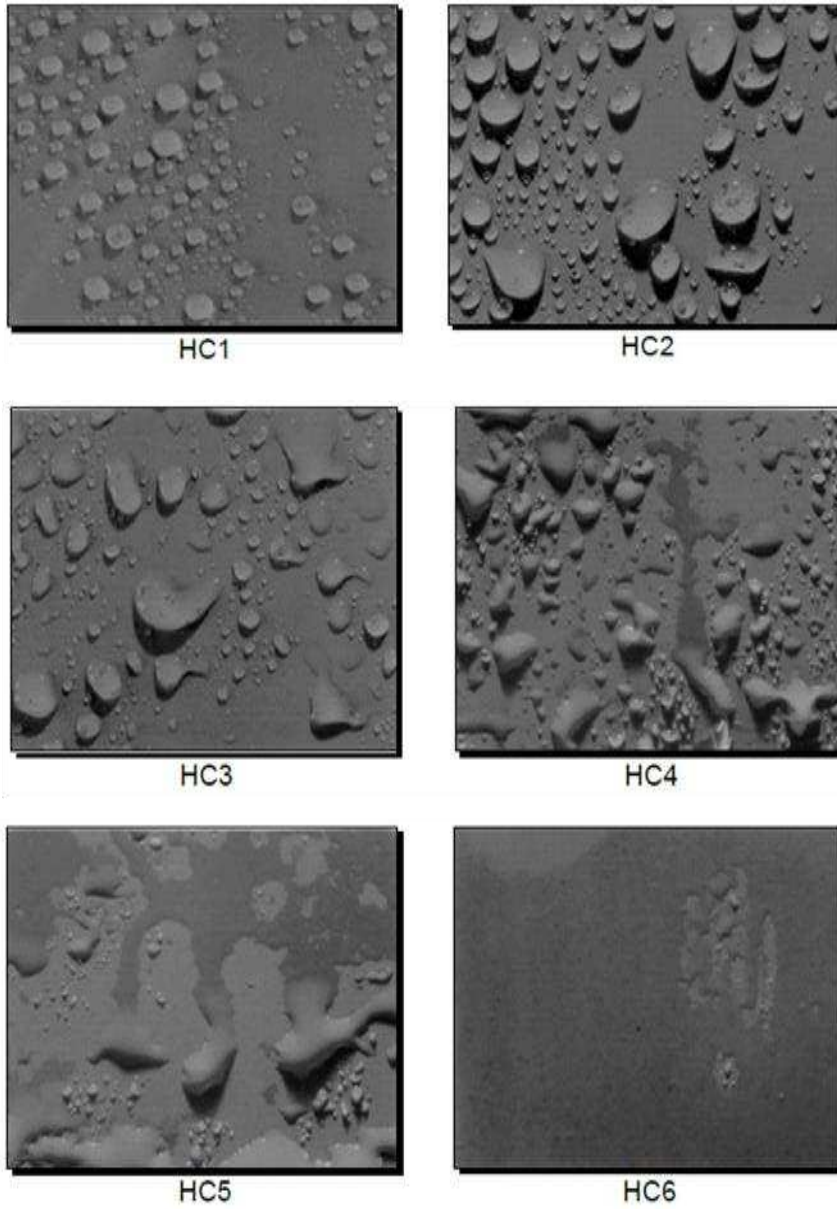
Fonte: FURTADO, 2013.

O ângulo de contato entre a gota e a superfície foi medido por análise de imagem através do software Angle Calculator. A análise foi realizada no Laboratório CERTBIO/CCT/UFCG.

3.3.6. Avaliação da Hidrofobicidade

A avaliação da hidrofobicidade foi efetuada pelo método descrito no guia da STIR (*Swedish Transmission Research Institute*). Esta classificação é feita em seis divisões (HC 1-6), onde HC1 corresponde à completa hidrofobicidade, ou seja, a superfície não é molhada pela água e, HC6 corresponde à completa hidrofiliabilidade, ou seja, a superfície é completamente molhada pela água. Este método de aspersão consiste em borrifar entre 10 e 30 cm³ de água destilada sobre a superfície de um isolador a uma distância de 25 ± 10 cm, utilizando um pulverizador manual. Após 10 segundos, se avalia a hidrofobicidade por comparação com as imagens padrões do guia STIR, indicadas na Figura 15. As fotos obtidas dos isoladores encontram-se no Apêndice C.

Figura 15 - Escala de hidrofobicidade conforme padrões STRI.



Fonte: Guia da STRI, 1996.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir, são apresentadas as caracterizações referente as cargas de ATH e NS, assim como dos revestimentos de BS/ATH/NS. Para as cargas de ATH e NS, foram realizadas análises de DRX e MEV, e para os revestimentos, além destas análises, foram feitos teste de inflamabilidade, ensaio de névoa salina, molhabilidade e avaliação da hidrofobicidade.

4.1. Difração de raios X

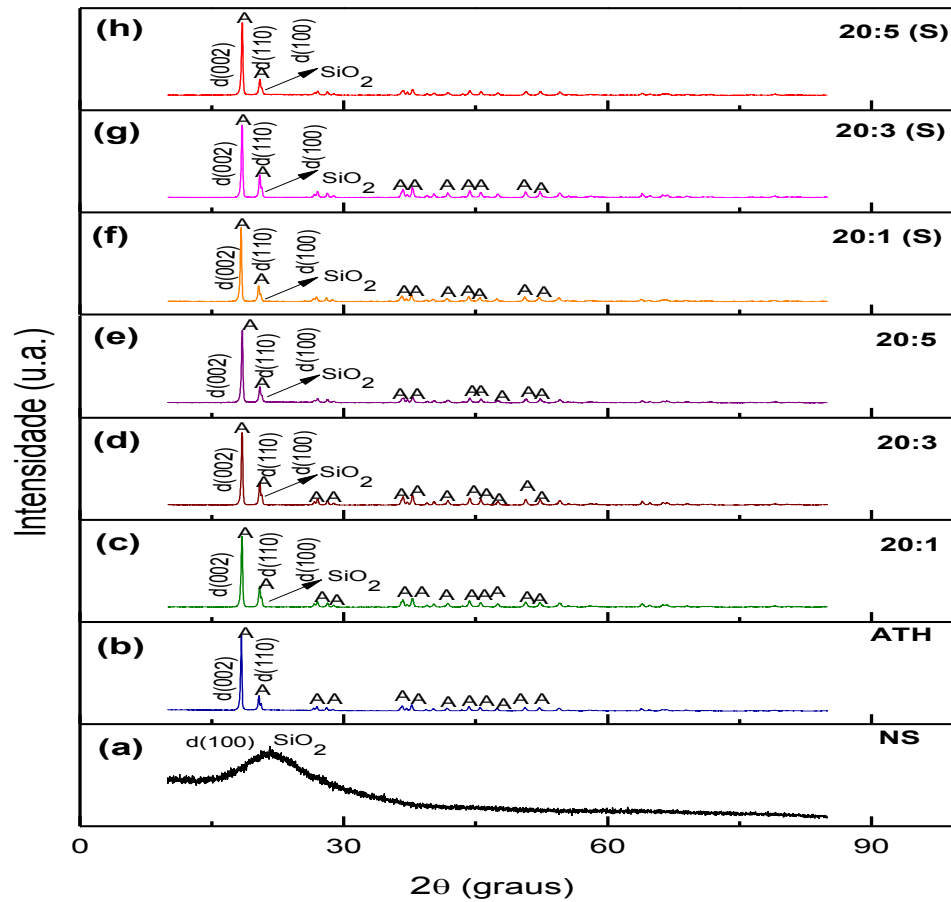
A Figura 16 (a - h) ilustra os resultados de difração de raios X para as cargas ATH e NS, além das cargas nas diferentes proporções mássicas de 20:1, 20:3 e 20:5 de ATH:NS sem e após silanização com o 3-aminopropiltriétoxissilano (APTES).

Mediante a Figura 15(a), para a NS observa-se uma banda larga predominante da nanosílica (SiO_2), centrada em $2\theta - 20,687^\circ$ correspondente ao pico de primeira ordem 100 para hkl (100) da sílica, indicando um material com característica amorfa (ficha padrão JCPDS 38-0448).

Com relação à ATH, na Figura 16(b), observa-se para a ATH, os picos bem definidos, indicando que a ATH encontra-se na forma cristalina. Os picos encontrados referem-se a alumina trihidratada $\text{Al}(\text{OH})_3$, mineral gibsita (ficha padrão JCPDS 33-0018).

Para as misturas de 20:1; 20:3; 20:5; 20:1(S); 20:3(S) e 20:5(S), Figura 16 (c, d, e, f, g, h), se verificou que a cristalinidade da ATH praticamente não foi alterada, pois os picos da alumina trihidratada do tipo gibsita se mantiveram bem definidos (ficha padrão JCPDS 33-0018) e a banda da NS (ficha padrão JCPDS 43-0596) estão sobrepostos ao pico da ATH $d_{(110)}$. Todas as fichas utilizadas para identificação das fases encontram-se no Anexo C.

Figura 16 - DRX das cargas: (a) ATH, (b) NS, (c) 20:1, (d) 20:3, (e) 20:5, (f) 20:1(S), (g) 20:3(S), e (h) 20:5(S).



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

A Tabela 4 ilustra a cristalinidade e o tamanho de cristalito médio determinado para o pico de primeira ordem para as cargas ATH e NS, além das cargas nas diferentes proporções mássicas de 20:1; 20:3; 20:5; 20:1(S); 20:3(S) e 20:5(S) de ATH:NS sem e após silanização com o 3-aminopropiltriétoxissilano (APTES).

Para a NS, por este material apresentar característica amorfa, com formação de banda larga, sua cristalinidade é baixa (13%). Já a ATH e suas misturas apresentam alta cristalinidade, em torno de 90% para a ATH e 80% para as demais misturas, confirmando que a cristalinidade da ATH praticamente não foi alterada.

Tabela 4 - Valores do tamanho de cristalito do pico principal(d_{002})e cristalinidade.

Amostras	Tam. de cristalito (d_{002}) (nm)	Cristalinidade (%)
ATH	45	92
NS	—	13
20:1	42	83
20:3	43	88
20:5	44	80
20:1(S)	38	81
20:3(S)	33	78
20:5(S)	35	79

Fonte: PRÓPRIA, 2014.

A Figura 17 ilustra os difratogramas de raios X para a BS pura, e os revestimentos BS/NS; BS/ATH; BS/20:1; BS/20:3; BS/20:5; BS/20(S); BS/20:1(S); BS/20:3(S) e BS/20:5(S).

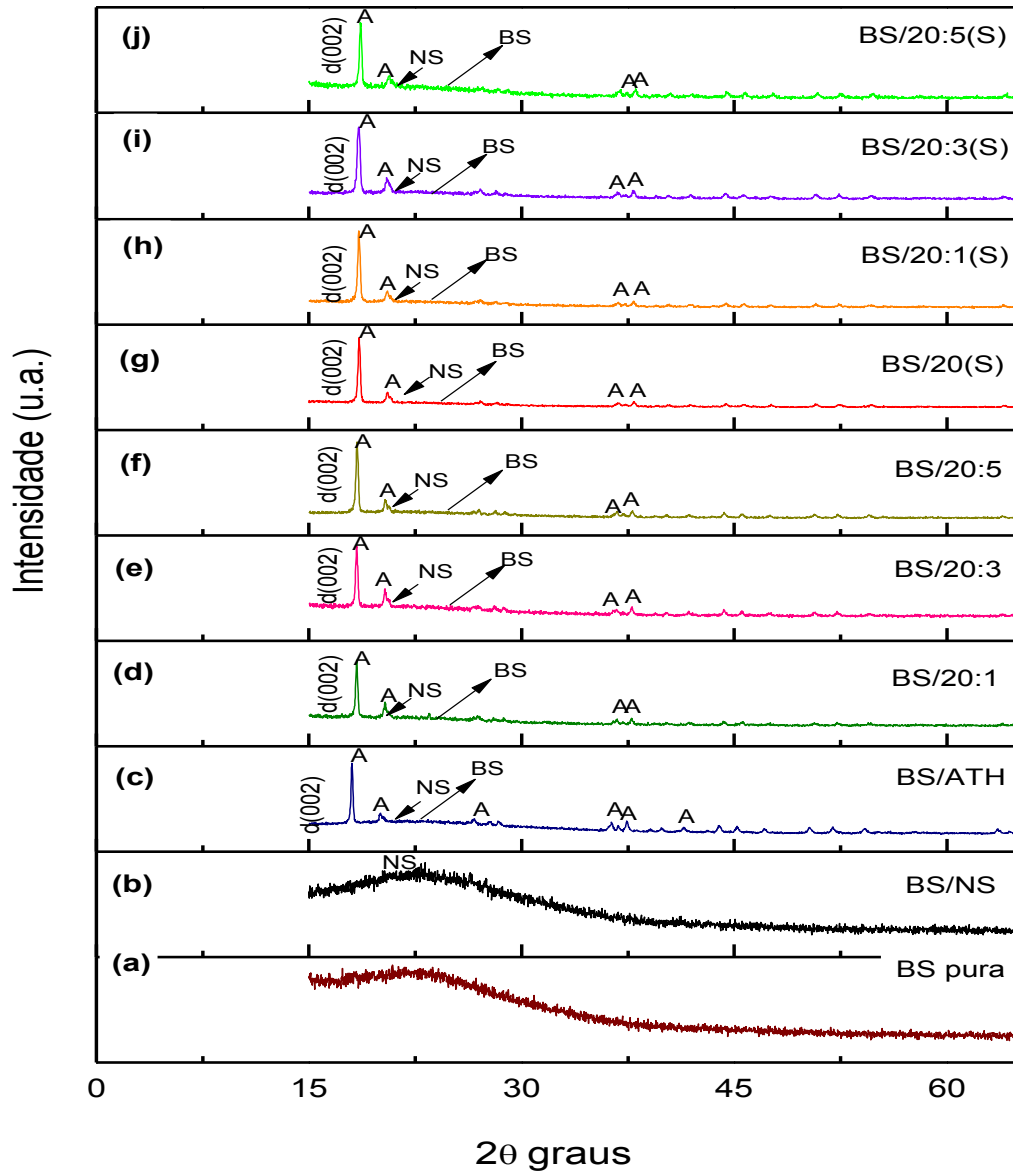
A Figura 17(a) apresenta o difratograma de raios X da BS pura. Observa-se que inicialmente apresentam-se duas bandas largas discretas relativas ao silicone (ficha padrão JCPDS 30-1918), cujo material possui característica amorfa.

No difratograma de raios X do revestimento BS/NS, Figura 16(b), praticamente não se consegue distinguir os picos relativos a BS e NS, observa-se apenas uma banda larga, onde estão sobrepostas as bandas da NS e da BS, indicando que esses materiais apresentam características amorfas.

Na Figura 17(c), aparentemente, mantém-se a característica cristalina da ATH. Muito embora, ocorre uma leve distorção na rede da ATH, observada pelo deslocamento dos picos.

Nas Figuras 17(d, e, f), dos revestimentos BS/20:1, BS/20:3 e BS/20:5 observa-se que o pico principal da ATH surge com uma maior intensidade e que os revestimentos com as cargas silanizadas BS/20(S), BS/20:1(S), BS/20:3(S) e BS/20:5(S) (Figura 17(g, h, i, j)), não verificou-se alterações, indicando que a presença do agente silano não alterou a característica estrutural das cargas presentes nos revestimentos.

Figura 17 - Difratogramas de raios X: (a) BS pura, (b) BS/NS, (c) BS/ATH, (d) BS/20:1, (e) BS/20:3 (f) BS/20:5, (g) BS/20(S), (h) BS/20:1(S), (i)BS/20:3(S) e (j) BS/20:5(S).



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

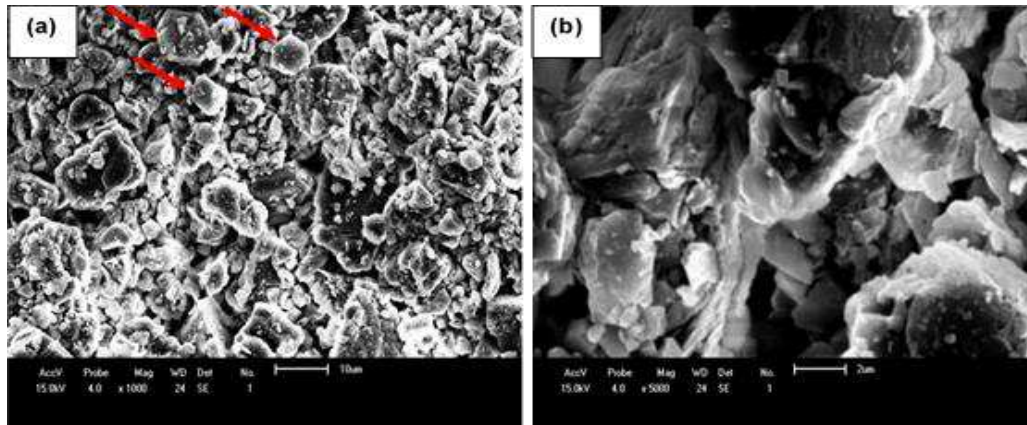
4.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Figura 18 ilustra a morfologia da ATH com diferentes aumentos. Pode-se observar por meio das fotomicrografias da Figura 18(a) que a morfologia da ATH é constituída por partículas no formato de placas aproximadamente hexagonais com formatos irregulares (indicadas pelas setas). Observa-se que a ATH apresenta

tamanho de partícula de ordem micrométrica, com uma larga distribuição de tamanhos.

Na Figura 18(b), observa-se que as partículas estão aglomeradas e apresentam formatos de placas densas (formadas por partículas unidas por ligação forte e sem porosidade interpartículas).

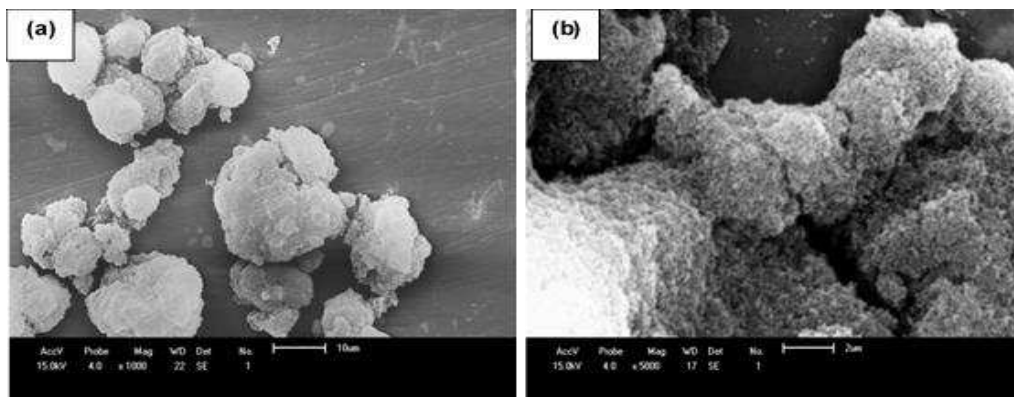
Figura 18 - Fotomicrografias obtidas por MEV para a ATH: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

A Figura 19 ilustra as fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a NS. Verifica-se que a morfologia é constituída de vários aglomerados com formatos de novelos aproximadamente esféricos, formados por outros aglomerados menores de aspecto poroso. Estes são constituídos de partículas muito pequenas, ou seja, de tamanho nanométrico (Figura 18b).

Figura 19 - Fotomicrografias obtidas por MEV da NS: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



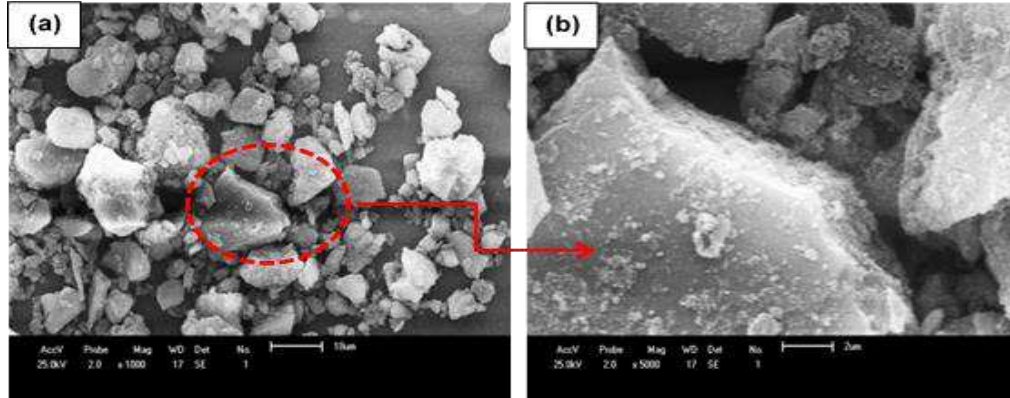
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

As Figuras 20, 21, 22 ilustram as fotomicrografias das cargas resultantes das misturas de ATH e NS. Para a carga 20:1 (Figura 20) verificam-se a formação de aglomerados de partículas da ATH no formato de placas densas, com formatos irregulares e na superfície dos aglomerados da ATH aparecem pequenos aglomerados de NS, com aspecto de novelos aproximadamente esféricos (indicados pela seta). Isso indica que devido a diferença de tamanho de partículas destas cargas a NS (nanométrica) tende naturalmente a segregar para superfície da ATH (micrométrica) minimizando assim as tensões superficiais (energia de superfície) pelo mecanismo de adsorção superficial.

Para as Figuras 21(a, b), mistura 20:3 e Figura 22(a, b), mistura 20:5 pôde-se observar o mesmo comportamento da Figura 20.

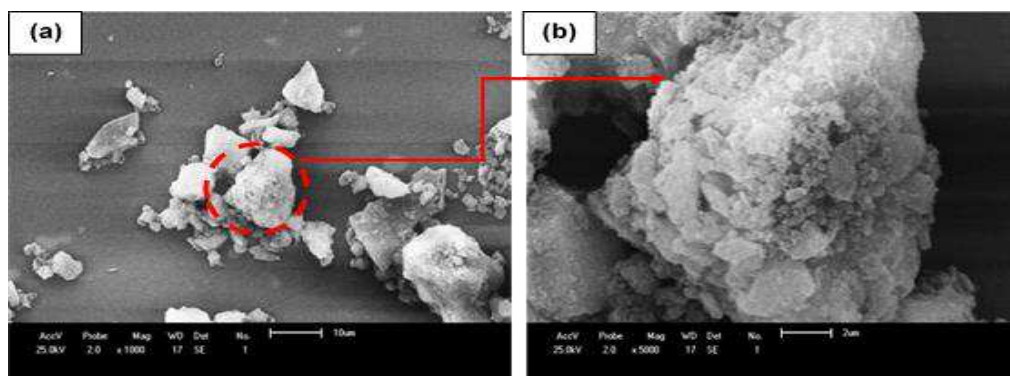
Com o intuito de promover uma melhoria na interação das cargas de ATH e NS utilizou-se o agente silano APTES. Nas Figuras 23, 24 e 25 encontram-se as fotomicrografias das cargas após a silanização com o APTES.

Figura 20 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:1: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



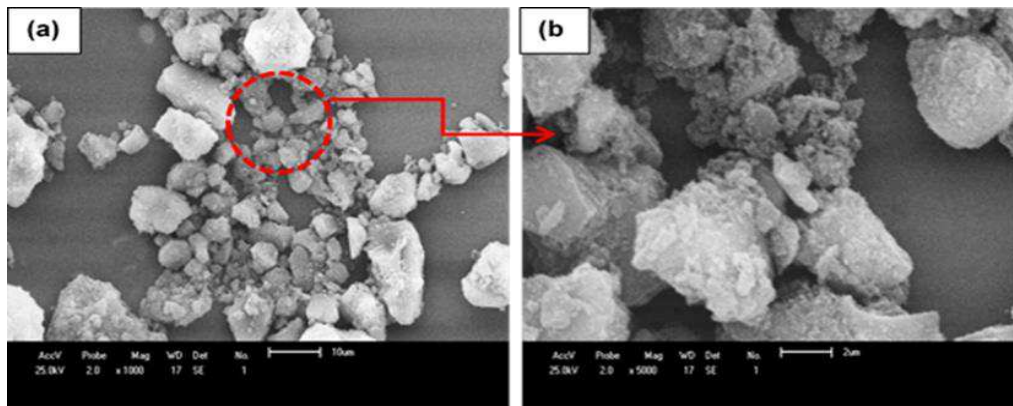
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 21 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:3: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



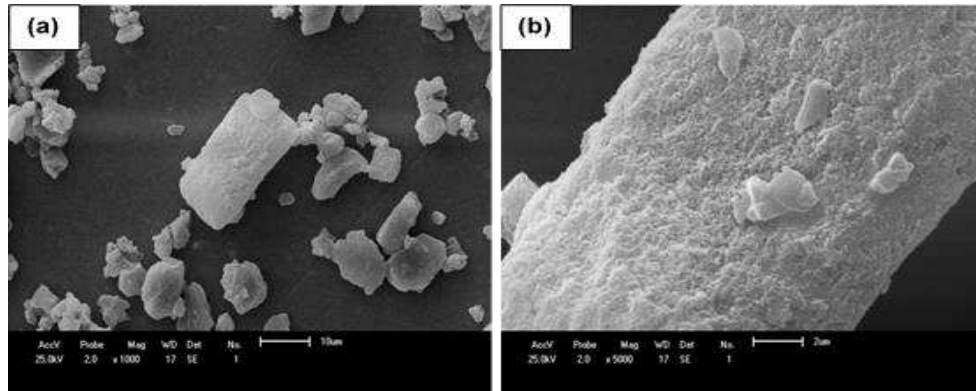
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 22 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:5: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



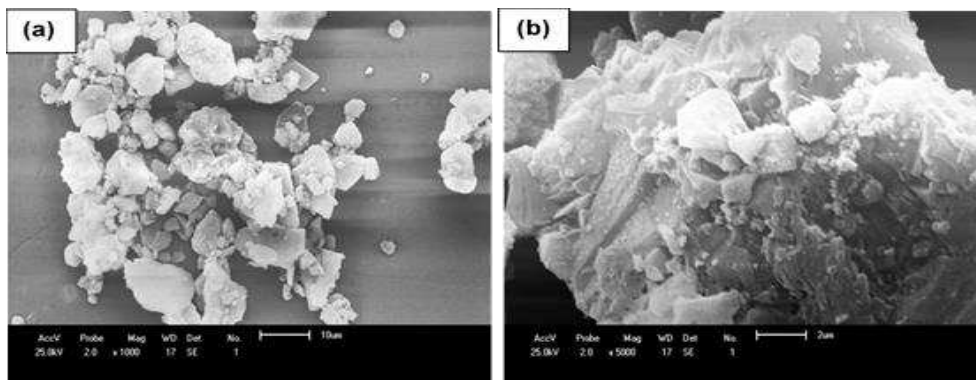
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 23 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:1(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm , silanizados com APTES.



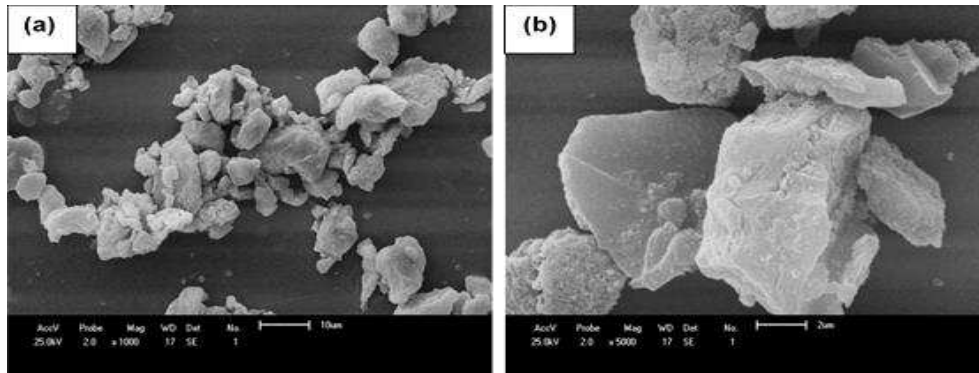
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 24 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:3(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm , silanizados com APTES.



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 25 - Fotomicrografias obtidas por MEV da carga 20:5(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm , silanizados com APTES.

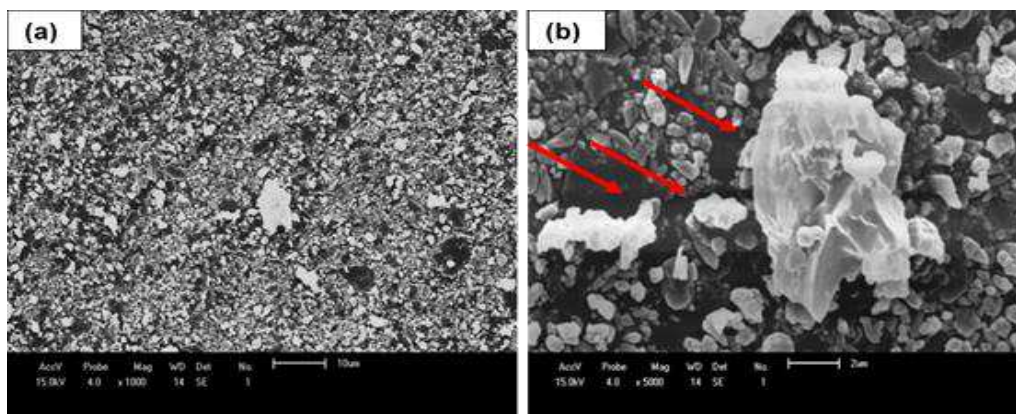


Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Observa-se nas Figuras 23, 24 e 25 que após a silanização com o APTES, as partículas de NS estão mais aderidas à superfície da ATH, mostrando que o agente silano APTES promoveu a adesão entre a ATH e a NS.

As Figuras 26-34 apresentam as imagens obtidas por MEV da seção transversal, correspondentes aos revestimentos BS/NS, BS/ATH, BS/20:1, BS/20:3, BS/20:5, BS/20(S), BS/20:1(S), BS/20:3(S) e BS/20:5(S), respectivamente.

Figura 8 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/NS: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



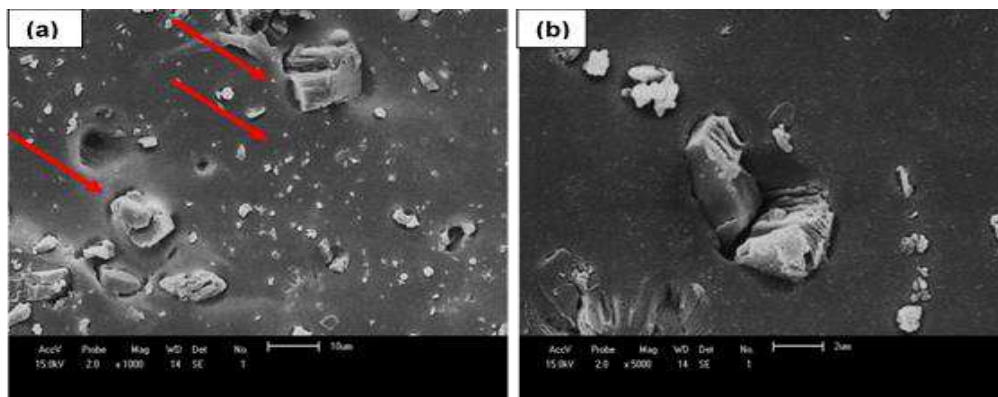
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Pode-se observar por meio das fotomicrografias da Figura 26(a, b), que no revestimento BS/NS, houve dispersão regular das partículas e constatou-se a ocorrência de regiões de aglomeração que estão destacados por setas na Figura 26(b). Estas partículas tenderam a se aglomerarem devido à característica

nanométrica das partículas da NS, o que possivelmente dificultou a homogeneização no silicone, tendendo a NS segregar para superfície do compósito.

Na Figura 27(a), revestimento BS/ATH, observou-se a seção transversal com carga dispersa na forma de aglomerados de partículas. Foi observada uma não homogeneidade na distribuição das partículas dentro da matriz de silicone. Observando regiões onde as partículas estão melhores distribuídas (partículas menores e outra com aglomerados grandes), indicados pela seta na Figura 27(a). Observa-se na Figura 27(b), aglomerados de partículas com tamanhos diferentes.

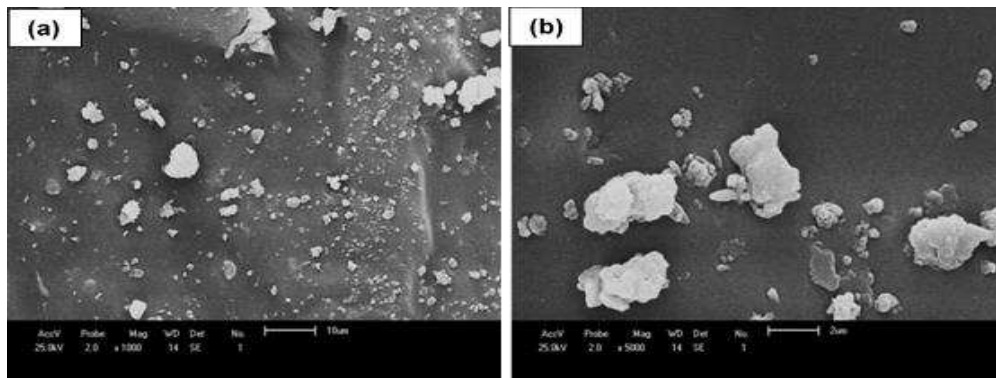
Figura 9 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/ATH: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

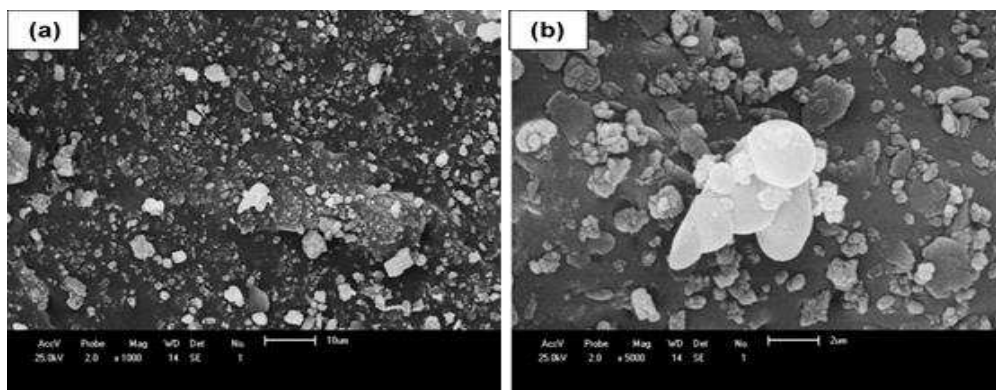
Nas Figuras 28 a 30(a) e (b), observam-se as fotomicrografias dos revestimentos BS/20:1, BS/20:3 e BS/20:5, respectivamente. Observa-se que para todos os revestimentos uma não homogeneidade na distribuição das partículas dentro da matriz de BS. Tendo regiões que apresentam aglomerados de partículas de tamanhos diferentes, devido as cargas utilizadas serem compostas por partículas de tamanho micro da ATH e tamanho nano da NS, onde a NS devido a sua característica nanométrica possui a tendência de se difundir para a superfície, o que pode ter dificultado a homogeneização. Resultados aproximados foram obtidos por Meyer et al., 2002, onde investigaram a distribuição das partículas de ATH na borracha de silicone e Ramirez et.al, 2010, quando avaliaram a distribuição de partículas de sílica com a borracha de silicone.

Figura 10 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:1: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

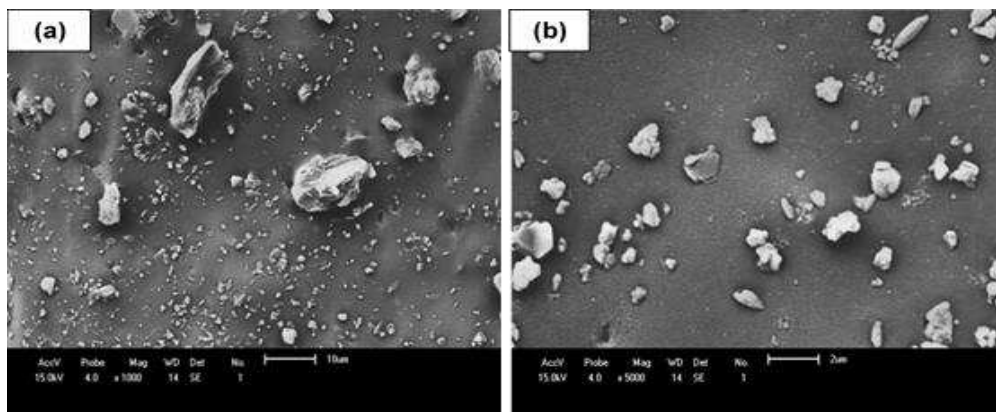
Figura 11 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:3: (a) 10 μm e (b) 2 μm .



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

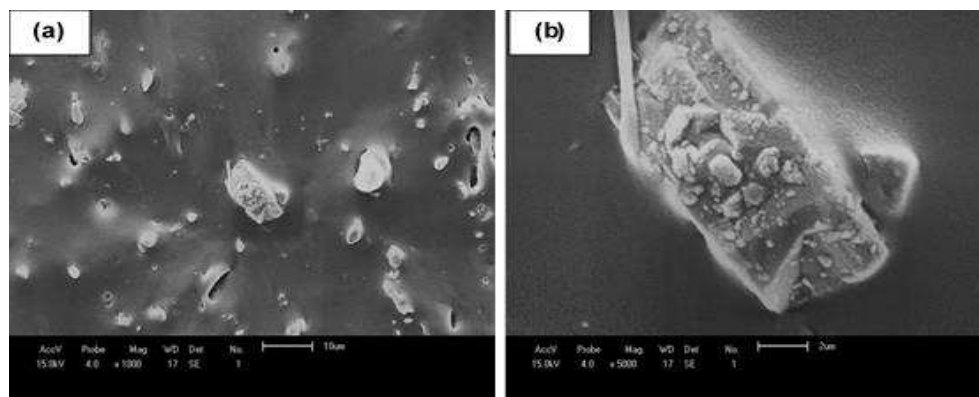
Para os revestimentos BS/20(S), BS/20:1(S), BS/20:3(S) e BS/20:5(S), com cargas de ATH e NS silanizadas com o APTES, verifica-se mediante as fotomicrografias da Figura 31 - 34(a, b), uma melhora na interação das cargas com a BS, estando as cargas mais aderidas ao BS. Foi observada, porém a presença de aglomerados, o que necessita uma melhor avaliação do método de mistura, além da comparação com uso de outros agentes modificadores.

Figura 12 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:5 (a) 10 μm e (b) 2 μm .



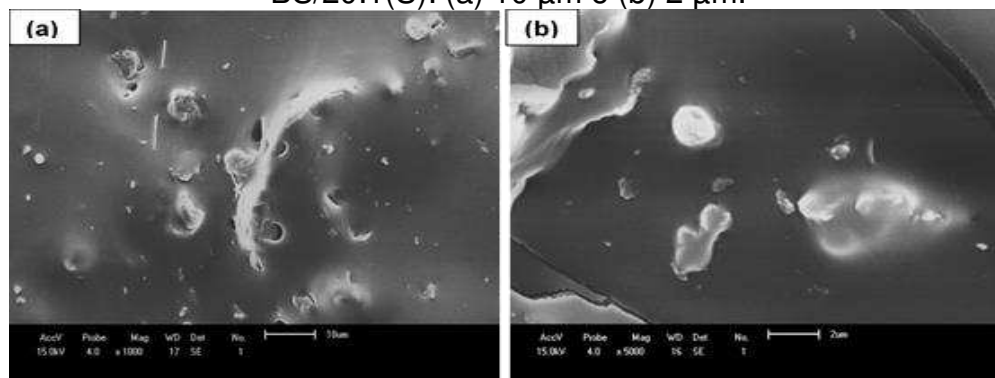
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 13 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm .



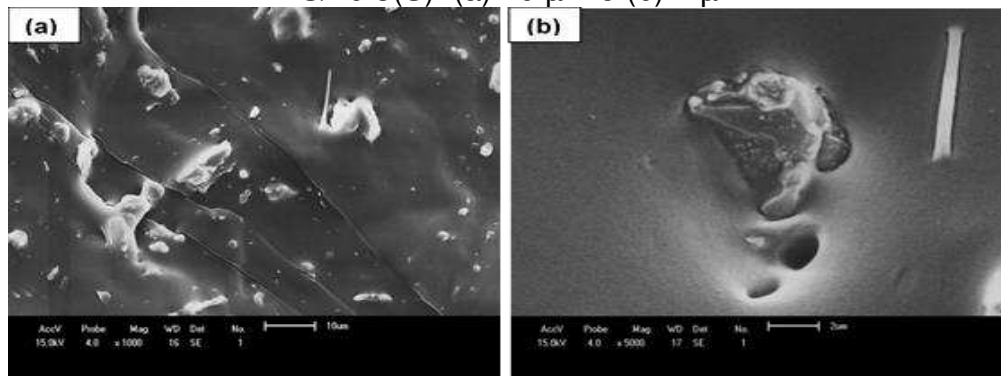
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 14 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:1(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm .



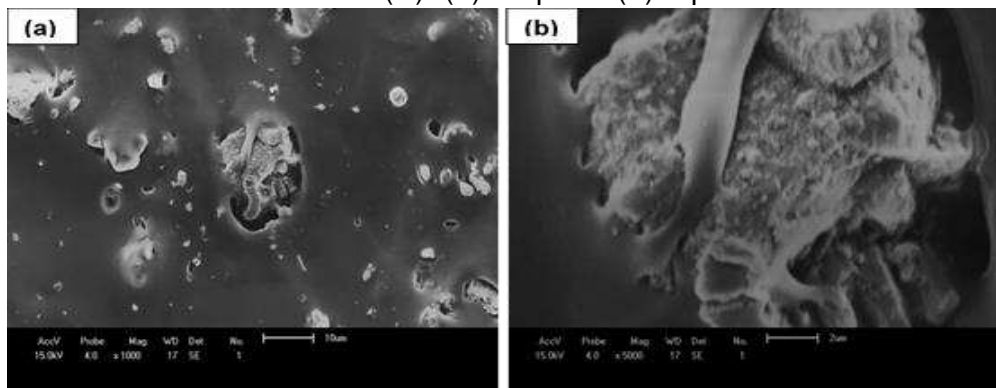
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 15 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:3(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 16 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal do revestimento BS/20:5(S): (a) 10 μm e (b) 2 μm .



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

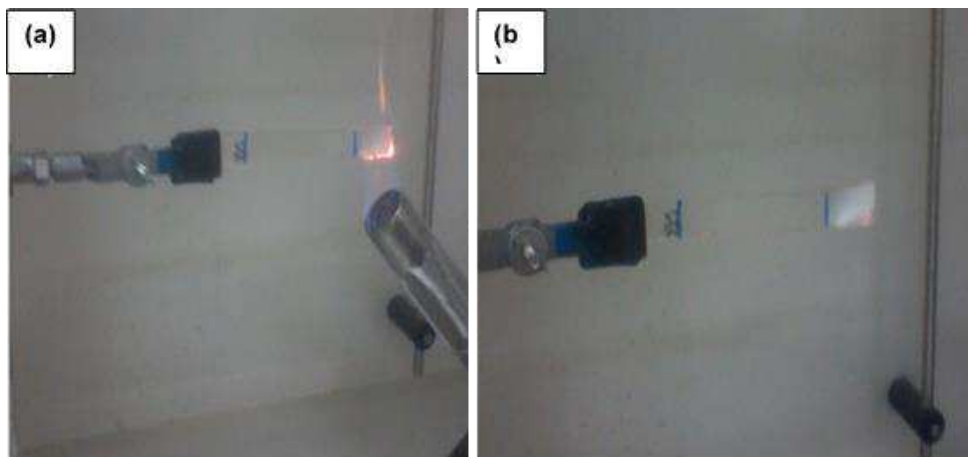
4.3. Ensaio de Inflamabilidade

As Figuras 35 - 44 ilustram os corpos de prova dos revestimentos: BS pura, BS/NS, BS/ATH, BS/20:1, BS/20:3, BS/20:5, BS/20(S), BS/20:1(S), BS/20:3(S) e BS/20:5(S), respectivamente, submetidos ao ensaio de queima horizontal. Percebe-se que a chama não atingiu nenhum corpo de prova na marca de 25 mm (marca estabelecida pela norma UL-94HB), durante todo o procedimento, para os revestimentos com BS. Percebe-se ainda que para todos os revestimentos contendo as cargas o tempo médio total de chama foi zero. Enquanto que, para o revestimento BS pura, o tempo médio total de chama foi de 11,1 segundos. De acordo com Deng et al., 1996; Zhu et al., 2005 e Hamdani et al., 2009, isso provavelmente ocorreu devido à grande quantidade de água liberada pela ATH durante o processo de combustão, onde a alumina trihidratada é convertida em óxido de alumínio em uma reação endotérmica, com liberação de água. Desta

forma, o óxido de alumínio forma uma camada protetora na superfície do polímero impedindo que este venha a queimar.

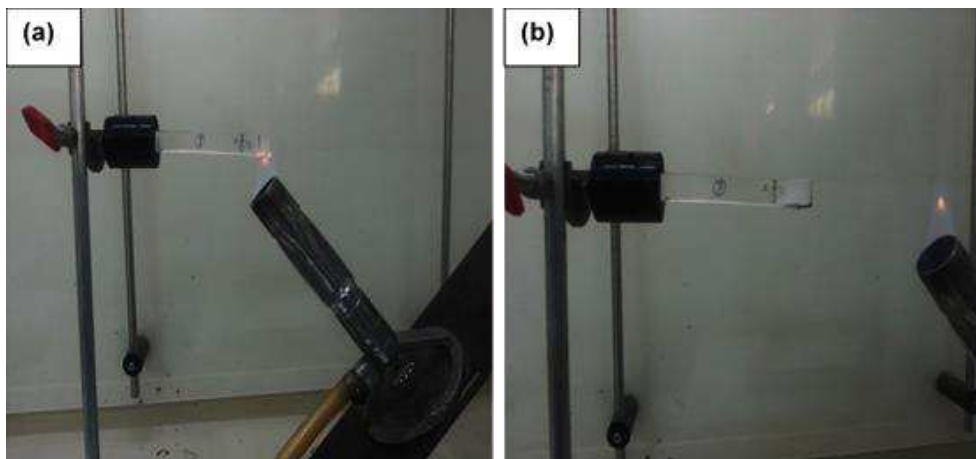
Segundo Zhu et al. (2005) a sílica é o material de enchimento mais comum, devido ao seu efeito de reforço e o enchimento com a ATH confere uma melhor resistência ao trilhamento elétrico e à inflamabilidade.

Figura 17 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS pura: (a) no momento da queima, (b) após a queima.



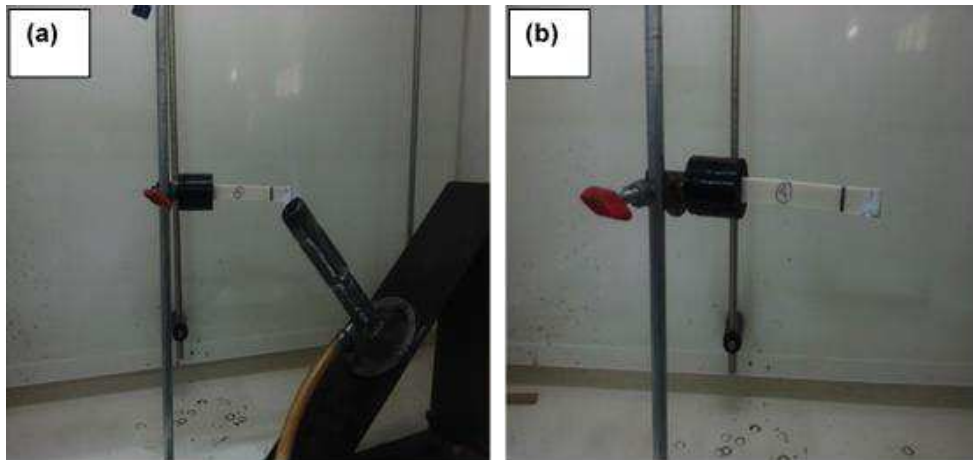
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 18 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/NS: (a) no momento da queima, (b) após a queima.



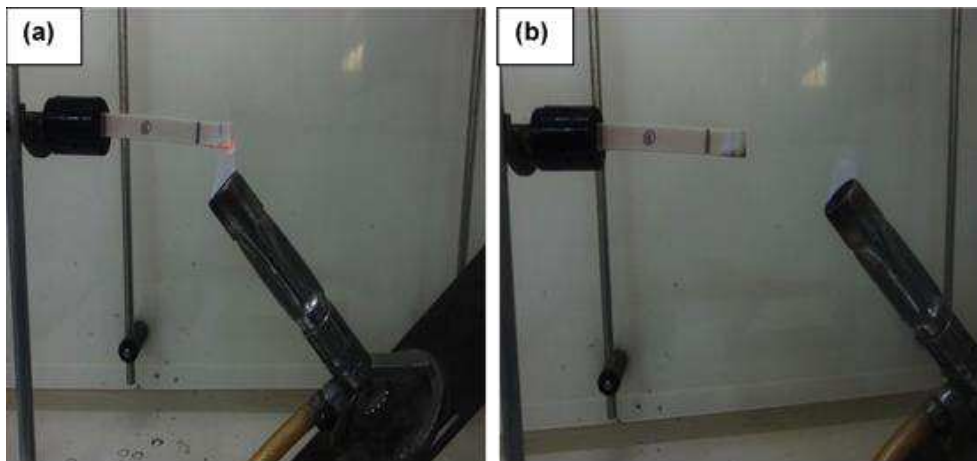
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 19 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/ATH: (a) no momento da queima, (b) após a queima.



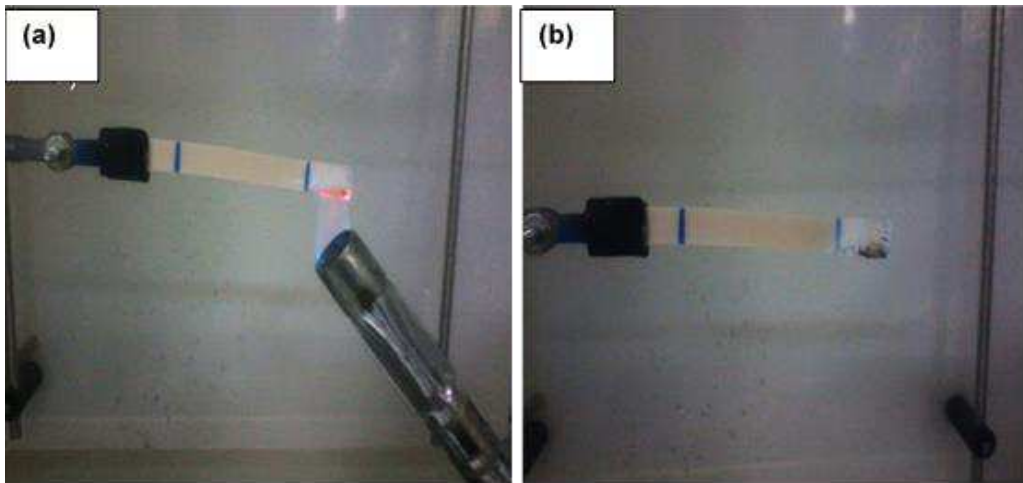
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 20 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:1: (a) no momento da queima, (b) após a queima.



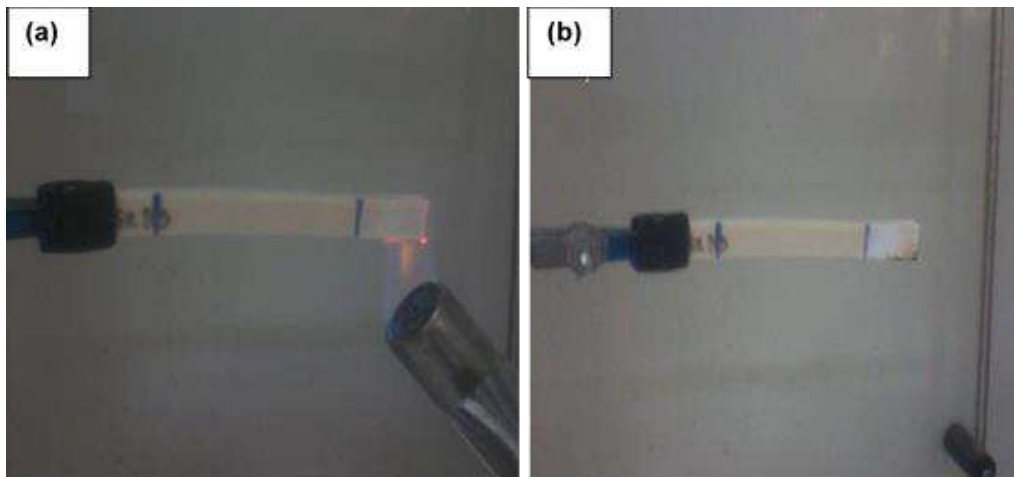
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 21 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:3: (a) no momento da queima, (b) após a queima.



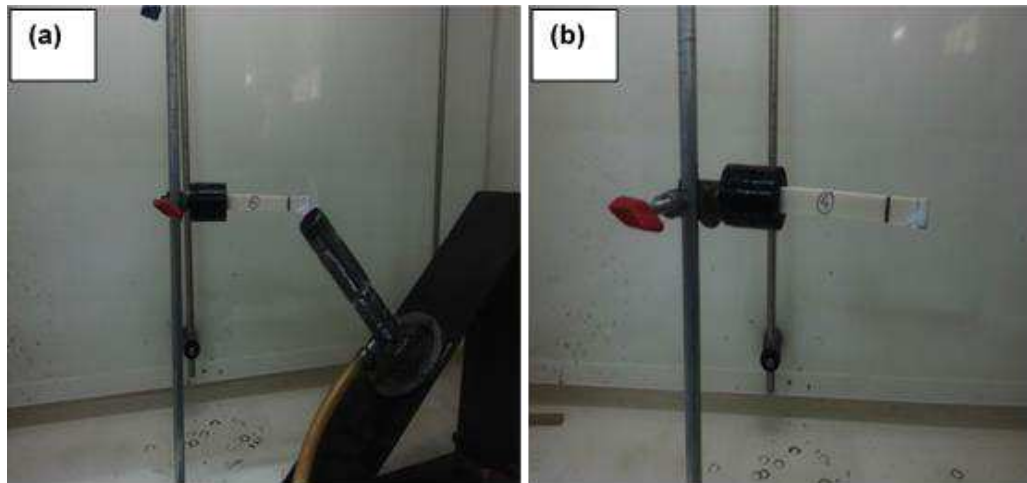
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 22 - - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:5: (a) no momento da queima, (b) após a queima.



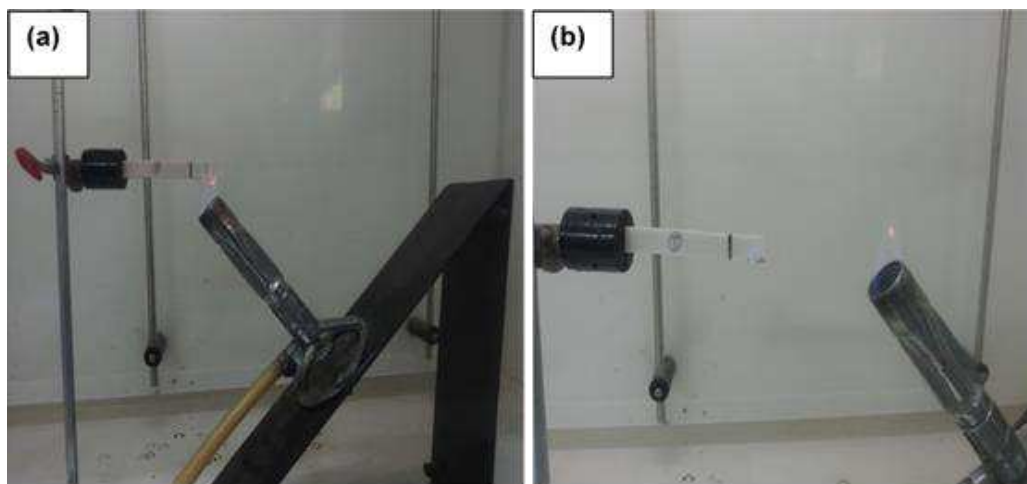
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 23 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20(S): (a) no momento da queima, (b) após a queima.



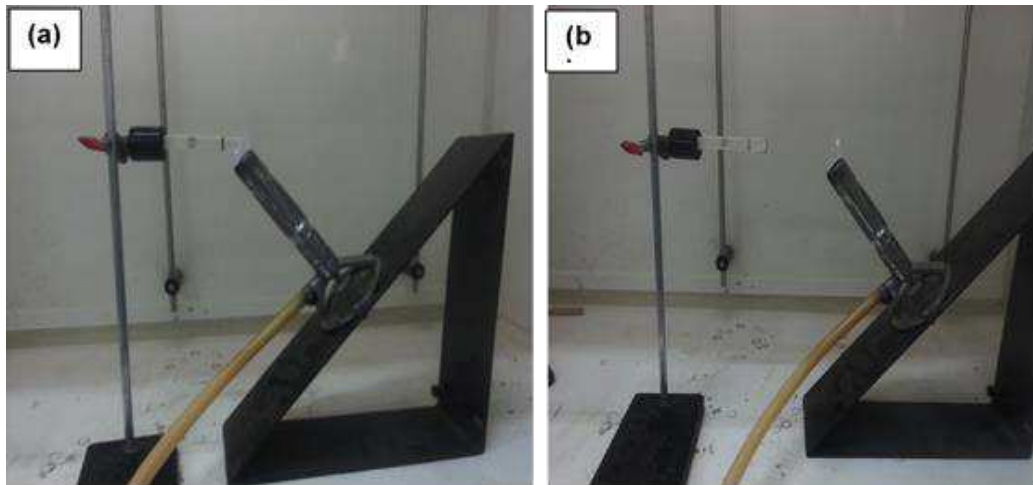
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 24 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:1(S): (a) no momento da queima, (b) após a queima.



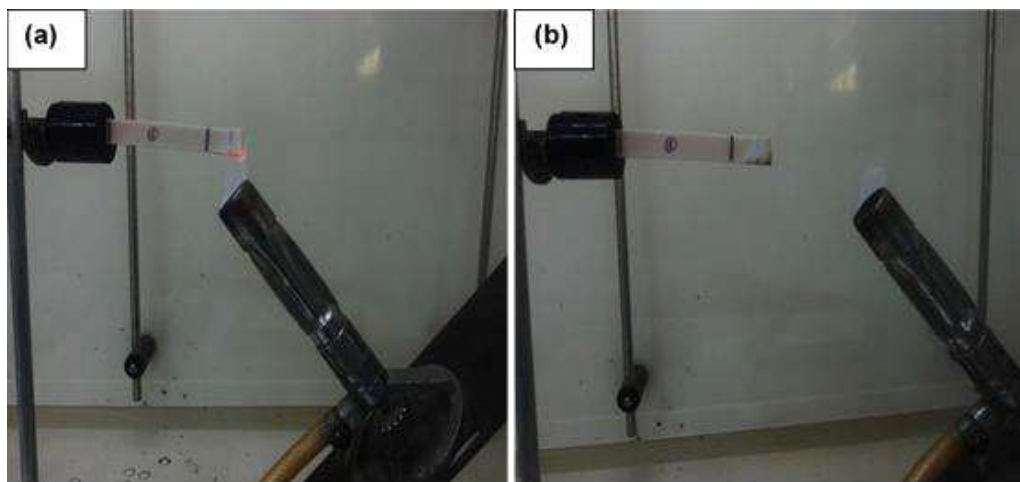
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 25 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:3(S): (a) no momento da queima, (b) após a queima.



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Figura 26 - Imagens do teste de inflamabilidade para BS/20:5(S): (a) no momento da queima, (b) após a queima.



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

4.4. Ensaio na Câmara de Névoa Salina

A análise para determinar o comportamento ante a contaminação dos revestimentos, fundamenta-se em utilizar como variáveis os valores de corrente de fuga que são determinados no ensaio de névoa salina. As medidas de corrente de fuga foram feitas em três momentos diferentes de cada ciclo (dias de ensaio): antes de aplicar a névoa salina; trinta minutos depois de começar a aplicação da névoa salina e antes de retirar a névoa salina.

Observa-se na Tabela 5, que há variações das correntes de fuga tanto para os ciclos como para os diferentes revestimentos. Para melhor compreender os resultados obtidos e verificar a influência de composição dos revestimentos, realizou-se tratamento dos dados por meio de um estudo estatístico, levando em consideração as variáveis ciclos e composição dos revestimentos.

Para tanto, utilizou-se a técnica estatística desenvolvida por *Fisher* (RODRIGUES e LEMMA, 2009), que consiste em elaborar uma regressão linear seguida de uma tabela de resultados, conhecida como tabela de Análise de Variância (ANOVA), apresentada na Tabela 4, já vista anteriormente.

O primeiro passo consiste na formalização da hipótese a ser testada. As hipóteses deste experimentos foram as seguintes:

- Hipótese A:
 - $\left\{ \begin{array}{l} H_0 = \text{Com o aumento de NS não há uma diminuição da corrente de fuga.} \\ H_1 = \text{Com a adição de NS há uma diminuição da corrente de fuga.} \end{array} \right.$
- Hipótese B:
 - $\left\{ \begin{array}{l} H_0 = \text{Com a adição do agente silano não há uma diminuição da corrente de fuga.} \\ H_1 = \text{Com a adição do agente silano há uma diminuição da corrente de fuga.} \end{array} \right.$
- Hipótese C:
 - $\left\{ \begin{array}{l} H_0 = \text{Com o aumento do tempo não há uma diminuição da corrente de fuga.} \\ H_1 = \text{Com o aumento do tempo há uma diminuição da corrente de fuga.} \end{array} \right.$

Tabela 5 - Valores de corrente de fuga medidos para cada ciclo.

Corrente de fuga (mA) RMS medido para cada revestimento												
	BS pura			BS/NS			BS/ATH			BS/20:1		
	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa
Ciclo1	0,33	0,56	0,67	0,36	0,52	0,78	0,34	0,55	0,87	0,35	0,41	0,58
Ciclo2	0,43	0,72	0,79	0,50	0,71	0,85	0,47	0,92	0,97	0,42	0,58	0,64
Ciclo3	0,47	0,84	1,29	0,53	0,99	1,33	0,59	1,09	1,20	0,44	0,62	0,79
Ciclo4	0,65	1,25	1,66	0,66	1,13	1,30	0,66	1,31	1,45	0,46	0,65	0,87
Ciclo5	0,70	2,20	2,51	0,74	1,78	1,88	1,65	1,49	1,72	0,47	0,93	1,13
	BS/20:3			BS/20:5			BS/20(S)			BS/20:1(S)		
	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa
Ciclo1	0,36	0,65	0,78	0,33	0,60	0,83	0,35	0,36	0,39	0,34	0,35	0,36
Ciclo2	0,43	0,79	0,90	0,42	0,79	1,15	0,34	0,38	0,39	0,34	0,37	0,37
Ciclo3	0,48	0,96	1,18	0,61	1,08	1,24	0,36	0,38	0,40	0,35	0,37	0,36
Ciclo4	0,51	1,07	1,16	0,62	1,10	1,32	0,37	0,39	0,41	0,34	0,37	0,37
Ciclo5	0,63	1,19	1,45	0,73	1,20	1,49	0,37	0,39	0,41	0,34	0,37	0,37
	BS/20:3(S)			BS/20:5(S)								
	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa	Antes de aplicar a névoa	30min depois de aplicar a névoa	Antes da retirada da névoa						
Ciclo1	0,34	0,35	0,37	0,36	0,36	0,37						
Ciclo2	0,33	0,36	0,38	0,35	0,37	0,37						
FCiclo3	0,35	0,36	0,38	0,36	0,38	0,38						
Ciclo4	0,34	0,36	0,37	0,37	0,39	0,39						
Ciclo5	0,34	0,36	0,37	0,37	0,39	0,39						

Com os dados da tabela 5, obteve-se uma segunda tabela (Tabela 6), por meio do somatório dos valores de corrente de fuga para cada revestimento e ciclo, sendo assim, transformando-se em uma tabela de fatores de dupla entrada (revestimento e ciclos). Na tabela 6, apresenta-se a média e a soma dos valores de corrente de fuga de cada revestimento em função dos ciclos (horas).

Tabela 6 - Tabela de fatores, obtendo-se as médias da corrente de fuga e as médias dos ciclos.

Revestimento	Corrente de Fuga (mA)					Média	Soma
	Ciclos (dias de ensaio)						
	1	2	3	4	5		
BS pura	1,56	1,96	2,62	3,56	5,43	3,026	15,13
BS/NS	1,67	2,08	2,86	3,1	4,42	2,826	14,13
BS/ATH	1,76	2,36	2,88	3,42	3,88	2,86	14,3
BS/20:1	1,34	1,64	1,85	1,98	2,53	1,868	9,34
BS/20:3	1,79	2,13	2,63	2,74	3,28	2,514	12,57
BS/20:5	1,79	2,37	2,93	3,05	3,42	2,712	13,56
BS/20(S)	1,1	1,11	1,14	1,17	1,17	1,138	5,69
BS/20:1(S)	1,05	1,08	1,08	1,08	1,08	1,074	5,37
BS/20:3(S)	1,06	1,07	1,09	1,07	1,07	1,072	5,36
BS/20:5(S)	1,09	1,09	1,12	1,15	1,15	1,12	5,6
Média	1,421	1,689	2,02	2,232	2,743		
Soma	14,21	16,89	20,2	22,32	27,43		

Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Os parâmetros para gerar a tabela ANOVA foram obtidos por meio do *software STATISTICA 7.0*. O *software* permite planejar o modelo mais adequado aos experimentos realizados, como também ajuste dos resultados de entrada, que no presente trabalho foram as correntes de fuga. Os resultados experimentais da ANOVA sobre as variações de corrente de fuga se encontram na Tabela 8.

Tabela 7 - Tabela ANOVA 1.

Fontes de variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado da média	F Calculado	F Tabulado	R ²	p-Valor
Regressão linear	1	4,949368	4,949368	25,288	F _{0,05} (1,8)=	0,75	0,0010
Resíduo	8	1,565708	0,195713	85	5,32	9679	16
Total	9	6,515076					

Fonte: PRÓPRIA, 2014.

O coeficiente de determinação e o p valor de significância foram também calculados através do software *STATISTICA 7.0*.

$$R^2 = 0,871595 \text{ (87\%)}$$

$$p \text{ valor} = 0,001016$$

Com os valores da tabela 8 pode-se concluir que o valor estatístico de *Fisher* calculado foi maior que o valor estatístico tabulado, ao nível de $\alpha=0,05$ de probabilidade, rejeitando a H_0 , da hipótese A e da hipótese B, sendo H_0 falsa. Outro parâmetro que confirma a afirmação acima está indicado no p valor de significância calculado é menor que $\alpha=0,05$ de probabilidade, rejeitando H_0 , para as hipóteses A e B. O modelo de regressão linear aplicado foi considerado adequado, pois o R^2 apresentou-se maior que 0,70, já que quanto maior o R^2 , mais explicativo é o modelo e melhor ele se ajusta à amostra.

Na tabela 8 são apresentados os resultados da ANOVA, com as respectivas fontes de variação, graus de liberdade, soma dos quadrados, valor de Fisher e valores tabulados.

Tabela 8 - Tabela ANOVA 2.

Fontes de variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado da média	F Calculado	F Tabulado	R ²	p-Valor
Regressão linear	1	1,012512	1,012512	148,50	F _{0,05} (1,3)=	0,98	0,0011
Resíduo	3	0,0204540	0,006818			0198	9
Total	4	1,032966					

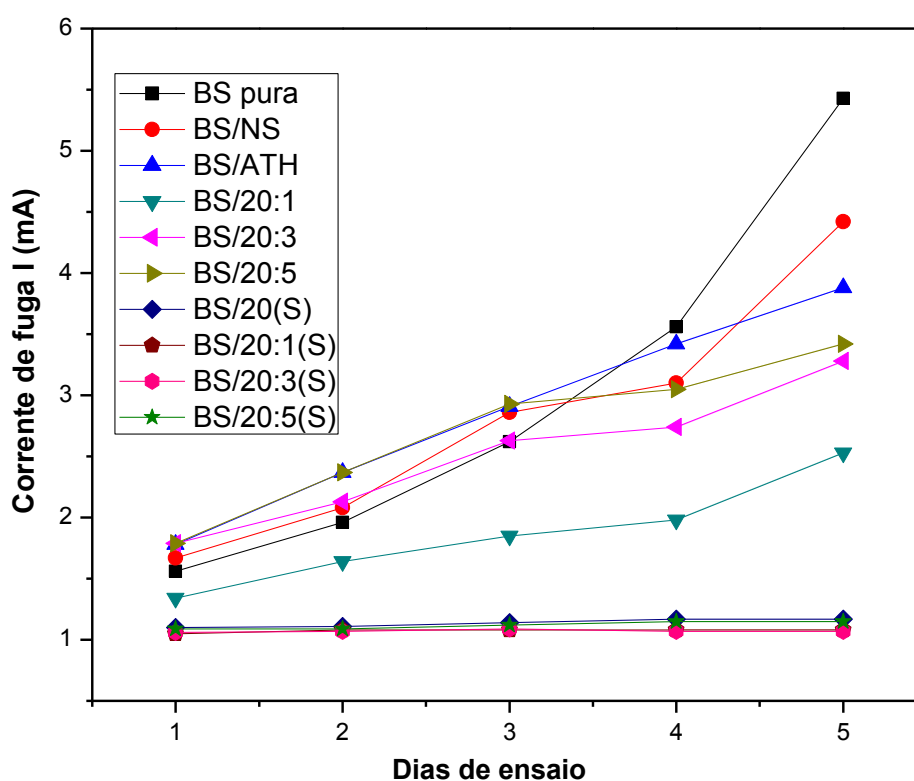
Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Com os valores da tabela 9, conclui-se que o valor estatístico de *Fisher* calculado foi maior que o valor estatístico tabulado, ao nível de $\alpha=0,05$ de

probabilidade, rejeitando a H_0 , da hipótese C, sendo H_0 falsa. Outro parâmetro que confirma a afirmação acima, é que o p -valor de significância calculado é menor que $\alpha=0,05$ de probabilidade, rejeitando H_0 , para a hipótese C. O modelo de regressão linear aplicado foi considerado adequado, pois o R^2 apresentou-se maior que 0,70.

O gráfico da medida de corrente de fuga com tensão aplicada em condições de névoa salina obtidos durante o ensaio apresenta-se na Figura 45.

Figura 27 - Resultado do ensaio da câmara de névoa salina.



Fonte: PRÓPRIA, 2014.

Como pode ser observado para os primeiros ciclos, o revestimento com a BS pura apresentou valores de corrente de fuga menores que os revestimentos BS/NS, BS/ATH, BS/20:3 e BS/20:5. Isto provavelmente se deu, pelo fato que após se adicionar cargas a BS, o revestimento, proporcionou um aumento na rugosidade na superfície dos isoladores, conforme relatado em suas pesquisas por Deng e Hackam (1999), facilitando, assim a deposição de contaminantes sobre os isoladores.

A partir do 3º ciclo, verificou-se que com o aumento do tempo de ensaio, ocorreu um aumento nos valores da corrente de fuga para os isoladores revestidos com a BS pura, pois por não apresentarem cargas que protejam contra a erosão, a superfície da BS foi mais afetada que os isoladores com os demais revestimentos.

Para os revestimentos BS/20:1, BS/ATH, BS/20(S), BS/20:1(S), BS/20:3(S) e BS/20:5(S) verificou-se que mesmo nos primeiros ciclos o revestimento no isolador favoreceu a um menor valor da corrente de fuga que a BS pura, possivelmente pelo teor de 21% de carga no revestimento BS/20:1, este revestimento não ter favorecido ao aumento da rugosidade. Já para os revestimentos que tiveram suas cargas tratadas com o agente silano anteriormente em todos os dias do ciclo apresentaram menores valores de corrente de fuga, o que pode ser explicado por ter ocorrido uma maior adesão das cargas na BS e não formando rugosidades na superfície, proporcionando melhores resultados deste ensaio.

4.5. Molhabilidade

A Tabela 9 ilustra os resultados da medida de ângulo de contato para a BS pura e os demais revestimentos desta pesquisa. Verifica-se pela Tabela 10 que as amostras com silicone possuem características hidrofóbicas (ângulo de contato maior que 90°), conforme já registrado na literatura. Um dos motivos é a composição química desse polímero que possui cadeias tipicamente apolares e repelentes à água (AMIN et al., 2007). Observa-se na Tabela 10 que a adição de cargas não alterou a hidrofobicidade da BS, as fotos do procedimento da análise estão contidas no Apêndice B.

Inone et al. (2003), em estudos de caracterização de isoladores poliméricos realizaram medidas de ângulo de contato entre a água e superfícies de silicone e obtiveram valores de 106° e Liebermann (2002) encontrou valores sempre maiores do que 90° para ângulos de contato entre a água e recobrimentos de silicone aplicados sobre superfícies de isoladores elétricos.

Tabela 9 - Resultados das medidas do ângulo de contato para as amostras da BS e os revestimentos.

Amostras	Ângulo de contato (°)	Desvio-padrão
BS puro	90,21	1,41
BS/NS	90,22	0,55
BS/ATH	91,73	1,14
BS/20:1	91,34	2,79
BS/20:3	90,80	4,31
BS/20:5	90,47	3,21
BS/20(S)	91,38	3,57
BS/20:1(S)	90,31	0,77
BS/20:3(S)	90,46	1,28
BS/20:5(S)	90,09	1,23

Fonte: PRÓPRIA, 2014.

4.6. Avaliação da Hidrofobicidade

A Tabela 10 apresenta os resultados obtidos das medições de hidrofobicidade para os revestimentos nos isoladores, onde que antes de começar o ensaio, todos os revestimentos testados nos isoladores, independente da composição, apresentaram o nível mais elevado de hidrofobicidade (HC = 1), segundo a classificação do guia STIR (STIR GUIE, 1996). Ao final do ensaio na câmara de névoa salina, todos haviam perdido hidrofobicidade em pelo menos um nível, sendo o revestimento da BS pura o que mais perdeu hidrofobicidade (HC = 4). Isto ocorreu por não haver nenhum tipo de carga e a superfície do polímero ter sido afetada, provocando possível perdas do grupo metil ($-CH_3$) responsável pela hidrofobicidade da BS. Almirall (2013), realizou estudos com resultados semelhantes e observou que ao final do ensaio da câmara de névoa salina a BS não recuperou sua hidrofobicidade.

Tabela 10 - Resultado das medições de hidrofobicidade.

Nível de Hidrofobicidade (HC)				
Revestimento dos Isoladores	T1	T2	T3	T4
BS puro	1	4	4	3
BS/NS	1	3	3	2
BS/ATH	1	3	2	2
BS/20:1	1	2	2	1
BS/20:3	1	2	2	2
BS/20:5	1	2	2	2
BS/20(S)	1	3	2	2
BS/20:1(S)	1	2	2	1
BS/20:3(S)	1	2	2	1
BS/20:5(S)	1	2	2	2

T1 - Antes do ensaio da câmara de névoa salina; **T2** - Ao Finalizar o ensaio da câmara de névoa salina; **T3** - Três dias após terminar o ensaio da câmara de névoa salina; **T4** - Dez dias após terminar o ensaio da câmara de névoa salina.

Fonte: PRÓPRIA, 2014.

No caso dos revestimentos BS/NS, BS/ATH, BS/20:1, BS/20:3, BS/20:5, BS/20(S), BS/20:1(S), BS/20:3(S) e BS/20:5(S), observou-se pouca perda da hidrofobicidade durante o ensaio da câmara de névoa salina, reduzindo apenas ao nível HC = 2. No entanto, os revestimentos BS/20:1, BS/20:1(S) e BS/20:3(S) apresentaram menores valores de corrente de fuga no ensaio da câmara de névoa salina, conforme Figura 45. De acordo com o teste de hidrofobicidade esses revestimentos foram os que recuperaram totalmente sua hidrofobicidade aos dez dias de ensaio (Apêndice C). Isto indicou que a melhor distribuição das cargas na BS e a ausência de rugosidade na superfície dos isoladores favoreceu uma melhor proteção contra a erosão.

5. CONCLUSÕES

O presente estudo investigou revestimentos de BS e BS/ATH:NS para serem utilizados em isoladores elétricos, a fim de melhorar o comportamento destes com relação à corrente de fuga, mediante a presença de contaminação. Pôde-se observar que a adição das cargas de NS e da ATH à BS melhorou o desempenho deste elastômero como material isolante, além de que de todos os revestimentos estudados os que apresentaram melhores resultados foram BS/20:1 e todos os outros revestimentos que continham cargas silanizadas. Visto que ainda é escassa na literatura, pesquisas com cargas de ATH/NS/BS e com tratamento de superfície das cargas com o agente silano, pôde-se concluir que esta pesquisa apresenta resultados satisfatórios.

Pôde-se concluir ainda que:

- ✓ Os resultados dos difratogramas de raios X indicaram que a NS, a BS e o revestimento BS/NS apresentaram características amorfas. Para os demais revestimentos, os difratogramas apresentaram o pico principal da ATH. A presença do agente silano nas cargas e nos revestimentos não alterou a estrutura destes.
- ✓ Nas fotomicrografias obtidas por MEV, as partículas da ATH e da NS apresentaram morfologias bem diferentes, onde as partículas da NS ficaram “soltas” na superfície dos aglomerados da ATH. Após a silanização com o APTES as partículas de NS ficaram mais aderidas à superfície da ATH.
- ✓ Nas fotomicrografias obtidas por MEV, os revestimentos apresentaram aglomerados de tamanhos variados e distribuição de partículas não muito homogêneas dentro da matriz da RTV SR. Para os revestimentos com cargas silanizadas, observou-se uma leve interação das cargas com a matriz, porém apresentaram-se com aglomerados não homogêneos na RTV SR.

- ✓ No teste de inflamabilidade, para todos os revestimentos, percebeu-se que a chama não atingiu nenhum corpo de prova na marca de 25 mm durante todo o procedimento, para todos os revestimentos.

- ✓ No ensaio da câmara de névoa salina, os revestimentos que apresentaram menores valores de corrente de fuga foram BS/20:1, BS/20(S), BS/20:1(S), BS/20:3(S) e BS/20:5(S)

- ✓ Nos resultados de ângulo de contato, observou-se que a superfície da RTV SR apresentou-se como uma superfície hidrofóbica ($>90^\circ$) e que a adição das cargas de ATH e NS não obteve influência na hidrofobicidade da superfície.

- ✓ De acordo com a medição da hidrofobicidade, seguindo a classificação do guia STIR (1996), ao final do ensaio da câmara de névoa salina, todos os revestimentos haviam perdido hidrofobicidade em pelo menos um nível, sendo o revestimento de BS pura o que mais perdeu hidrofobicidade (HC = 4).

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Complementar os resultados obtidos com estudo de campo;
- Investigar novas proporções mássicas de BS e cargas de ATH e NS;
- Realizar novos métodos de mistura da BS e cargas de ATH e NS;
- Avaliar outros tipos de cargas, adicionando-as à BS;
- Avaliar outros tipos de agentes silano para utilizá-los na preparação dos revestimentos.

REFERÊNCIAS

ABDELAZIZ, E. **Prevention of the Interruptions due to the Phenomena of the Electric Insulators Pollution.** in First International Symposium on Control, Communications and Signal Processing, 2004.

ALMIRALL, I. P.; BEZERRA, D.C.; FERNÁNDEZ, M.C.; COSTA, E.G.; DANTAS, A.G. **Nanosilica as filler in the Room temperature vulcanized silicone rubber used to coat insulators.** Ingeniería Energética, v. XXXIII, n. 1, 2012, p. 9 – 15.

AMIM, M; AKBAR, M.; AMIN, S. **Hydrophobicity of silicone rubber used for outdoor insulation (an overview).** Rev. Adv. Mater. Sci. v. 16, 2007, p. 10-26.

ARAKAKI, L.N.H e AIROLDI, C. **O relevante papel do agente sililante na modificação de superfícies de polímeros.** v. 22, n.2, 1999, p. 246-253.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Coletânea de Normas de Isoladores. Rio de Janeiro: ABNT, 1989, 240p.

BARROS, R. M. R.; FERREIRA, T. V.; COSTA, E. G. **Determinação de posicionamento ótimo de anel equalizador em Isoladores Poliméricos.** Ingeniería Energética, V. XXXIV, N. 2, 2013, p. 89-94.

BATTISTELLA, M.; CASCIONE, M.; FIEDLER, B.; WICHMANN, M.H.G; QUARESIMIN, M.; SCHULTE, K. **Fracture behaviour of fumed silica/epoxy nanocomposites.** Composites: Part A, v. 39, 2008, p. 1851–1858.

BIAN, S.; JAYARAM, S.H.; CHERNEY, E.A. **Use of Electrospinning to Disperse Nanosilica into Silicone Rubber.** Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2010.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais, Uma Introdução**. 5.ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A, 2002, 589p.

CAMILO, R. L. **Síntese e caracterização de nanopartículas magnéticas de ferrita de cobalto recobertas por 3-aminopropiltriétoxissilano para uso como material híbrido em nanotecnologia**. Instituto de pesquisas energéticas e nucleares. Tese, 2006, 209p.

CANAUD, C.; VISCONTE, L.; NUNES, R.C.R. **Propriedades mecânicas e de inflamabilidade de composições de borracha EPDM carregadas com negro de fumo e hidróxido de alumínio**. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 11, n.1, 2001, p. 35-40.

CHANG, R. J.; MAZEIKA, L. **Analysis of Electrical Activity As sociated with Inclined-Plane Tracking and Erosion of Insulating Materials**. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, v. 7, 2000.

CHERNEY, E. A. **Silicone Rubber Dielectrics Modified by Inorganic Fillers for Outdoor High Voltage Insulation Applications**. Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2005, p.1-9.

D'AJUZ, A. et al. **Transitórios Elétricos e Coordenação de Isolamentos**. Ed. Da U.F. Fluminense: RJ, 1987.

DENG, H.; HACKAM, R.; CHERNEY, E.A. **Effects of addition of silicone fluid on electrical performance of rtv silicone rubber coatings**. *IEEE 5th International Conference on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics*, 1995.

DENG, H.; HACKAM, R., **Low-molecular weight silicone fluid in RTV silicone rubber coatings**, *Dielectrics and Electrical Insulation*, *IEEE Transactions on*, v. 6, n° 1, 1999, p. 84 – 94.

EI-HAG, A. H., SIMON, L. C.; JAYARAM, S.H.; CHERNEY, E.A., **Erosion Resistance of Nano-filled Silicone Rubber**, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, v. 13, n. 1, 2006.

EI-HAG, A.H.; JAYARAM, S.H.; CHERNEY, E.A., **Comparison between Silicone Rubber containing Micro- and Nano- Size Silica fillers**, Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2004, p. 385 - 388.

FARHANG, F.; EHSANI, M.; JAZAYERI, S. H. **Effects of the Filler Type and Quantity on the Flashover Voltage and Hydrophobicity of RTV Silicone Rubber Coatings**. Iranian Polymer Journal v. 18, n.2, 2009, p. 149-157.

FERREIRA, T. V. **Estimação inteligente da poluição de isolamentos elétricos baseada nos VECSE do ruído ultrassônico**. Tese de Doutorado, Departamento de Engenharia Elétrica, Universidade Federal de Campina Grande, 2011, 132p.

FONTANELLA, C. A.; OLIVEIRA, A. P.N. de; OTZA, D. **Recobrimentos poliméricos hidrofóbicos sobre isoladores elétricos de porcelana**. Revista Matéria, v. 13, n. 4, 2008, p. 624 – 635.

GONZALEZ, E. G. C.; COSTA, D. M.R.; VISCONTE, L.L.Y.; NUNES, R.C.R. **Silica and aluminum hydroxide filled compounds, Processing and vulcanization monitoring**. Polymer Testing, v. 20, 2001, p. 703–706.

GORUR, R. S.; CHERNEY, E. A.; BURNHAM, J. T. **Outdoor insulators**. Phoenix: R. S. Gorur, 1999. p. 262.

HAMDANI, S.; LONGUET, C.; PERRIN, D.; LOPES-CUESTA, J.M.; GANACHAUD, F. **Flame retardancy of silicone-based materials. Polymer degradation and stability**. v. 94, 2009, p. 465-495.

INOUE, R.; KONDO, T.; NAKAMURA, T.; KOZAKO, M.; HIKITA, M. **Effects of addition of nano-scale silica filler on erosion, tracking resistance and mechanical properties of silicone rubber**, 18 th International Symposim on high voltage engineering, 2013.

ISOLADORES SANTA TEREZINHA. **Isoladores de Suspensão de Vidro: Catálogo do fabricante**. Campinas: [s.n.], 2002.

JANG, J.; LEE, E. **Improvement of the flame retardancy os paper-sludge/polypropylene composite**. Polymer Testing, v. 20, 2000, p. 7-13.

KARADY, G. G. e SHAH, M. **Flashover Mechanism on Sillicone Rubber Insulators Used for Outdoor Insulation – I**. IEEE Transactions on Power Delivery, v.10, n.4, 1995, p. 1965-1971.

KIM, S.H.; CHERNEY, E.A. e HACKAM, R. **Effects of filler level in RTV silicone rubber coatings used in HV insulators**. IEEE Transactions on Electrical Insulation, v. 27, n. 6, 1992, p.1065 – 1072.

LAN LEI, L E WEN, X. **Investigation to the influence of nanomaterial on the** Laura Treccani, L.; Klein, T.Y.; Meder, F.; Pardun, K.; Rezwan, K. **Functionalized ceramics for biomedical, biotechnological and environmental applications**. Acta Biomaterialia, v. 9, 2013, p. 7115–7150.

LAVIERI, A. **Isoladores Elétricos - componentes básicos para um sistema elétrico**. IFE- Informe eletrônico UFRJ, Canal Energia, 2010.

LEI L.; WEN X.; CAI D. **Corona Ageing Tests of RTV and RTV nanocomposite Materials**. International Conference on Solid Dielectrics, 2004, p.1-4.

LIEBERMANN, J. **New effective ways toward solving the problem of contamination of porcelain insulators**. Refractories and Industrial Ceramics, v.43, n.1-2, 2002, p.55-64.

LIEBERMANN, J. **New possibilities for cost-effective solutions regarding the pollution layers of porcelain insulators.** Interceram, v. 49, n. 5, 2000, p. 362-368.

MELLO, D. R. de; COSTA Jr, R. T. D.; BATISTA, J. T.; MELO, M. E. **Avaliação do Grau de Poluição em Instalações de Transmissão, Subestações e Distribuição.** Relatório Técnico Cepel, 1999.

MEYER L., H.; OMRANIPOUR, S.; JAYARAM, CHERNEY, E. **The Effect of ATH and Silica on Tracking and Erosion Resistance of Silicone Rubber Compounds for Outdoor Insulation.** ISEI 2002, p. 271-274.

MEYER, L.H. **A study of the role of fillers in silicone rubber compounds of outdoor insulation.** Tese (Doctor of Philosophy in Electrical and Computer Engineering), University of Waterloo, 2003, 143p.

MEYER, L.H.; CABRAL, S. H. L.; ARAÚJO, E.; CARDOSO, G. **Use of Nanosilica in Silicone Rubber Coatings for Ceramic Insulators in Coastal Areas Field Results.** ISEI 2008, p. 676-679.

MOMEN G. e FARZANEH M. **Survey of micro/nano filler use to improve silicone rubber for outdoor insulators.** ADV. MATER. SCI.,v. 27, 2011, p.1-13.

MONTOYA, G.; RAMIREZ, I.; MONTOYA, J. L. **Measuring pollution level generated on electrical insulators after a strong storm, electric power systems research.** v. 71, 2004, p. 267-273.

MONTOYA-TENA, G.; HERNÁNDEZ-CORONA, R.; RAMÍREZ-VÁZQUEZ, I. **Experiences on Pollution level measurement in Mexico.** Electric Power Systems Research, v. 76, Elsevier, 2005, p. 58-66.

NADERIAN, A.; PASAND, M. S.; MOHSENI, H.; MOONESAN, S.; EL-HAG, A. H., CHERNEY, E.; JAYARAM, S.; JALALI, G.. **Performance Investigation of HV Insulators Coated by Silicon Rubber**. 21th International Power System Conference, 2006, p.953-960.

NIGRI, A. I. **Desempenho de Linhas de Transmissão. Ponto de Vista da Manutenção**. XV-SNPTEE – Seminário Nacional de Produção e Transmissão de Energia Elétrica, 1999.

OLIVEIRA, S. C. **Sistema de detecção óptica de descargas parciais em cadeias de isoladores de linhas de transmissão de alta tensão**. TESE, Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, 2008, 128p.

PORTELLA, K.F; PIAZZA, F.; INONE, P.C.; JÚNIOR, S.R.; CABUSSÚ, M.S.; CERQUEIRA,C.P.; CHAVES,C.S.S. **Efeitos da poluição atmosférica litorânea e industrial) em isoladores da rede elétrica da região metropolitana de salvador**. Química Nova,v. 31, n. 2, 2008, p.340-348.

resistance to tracking and erosion of RTV coatings. Power System Technology Proceedings. International Conference on, v. 3, n.10, 2002, p. 1881-1883.

RODGERS, B. **Rubber Compounding: Chemistry and applications**. 1. ed., Marcel Dekker, Inc., New York, 2004.

RODRIGUES, M.I. e IEMMA, A.F. **Planejamento experimental e Otimização de processos**. 2. ed., Campinas, 2009.

RONG, M.Z.; ZHANG, M.Q.; PAN, S.L.; LEHMANN, B.; FRIEDRICH, K. **Analysis of the interfacial interactions in polypropylene/silica nanocomposites**. Polymer International, n. 53, 2004, p. 176–183.

ROTH, A. **Técnica de la Alta Tensión**. Barcelona: Editorial Labor, 1966, 887 p.

SANTOS, P. T. A.; DANTAS, J.; SANTOS, P. T. A.; ARAÚJO, P. M. A. G.; COSTA, A. C. F. M. **Nanoferritas ni-zn silanizadas com 3-aminopropiltrimetoxisilano usando o método de refluxo**. COLAOB – Congresso Latino Americano de órgãos Artificiais e Biomateriais, 2012.

SARAIVA, D. B. **Isolantes e dielétricos**. Materiais Elétricos, Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, , 1988, p.98-107.

SCHMIDT, L. E.; KORNMAN, X.; KRIVDA, A. **Tracking and Erosion Resistance of High Temperature Vulcanizing ATH-free Silicone Rubber**. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation v. 17,n. 2, 2010.

SIDERAKIS, K.; AGORIS, D. **Performance of RTV silicone rubber coatings installed in coastal systems**. Electric Power Systems Research, v. 78, 2008, p. 248–254.

SIDERAKIS, K.; AGORIS, D.; GUBANSKI, S.M. **Salt Fog Evaluation of RTV SIR Coatings With Different Fillers**. IEEE transactions on power delivery, v. 23, n. 4, 2008, p. 2270-2277.

SUWARNO y F. PRATOMOSIWI. **Application of RTV Silicone Rubber coating for improving performances of ceramic outdoor insulator under polluted condition**. Electrical Engineering and Informatica, ICEEI ,v. 2, 2009, p. 581 – 587.

Swedish Transmission Research Institute (STRI). Hydrophobicity Classification Guide. Guide, 1992.

TSARABARIS, P.T.; KARAGIANNOPOULOS, C.G.; THEODOROU, N.J. **A model for high voltage polluted insulators suffering arcs and partial discharges**. Simulation Modelling Practice and Theory , v. 13, 2005, p. 157–167.

VENKATESULU, B.; THOMAS, M. J. **Erosion Resistance of Alumina-filled Silicone Rubber Nanocomposites**. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, v. 17, n. 2, 2010.

VILAR, P. B.; ARAÚJO, D. B.; RODRIGUES, M. A. O.; ANDRADE, F. L. M.; FERREIRA, T. V.; COSTA, E. G.; MOREIRA, F. S.; CAMINHA FILHO, J. N., **Caracterização térmica e Elétrica de Poluição Salina em Isoladores de Vidro**, IV SIMPÓSIO BRASILEIRO DE SISTEMAS ELÉTRICOS – SBSE, 2012.

WIEBECK, H.; HARADA, J. **Plásticos de Engenharia: Tecnologia e Aplicações**. 1.ed., Artliber Editora Ltda, 2005, p. 82-94.

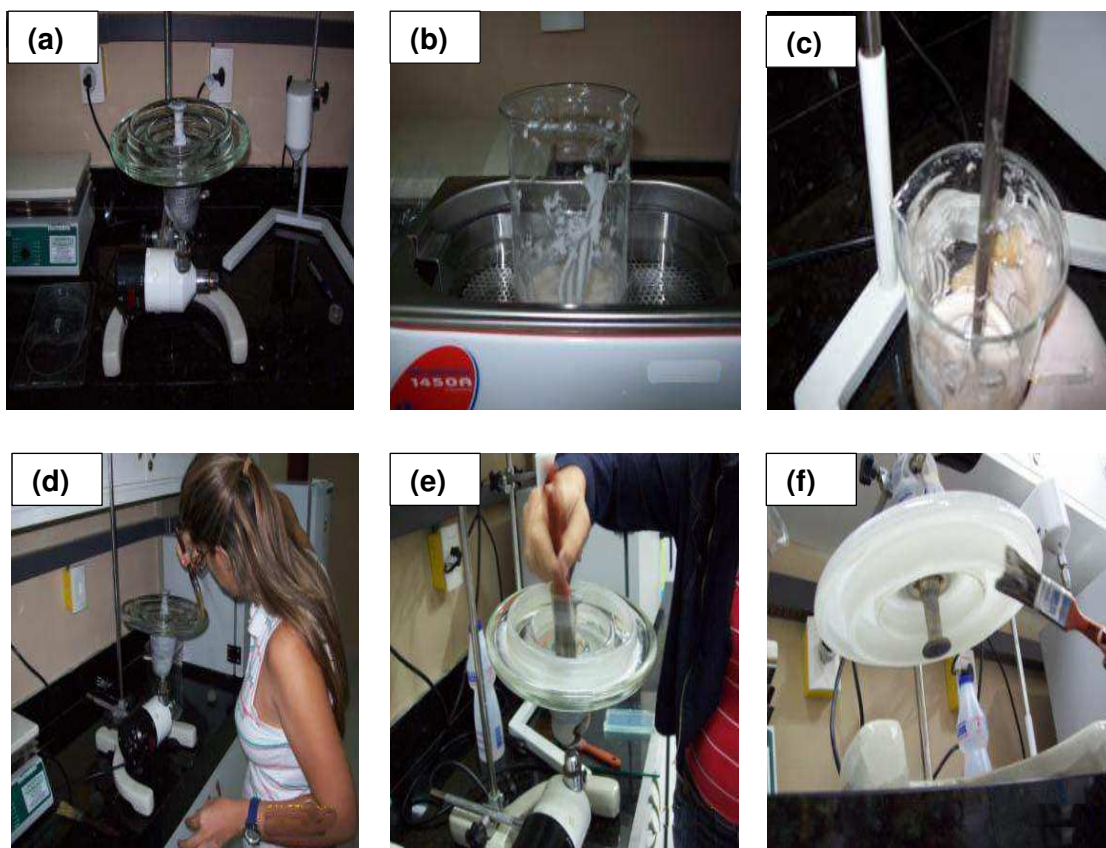
YANG, W.; ZHANG, C. G.; QU, H. Y.; YANG, H. H.; XU, J. G. **Novel Fluorescence silica nanoparticle probe for ultrasensitive immunoassays**. Analytica Chimica Acta, 503, 2004, p. 163–169.

ZHU Y.; OTSUBO, M.; HONDA, C.; OHNO, A. **Suppression effect of ATH filler on the erosion of filled silicone rubber exposed to dry band arc discharge**. Polymer Testing, v. 24, 2005, p. 893–899.

ZHU, Y.; HAJI, K.; OTSUBO, M. **Surface Degradation of Silicone Rubber Exposed to Corona Discharge**. IEEE transactions on plasma science, v. 34, n. 4, 2006.

ANEXO A

Figura A1- Processo de aplicação do revestimento BS/ATH/NS nos isoladores elétricos de vidro: (a) isolador a ser revestido; (b) mistura em banho ultrassônico; (c) mistura utilizando o misturador rotativo; (d) início da aplicação da mistura sobre os isoladores; (e) aplicação da mistura sobre os isoladores e (f) isolador revestido.



Fonte: Almirall, 2013.

ANEXO B

Procedimento da análise estatística ANOVA

A análise de regressão tem o objetivo de verificar a existência de uma relação funcional entre uma variável dependente com uma ou mais variáveis independentes. Em outras palavras, consiste na obtenção de uma equação que tenta explicar a variação da variável dependente pela variação do(s) nível(is) da(s) variável(is) independente(s). Neste estudo utilizou-se a equação da regressão linear simples, definida por:

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_i + e_i \quad (1)$$

em que:

Y_i = valor observado para a variável dependente Y no i-ésimo nível da variável dependente X

β_0 = Constante de regressão. Representa o intercepto da reta com o eixo Y.

β_1 = Coeficiente de regressão. Representa a variação de Y em função da variação de uma unidade da variável X.

X_i = i-ésimo nível da variável independente X ($i = 1, 2, \dots, n$).

e_i = é o erro que está associado à distância entre o valor observado Y_i e o correspondente ponto na curva, do modelo proposto, para o mesmo nível i de X.

Para se obter a equação estimada, vamos utilizar o MMQ (Método dos mínimos quadrados), método este que visa a minimização dos erros. Assim, tem-se que:

$$e_i = Y_i - \beta_0 - \beta_1 X_i$$

elevando ambos os membros da equação ao quadrado,

$$e_i^2 = (Y_i - \beta_0 - \beta_1 X_i)^2$$

aplicando o somatório,

$$\sum_{i=1}^n e_i^2 = \sum_{i=1}^n (Y_i - \beta_0 - \beta_1 X_i)^2 \quad (2)$$

Por meio da obtenção de estimadores de β_0 e β_1 , que minimizem o valor obtido na expressão anterior 3, é possível alcançar a minimização da soma de quadrados dos erros. Para se encontrar o mínimo para uma equação,

deve-se derivá-la em relação à variável de interesse e igualá-la a zero. Derivando então a expressão (1) em relação a β_0 e β_1 e igualando-as a zero, tem-se:

$$\hat{\beta}_1 = \frac{\sum XiYi - \frac{\sum Xi \sum Yi}{n}}{\sum Xi^2 - \frac{(\sum Xi)^2}{n}} = \frac{SPD_{XY}}{SQD_X} \quad \text{e} \quad \hat{\beta}_0 = \bar{Y} - \hat{\beta}_1 \bar{X}$$

SPD_{XY} é a soma de produtos de desvios de X e Y;

SQD_X é a soma de quadrados de desvios de X.

Uma vez obtida estas estimativas, podemos escrever a equação estimada:

$$\hat{Y}_i = \hat{\beta}_0 + \hat{\beta}_1 X_i$$

A equação estimada obtida, apenas estabelece uma relação funcional, entre a variável dependente e a variável independente, para representar o fenômeno em estudo. Portanto, a simples obtenção da equação estimada não responde ao pesquisador se a variação da variável independente influencia significativamente na variação da variável dependente.

Para se responder a esta pergunta, é necessário realizar um teste estatístico para as estimativas dos coeficientes da equação de regressão estimada. Um teste que pode ser realizado para verificar tal fato é o teste F da análise de variância (ANOVA - do inglês **AN**alysis **Of** **VA**riance é uma técnica estatística que avalia informações sobre médias de populações. Segundo TENUTA, 2014, o método se preocupa não em testar diferenças entre as médias obtidas, mas com a variabilidade das médias observadas e se a variação é fruto do acaso ou de um efeito real do fenômeno). Portanto, é necessário realizar uma análise de variância dos dados observados, em função do modelo proposto.

A tabela 4 apresenta o modelo a seguir para organizar os dados da análise de variância para a regressão.

Tabela- Modelo da tabela da análise de variância - ANOVA.

Fontes de variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado da média	F _{calculado}	R ²	p- Valor
Regressão linear	1	SQ_{Reg}	$\frac{SQ_{Reg}}{p}$	$\frac{QM_{Reg}}{QM_{Res}}$	$\frac{SQ_{Reg}}{SQ_{Total}}$	_____
Resíduo	n-2	SQ_{Res}	$\frac{SQ_{Res}}{n-1-p}$			
Total	n-1	SQ_{Total}				

Fonte: Rodrigues e Lemma, 2009.

em que:

n = n° de observações;

FV= Fontes de Variação - Nesta coluna são descritas as causas de variabilidade dos dados do experimento. O interesse do pesquisador está em conhecer a variabilidade entre os TRATAMENTOS. As outras fontes de variabilidade são agrupadas em RESÍDUO (correspondente à variabilidade existente Dentro dos Tratamentos).

GL= Graus de liberdade - Na estatística, o grau de liberdade de uma variável pode ser entendido como o número mínimo de dados necessário para avaliar a quantidade de informação contida na análise estatística. Uma maneira simples para compreender este conceito é entendê-lo como o número de dados independentes disponível para estimar dados dependentes;

SQ= Somas de Quadrados - São as somas dos quadrados de desvios calculadas para cada fonte de variação.

QM= Quadrados Médios - São obtidos pela razão entre as Somas de Quadrados e os seus respectivos graus de liberdade. Pode-se demonstrar que são estimativas de variâncias.

F_{calculado}= Valor Estatístico de Fisher - Dado pela razão entre o QM_{Reg} e o QM_{Res} .

R²= Coeficiente de Determinação - O coeficiente de determinação é uma medida de ajustamento dos valores observados a um modelo estatístico. O R² varia entre 0 e 1, indicando o quanto o modelo consegue explicar os valores observados. Quanto maior o R², mais explicativo é o modelo, melhor ele se ajusta à amostra;

p- Valor= é um valor utilizado para tirar conclusões sobre um resultado de um teste estatístico. O procedimento consiste em comparar o valor-p de um fator a um valor prédefinido (geralmente 0,05). Se o valor-p da variável em questão for menor que o valor prédefinido, a hipótese nula é rejeitada em detrimento da hipótese alternativa. Assim, o resultado é declarado estatisticamente significativo. No caso contrário a hipótese nula não é rejeitada e os efeitos aleatórios são considerados predominantes, e assim, nada se pode concluir. O valor-p pode ser entendido como a probabilidade de erro em se admitir que um dado fator tenha influência sobre determinada resposta e seu valor considerado máximo é geralmente de 5%;

Para a realização do teste F, o primeiro passo consiste na formalização da hipótese a ser testada. As hipóteses são as seguintes:

H_0 : Não existem diferenças entre os efeitos dos tratamentos

H_1 : Existe, pelo menos, uma diferença entre os efeitos dos tratamentos.

Feito estas considerações, escolhe-se o nível de significância (α). Geralmente toma-se $\alpha = 5\%$ ou 0,05 ou menor. Esta é a probabilidade de rejeitar-se H_0 quando a mesma for verdadeira.

Escolhido o nível de significância, a regra de decisão para o teste de F é:

1- Se o valor de $F_{\text{calculado}}$ for maior que o valor de F_{tabelado} , ao nível de $\alpha\%$ de probabilidade, rejeita-se H_0 . O teste é considerado significativo ao nível de $\alpha\%$ de probabilidade e admite-se que, ao nível de $\alpha\%$ de probabilidade, existe pelo menos uma diferença entre os efeitos dos tratamentos.

2- Caso o valor de $F_{\text{calculado}}$ seja menor ou igual ao valor de F_{tabelado} ao nível de $\alpha\%$, não existem evidências para rejeitar-se H_0 . O teste é dito não-significativo ao nível de $\alpha\%$ implicando em 95% de confiança de que não existem diferenças entre os efeitos dos tratamentos.

Todos os valores obtidos para preencher a Tabela 4 (ANOVA), foram calculados através do software *STATISTICA 7*.

ANEXO C

Fichas utilizadas para identificação de fases da ATH, NS e borracha de silicone.

Figura C1 - Ficha cristalográfica da ATH (JCPDF 33-0018)

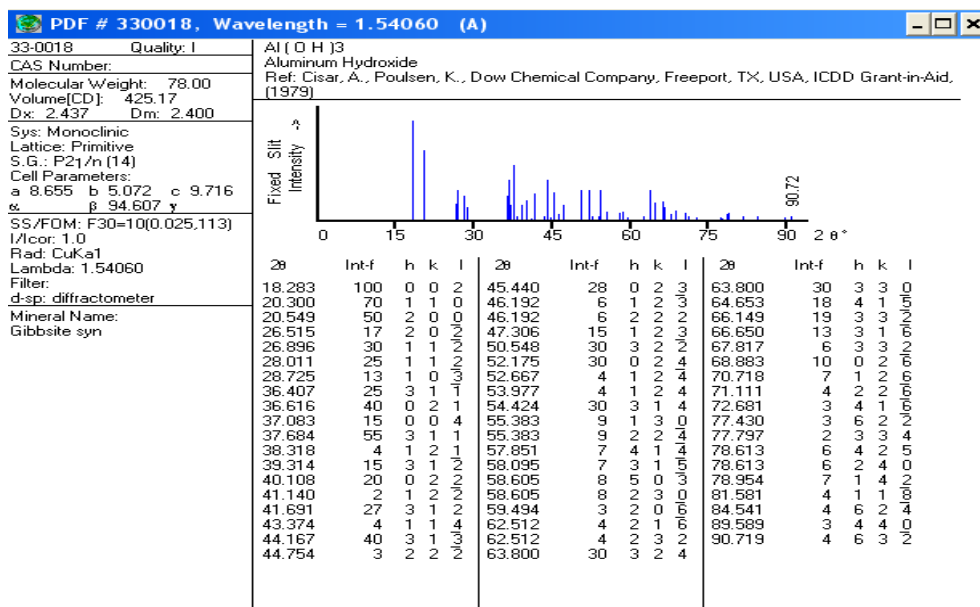


Figura C2 - Ficha cristalográfica da NS (JCPDF 43-0596)

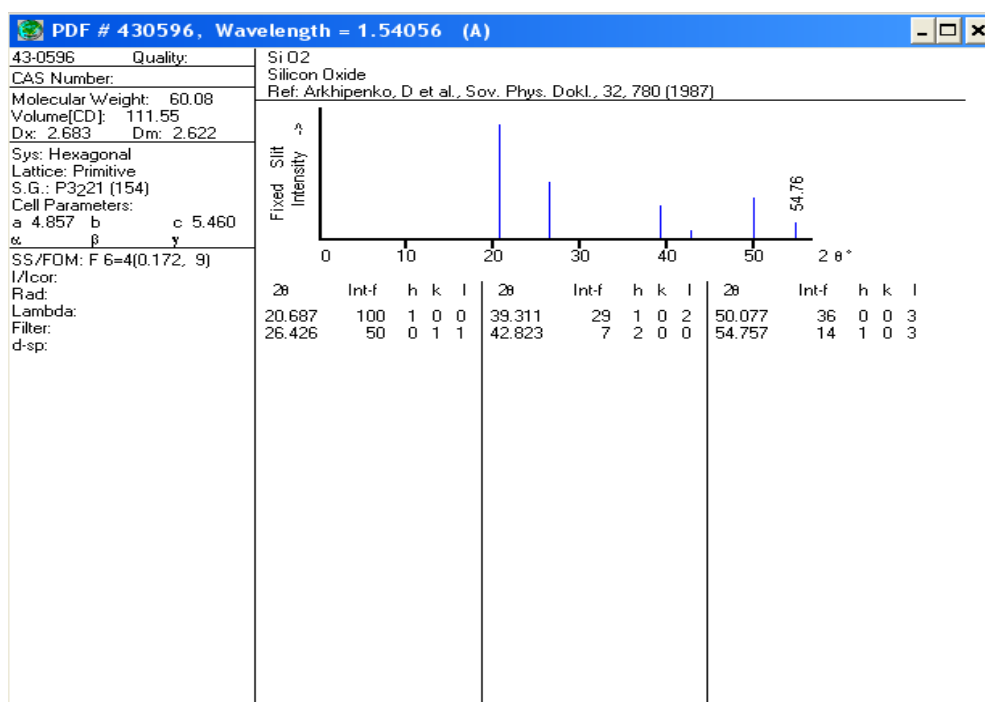


Figura C3 - Ficha cristalográfica da NS (JCPDF 38-0448)

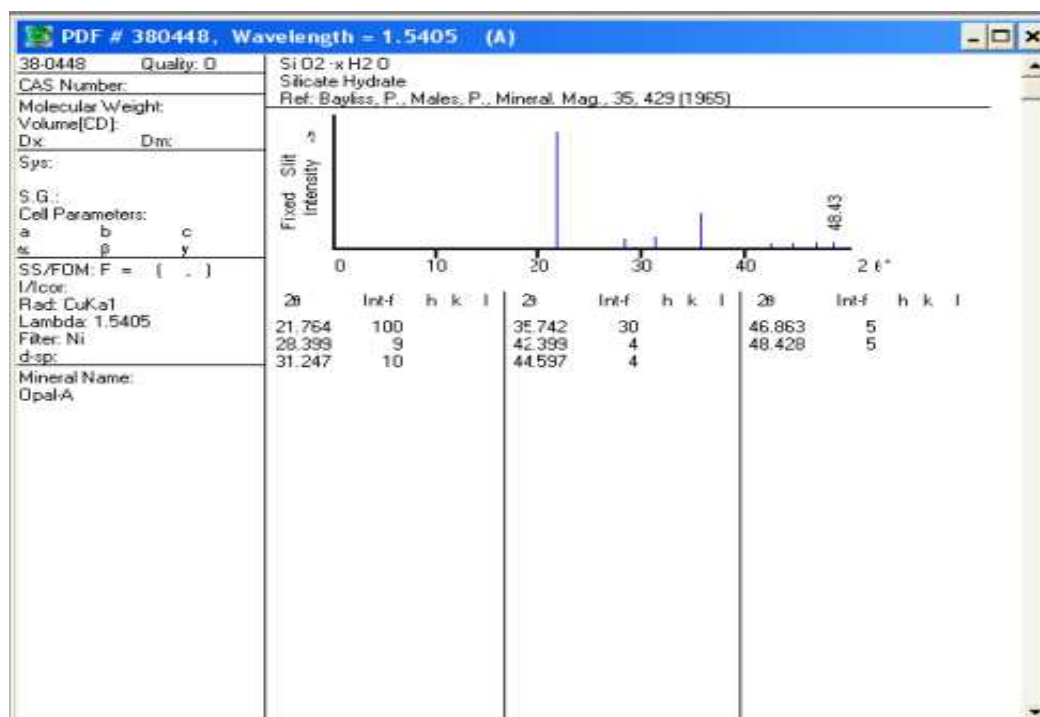
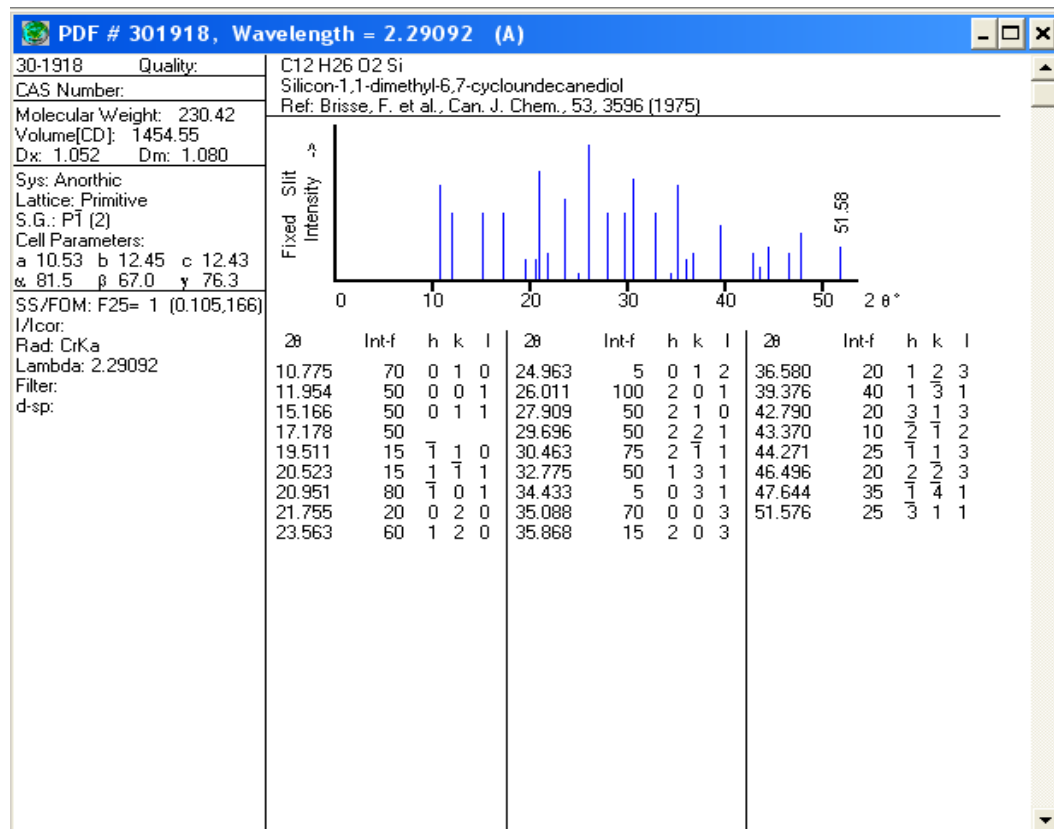
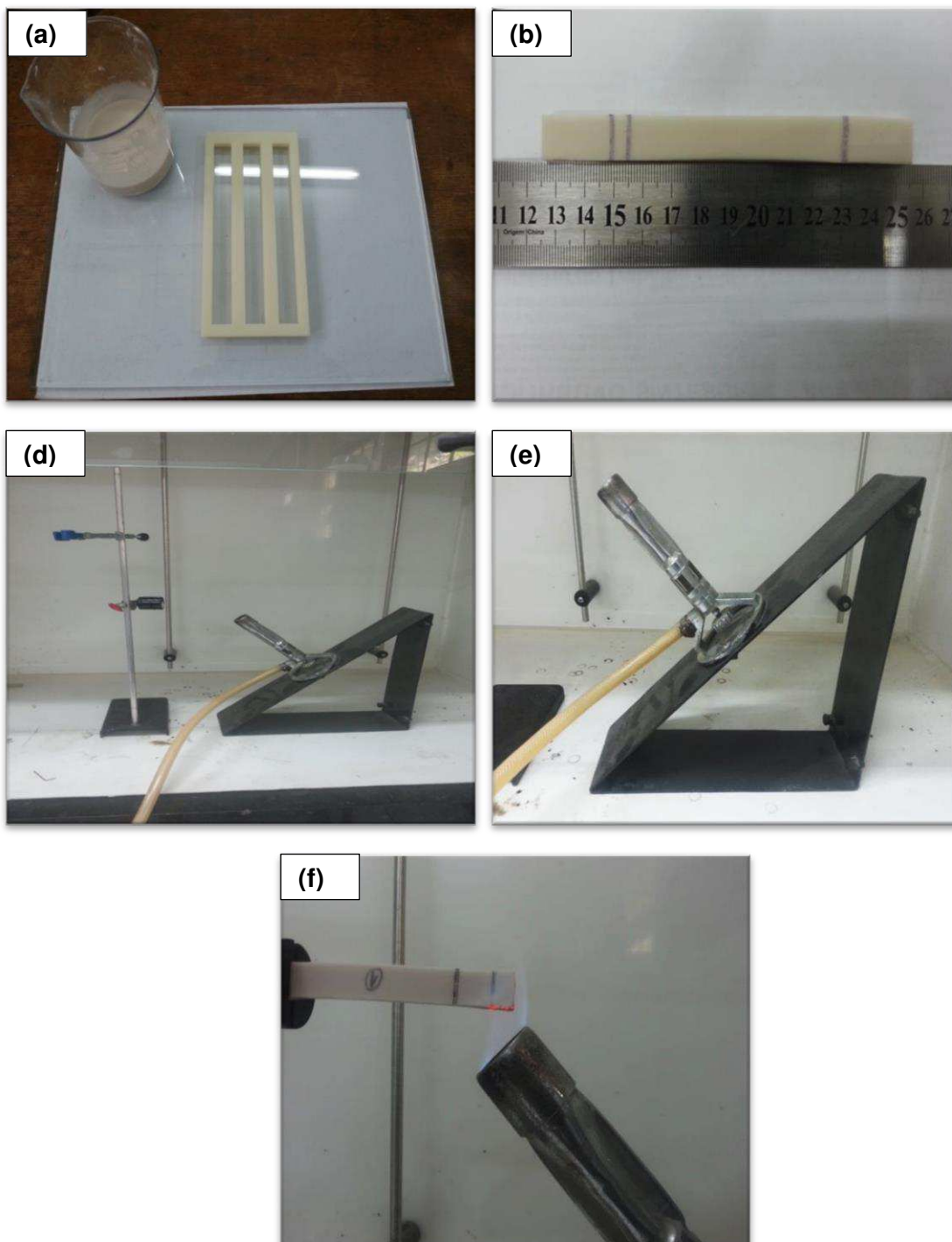


Figura C4 - Ficha cristalográfica da borracha de silicone (JCPDF 30-1918)



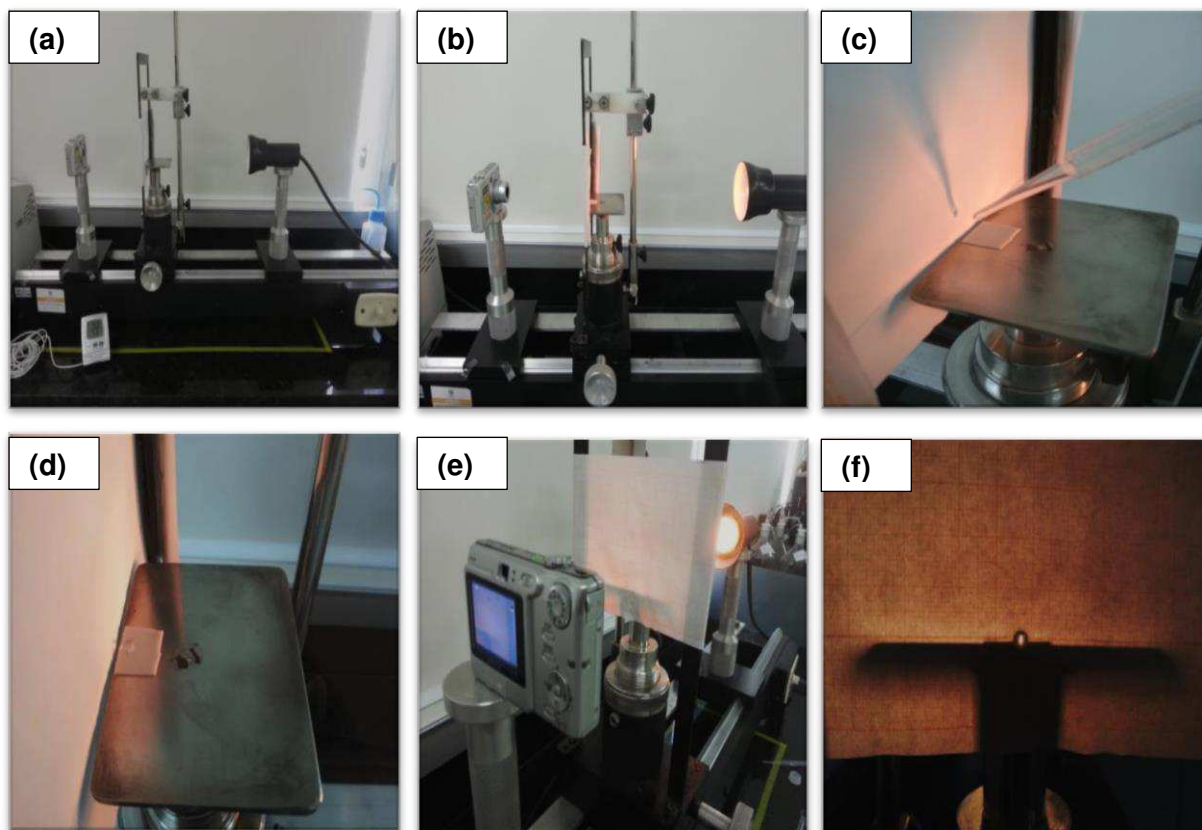
APÊNDICE A

Figura A1 - Procedimento utilizado para realizar o teste de inflamabilidade. (a) Preparação dos corpos de prova; (b) corpo de prova marcado com as especificações da norma UL94; (c) e (d) aparelhagem utilizada para realizar o ensaio de inflamabilidade e (e) corpo de prova submetido a queima.



APÊNDICE B

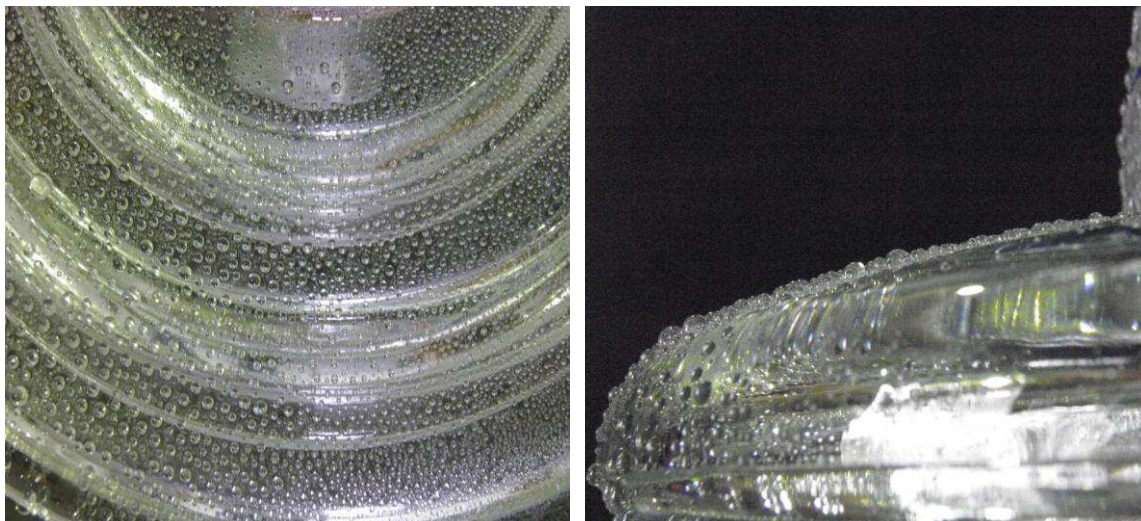
Figura B1 - Metodologia do ensaio de molhabilidade: (a, b) aparelho utilizado para realizar o teste de molhabilidade; (c,d) deposição da gota de água sobre o revestimento utilizado no isolador; (e) Aquisição da fotografia da gota e (f) gota a ser analisada.



APÊNDICE C

Figura C1 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS pura: (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes – BS pura

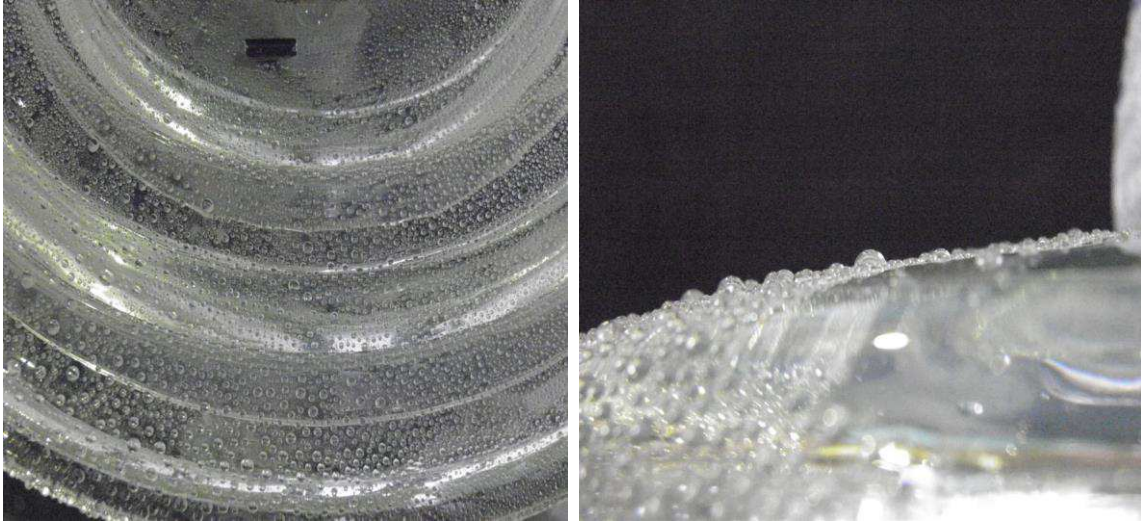


Depois – BS pura



Figura C2 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/NS: (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes – BS/NS

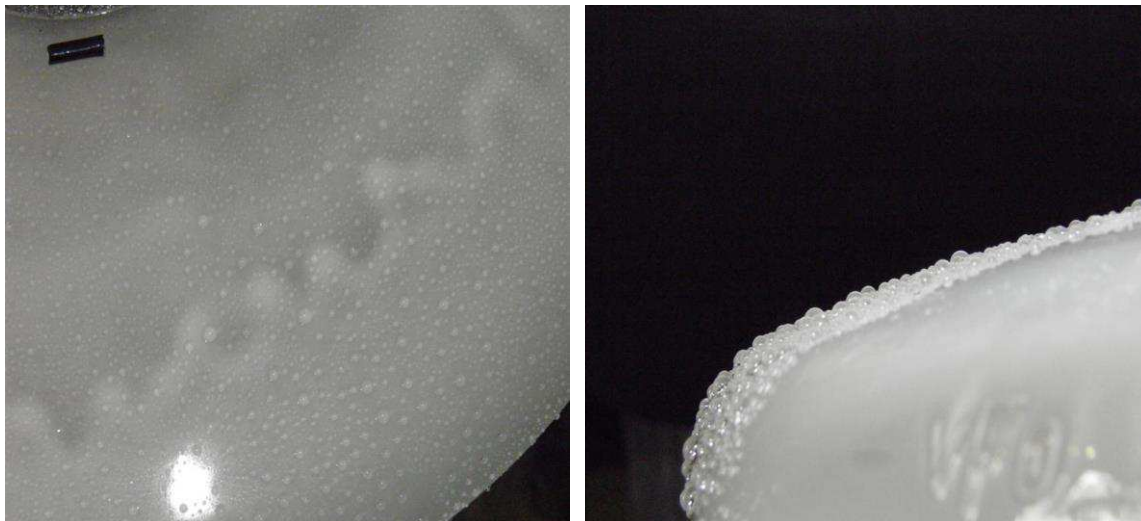


Depois – BS/NS



Figura C3 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/ATH: (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes – BS/ATH



Depois – BS/ATH



Figura C4 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/20:1: (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes – BS/20:1



Depois – BS/20:1



Figura C5 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/20:3: (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes- BS/20:3

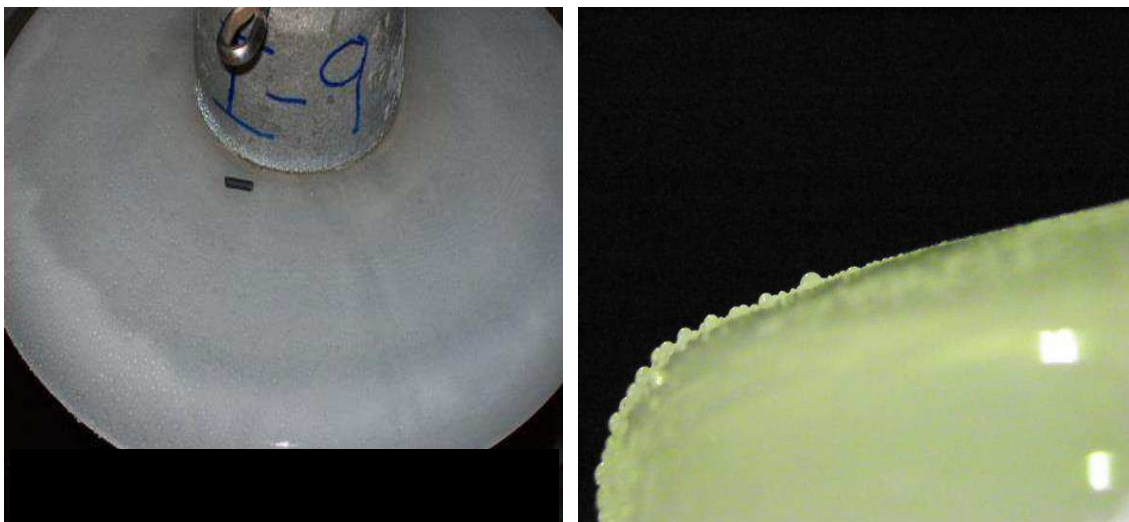


Depois- BS/20:3



Figura C6 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/20:5: (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes- BS/20:5



Depois- BS/20:5



Figura C7 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/20(S): (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes- BS/20(S)

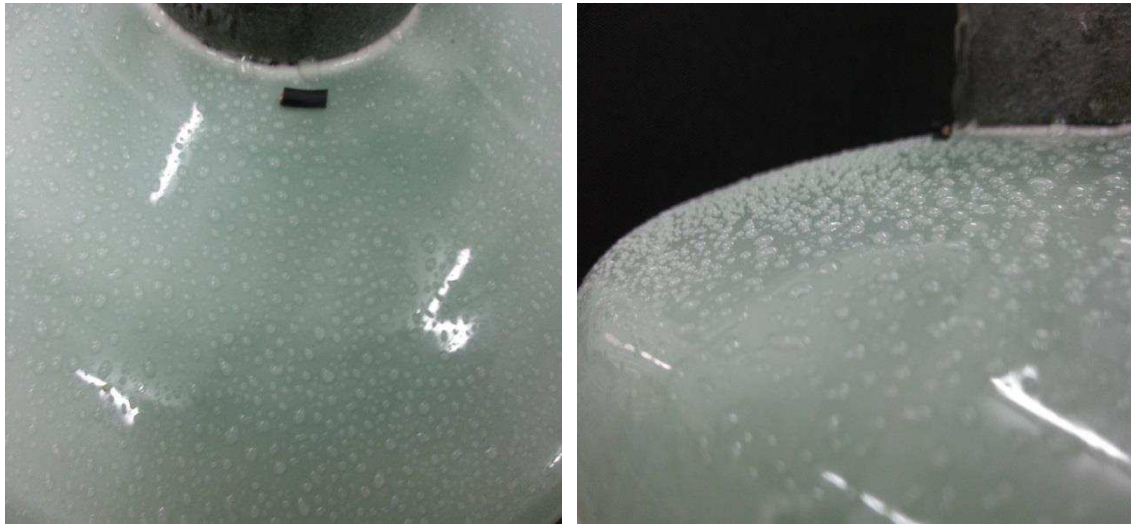


Depois- BS/20(S)



Figura C8 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/20:1(S): (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes- BS/20:1(S)

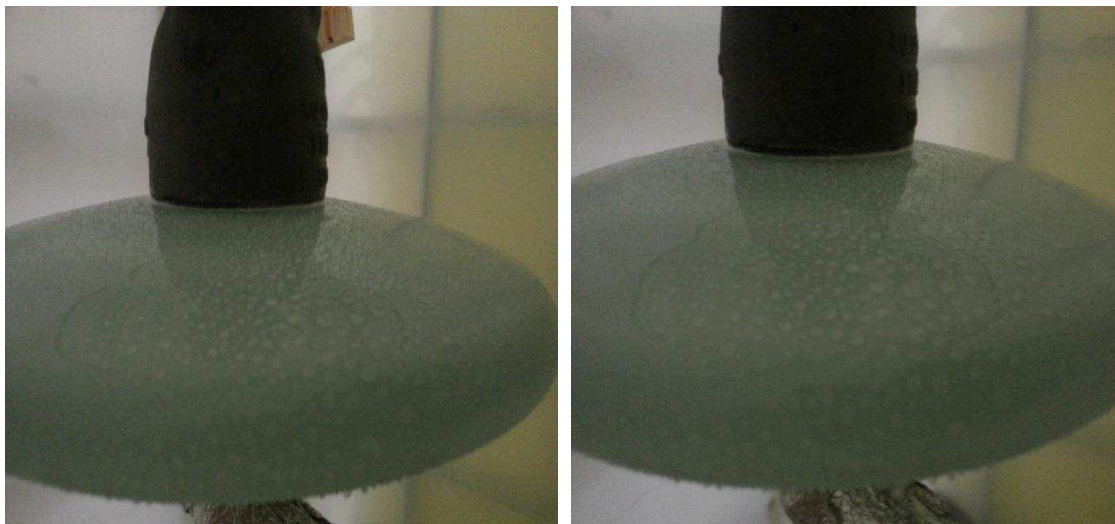


Depois- BS/20:1(S)



Figura C9 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/20:3(S): (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes- BS/20:3(S)



Depois- BS/20:3(S)



Figura C10 - Imagens da medição da hidrofobicidade feita nos isoladores elétricos com revestimento de BS/20:1(S): (a, b) antes de aplicar a névoa salina; (c,d) depois de aplicar a névoa salina.

Antes- BS/20:5(S)



Depois- BS/20:5(S)

