



**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
DO CEARÁ
PRÓ-REITORIA DE ENSINO
COORDENAÇÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
TELECOMUNICAÇÕES
LABORATÓRIO DE TELECOMUNICAÇÕES E CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS — LOCEM**



LINDEMBERG DE SOUSA OLIVEIRA

**ESTUDO DA ESTABILIDADE TÉRMICA DE ANTENAS
RESSOADORAS DIELÉTRICAS BASEADAS EM $Al_2O_3 - CaTiO_3$.**

FORTALEZA

2015

LINDEMBERG DE SOUSA OLIVEIRA

ESTUDO DA ESTABILIDADE TÉRMICA DE ANTENAS
RESSOADORAS DIELÉTRICAS BASEADAS EM
 $Al_2O_3 - CaTiO_3$.

Dissertação submetida à
Coordenação de Pós-Graduação
em Engenharia de Telecomunicações
do Instituto Federal do Ceará, como
requisito parcial para obtenção do
grau de Mestre em Engenharia de
Telecomunicações.

Área de concentração: Sistemas de
Comunicações.

Orientador: **Prof. Dr. Antônio Sérgio
Bezerra Sombra**

Fortaleza
2015

Catálogo na fonte: Biblioteca Waldyr Diogo de Siqueira

O48e Oliveira, Lindemberg de Sousa.

Estudo da estabilidade térmica de antenas ressoadoras dielétricas baseadas em $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CaTiO}_3$ / Lindemberg de Sousa Oliveira - Fortaleza: IFCE, 2015.

119p.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Telecomunicações).
Orientador: Prof. Dr. Antonio Sérgio Bezerra Sombra

1. ENGENHARIA DE TELECOMUNICAÇÕES - DISSERTAÇÃO. 2. ANTENAS RESSOADORAS DIELETRICAS (DRA). 3. ALUMINA. 4. MICROONDAS.
I.Título.

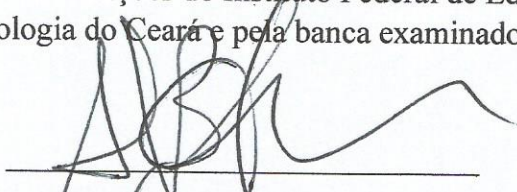
CDD 621.3824



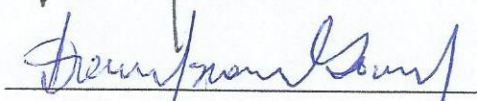
INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO CEARÁ
COORDENAÇÃO DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
TELECOMUNICAÇÕES

LINDEMBERG DE SOUSA OLIVEIRA

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Telecomunicações, sendo aprovada pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Telecomunicações do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará e pela banca examinadora:



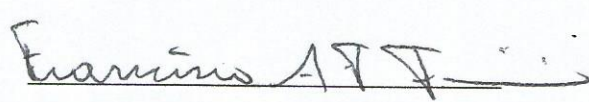
Prof. Dr. Antônio Sérgio Bezerra Sombra - UFC



Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia - IFCE



Prof. Dr. Murilo Araujo Romero - USP



Prof. Dr. Francisco de Assis Tavares Ferreira da Silva - INPE

À minha esposa, Eloide.

À minha filha, Amanda.

E a todos os familiares e amigos que me apoiam.

À minha mãe, Maria Ioneide de Sousa Oliveira (in memorium).

Agradecimentos

Agradeço a Deus, pela vida e pelo desejo de conhecer.

Ao Prof. Dr. Antônio Sérgio Bezerra Sombra, pela orientação, pelo exemplo profissional, competência, acompanhamento incansável durante a realização deste trabalho e por sua dedicação acadêmica que inspira a muitos.

Ao Laboratório de Telecomunicações e Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Ceará (LOCEM/UFC) pelas realizações das técnicas utilizadas neste trabalho.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE) por ter proporcionado excelentes condições para o desenvolvimento deste trabalho, em especial ao Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia, Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Telecomunicações (PPGET) do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, pela amizade, conselhos, e longas manhãs e tardes de discussões sobre o trabalho.

Ao Prof. Dr. José Marcos Sasaki e sua equipe do Laboratório de Raios-X, da Universidade Federal do Ceará, pelas medidas de Difratomia de Raios-X (DRX).

Ao Dr. Júlio Goés (UFC) e à Central Analítica da UFC, pelas medidas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

A todos os colegas do Laboratório de Telecomunicações e Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Ceará (LOCEM/UFC) pelas ideias compartilhadas durante o Curso e pelo suporte na realização de algumas medidas e simulações em microondas.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e Fundação Cearense de Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico (FUNCAP) pelo incentivo financeiro concedido através de bolsa de estudo durante curso de Mestrado.

“Há pessoas que desejam saber só por saber, e isso é curiosidade; outras, para alcançarem fama, e isso é vaidade; outras, para enriquecerem com sua ciência, e isso é um negócio torpe; outras para serem edificadas, e isso é prudência; outras, para edificarem os outros, e isso é amor!”

São Tomás de Aquino

Resumo

Com o rápido desenvolvimento de tecnologias, a indústria de telecomunicações tem buscado constantemente materiais que possuam excelentes características dielétricas para ser à base de novos dispositivos. Devido a essa demanda sempre crescente, pesquisas em busca de novos e melhores materiais cerâmicos têm ocupado cada vez mais lugar de destaque no interesse da comunidade científica mundial. Este trabalho apresenta propriedades dielétricas do compósito cerâmico alumina com a adição de CaTiO_3 (CTO) e seu desempenho como antena ressonadora dielétrica (DRA) nas faixas de RF (40 Hz a 110 MHz) e microondas (0.3 GHz a 13 GHz). A alumina tem τ_f negativo, enquanto CTO tem τ_f positivo elevado propicia um estudo da estabilidade térmica da cerâmica. A Alumina foi utilizada como a matriz cerâmica e concentrações de 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10,0% de CTO foram adicionadas a alumina. As principais técnicas de análise utilizadas neste trabalho foram: picnometria e método de Arquimedes (para determinação da densidade), Hakki-Coleman (para obtenção das propriedades dielétricas), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difratometria de raios-x (com análise quantitativa de fases por Rietveld), perda dielétrica, permissividade dielétrica, perda de retorno, largura de banda, impedância de entrada são apresentados e comparados com simulações numéricas. Os resultados obtidos mostram a formação de segundas fases (hibonite e óxido de titânio), de modo que a permissividade dielétrica aumenta, enquanto a perda dielétrica diminui com a concentração de CTO. As amostras testadas apresentaram perda de retorno entre -25 dB a -40 dB na frequência de ressonância. As propriedades dielétricas são influenciadas pela concentração de CTO e variação de temperatura. A mudança de frequência para os valores máximos de M_{im} demonstrou a presença do processo termo-ativo na cerâmica.

Palavras-chave: DRA, alumina, CTO, hibonite, RF, microondas, τ_f .

Abstract

With the rapid development of technologies, the telecommunications industry has sought constantly materials having excellent dielectric characteristics to be support on new devices. Due to this ever increasing demand, research for new and improved ceramic materials have occupied prominent place in the interest of the scientific community worldwide. This work presents dielectric properties of composite alumina ceramic with addition of CaTiO_3 (CTO) and his performance as dielectric ressonator antenna (DRA) in the RF (40 Hz to 110 MHz) and microwaves (0.3 GHz to 13 GHz). Alumina has τ_f negative, while CTO has τ_f high-positive allows study of thermal stability of ceramics. Alumina was used as matrix ceramics and concentrations of 2.5 %, 5.0%, 7.5% and 10.0 % CTO added alumina. The main techniques of analysis used in this study were: pycnometer and Archimedean method (for determination of density), Hakki-Coleman (for obtaining the dielectric properties), scanning electron microscopy (SEM), x-ray diffractometry (with quantitative analysis of phases by Rietveld), dielectric permittivity, dielectric loss, return loss, bandwidth, input impedance are presented and compared with numerical simulations. The results obtained show the formation of second phases (hibonite and titanium oxide), so that the dielectric permittivity increases, while the dielectric loss decreases with concentration of CTO. The samples tested showed return loss between -25 dB to -40 dB in resonant frequency. The dielectric properties are influenced by the concentration of CTO and temperature variation. The change of frequency for the maximum values of M_{im} demonstrated the presence of the thermo-active process in ceramic.

Keywords: DRA, Alumina, CTO, Hibonite, porosity, τ_f .

Sumário

Lista de Figuras

Lista de Tabelas

Lista de Símbolos

Lista de Abreviações

1	INTRODUÇÃO	21
1.1	MOTIVAÇÃO.	22
1.2	OBJETIVOS.	23
1.3	ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO.	24
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.	25
2.1	ALUMINA E TITANATO DE CÁLCIO.	25
2.2	PROCESSAMENTO CERÂMICO.	28
2.2.1	PREPARAÇÃO DO PÓ: MISTURA E MOAGEM.	28
2.2.2	CALCINAÇÃO.	30
2.2.3	CONFORMAÇÃO DO PÓ.	30
2.2.4	SINTERIZAÇÃO.	30
2.2.5	QUALIDADE FINAL DOS MATERIAIS CERÂMICOS.	32
2.3	ANTENAS RESSOADORAS DIELÉTRICAS (DRA).	33
2.3.1	CARACTERÍSTICAS DAS DRAs.	34
2.3.2	TIPOS DE DRAs.	35

2.3.3	EFICIÊNCIA E GANHO.	36
2.4	PROPRIEDADES DIELÉTRICAS.	38
2.4.1	CAPACITORES.	39
2.4.2	FATOR DE PERDA.	40
2.4.3	RELAXAÇÃO DIELÉTRICA.	42
2.4.4	ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA.	43
2.5	LARGURA DE BANDA (BW).	45
2.6	MODOS ELETROMAGNÉTICOS.	46
2.7	ANÁLISE DA DRA CILÍNDRICA.	48
3	MATERIAIS E MÉTODOS.	52
3.1	MATERIAIS E EQUIPAMENTOS.	52
3.2	METODOLOGIA.	53
3.2.1	PROCESSAMENTO CERÂMICO.	54
3.2.2	DESCRIÇÃO DAS AMOSTRAS PRODUZIDAS.	54
3.3	CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL.	55
3.3.1	DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X (DRX).	55
3.3.2	REFINAMENTO DE RIETVELD.	56
3.3.3	PICNOMETRIA.	59
3.3.4	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).	60
3.4	CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA E DIELÉTRICA.	60
3.4.1	RF A TEMPERATURA AMBIENTE.	60
3.4.2	RF COM VARIAÇÃO DE TEMPERATURA.	61
3.4.3	ESPECTROSCOPIA DIELÉTRICA EM MICROONDAS.	62
3.4.4	COEFICIENTE DE TEMPERATURA DA FREQUÊNCIA RESSONANTE.	64
3.4.5	CONFIGURAÇÃO DA ANTENA RESSOADORA DIELÉTRICA.	66

3.4.6	SIMULAÇÃO POR HFSS.	67
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.	70
4.1	CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL.	70
4.1.1	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.	70
4.1.2	PICNOMETRIA.	72
4.1.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).	73
4.2	CARACTERIZAÇÃO DIELÉTRICA DAS AMOSTRAS.	75
4.2.1	RF COM VARIAÇÃO DE TEMPERATURA.	75
4.2.2	RF EM TEMPERATURA AMBIENTE.	90
4.3	MEDIDAS ELÉTRICAS EM MICROONDAS.	91
4.3.1	COEFICIENTE DE TEMPERATURA DA FREQUÊNCIA RESSONANTE.	92
4.3.2	ANTENAS RESSOADORAS DIELÉTRICA (DRA) - ANÁLISE COMPUTACIONAL	95
5	CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS	101
	CONCLUSÕES.	101
	TRABALHOS FUTUROS.	102
	Referências Bibliográficas	103
	Apêndice A – PUBLICAÇÕES GERAIS E DECORRENTES DO TRABALHO.	115
	Artigos publicados, aceitos e submetidos em revistas internacionais.	115
	Publicações em processo de submissão	115
	Apêndice B – TRABALHOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS.	116
	ANEXOS.	117

Lista de Figuras

1	Forma de empacotamento das estruturas A_2X_3	26
2	Simetria ortorrômbica Pbm $\bar{n}$ do CTO.	27
3	Esquema de um moinho de bolas em movimento. (a) encaixe do reator de moagem que fica dentro do moinho. (b) movimento das esferas. (c) impacto das esferas em uma pequena porção do pó.	29
4	Esquema de uma fôrma utilizada na prensagem uniaxial.	31
5	Estágios de sinterização por fase sólida: (a) inicial; (b) intermediária e (c) final.	32
6	Formas geométricas de DRA cerâmicas.	35
7	Antena como dispositivo de transmissão.	37
8	Átomo típico na (a) ausência (b) na influência de um campo elétrico E_a	38
9	Diagrama fasorial para (a) capacitor ideal e (b) capacitor real.	40
10	Os principais mecanismos de polarização.	43
11	Circuito RC em paralelo.	44
12	Resposta em frequência (ϵ_r' versus ϵ_r'').	45
13	Esboço das configurações do campo de uma DRA cilíndrica.	47
14	Diferentes mecanismos propostos para a excitação de DRAs.	49
15	Excitação de uma DRA cilíndrica através de sonda.	50
16	Geometria geral da DRA cilíndrica. (a) O problema original. (b) O problema de imagem equivalente.	50
17	Esquema de preparo das amostras.	53
18	Picnômetro contendo amostra a ser analisada.	59

19	Configuração para análise das amostras como antena ressoadora dielétrica montada sob o plano de terra.	63
20	(a) Diagrama esquemático do sistema de medição de propriedades dielétricas utilizando o método de Hakki e Coleman (1960).	63
21	Constante dielétrica, ϵ_r , em função da frequência ressonante do modo TE_{011} para valores máximos ou mínimos com cabo coaxial 0.085" (polegadas) de diâmetro e distância entre as placas de 2.5" (polegadas).	64
22	Sistema de medição de τ_f com forno acoplado.	65
23	Perda de retorno em função da frequência para uma DRA genérica.	67
24	Interface de trabalho do HFSS mostrando uma malha de elementos finitos na DRA e no plano de terra.	68
25	Difratogramas pó de amostras com 2.5, 5.0, 7.5 e 10% adição de CTO sinterizadas a temperatura de 1350 °C, e as fases encontradas são: CTO, Alumina, hibonite, e TiO_2	71
26	Variação da densidade aparente, densidade relativa e porosidade com a concentração de CTO.	73
27	Micrografia das amostras do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ com ampliação de 5000x (resolução: 20 μm)	74
28	Micrografia das amostras do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ com ampliação de 5000x (resolução: 20 μm)	74
29	Micrografia das amostras do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ com ampliação de 1000x (resolução: 100 μm)	75
30	Densidade em função da composição mássica do composto $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$	76
31	$Z_{re}(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0	77
32	$Z_{im}(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0	78
33	$\epsilon'(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0	79

34	$\varepsilon''(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0	80
35	$\varepsilon'(T)$ com variação de frequência de 10^2 Hz a 10^6 Hz para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0	81
36	$\varepsilon''(T)$ com variação de frequência de 10^2 Hz a 10^6 Hz para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0	82
37	$M_{re}(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0	83
38	$M_{im}(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0	84
39	(a) $\sigma_{AC}(f)$ com variação de temperatura (b) $\sigma_{AC}(T)$ com variação de frequência para amostra de CTO7.5.	84
40	Expoente de frequência (s) em função da temperatura T para CTO7.5. .	86
41	Gráfico de Nyquist para CTO7.5 na (a) faixa 548K a 623K (b) 373K a 523K.	87
42	Curvas experimentais e ajustadas para CTO2.5 e CTO7.5 (a) seus circuitos equivalentes sugeridos pelo programa LEVMW, versão 8.08 (b) e com dupla escala logarítmica em seus eixos.	88
43	$\varepsilon'(T)$ com variação de concentração de CTO na matriz alumina para as frequências: (a) 1 KHz e (b) 1 MHz.	90
44	Medidas dielétricas da série $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$: (a) $\varepsilon'(f)$ e (b) $\varepsilon''(f)$	91
45	Variação da permissividade dielétrica (ε') em função da composição de CTO nos compósitos $((Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x)$	92
46	Parâmetros elétricos em função da concentração de CTO compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ (a) ε_r e (b) $tg\delta_E$	93
47	Variação de τ_f com a concentração CTO comparação com a regra de mistura do condensador em paralelo (-) e Lichtenecker (-).	94
48	Perda de retorno para as todas as DRAs do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$	95
49	A $f_{HE11\delta}$ das DRAs em função da composição do $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$	96

50	Perda de retorno experimental e simulado (HFSS).	97
51	Cartas de Smith para os dados experimentais e simulados (HFSS). . .	98
52	Impedância real e imaginária (experimental e simulado — HFSS). . . .	99

Lista de Tabelas

1	Identificação dos compósitos produzidos.	54
2	Dimensões geométricas das amostras cerâmicas cilíndricas produzidas para medidas de impedância.	55
3	Dimensões geométricas das amostras produzidas para medidas de reflexão (monopolo).	55
4	Dados obtidos a partir do Refinamento de Rietveld.	71
5	Densidade aparente, densidade teórica, densidade relativa e resultados de porosidade da picnometria para compósitos de Alumina-CTO.	72
6	Os valores de Z_{re} para todas as amostras em 1 Hz.	78
7	Os parâmetros elétricos e dielétricas de $Al_2O_3 - CaTiO_3$ em 498 K.	79
8	Valores de energia de ativação em todas as amostras.	86
9	Ajuste dos parâmetros das curvas fitadas pelo programa LEVMW, versão 8.08 para todas as amostras.	87
10	TCC do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ na faixa de 303 K a 373 K.	90
11	Propriedades dielétricas na faixa de microondas das amostras	92
12	Valores experimentais (Exp.) e simulados (Sim.) dos parâmetros de ajuste das DRAs para CTO2.5 e CTO5.0.	96
13	Valores experimentais (Exp.) e simulados (Sim.) dos parâmetros de ajuste das DRAs para CTO7.5 e CTO10.0.	97
14	Características da linha de transmissão para os pontos observados na carta de Smith das amostras estudadas	99

Lista de Símbolos

h	Altura do ressoador
a	Raio do ressoador
f_0	Frequência de ressonância
ϵ	Permissividade elétrica
$\tan\delta$	Tangente de perda dielétrica
ϵ'	Permissividade elétrica (Parte real)
ϵ''	Permissividade elétrica (Parte imagiária)
ϵ_r	Permissividade elétrica relativa
Q	Fator de qualidade
τ_f	Coeficiente de temperatura da frequência ressonante
E_a	Energia de ativação
$\mathbf{E}_a$	Campo elétrico aplicado
σ_{AC}	Condutividade AC
σ_{DC}	Condutividade DC
ω	Frequência angular
δ	Ângulo de perdas
k	Constante de Boltzmann
M	Função “modulus”
M''	Função “modulus” (parte imaginária)
M'	Função “modulus” (parte Real)

Y	Imitância
Y''	Imitância (parte imaginária)
Y'	Imitância (parte real)
ε_r'	Permissividade elétrica relativa (parte real)
X	Reatância
R	Resistência elétrica
χ	Susceptibilidade elétrica

Lista de Abreviações

IFCE	Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará
LOCEM	Laboratório de Telecomunicações e Ciência e Engenharia de Materiais
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
TCC	Temperature Coefficient of Capacitance (Coeficiente de Temperatura da Capacitância)
DRX	Difração de Raios X
RF	Rádio Frequência
DRs	Ressoadores Dielétricos (“Dielectric Resonators”)
DRA_s	Antenas Ressoradoras Dielétricas (“Dielectric Resonator Antennas”)
CTO	Titanato de Cálcio (CaTiO ₃)
PVA	Álcool Polivinílico (“Polyvinyl Alcohol”)
TE	Modo Transversal Elétrico
TM	Modo Transversal Magnético
TEM	Modo Transversal Eletromagnético
BW	Largura de Banda (“Bandwidth”)
VSWR	Razão de Onda Estacionária (“Voltage Standing Wave Ratio”)
ICSD	Base de Dados de Estrutura Cristalina Inorgânica (“Inorganic Crystal Structure Database”)
HFSS	Simulador de Estruturas de Alta Frequência (“High Frequency Structure Simulator”)

GPIB	Barramento de Interface para propósitos Gerais (“General Purpose Interface Bus”)
FEM	Métodos de elementos finitos
LTCC	“Low Temperature Co-fired Ceramic”
IEEE	Instituto de Engenheiros Eletricistas e Eletrônicos
HEM	Modo Elétrico Híbrido
ICDD	“International Center for Diffraction Data”

INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, a investigação científica dos materiais dielétricos tem aumentado, permitindo o desenvolvimento de novas cerâmicas para diversas aplicações nas tecnologias de comunicação e outros. Uma aplicação para estes materiais dielétricos é o seu uso como Antenas Ressonadoras Dielétricas (DRAs). [DAI, Y.; GUO, T.; PEI, X.; CHEN, W, 2008; SEBASTIAN, 2008; KIM, J.-S.; CHOI, E. S.; RYU, K. W.; BAE, S. G.; LEE, Y. H., 2009]

Com a recente revolução na telefonia móvel e sistemas de comunicação por satélite usando ondas eletromagnéticas na região de microondas como portadora, a pesquisa e o desenvolvimento no campo da miniaturização dos dispositivos tornou-se um dos maiores desafios em engenharia de telecomunicações. Na faixa de microondas, as propriedades específicas para os materiais cerâmicos como alta permitividade e baixos coeficientes de temperatura das frequências ressonantes podem ser obtidos a partir da adição de uma ou mais fases com o material comum [SEBASTIAN, 2008; SEBASTIAN, 2003; OHSATO, 2005; HUANG, 2006; REANEY; IDDLES, 2006].

Estes materiais apresentam ampla diversidade de aplicações tecnológicas e dentre estas aplicações, a tecnologia “Low Temperature Co-Fired Ceramics (LTCC)”, que foi desenvolvida por Hughes e DuPont para a produção de circuitos eletrônicos militares. Esta tecnologia pode ser denominada como temperatura baixa, porque o processo de sinterização se dá a temperaturas abaixo dos 1000 °C. O termo, “co-fired”, refere-se à possibilidade de sinterização juntamente com outros materiais. A partir desta tecnologia podem-se produzir circuitos densamente encapsulados em cerâmica, onde resistores, capacitores, indutores podem estar integrados a estruturas e a outros componentes de circuitos microeletrônicos. Diante desta possibilidade é cada vez mais exigido o desenvolvimento de materiais dielétricos que possam ser utilizados nestes circuitos [MOULSON; HERBERT, 2003; GARCIA, 2007].

Atualmente, com o rápido crescimento de tecnologias para celulares, smartphones, tablets, internet, GPS, a indústria de telecomunicações tem buscado constantemente materiais que possuam excelentes características dielétricas para ser a base de novos dispositivos que apresentem alto desempenho, estabilidade térmica e que sejam capazes de proporcionar uma miniaturização dos circuitos. Devido a essa demanda, pesquisas em busca de novos e melhores materiais cerâmicos têm ocupado destaque no interesse da área de materiais [ZHOU, H.; et al, 2014; ZHOU, H.; LIU, X.; CHEN, X.; FANG, L., 2012; MOULSON; HERBERT, 2003].

O estudo de ressoadores dielétricos iniciou-se intensamente no começo de 1980 com a investigação das características das formas retangulares, cilíndricas e hemisféricas por Long, McAllister, e Shen. Análises dos modos ressonantes dessas formas, padrões de radiação e métodos do modo de excitação tornaram evidente que estes ressoadores dielétricos poderiam ser usados como antenas, permitindo o desenvolvimento de modelos que atendam uma ampla faixa de requerimentos físicos e elétricos para variadas aplicações de telecomunicações. [LUK; LEUNG, 2003, LONG, 1983; PETOSA, 2007].

No começo de 1990, a ênfase esteve sob várias investigações na busca de mecanismos para excitar as DRA e sobre aplicações de várias técnicas analíticas ou numéricas para determinação da impedância de entrada e do fator da qualidade (Q).

1.1 MOTIVAÇÃO.

Um fator muito importante neste setor industrial é o desenvolvimento de componentes de pequeno tamanho, que apresentem baixas perdas dielétricas e boa estabilidade térmica. Os materiais que atendem estas especificações são as cerâmicas de média permissividade, conhecidas como classe I de dielétricos ($\epsilon_r \ll 250$), estes dispositivos de ressonância em microondas operam na faixa de 0,3 a 13 GHz e exigem uma boa estabilidade abaixo de 0,05% sobre a faixa de temperatura operacional com fator de dissipação abaixo de $2,0 \cdot 10^{-4}$ [LEE et al., 2005; COSTA, 2007; MOULSON; HERBERT, 2003].

A alumina (Al_2O_3 , $\epsilon_r = 9,5$) apresenta uma boa estabilidade térmica. E seu coeficiente de temperatura da capacitância (TCC) é cerca de 115 ppm/ $^{\circ}C$ ($\tau_f = -60$ ppm. $^{\circ}C^{-1}$) pode ser ajustada próximo a 0 ppm/ $^{\circ}C$. Enquanto, O $CaTiO_3$ apresenta

baixa perda, porém ϵ_r em torno de (150-160) e tem um TCC negativo de - 1600 ppm/ $^{\circ}C$ ($\tau_f = 850 \text{ ppm} \cdot ^{\circ}C^{-1}$).

A estabilidade térmica é obtida quando são misturados materiais de mesma classe de dielétricos com diferentes τ_f com o objetivo de melhorar o desempenho elétrico e dielétrico do novo material segundo Randall (2010).

Os ressoadores dielétricos têm sido usados no desenvolvimento de antenas devido a seu pequeno tamanho, baixo peso e custo, grande eficiência de radiação, largura de banda e integração com outros circuitos integrados de microondas [PENG; WANG; YAO, 2004; COSTA, 2007].

1.2 OBJETIVOS.

O objetivo geral deste trabalho é estudar e desenvolver um novo tipo de material que tenha uma boa estabilidade térmica ($\tau_f = 0$) e ser utilizado como uma antena ressoadora dielétrica (DRA) para aplicações em telecomunicações. As etapas de desenvolvimento desta dissertação são divididas em objetivos específicos:

- Produzir uma série cerâmica $Al_2O_3 - CaTiO_3$;
- Observar as propriedades da alumina (Al_2O_3) com a adição de CTO ($CaTiO_3$) visando obter a estabilidade térmica do material e diminuir a temperatura de sinterização da cerâmica e obter uma melhor densificação do material, bem como, fazer o controle de grãos da alumina;
- Identificar as fases presentes, através de difração de raios-X;
- Avaliar morfologicamente a superfície das amostras produzidas, por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- Estudar as propriedades dielétricas (ϵ_r e $\text{tg}\delta$) na região de radiofrequência (RF) (40 Hz a 110 MHz) e microondas (MW) (0,3 a 13 GHz), através de analisadores de impedância e de rede;
- Avaliar as características da DRA utilizando os analisadores de rede, determinando as perdas de reflexão, transmissão e propagação;
- Obter, através de simulação numérica, eficiência, directividade e ganho das DRAs fabricadas;

- Avaliar comparativamente os resultados obtidos e propor aplicações futuras em dispositivos eletrônicos, na região de RF e MW.

1.3 ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO.

Esta dissertação está organizada em 5 capítulos. O segundo capítulo realiza uma revisão sobre materiais cerâmicos e antenas ressoadoras dielétricas (DRA), descrevendo seus aspectos básicos. Os capítulos 3 e 4 apresentam a metodologia e a análise e discussão dos resultados, respectivamente. Finalmente o Capítulo 5 apresenta as considerações finais e as perspectivas deste trabalho.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.

Os materiais cerâmicos mais comuns são baseados em argila e sílica e são usados no dia a dia, como exemplos podemos citar: tijolos, telhas e vasos sanitários (cerâmica branca). Além destes, existem uma série de novos materiais cerâmicos que possuem uma vasta gama de aplicações, como por exemplo, para laser, cerâmica para memórias, etc [RETHWISCH, 2010; CARTER, 2007].

As cerâmicas podem ser constituídas por cristais os quais podem variar em estrutura e composição, bem como em tamanho e forma. Além disso, as interfaces entre os grãos das fases componentes são regiões nas quais as mudanças na orientação estrutural ocorrem e são acompanhadas por diferenças na composição e propriedades elétricas [MOULSON; HERBERT, 2003].

Costuma-se tratar como cerâmica tradicional as mais comuns e cerâmicas avançadas aquelas com aplicações tecnológicas. As cerâmicas avançadas também podem ser chamadas cerâmicas de engenharia, técnicas e especiais. Estas cerâmicas apresentam propriedades elétricas, ópticas, magnéticas e mecânicas como resistência à corrosão/oxidação. A relação entre as propriedades das cerâmicas e suas estruturas é o ponto chave para diversos estudos na área de engenharia. As composições mais comuns destes materiais são óxidos, carbetos e nitretos [ATKINS, 2003; RAHAMAN, 2003; CALLISTER, 2007, REED, 1995].

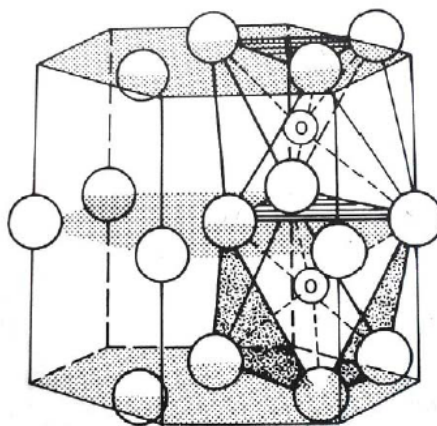
2.1 ALUMINA E TITANATO DE CÁLCIO.

O óxido de alumínio, ou alumina, é um material cerâmico que apresenta elevada resistência mecânica e baixas condutividades elétrica e térmica, que lhe são favoráveis, como conjunto de propriedades, quando se estabelece uma comparação com os metais, principalmente para aplicações em temperaturas elevadas. As cerâmicas à base de alumina têm sido o material cerâmico mais empregado em peças

de alta tecnologia. A sua forma alotrópica coríndon ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), termodinamicamente estável, apresenta elevada estabilidade térmica e elevada resistência ao desgaste. A característica iônica das ligações de Al_2O_3 , em contraposição às substâncias de ligações covalentes, permite obter corpos sinterizados de alta compactação. Os deslocamentos ativados termicamente no estado sólido dos elementos alumínio e oxigênio possibilitam a elevada densificação, sem necessidade de uso de pressão externa. Em relação à resistência ao desgaste, cerâmicas à base de alumina apresentam uma excelente *performance*. Uma síntese da alumina por energia de microondas oferece um encurtamento do tempo de processamento [XIE, Z.; YANG, J.; HUANG, Y., 1998; MOULSON, 2003].

A estrutura cristalina da alumina é característica das estruturas A_2X_3 . Nesta estrutura cristalina têm-se os ânions formando um sistema hexagonal e os cátions ocupando 2/3 dos interstícios octaédricos. Os cátions estão aproximadamente numa coordenação octaédrica [Bonnell, 1991]. A Figura 1 apresenta o empacotamento das estruturas de coríndon (A_2X_3).

Figura 1: Forma de empacotamento das estruturas A_2X_3 .



Fonte: BONNELL, 1991.

O titanato de cálcio (CaTiO_3) é um material de estrutura perovskita do tipo ABO_3 com o cátion B sendo o Ti e o cátion A o Ca. O titanato de cálcio tem estrutura cúbica acima de 1580 K, tetragonal entre 1380 e 1500 K e ortorrômbica abaixo de 1380 K. Os compostos com esta estrutura são caracterizados pela modificação das propriedades cristalográficas, eletrônicas e físicas, devido as transições de fase provocadas pela substituição dos cátions A ou B por cátions A' ou B' com diferentes raios e cargas. Os materiais cerâmicos de titanatos são interessantes em aplicações na temperatura ambiente, devido às suas propriedades dielétricas. [KENNEDY, B. J.; HOWARD, C. J.;

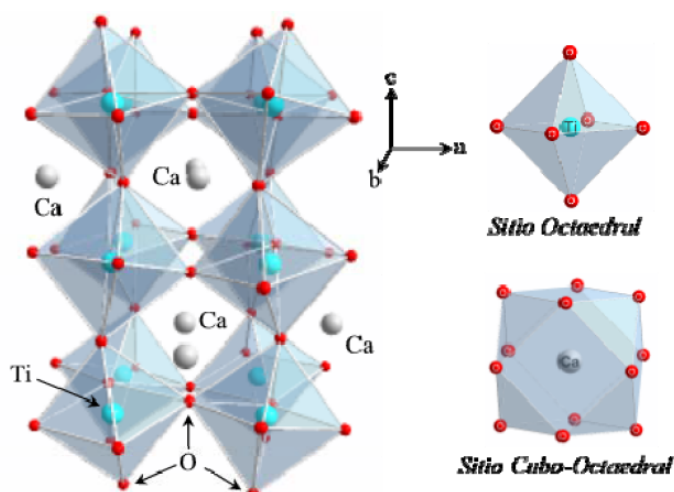
CHAKOUMAKOS, B. C., 1999; AHMED; BISHAY, 2009; YASHIMA; ALI, 2009; COSTA, 2011].

As eletrocerâmicas com estrutura tipo perovskita possuem elevados valores de permissividade relativa (ϵ_r) e são muito utilizadas para miniaturização de dispositivos eletrônicos. O titanato de cálcio, CaTiO_3 (CTO), é muito utilizado devido às suas propriedades dielétricas em microondas, como alta permissividade relativa ($\epsilon_r = 160$) e baixas perdas dielétricas ($\tan\delta = 1,43 \cdot 10^{-4}$) [ZHAO et al., 2005; YASHIMA; ALI, 2009; SEBASTIAN, 2008].

O titanato de cálcio (CTO) pode apresentar estruturas cúbica, monoclinica, tetragonal ou ortorrômbica dependendo das condições de síntese empregadas. Dentre estas, a estrutura ortorrômbica com grupo espacial Pbnm é facilmente obtida (Figura 2) e tem apresentado aplicações como ressonadores dielétricos, em sistemas de comunicação sem fio “Wi-Fi”. Além disso, particulados de CTO podem ser aplicados em biocompostos para implante ósseo e formação de osteoblastos durante a regeneração óssea [BENDERSKY, L. A.; LEVIN, I.; ROTH, R. S.; SHAPIRO, A. J., 2001; ZHENG, H.; de GYORGYFALVA, G.; QUIMBY, R.; BAGSHAW, H.; UBIC, R.; REANEY, I.M., YARWOOD, J., 2003; WEBSTER, T.J.; ERGUN, C.; DOREMUS, R.H., LANFORD, W.A., 2003].

A estrutura ortorrômbica do CTO permite a possibilidade de modificações estruturais, tal como a deformação dos octaedros de titânio levando a uma transição estrutural do tipo ortorrômbico-ortorrômbico para destes compostos [HOWARD, C.J., STOKES, H.T., 1998].

Figura 2: Simetria ortorrômbica Pbnm do CTO.



Fonte: YU, J.; SUN, J.L.; CHU, J.H., TANG, D.Y., 2000.

Uma forma eficiente de melhorar a estabilidade térmica de um material de τ_f positivo, para que o mesmo fique próximo de zero, é misturá-lo com outro material que possua τ_f negativo. O ajuste do τ_f deve ser realizado com alta precisão (0.5-1 ppm/K) [ZHAO et al., 2005; WERSING, W., 1996].

2.2 PROCESSAMENTO CERÂMICO.

As propriedades elétricas do material são afetadas pelos fatores de processamento cerâmico como conformação, ciclo térmico e morfologia dos pós precursores. Desta forma, é necessário um controle no processo de preparação do material cerâmico [FREITAS, 2005].

Os objetivos da fabricação de uma cerâmica são para produzir:

- Um material com propriedades específicas;
- Um material com forma desejada e tamanho dentro das tolerâncias dimensionais especificadas;
- Um componente requerido a um custo acessível.

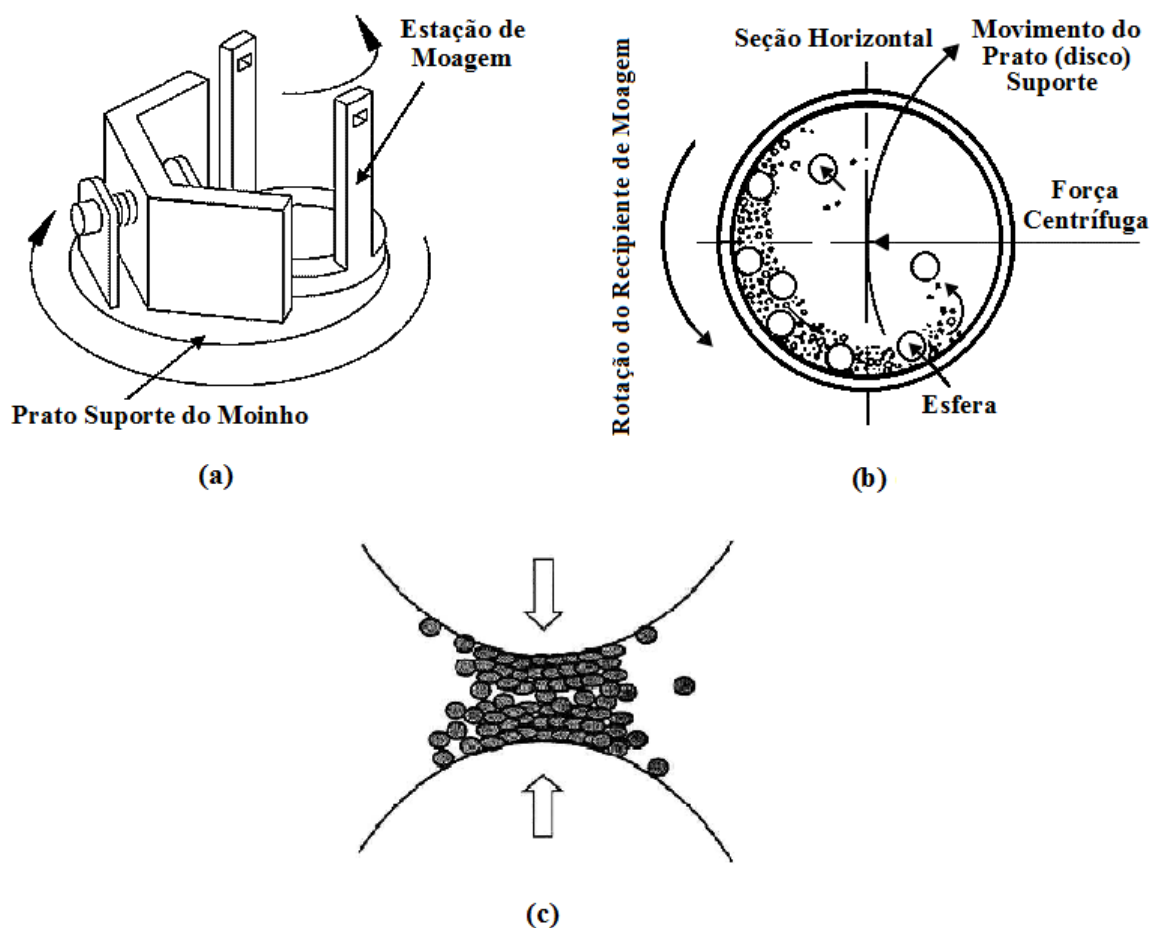
As propriedades do material são basicamente controladas pela composição, mas podem ser afetadas pelo tamanho de grão e porosidade, bem como pelo método de fabricação. Desta forma, as etapas chave para fabricação das cerâmicas são, a calcinação e sinterização. Durante estes processos, átomos constituintes redistribuem-se de forma a minimizar a energia livre do sistema em função da redução da área superficial total das partículas. Isso envolve um considerável movimento de íons, minimização da área de superfície interna e um aumento no tamanho de grão [MOULSON; HERBERT, 2003].

2.2.1 PREPARAÇÃO DO PÓ: MISTURA E MOAGEM.

Para o processo de preparação, mistura e moagem, inicialmente pesamos o material e logo após realizamos a mistura. A mistura é homogeneizada e depois colocada dentro de reatores contendo esferas (zircônia, alumina, etc.) para que o pó possa ser moído. No processo de moagem é feita a eliminação de agregados e/ou redução do tamanho de partícula. Após a trituração do pó, a mistura moída segue para

o processo de calcinação [MOULSON; HERBERT, 2003; RAHAMAN, 2003; SEGAL, 1989; SMALLMAN, 1999; FERNANDES, 2012].

Figura 3: Esquema de um moinho de bolas em movimento. (a) encaixe do reator de moagem que fica dentro do moinho. (b) movimento das esferas. (c) impacto das esferas em uma pequena porção do pó.



Fonte: FERNANDES, 2012

Nos moinhos planetários, o material é misturado e sofre redução de tamanho num recipiente que, além dos reagentes, comporta certa quantidade de esferas, as quais devem ser, preferencialmente, do mesmo material do recipiente. O recipiente de moagem é arranjado e montado sobre um disco suporte móvel (Figura 3a), fazendo com que gire em torno de seu próprio eixo. A força centrífuga produzida pelo recipiente girando em torno de seu próprio eixo aliada à força gerada pela rotação do disco suporte atuam nas esferas e no pó contido nos recipiente (Figura 3b). Como o recipiente e o disco suporte giram em sentidos opostos. As esferas se chocam alternadamente entre as extremidades dos recipientes, causando o efeito de impacto no pó (Figura 3c) [SURYANARAYANA, 2001, FERNANDES, 2012].

2.2.2 CALCINAÇÃO.

A calcinação é o processo posterior a moagem e a homogeneização dos reagentes em um moinho planetário de alta energia. Este processo baseia-se em colocar os reagentes em um cadinho cerâmico e submetê-lo a um tratamento térmico para promover a reação prevista.

Altas temperaturas são requeridas para que a etapa completa da mistura dos pós ocorra, sendo este método denominado de calcinação [SEGAL, 1989]. A calcinação faz com que os constituintes interajam por interdifusão de seus íons e então reduz o grau de difusão que deve ocorrer durante a sinterização a fim de obter um corpo homogêneo e consistente. O processo de calcinação é importante no controle da contração da peça durante a sinterização [RAHAMAN, 2003; MOULSON; HERBERT, 2003].

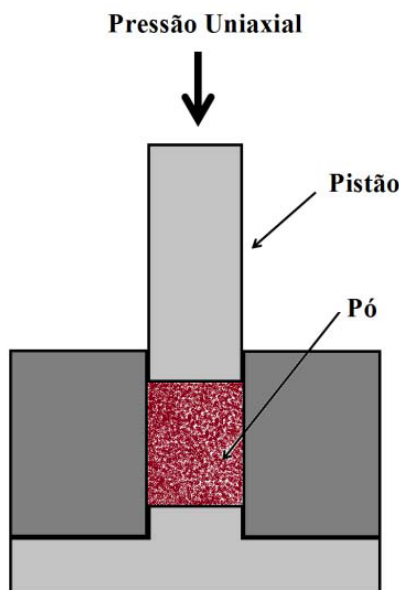
2.2.3 CONFORMAÇÃO DO PÓ.

A prensagem uniaxial é a forma mais comum de conformação usada na metalurgia do pó, pois é simples e possibilita a automação, o que permite produção em larga escala. Ela utiliza uma prensa e um molde, denominado matriz, sendo a matriz composta por uma cavidade e um pistão. Ambos possuem formas apropriadas que permitem ajuste do pó dentro do molde e o pistão em pressionado, pela prensa, contra o pó. Em seguida a pressão é retirada e a pastilha é removida da cavidade na forma desejada. Na conformação do pó, geralmente é muito utilizado como aglutinante um fluido orgânico, como por exemplo, glicerina e PVA (álcool polivinílico). A função primária do ligante é umedecer a peça (“pellet”) para dar resistência durante o manuseio nas etapas de prensagem e sinterização. Um dos principais requisitos para um ligante é que o mesmo seja eliminado durante o processo de sinterização sem causar nenhum dano à pastilha [MOULSON; HERBERT, 2003; RICE, 2003; THÜMMER, 1993; CALLISTER, 2010; FERNANDES, 2012].

2.2.4 SINTERIZAÇÃO.

Após o procedimento de prensagem, a pastilha deve ser submetida a um tratamento térmico em altas temperaturas, conhecido como sinterização que é uma técnica de processamento utilizada para produzir materiais com densidade controlada

Figura 4: Esquema de uma fôrma utilizada na prensagem uniaxial.



Fonte: FERNANDES, 2012

e componentes de metal e/ou pós-cerâmicos através da aplicação de energia térmica. Neste estágio, acontece a contração da amostra, redução da porosidade e uma melhoria na integridade mecânica. Estas mudanças ocorrem através da coalescência das partículas do pó em uma massa mais densa. A microestrutura do material de um corpo cerâmico é um fator determinante das propriedades físicas, químicas, elétrica, óticas, magnéticas e mecânicas, e ela depende das condições de sinterização [KANG, 2005; CALLISTER, 2010; LALENA, 2005; FREITAS, 2005].

De maneira sucinta a sinterização das partículas do pó compactado começa com a formação do pescoço (ligação entre as partículas por difusão de átomos) ao longo das regiões de contato entre partículas adjacentes. Ocorre então, a formação dos contornos de grão dentro de cada pescoço e cada interstício entre as partículas se torna um poro. Durante a sinterização, as partículas se unem em um contato que reduz a porosidade da cerâmica o que induz o aumento da densidade do material [OLIVEIRA, E. A. L., 2010].

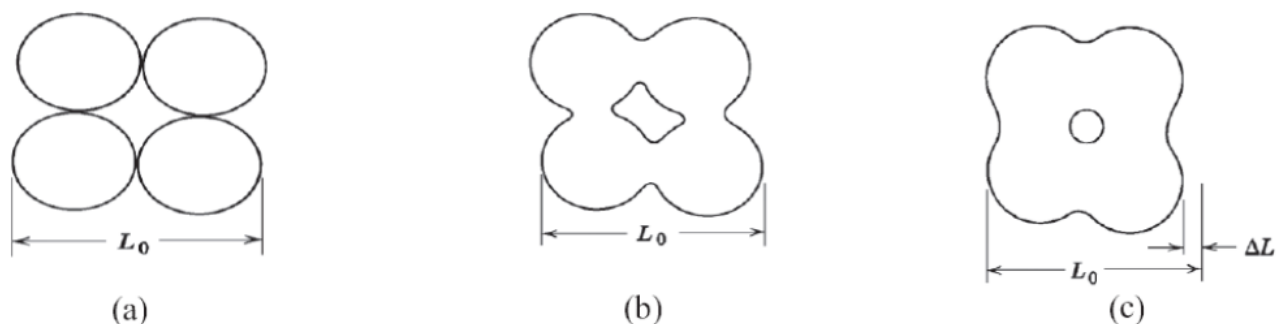
Segundo Tomandl e Rödel (1984), Randall (1991) a sinterização divide-se em três estágios:

1. Estágio inicial: o pó é sinterizado nos pontos de contato, onde ocorre a formação do pescoço, conforme pode ser observado na Figura 5a. A densificação chega à ordem de 50% a 60%. Algum rearranjo também pode ocorrer favorecendo o

aumento os pontos de contato.

2. Estágio intermediário: os poros e o pó compactado formam uma malha de interseção com os limites de grãos. os tamanhos dos pontos de contato cresce. Posteriormente, as partículas maiores agora chamadas de grãos crescem consumindo os grãos menores. Então, diminui a fase porosa e a densificação chega a ordem de 92% a 95%. Comprova-se também o início do crescimento do grão, destacando-se os contornos de grãos na densificação da estrutura (Figura 5b);
3. Estágio final: Remoção final da porosidade por difusão de vazios ao longo dos contornos de grãos. O crescimento dos grãos também ocorre. A forma dos poros pode ser observada na Figura 5c.

Figura 5: Estágios de sinterização por fase sólida: (a) inicial; (b) intermediaria e (c) final.



Fonte: OLIVEIRA, E. A. L., 2010

2.2.5 QUALIDADE FINAL DOS MATERIAIS CERÂMICOS.

Normalmente as peças sinterizadas necessitam de um acabamento, que pode ser um processo de polimento ou metalização. No polimento, as peças costumam sofrer um desgaste durante a prensagem e variações de contração durante a sinterização, que contribuem para uma variação de 1 a 2% das dimensões das peças que saem do forno, e a diminuição das dimensões para as condições adequadas para a análise é feito com o uso de polimento abrasivo, como por exemplo: a utilização de lixas de carboneto de silício.

Estes cuidados são requeridos porque uma determinada relação altura/diâmetro é condição para que as propriedades dielétricas do componente desejado sejam obtidas.

A metalização será necessária quando se deseja contatos elétricos entre a

peça metálica e uma cerâmica, sendo importante evitar que introduzam barreiras indesejáveis ao movimento de portadores de corrente, para que a mesma funcione como capacitor em medidas elétricas em RF [MOULSON; HERBERT, 2003; FERNANDES, 2012].

2.3 ANTENAS RESSOADORAS DIELÉTRICAS (DRA).

Com o rápido desenvolvimento da comunicação de microondas nos últimos anos, houve um aumento na necessidade de dispositivos de boa qualidade. Assim, os serviços de comunicações modernos são móveis e personalizados, deste modo, é importante ter o projeto de equipamentos de comunicação compactos e portáteis. Sendo assim foram desenvolvidos muitos materiais novos e melhorados que exibem uma ampla faixa de constante dielétrica, excelente estabilidade térmica e baixa perda. Portanto, as cerâmicas dielétricas se tornaram atrativas para o uso em dispositivos. As mesmas devem possuir alta permissividade para reduzir as dimensões do ressonador e portanto da antena, altos valores do fator qualidade e um coeficiente de temperatura aproximadamente igual a zero. [GANGWAR ET AL., 2011; MING ET AL., 2006; HUANG, C. L.; TSAI, J. T., 2001; LUK; LEUNG, 2003; OKAWA, T.; IMAEDA, M.; OHSATO, 2002; OTA, Y.; KAKIMOTO, K. I.; OHSATO, H.; OKAWA, 2004].

Os ressonadores dielétricos (DRs) a partir dos quais são desenvolvidas as DRAs têm várias aplicações: dispositivos de microondas, filtros, osciladores, detectores de radar, sensores de movimento e antenas “patch”. Estes dispositivos são úteis para sistemas de telefonia celular e sistemas de posicionamento global capazes de operar na faixa de GHz. Apresentam vantagens como: baixo peso, baixo custo, pequeno tamanho, baixo perfil, baixa perda, temperatura estável, alta eficiência de radiação, ampla largura de banda e facilidade de integração com outros componentes de circuitos integrados de microondas (MIC), ativos ou passivos [RAJPUT et al., 2011; PENG et al., 2004].

Vale ressaltar que na prática para um material funcionar convenientemente como um ressonador dielétrico (DR) precisa de um $\tau_f \leq \pm 10 \text{ ppm.}^\circ\text{C}^{-1}$, garantindo que as suas características não sejam modificadas com a variação da temperatura [VENKATESH; MURTHY, 1999].

2.3.1 CARACTERÍSTICAS DAS DRAs.

A DRA tem uma largura de banda de impedância muito ampla ($\approx 10\%$ para a permissividade relativa $\epsilon_r \approx 10$) quando comparada com a antena de microfita. Outra vantagem atraente da DRA sobre a antena de microfita é que ela evita ondas de superfície. As características da antena de microfita e DRA são comuns porque ambas se comportam como cavidades ressonantes, porém em menores áreas, pesos, custos e que pode-se facilmente incorporá-lo em circuitos integrados de microondas e aplicá-los em linhas de transmissão planares. Os ressoadores dielétricos de baixa perda e temperatura estável são feitos em substituição aos filtros de guia de onda em comunicações por satélite, onde ressoadores de microfita não podem ser utilizados devido às suas perdas elevadas. No DR, as perdas dielétricas aumentam com o aumento da ϵ_r . Os materiais com ϵ_r entre 30 e 40 que possui boa estabilidade térmica e baixas perdas dielétricas são recomendados [LUK; LEUNG, 2003; KAJFEZ; GUILLON, 1986; POZAR, D. M., 1998].

O *design* de um DRA em uma geometria qualquer deve satisfazer várias especificações, incluindo a frequência de operação (f_0), a distribuição de campo dentro do ressoador, o campo radiado e também a largura de banda (BW). Algumas das características das antenas ressoadoras dielétricas (DRA) estão listadas a seguir [LUK; LEUNG, 2003; PETOSA, 2007].

- O tamanho do DRA é proporcional a $\lambda_0/\sqrt{\epsilon_r}$, onde λ_0 o comprimento de onda do espaço livre no f_0 ;
- O fator de qualidade (Q) e f_0 também são afetados pelo ϵ_r ;
- Possuir geometria simples, fácil fabricação e apresenta baixo custo;
- As DRAs podem ser construídos para operar em uma ampla faixa de frequências;
- Os mecanismos de alimentação são simples, flexíveis e facilmente controlados;
- Vários modos podem ser excitados com a DRA, dos quais podem possuir perfis similares a pequenos dipolos elétricos e magnéticos;
- Constante dielétrica ϵ_r maior do que 10, permitindo a miniaturização e o controle das larguras de banda;
- Materiais de baixa perda dielétrica, fornecendo altos fatores de qualidade;
- Coeficientes de temperatura próximos de zero, permitindo uma operação mais estável do dispositivo.

Além disso, o alto ϵ_r da cerâmica confina a maioria dos campos eletromagnéticos dentro do ressoador. Esta propriedade, aliada a modernos materiais cerâmicos que apresentam baixas perdas intrínsecas dar ao usuário um elemento de circuito Q alto que reduz a fuga de energia e dissipação térmica, melhorando consideravelmente a perda de inserção e interferência de modos espúrios (WERSING, W., 1996).

2.3.2 TIPOS DE DRAs.

O estudo de ressoadores dielétricos, como elementos de antenas, começou em 1980, com Long, MacAllister e Shen, através da análise de características de formas hemisféricas, retangulares e cilíndricas [PETOSA, 2007].

Um Ressorador Dielétrico (DR) consiste de um bloco de material dielétrico e pode ser de várias formas geométricas, por exemplo, cilíndrica, retangular, esférica e cônica. Além destas formas de DRs, outras podem ser vista na Figura 6 [LUK; LEUNG, 2003; RAJPUT et al., 2011].

Figura 6: Formas geométricas de DRA cerâmicas.



Fonte: LUK; LEUNG, 2003

Uma vez que a DRA tem perda dielétrica desprezível, é altamente eficiente quando operada a frequências de ondas na região milimétrica ou próxima (100 a 300 GHz). Por outro lado, um DR de permissividade elevada ou parcialmente metalizado pode

ser utilizado como uma antena operando em baixas frequências de microondas [LUK; LEUNG, 2003; LONG, S. A. et al, 1983].

Quando comparadas com os DRs nas formas retangulares e cilíndricas a interface entre o dielétrico e o ar é mais simples nas hemisféricas, com isso sua análise analítica também é mais simples [LEUNG, 2001; LUK; LEUNG, 2003]. No entanto, devido à dificuldade apresentada na fabricação, na baixa largura de banda da antena e no grau de liberdade na escolha dos parâmetros do projeto seu uso é mais limitado [LEUNG, 2001]. No caso de um material com uma dada permissividade relativa, o raio da esfera vai determinar tanto a frequência de ressonância quanto o fator de qualidade Q de radiação [PETOSA, 2003].

Uma das vantagens das DRAs retangulares é o cancelamento dos modos de ressonância degenerados através de adequado projeto de ajuste do modo independente das dimensões do ressoador. As relações altura/comprimento e largura/comprimento permitirão maior flexibilidade de projeto [GENTILLI; MORINI; SELERRI, 2003; PETOSA, 2007].

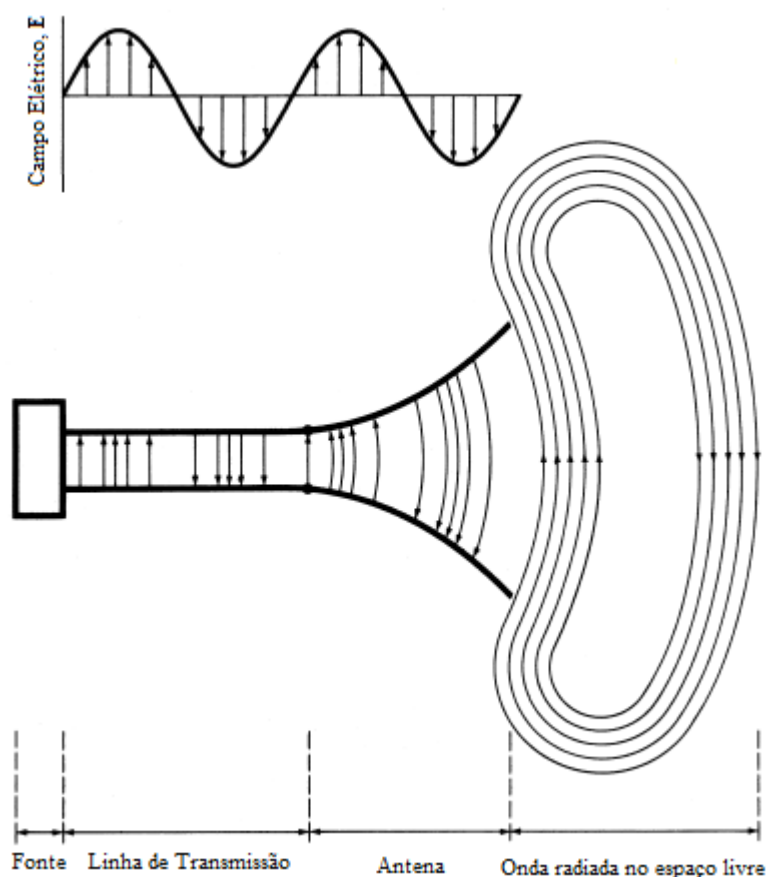
Em projetos, a flexibilidade das DRAs cilíndricas é proveniente da relação raio/altura, que controla a frequência de ressonância e o fator Q. Desta forma, estas DRAs são caracterizadas pela sua altura (h), seu raio (a) e sua constante ϵ_r . Assim como as DRAs retangulares, a fabricação de DRAs cilíndricas também é muito mais simples que a das hemisféricas [PETOSA, 2007]. Deve ser ressaltado que, independentemente de suas formas, as DRAs irão operar em seus modos fundamentais irradiando como um dipolo magnético [LUK; LEUNG, 2003].

2.3.3 EFICIÊNCIA E GANHO.

Uma antena é um componente que converte a propagação de ondas em uma linha de transmissão para o espaço livre (transmissão), ou vice-versa (recepção). Segundo, o IEEE, define a antena como *um meio para radiar ou receber ondas de rádio*. Em outras palavras, uma antena é a estrutura intermediária entre o espaço livre e o dispositivo de guiamento ou linha de transmissão, pode ter a forma de um cabo coaxial ou um tubo oco (guia de onda), sendo usado para transportar a energia eletromagnética da fonte de transmissão à antena (atua como antena transmissora) ou da antena ao receptor (atua como antena receptora). Por conta da diversidade das características, dentre elas a geometria, uma ampla variedade de tipos destes

componentes pode ser desenvolvida [BALANIS, 2009; BALANIS,1997; POZAR, 1998].

Figura 7: Antena como dispositivo de transmissão.



Fonte: BALANIS, 2009

O tipo de antena e a sua geometria determinam se a potência disponível será radiada em todas as direções ou em uma determinada direção e qual o fator de ganho. A escolha correta irá reduzir alguns inconvenientes, como por exemplo, interferências provenientes de outros dispositivos. Assim, é necessário um cuidadoso estudo para a escolha correta da antena, para obter, em cada caso particular, uma boa recepção [PETOSA, 2007; BALANIS, 2009].

A eficiência da antena é a medida da capacidade da antena de transmitir a potência de entrada em forma de radiação que é a razão entre potência radiada e a potência de entrada. Ela será afetada pelas perdas no interior da própria antena e a reflexão, causado pelo descasamento no terminal da antena. [KISHK, 2009; BALANIS, 2009].

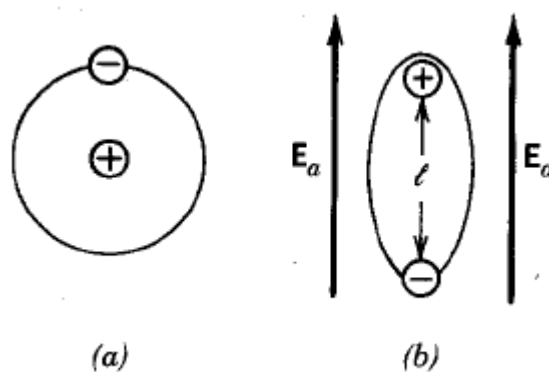
O ganho de uma antena em uma dada direção é a quantidade de energia irradiada nessa direção comparada com a energia de uma antena isotrópica que irá irradiar na mesma direção quando conduzida com a mesma potência de entrada. A

antena isotrópica (hipotética) é uma fonte pontual que irradia igualmente em todas as direções. Geralmente o interesse está voltado para a direção na qual a antena está irradiando a maior parte da potência, ou seja, onde o ganho é máximo. E esse pode ser facilmente encontrado a partir do padrão de radiação da antena. Enquanto, a diretividade corresponde ao ganho máximo. [KISHK, 2009; BALANIS, 2009].

2.4 PROPRIEDADES DIELÉTRICAS.

A palavra dielétrico deriva do prefixo grego, *dia*, que significa, *através de*. Isto é, dielétrico é um isolante elétrico. Ou seja, permite a passagem de nenhuma partícula, incluindo o elétron. Assim, não há a condução de corrente elétrica. [KAO, 2004]. Todavia, quando submetido a campo elétrico externo, seja uniforme ou variável, apresenta um deslocamento das cargas elétricas em seu interior. Estas cargas, positivas e negativas, não se deslocam para a superfície do material, como em um condutor, mas sofrem um leve deslocamento infinitesimal na posição de seus centróides, de tal modo que são gerados numerosos dipolos elétricos, conforme ilustra a Figura 8 [BALANIS, 1989].

Figura 8: Átomo típico na (a) ausência (b) na influência de um campo elétrico E_a .



Fonte: BALANIS, 1989

Cada dipolo elétrico apresenta um momento de dipolo $d\mathbf{p}_i$ dado por:

$$d\mathbf{p}_i = Ql_i, \quad (2.1)$$

em que Q é a intensidade de uma carga elétrica positiva, ou negativa (em Coulombs), e l_i é a distância vetorial entre os centróides das cargas [BALANIS, 1989].

O comportamento destes dipolos é obtido pelo modelo macroscópico, em que

assume a existência de um vetor polarização elétrica $\mathbf{P}$. O momento de dipolo total $\mathbf{p}_t$, para um volume Δv , onde existam N_e dipolos elétricos por unidade de volume, é dado por [BALANIS, 1989]:

$$\mathbf{p}_t = \sum_{i=1}^{N_e \Delta v} d\mathbf{p}_i, \quad (2.2)$$

e o vetor polarização elétrica $\mathbf{P}$ pode ser definido como o momento de dipolo total por unidade de volume, ou seja,

$$\lim_{\Delta v \rightarrow 0} \left[\frac{1}{\Delta v} \mathbf{p}_t \right] = \lim_{\Delta v \rightarrow 0} \left[\frac{1}{\Delta v} \sum_{i=1}^{N_e \Delta v} d\mathbf{p}_i \right], \quad (2.3)$$

2.4.1 CAPACITORES.

Em um capacitor de placas planas ideal, a densidade de fluxo elétrico $\mathbf{D}_0$ é dada por:

$$\mathbf{D}_0 = \epsilon_0 \mathbf{E}_a, \quad (2.4)$$

sendo ϵ_0 , a permissividade do vácuo, e $\mathbf{E}_a$, o campo elétrico aplicado. Porém, com a presença de um material dielétrico entre as placas, a densidade de fluxo elétrico $\mathbf{D}$ é expresso por:

$$\mathbf{D} = \epsilon_0 \mathbf{E}_a + \mathbf{P} = \epsilon_s \mathbf{E}_a, \quad (2.5)$$

em que ϵ_s é a permissividade da amostra. Podemos expressar $\mathbf{P}$ proporcionalmente ao campo elétrico, assim:

$$\mathbf{P} = \epsilon_0 \chi_e \mathbf{E}_a \quad (2.6)$$

A constante adimensional χ_e é denominada susceptibilidade elétrica. Em geral, χ_e é um tensor de segunda ordem.

Readequando as equações 2.5 e 2.6 pode-se facilmente inferir que:

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon_s}{\epsilon_0} = 1 + \chi_e, \quad (2.7)$$

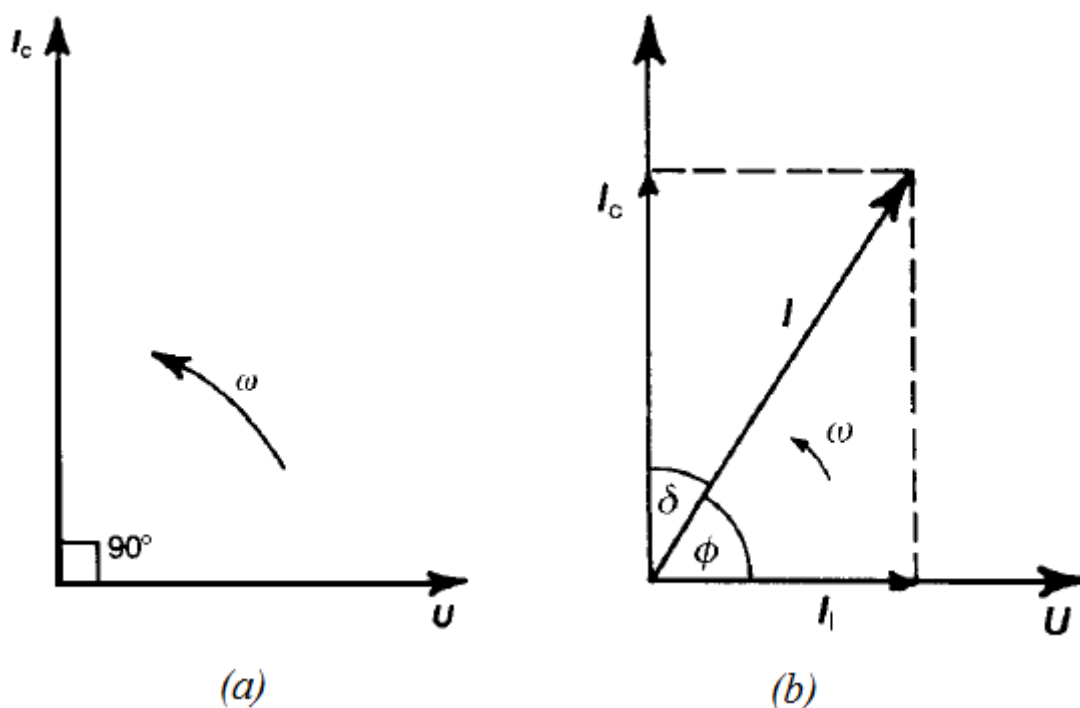
em que, ϵ_r , é conhecido como permissividade relativa ou constante dielétrica.

Os capacitores exercem várias funções em circuitos elétricos: acoplamento e desacoplamento, filtragem, armazenamento de energia, supressão de transientes e separação AC-DC. Eles bloqueiam a corrente contínua, mas permitem a passagem de corrente alternada, portanto podem acoplar correntes alternadas de um trecho de circuito a outro, desacoplando a componente DC. Isto é possível quando a reatância $1/\omega C$ é tornada pequena na frequência desejada [MOULSON; HERBERT, 2003].

2.4.2 FATOR DE PERDA.

Para um dielétrico sujeito a um campo elétrico variável, a polarização do material não ocorre instantaneamente. A partir do ângulo ϕ , observado na Figura 9b, podemos definir o fator de potência do circuito, este é representado por $\cos\phi$ [SCHMIDT, 1979]. Esse ângulo ϕ será de 90° , quando tivermos tratando de um capacitor sem perdas. Numa situação prática, essas perdas existem e são caracterizadas pelo ângulo δ [MOULSON; HERBERT, 2003; BALANIS, 1989; SILVA, 2013, FECHINE, 2008].

Figura 9: Diagrama fasorial para (a) capacitor ideal e (b) capacitor real.



Fonte: MOULSON; HERBERT, 2003 [Adaptado]

Esta fase corresponde a defasagem entre a tensão aplicada e a corrente pelo capacitor, causada pela perda da corrente e a dissipação no circuito em corrente

alternada (AC) [MOULSON; HERBERT, 2003; SILVA, 2013].

Para um capacitor simples com uma voltagem $\mathbf{U}$ senoidal, a corrente de carregamento é dada por $I_c = \omega \epsilon_r' C_0 \mathbf{U}$, e a corrente de perda por $I_1 = \omega \epsilon_r'' C_0 \mathbf{U}$. Estes componentes podem ser observados no diagrama fasorial da Figura 9.

A corrente total é escrita por:

$$I = I_c + I_1 = j\omega \epsilon_r' C_0 \mathbf{U} + \omega \epsilon_r'' C_0 \mathbf{U} = j\omega \epsilon_r^* C_0 \mathbf{U} \quad (2.8)$$

Chega-se em observação da Figura 9 que:

$$\tan \delta = \frac{I_1}{I_c} = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} \quad (2.9)$$

A corrente I_1 em fase com $\mathbf{U}$ pode ser escrita, em função dos parâmetros geométricos do capacitor, como:

$$I_1 = \omega \epsilon_r'' \epsilon_0 \frac{A}{d} \mathbf{U}, \quad (2.10)$$

de modo que a densidade de corrente é dada por

$$\frac{I_1}{A} = \omega \epsilon_r'' \epsilon_0 \mathbf{E} = \omega \epsilon'' \mathbf{E} \quad (2.11)$$

Daí segue que o valor médio da densidade de potência dissipada é dado por

$$\bar{\mathbf{P}} = \frac{1}{2} E_0^2 \omega \epsilon_0 \epsilon_r' \tan \delta, \quad (2.12)$$

onde, $\sigma_{AC} = \omega \epsilon_0 \epsilon_r' \tan \delta$ é definida como condutividade de corrente alternada do dielétrico.

A equação 2.12 indica que o fator que determina a perda da energia do material em um dielétrico é o produto da parte real da constante dielétrica pela tangente de perda, assim como, uma diminuição da sua condutividade AC. Um baixo valor do fator de perda é o critério principal para a utilidade do dielétrico na maioria das aplicações tecnológicas.

2.4.3 RELAXAÇÃO DIELÉTRICA.

O dielétrico apresenta uma resposta dinâmica a qual que fornece informações sobre sua estrutura e comportamento. A caracterização desta resposta é obtida no domínio da frequência ω .

O campo elétrico em materiais cerâmicos causa a dispersão dos íons ao longo da amostra e a redistribuição da carga espacial difusa. Esse processo leva um tempo para a nova distribuição de carga após a aplicação do campo. Esse tempo é chamado de tempo de relaxação. O pequeno tempo de relaxação associa-se a processos de polarização quase instantânea, sendo um grande tempo de relaxação característicos dos processos de relaxação demorados. Tal tempo depende da cinética do deslocamento das cargas que estabelecem a polarização do meio [KAO, 2004; GIRÃO, 2010].

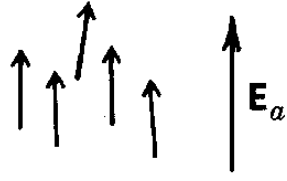
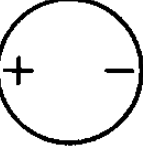
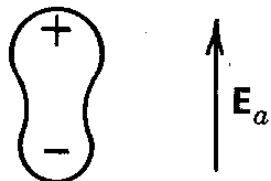
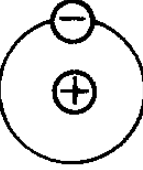
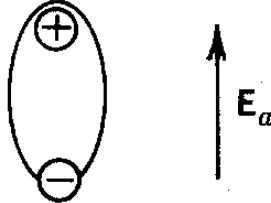
Existem diferentes mecanismos de polarização elétrica nos materiais [KAO, 2004; MOLITON, A., 2007; BALANIS, 1989], dentre elas, podemos destacar os seguintes mecanismos de polarização:

1. Polarização orientacional ou dipolar: Ocorre apenas em materiais constituídos por moléculas ou partículas com um momento de dipolo permanente. A temperatura não é fator relevante, pois as moléculas bipolares se encontram em movimento caótico, orientando-se parcialmente sob a ação do campo, resultando na polarização.
2. Polarização molecular ou iônica: O campo elétrico faz com que os átomos ou íons de uma molécula poliatômica sejam deslocados em relação a outros átomos ou íons da molécula. Esta consiste numa distorção dos modos normais de vibração da rede cristalina, por isso é considerada uma polarização vibracional e é intensificada com o aumento da temperatura.
3. Polarização eletrônica (também chamado de polarização óptica): Manifesta-se sob a ação de um campo elétrico causando uma deformação ou translação na distribuição, inicialmente simétrica, das nuvens eletrônicas dos átomos ou moléculas. O aumento da temperatura diminui a polarização eletrônica por conta da redução do número de partículas por unidade de volume.

A Figura 10 ilustra os mecanismos de polarização.

A aplicação de um campo elétrico alternado provoca distribuição dos portadores de

Figura 10: Os principais mecanismos de polarização.

Mecanismo	Campo não aplicado	Campo Aplicado
Polarização orientacional ou dipolar		
Polarização molecular ou iônica		
Polarização eletrônica		

Fonte: BALANIS, 1989 [Adaptado]

carga por diferentes distâncias atômicas, superando as barreiras de energia menores ao longo da rota [MOULSON; HERBERT, 2003].

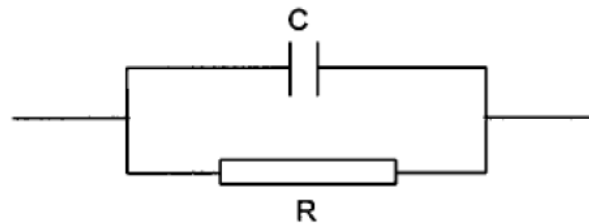
2.4.4 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA.

Espectroscopia de impedância (IS) é um método analítico de caracterização das propriedades elétricas dos materiais e suas interfaces com eletrodos de condução eletrônica. Isso se dá pela aplicação de uma perturbação de potencial ou de corrente no sistema investigado. Assim, o sistema será perturbado empregando poucos “milivolts”, de forma a tornar possível a investigação das propriedades físicas inerentes ao material. Além disto, é possível desequilibrar o sistema usando diferentes valores de frequência, pois a onda de potencial é senoidal. Os seus resultados podem ser frequentemente relacionados com variáveis físicas, tais como: transporte de massa, taxas de reações químicas, propriedades dielétricas e efeitos de polarização, microestrutura e influências composicionais na condutividade de sólidos. Esta

correspondência é possível devido à utilização de medidas da condutividade total em corrente alternada (AC) em uma faixa de frequência que pode se estender de 10^{-4} Hz até 10^7 Hz. Esse método consiste em submeter uma amostra a tensões e correntes alternadas, as medidas de amplitude e deslocamento de fase, que avalia a resposta dielétrica do material através das componentes $\text{Re}\{Z\}$ e $\text{Im}\{Z\}$ através da análise por transformada de Fourier. Esta resposta não é imediata, pois podem ocorrer fenômenos de relaxação dielétrica. É possível associar os efeitos de relaxação dielétrica identificados com processos em escala atômica e microestrutura [BARSOUKOV; MACDONALD, 2005; MATOS, 2007; MARTINEZ, 2006; KAO, 2004].

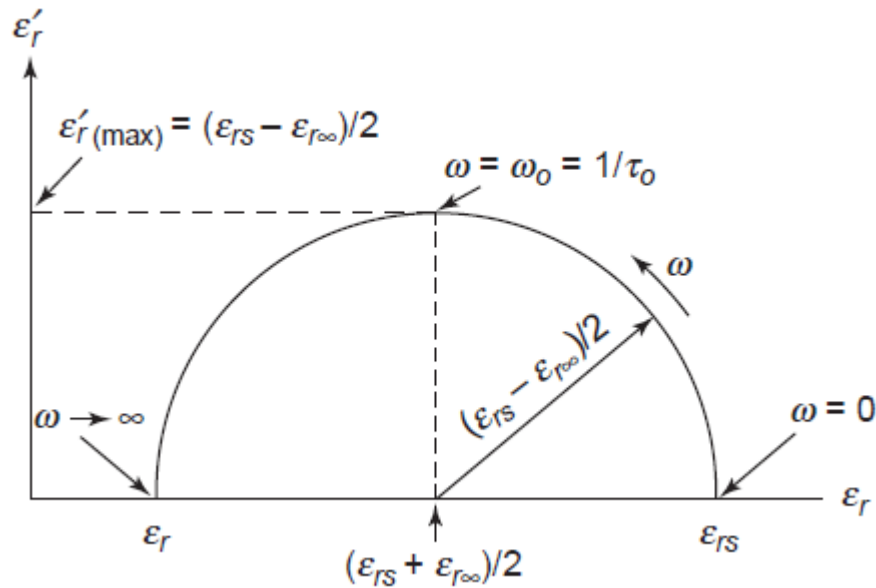
Em espectroscopia de impedância, basicamente quatro grandezas podem ser encontradas: a impedância complexa $Z(\omega) = Z'(\omega) - jZ''(\omega)$; a admitância complexa $Y(\omega) = Y'(\omega) - jY''(\omega)$; a função *modulus* $M(\omega) = j\omega C_0 Z(\omega) = M'(\omega) - M''(\omega)$ onde $C_0 = \epsilon_0 A/h$; e a permissividade elétrica $\epsilon_r(\omega) = [M(\omega)]^{-1} = \epsilon_r'(\omega) - j\epsilon_r''(\omega)$ [BARSOUKOV; MacDONALD, 2005; KAO, 2004; MOLITON, 2007].

Figura 11: Circuito RC em paralelo.



Fonte: KAO, 2004.

Na Figura 11 observa-se o semicírculo formado. Um circuito resistivo-capacitivo (RC) em paralelo (Figura 12) apresenta uma impedância cuja resposta em frequência que pode levar ao caso de um semicírculo apresentado na Figura 12. A partir do comportamento da impedância em função da frequência é possível determinar um modelo equivalente de circuito com elementos discretos tais como resistores, capacitores, indutores obtidos pela modelagem matemática. Para explicar alguns espectros de impedância, é necessário ainda um quarto elemento de impedância generalizada, chamado de impedância de Warburg, que está ligada a efeitos de difusão. É possível encontrar na literatura impedâncias gerais e mais complexas utilizadas para descrever alguns espectros, principalmente no caso de sistemas que utilizam filmes finos, eletrodos irregulares, porosos e nanoestruturados (BARSOUKOV; MacDONALD, 2005; KAO, 2004; MOLITON, 2007), por exemplo, o elemento de fase constante (CPE — “Constant Phase Element”) atribuída a deformação e achatamento dos semicírculos [SHOAR ABOUZARI, M. R, 2009].

Figura 12: Resposta em frequência (ϵ_r' versus ϵ_r).

Fonte: KAO, 2004.

2.5 LARGURA DE BANDA (BW).

A largura de banda de uma antena, BW, pode ser definida como sendo a banda ou intervalo de frequência em torno de sua frequência de operação (f_0). A faixa de frequências utilizada para o cálculo da largura de banda situa-se entre dois pontos com perda de retorno igual ou menor do - 10 dB ($S_{11} \leq -10$ dB) [MAKAROV, S. N., 2002].

Os extremos dessa faixa de frequências são denominados de frequência inferior, f_{inf} , e frequência superior, f_{sup} . A largura de banda percentual, representada por BW(%) [ROCHA, H. H. B., 2010; CARNEIRO FILHO, R., 2010]:

$$BW(\%) = \left(\frac{f_{sup} - f_{inf}}{f_0} \right) \times 100 \quad (2.13)$$

Desta forma as antenas podem ser classificadas de acordo com o valor da largura de banda percentual como:

- Banda estreita, com $0\% < BW(\%) < 1\%$;
- Banda larga, com $1\% \leq BW(\%) \leq 20\%$;
- Banda ultralarga, com $BW(\%) > 20\%$.

A frequência de ressonância na antena ($f_r = f_0$) é o valor de frequência em que a perda de retorno é minimizada. Os valores de perda de retorno representam a reflexão da energia fornecida ao ressoador em relação ao analisador de rede. Pode-se inferir que os valores de perda de retorno próximos de 0 (zero) dB indicam que toda energia é refletida à fonte [BALANIS, 1989; KAJFEZ; GUILLON, 1986; LUCK; LEUNG, 2003].

2.6 MODOS ELETROMAGNÉTICOS.

Os campos de uma DRA cilíndrica operando no modo $TE_{01\delta}$ podem ser aproximadamente dados por [VERPLANKEN, M., J. van BLADEL, 1979; SETHARES, J. C., J. NAUMANN, 1966; KAJFEZ, D.; GUILLON, P., 1986]:

$$H_z \propto J_0(\beta r) \cos \left[\frac{\pi}{2h} z \right] \quad (2.14)$$

$$H_r \propto J_1(\beta r) \sin \left[\frac{\pi}{2h} z \right] \quad (2.15)$$

$$H_\phi \propto J_1(\beta r) \cos \left[\frac{\pi}{2h} z \right] \quad (2.16)$$

$$E_z = E_r = H_\phi = 0 \quad (2.17)$$

Onde $J_0(\beta r)$ e $J_1(\beta r)$ são funções de Bessel de primeira ordem e β é a solução $J_0(\beta a) = 0$

Os campos $TM_{01\delta}$ são similares aos campos $TE_{01\delta}$ com alternância das componentes do campo elétrico e magnético. Para o modo $HE_{11\delta}$ da DRA cilíndrica, as componentes do campo podem ser expressas como [PETOSA, 2007]:

$$E_z \propto J_1(\alpha r) \cos \left[\frac{\pi}{2h} z \right] \begin{cases} \cos \phi \\ \sin \phi \end{cases} \quad (2.18)$$

$$E_r \propto \frac{\partial J_1(\alpha r)}{\partial(\alpha r)} \sin \left[\frac{\pi}{2h} z \right] \begin{cases} \cos \phi \\ \sin \phi \end{cases} \quad (2.19)$$

$$E_\phi \propto J_1(\alpha r) \sin \left[\frac{\pi}{2h} z \right] \begin{cases} \sin \phi \\ \cos \phi \end{cases} \quad (2.20)$$

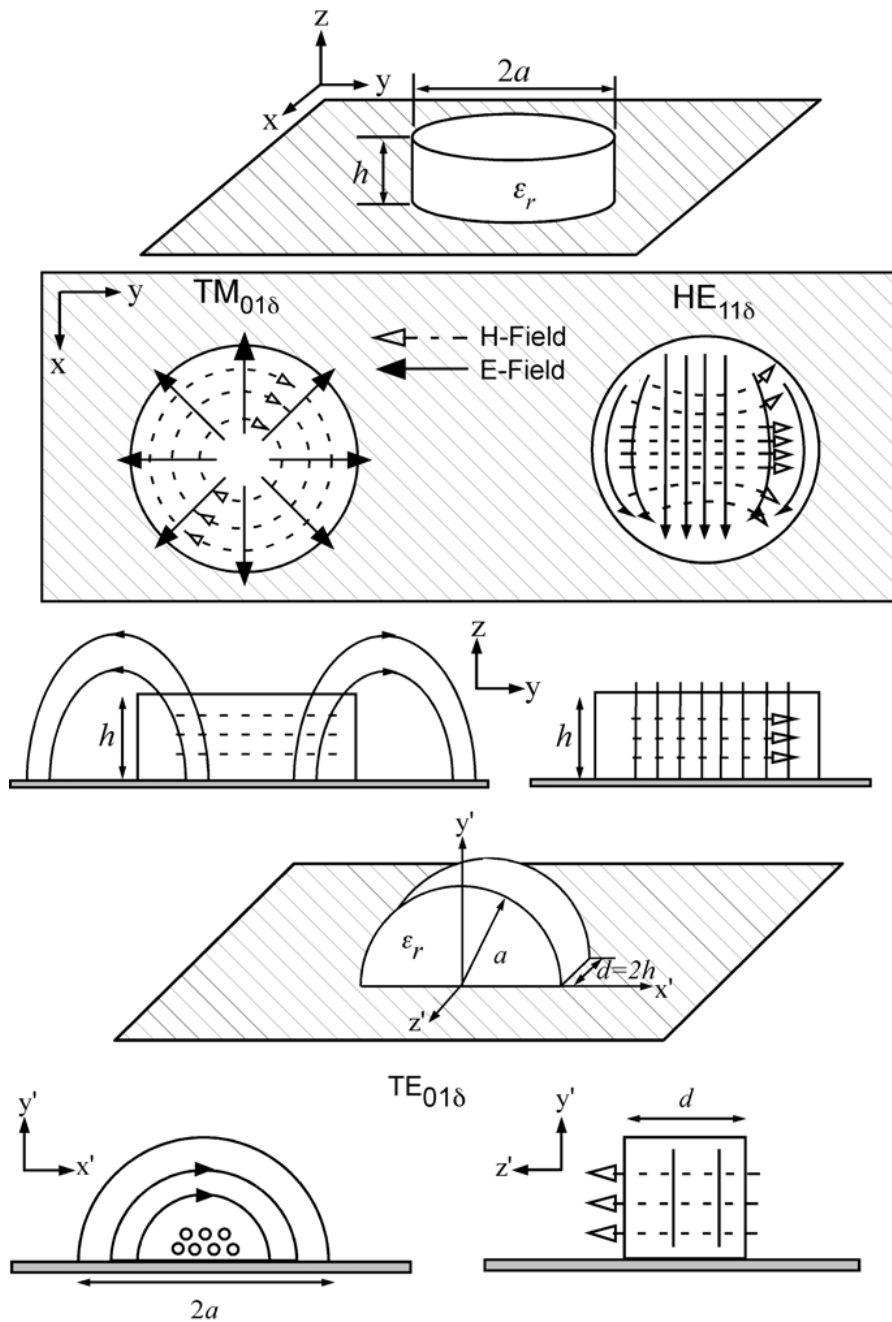
$$H_r \propto J_1(\alpha r) \cos \left[\frac{\pi}{2h} z \right] \begin{cases} \sin \phi \\ \cos \phi \end{cases} \quad (2.21)$$

$$H_\phi \propto \frac{\partial J_1(\alpha r)}{\partial(\alpha r)} \cos\left[\frac{\pi}{2h}z\right] \begin{cases} \cos\phi \\ \sin\phi \end{cases} \quad (2.22)$$

$$H_z = 0 \quad (2.23)$$

onde α é a solução para $J_1(\alpha a) = 0$. A escolha de $\cos\phi$ ou $\sin\phi$ depende da localização do campo. Os campos para esses três modos estão esboçados na Figura 13.

Figura 13: Esboço das configurações do campo de uma DRA cilíndrica.



Fonte: PETOSA, 2007.

A DRA é uma estrutura ressonante onde apresentam vários modos que podem ser excitados, onde cada modo tem sua radiação característica que depende de alguns fatores como material dielétrico, geometria, alimentação e localização da mesma [SILVA, 2013; BALANIS, 1989].

As categorias de modos que existem são:

- Transversal Elétrico (TE);
- Transversal Magnético (TM);
- Transversal Eletromagnético (TEM);
- Híbrido (HEM - HE ou EH)

O modo TE com relação a um eixo de propagação z é caracterizado por ter um valor zero para a componente radial do campo elétrico ($E_z = 0$ e $H_z \neq 0$), sendo as demais componentes do campo elétrico transversais à direção de propagação, enquanto o modo TM tem um valor zero para a componente do campo magnético ($H_z = 0$ e $E_z \neq 0$). O modo TEM é caracterizado por possuir valor zero para as componentes radiais dos campos elétrico e magnético ($E_z = 0$ e $H_z = 0$), contudo o modo HEM admite valores diferentes de zero para as componentes radiais do campo elétrico e magnético ($E_z \neq 0$ e $H_z \neq 0$). O modo HEM pode ainda ser chamado de HE (se a componente E_z é dominante) ou de EH (se a componente H_z é dominante) [LUK; LEUNG, 2003; PETOSA, 2007; KRAUS, 1991; POZAR, 1998; FERNANTES, 2012].

Os modos que são utilizados para aplicações em que o elemento radiante é um ressonador dielétrico cilíndrico isolado são os modos $TE_{01\delta}$, $TM_{01\delta}$ e $HE_{11\delta}$, onde $0 < \delta < 1$, [PETOSA, 2007]:

- O modo $TE_{01\delta}$ irradia como um monopolo magnético curto.
- O modo $TM_{01\delta}$ irradia como um monopolo elétrico curto.
- O modo $HE_{11\delta}$ irradia como um dipolo magnético horizontal curto.

Os índices subscritos em cada modo (TE_{mnp}) se referem a variações nas direções azimutal ($m = \phi$), radial ($n = \rho$) e axial ($p = z$) [PETOSA, 2007].

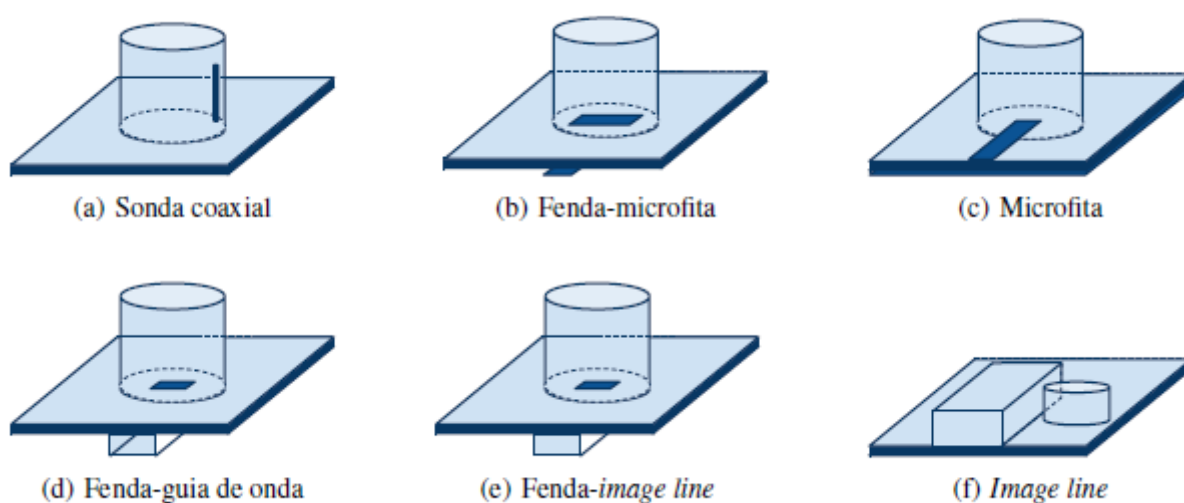
2.7 ANÁLISE DA DRA CILÍNDRICA.

O DR cilíndrico, dentre outras geometrias, é a que oferece maior flexibilidade, e simplicidade durante a fabricação, possibilitando um bom controle de características

como frequência de ressonância e fator de qualidade através da razão entre o raio a e a altura h do ressonador.

A DRA obtém diferentes padrões de radiação através de diferentes modos de excitação com diversos mecanismos de alimentação [RAJPUT et al., 2011]. Os modos de excitação mais comuns, a abertura, microfita, sonda coaxial, coplanar, dentre outras. Os três tipos de excitação mais utilizados para o acoplamento de energia em uma DRA pode ser visto na Figura 14

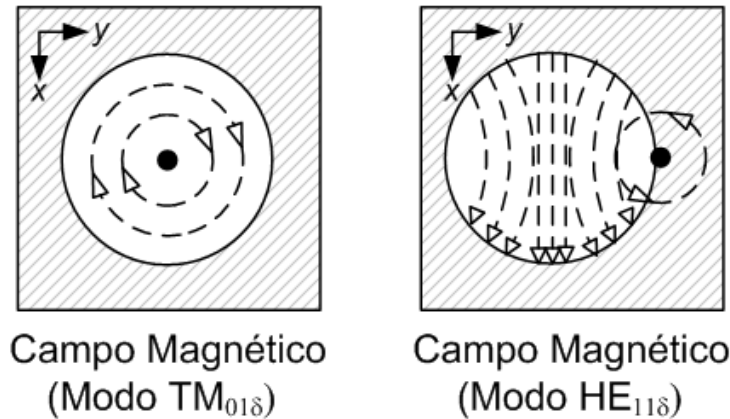
Figura 14: Diferentes mecanismos propostos para a excitação de DRAs.



Fonte: KISHK, A. A.; ANTAR, Y. M. M., 2007 [adaptado]

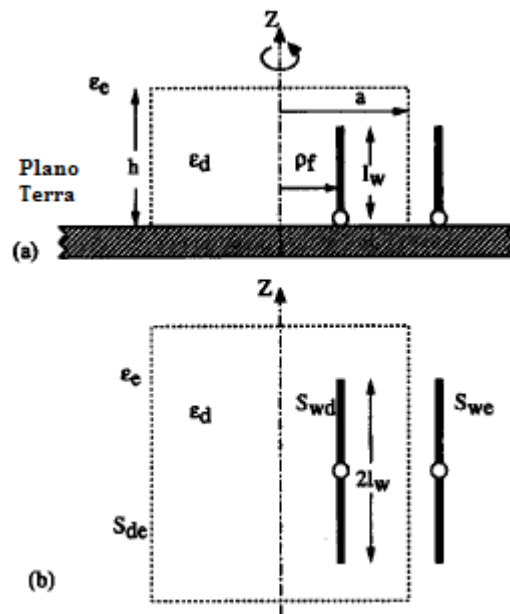
A excitação do tipo abertura é aplicável em qualquer forma de DRA. Este mecanismo de acoplamento tem a vantagem de ter a rede de alimentação localizada abaixo do plano de terra, evitando assim, a radiação indesejada. Enquanto se deseja uma maior largura de banda implica em permissividade com valores menores, sendo geralmente bastante reduzido o seu acoplamento. Assim, a fim de ter uma eficiência de radiação aceitável, um conjunto (“array”) de DRAs é necessário. A Linha microfita pode ser usada como uma alimentação em série para um conjunto linear de DRs, desde que um número suficiente de elementos sejam usados [LUK; LEUNG, 2003; PETOSA, 2007].

Para fazer o acoplamento da DRA com o uso de uma sonda coaxial, basta colocá-la em diferentes posições até se obter uma boa resposta (Figura 15), obedecendo as características da DRA (relação a/h , altura da sonda coaxial que provoca alteração da frequência ressonante). Contudo, deve-se ter cuidado com a existência de “gaps” de ar entre a sonda e a DRA, o que varia a permissividade efetiva

Figura 15: Excitação de uma DRA cilíndrica através de sonda.

Fonte: PETOSA, 2007 [Adaptado]

da DRA, o que pode modificar bastante as características de operação da DRA [LUK; LEUNG, 2003].

Figura 16: Geometria geral da DRA cilíndrica. (a) O problema original. (b) O problema de imagem equivalente.

Fonte: JUNKER, G.P., 1994 [adaptado]

Na excitação com sonda coaxial a sonda pode estar localizada ao lado da DRA ou pode ficar embutida dentro dela. A Figura 16, representa uma DRA alimentada por uma sonda, onde a superfície do dielétrico é chamado por S_{de} , e a superfície do fio, ora S_{wd} ou S_{we} , para uma sonda que se localiza dentro ou fora do ressoador, pf , posição da sonda em relação ao dielétrico e l_w , altura da sonda em (a), enquanto em (b) a teoria da imagem é usada para retirar o plano de terra. As sondas são úteis em

frequências mais baixas, onde o acoplamento de abertura não pode ser usado, pois seria necessária uma grande abertura de tamanho [LUK; LEUNG, 2003, PETOSA, 2007; JUNKER, G.P., 1994].

Diferentes modos de ressonância podem ser excitados, como ilustrado na Figura 16, isto irá depender da posição da sonda. Se o excitador for colocado no centro (embutido) da DRA, o modo $TM_{01\delta}$ será excitado. Agora, se for colocado lateralmente, ocorrerá à excitação do modo $HE_{11\delta}$ e será mais forte quando $0.4cm < \rho f < 1.2cm$ e $1.25cm < l_w < 1.75cm$. Esta última é bastante utilizada, pois evita que a DRA seja perfurada. Na Figura 15, ilustra os modos ressonantes da DRA cilíndrica [PETOSA, 2007; JUNKER, G.P., 1994]

A escolha do modo de ressonância desejado, largura de banda e frequência de ressonância podem ser utilizados para fornecer um ponto de partida para a especificação da DRA cilíndrica. No projeto de uma DRA cilíndrica podem ser escolhidas razões de a/h mais adequadas para utilizar melhor a frequência de ressonância e a largura de banda [PETOSA, 2007].

MATERIAIS E MÉTODOS.

Neste Capítulo são apresentados os procedimentos experimentais realizados neste trabalho. São descritos os materiais, os equipamentos e os métodos empregados para o processamento, preparação, fabricação, medições em RF e Microondas, e simulação dos materiais cerâmicos estudados, bem como a sua metodologia e as suas respectivas técnicas.

3.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS.

Na composição das cerâmicas foram utilizados a Alumina (Al_2O_3 - Alcoa), e Titanato de Cálcio ($CaTiO_3$ - Aldrich)

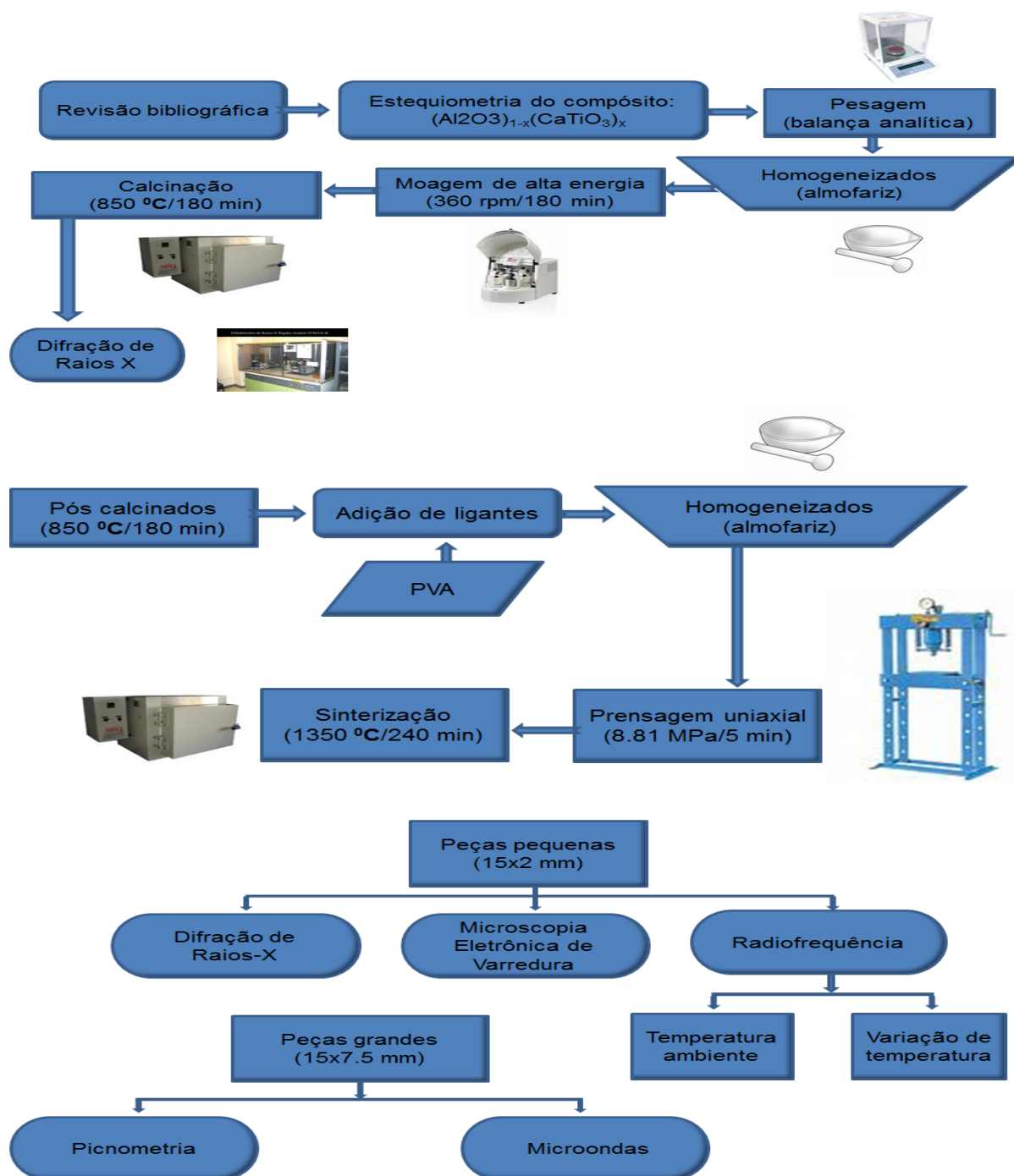
Os equipamentos utilizados no decorrer do trabalho foram:

- Balança digital com precisão de décimo de miligrama;
- Reatores para moagem do material;
- Esferas de zircônia;
- Moinho de bolas planetário de alta energia;
- Cadinho, almofariz e pistilo de porcelana;
- Aglutinante orgânico — álcool polivinílico (PVA);
- Prensa hidráulica;
- Fornos resistivos;
- Lixas de carboneto de silício para acabamento final das amostras;
- Impedancímetros: Solartron 1260 e Agilent 4294A (40 Hz – 110 MHz);
- Analisadores de Rede: PNA N5230A (10 MHz – 20 GHz) e PNA 8719ET (50 MHz – 13 GHz);
- DBWSTool2.3.exe e o ICSD (“Inorganic Crystal Structure Database”);
- Programa HFSS (“High Frequency Structure Simulator”).

3.2 METODOLOGIA.

Na Figura 17 é ilustrado o esquema de preparo das amostras e as etapas da metodologia experimental utilizada neste trabalho para fabricação do material com suas respectivas técnicas.

Figura 17: Esquema de preparo das amostras.



Fonte: Próprio Autor.

3.2.1 PROCESSAMENTO CERÂMICO.

O preparo do compósito foi realizado por reação de estado sólido. Para isso, foi necessário realizar alguns passos padrões. Primeiro, pesou-se os pós precursores (óxidos) Al_2O_3 e $CaTiO_3$ com alto grau de pureza da Alcoa e Aldrich, respectivamente, em balança digital, misturou-se o material pesado, respeitando-se a estequiometria para a obtenção do compósito. Em seguida, o material foi homogeneizado dentro de um reator contendo uma quantidade específica de esferas de zircônia (Fritsch Pulverisette 6). Após a moagem, o pó fino moído foi transferido para cadinhos de porcelana e levado ao forno elétrico resistivo para um tratamento térmico à 850 °C durante 3 horas com taxa de aquecimento de 5 °C/min, sendo este processo denominado calcinação (seção 2.2.2). Posteriormente, foi adicionado o equivalente a 5% peso por peso (p/p) dos produtos do ligante orgânico PVA (álcool polivinílico), e assim, foi possível conformar mistura em uma prensa através de compressão uniaxial (8.81 MPa) a frio durante 5 min, para produção dos cilindros cerâmicos com relação diâmetro/altura de 2:1, para obter um bom acoplamento eletromagnético no ressoador e um maior confinamento da radiação, aumentando assim o fator de qualidade da medida.

O processamento prosseguiu com o processo de sinterização (seção 2.2.4) das amostras, divididas em Al_2O_3 com 2.5%, 5%, 7.5% e 10% de $CaTiO_3$ a 1350 °C durante 3 horas. Após a sinterização, foi realizado o polimento das peças através do uso de lixas de carboneto de silício para dar um melhor acabamento às peças confeccionadas. Na Tabela 1 são apresentadas as nomenclaturas para as amostras produzidas, com as respectivas quantidades de adição de $CaTiO_3$

Tabela 1: Identificação dos compósitos produzidos.

Amostra	Calcinação (°C/min)	Ligante (5%)	Sinterização (°C/min)	% massa Al_2O_3	% massa $CaTiO_3$	Identificação
$(Al_2O_3)_{0.975} - (CaTiO_3)_{0.025}$	850 °C / 180 min	PVA	1350 °C / 240 min	97.5	2.5	CTO2.5
$(Al_2O_3)_{0.950} - (CaTiO_3)_{0.050}$	850 °C / 180 min	PVA	1350 °C / 240 min	95.0	5.0	CTO5.0
$(Al_2O_3)_{0.925} - (CaTiO_3)_{0.075}$	850 °C / 180 min	PVA	1350 °C / 240 min	92.5	7.5	CTO7.5
$(Al_2O_3)_{0.900} - (CaTiO_3)_{0.100}$	850 °C / 180 min	PVA	1350 °C / 240 min	90.0	10.0	CTO10.0

Fonte: Próprio Autor

3.2.2 DESCRIÇÃO DAS AMOSTRAS PRODUZIDAS.

Para a realização de determinadas medidas, como Difração de Raios-X, é suficiente trabalhar com aproximadamente 200 mg da amostra calcinada em forma de pó de reduzido tamanho (escala nanométrica). Porém, outras técnicas como

espectroscopia de impedância em radiofrequência, espectroscopia dielétrica em microondas, picnometria e MEV, requerem a conformação do material em dimensões geométricas cilíndricas. Daí, o material sofre prensagem uniaxial e processo de sinterização para que ocorra a coalescência das partículas, a fim de reduzir a porosidade e aumentar sua densificação. Em decorrência das características intrínsecas de cada material, como por exemplo, fases obtidas, reagentes presentes, tempo e temperatura de sinterização, e densidade, resultaram em uma ligeira variação dos tamanhos das peças após a sinterização. No caso do segundo conjunto de medidas citadas acima foram utilizadas as amostras cujas dimensões estão discriminadas nas Tabelas 2 e 3.

Tabela 2: Dimensões geométricas das amostras cerâmicas cilíndricas produzidas para medidas de impedância.

Amostra	CTO2.5	CTO5.0	CTO7.5	CTO10.0
D (diâmetro, mm)	15.7220	15.2695	14.9810	14.5360
h (altura, mm)	1.6260	1.5708	1.7046	1.2552

Fonte: Próprio Autor

Tabela 3: Dimensões geométricas das amostras produzidas para medidas de reflexão (monopolo).

Amostra	CTO2.5	CTO5.0	CTO7.5	CTO10.0
D (diâmetro, mm)	15.7620	15.3760	15.1090	15.1535
h (altura, mm)	6.7340	6.2576	6.6034	6.1812
Relação D/2h	1.17	1.23	1.14	1.23

Fonte: Próprio Autor

Uma boa aproximação da relação $D/2h$ assegura, de acordo com o método de Hakki e Coleman (1960), que o segundo modo de ressonância da amostra seja o $TE_{01\delta}$, sendo este utilizado para a medida da ϵ_r e $\tan\delta$ do compósito em estudo.

3.3 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL.

As metodologias usadas para caracterização estrutural dos compósitos cerâmicos foram feitas através das técnicas de Difractometria de Raios-X, Picnometria e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

3.3.1 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X (DRX).

A técnica de Difractometria de Raios-X utiliza o fenômeno da difração que é baseado no espalhamento de feixes de raios-x de alta energia pelos planos dos

átomos ou íons que constituem a rede cristalina dos materiais. As posições e intensidades relativas dos picos de Bragg permitem identificar a estrutura, quantificar a(s) fase(s) cristalina(s) presente(s) e a composição em amostras de materiais cristalinos ou amorfos, fornecendo dados sobre sua estrutura [Silva, 2006].

Os perfis de difração de raios-x (DRX) das amostras calcinadas a $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 180 min, foram obtidos à temperatura ambiente (cerca de 294 K) usando um difratômetro de raios-X modelo Rigaku D/max-B, composto de um gerador de raios-X, sistema de lentes, goniômetro e detector de raios-x. As amostras foram fixadas em um suporte de silício com auxílio de uma pasta de silício. Os padrões foram coletados usando radiação $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.540562\text{ nm}$), com o equipamento operando em 40 kV e 25 mA (máx.) na geometria de Bragg-Brentano com cinco segundos para cada passo do tempo de contagem para cada passo angular de $0,02^{\circ}$ sobre uma faixa angular de $20^{\circ} - 80^{\circ}$ (2θ).

3.3.2 REFINAMENTO DE RIETVELD.

O modelo estrutural adaptado por Rietveld inclui vários tipos de parâmetros, entre os quais: parâmetros de estrutura cristalina, parâmetros do perfil das reflexões, parâmetros globais, parâmetros da intensidade [OLIVEIRA, T. F., 2005].

Os parâmetros da estrutura cristalina incluem as coordenadas (x, y, z) da posição dos átomos na célula unitária; os deslocamentos atômicos; a densidade ocupacional das posições atômicas; as dimensões (a, b, c) da célula unitária e os ângulos (α , β , γ) entre os vetores; tensões e deformações; textura; tamanho dos cristais; discordância e defeitos planares.

Os parâmetros de perfil das reflexões englobam a largura das reflexões e a forma do pico. Os parâmetros globais incluem a função da radiação de fundo e parâmetros de correção que abrangem o zero da escala 2θ , deslocamento da amostra e absorção. Os parâmetros de intensidade compreendem o fator de escala que ajusta a altura de todas as reflexões do padrão difratométrico às do difratograma.

Esses parâmetros permitem calcular, através de um algoritmo, um padrão difratométrico da(s) fase(s) que se pretende(m) estudar, o qual é comparado com todo o difratograma observado; a diferença entre ambos é então minimizada fazendo variar os parâmetros no modelo estabelecido, utilizando um processo de minimização baseado no princípio dos mínimos quadrados. Esta operação é denominada

refinamento estrutural [OLIVEIRA, T. F., 2005].

Em geral, para aplicação deste método se faz necessário o conhecimento da estrutura das fases que compõem a mistura com um bom grau de aproximação, além de se ter posse de padrões difratométricos de boa qualidade [GOBBO, L. DE A., 2003; PRINCE, E., 1995]. A quantidade a ser minimizada no refinamento é a função residual S_y dada por:

$$S_y = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2, \quad (3.1)$$

onde:

$w_i = 1/y_i$, é o peso de cada intensidade;

y_i é a intensidade observada na i -ésima iteração; e

y_{ci} é a intensidade calculada na i -ésima iteração.

Os pesos w_i refletem apenas o erro de contagem aleatória nas intensidades observadas, não sendo considerado o erro nas intensidades calculadas. Caso o modelo estrutural não seja adequado, ou ainda, a forma do pico não esteja bem definida, a intensidade calculada estará errada.

A intensidade calculada y_{ci} de uma fase é determinada pelo somatório do modelo estrutural $|F_k|^2$ e outras contribuições na vizinhança da posição da reflexão calculada pela lei de Bragg, acrescido da sua radiação de fundo (ou linha de base) [OLIVEIRA, T. F., 2005]:

$$y_{ci} = S_t \sum_k L_{P_k} |F_k|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_k) P_k A + y_{bi}, \quad (3.2)$$

onde:

S_t é o fator de escala;

k é o índice de Miller para reflexão de Bragg;

L_{P_k} representa a função polarização e função de Lorentz;

ϕ é a função do perfil de reflexão;

P_k é a função de orientação preferencial;

A é o fator de absorção;

F_k é o fator de estrutura para a k -ésima reflexão de Bragg, e

y_{bi} é a intensidade da radiação de fundo na i -ésima iteração.

Para várias fases a equação anterior se torna:

$$y_{ci} = \sum_t S_t \sum_k L_{P_{k,t}} |F_{k,t}|^2 \phi_t(2\theta_{i,t} - 2\theta_{k,t}) P_{k,t} A_t + y_{bi}, \quad (3.3)$$

onde o índice t refere-se às fases em questão [OLIVEIRA, T. F., 2005].

As fases foram identificadas com o uso do programa DBWSTools 2.3, com auxílio das fichas cristalográficas disponíveis no banco de dados ICSD (Banco de Dados de Estruturas Cristalinas Inorgânicas (“Inorganic Crystal Structure Database”). Em sua execução é feito pelo método de Rietveld que consiste na minimização dos parâmetros de confiabilidade como os fatores de confiança R_{wp} , erro residual dos pesos (“weighted residual error”) e R_{Bragg} . Assim, o difratograma teórico, calculado pelo programa, se aproxima o máximo possível do difratograma experimental, e quando isso acontece, diz-se que os valores obtidos para o conjunto dos parâmetros refinados representam a melhor solução para o refinamento, aproximando-se o máximo possível da estrutura real, em determinação quantitativa de fases de espécies submetidas à difração de raios-x (ou difração de nêutrons) [MENEZES, 2007; MEDEIROS, 2007; ALMEIDA, 2007; BLEICHER et al., 2000; YOUNG et al., 1995; COSTA, 2007; RIETVELD, 1967; 1969].

O erro residual (fator de confiança, R_{WP}) do refinamento Rietveld foi determinado pela seguinte equação:

$$R_{wp} = \sqrt{\left(\frac{\sum_i w_i (Y_i^{obs} - Y_i^{calc})^2}{\sum_i w_i (Y_i^{obs})^2} \right)} \times 100, \quad (3.4)$$

onde, Y_i^{obs} e Y_i^{calc} são as intensidades observada e calculada para cada ponto, respectivamente, e $w_i = 1/Y_i^{obs}$ é a ponderação para cada ponto. R_{wp} é o indicador estatístico de maior significado, no sentido de que seu numerador é o residual que é minimizado. Os critérios quantitativos para avaliar um bom ajuste são feitos pelo acompanhamento dos R_{wp} e R_{Bragg} , chamados de fatores de confiança [YOUNG, 1995; RIETVELD, 1967; DURBIN, J.; WATSON, G. S., 1950].

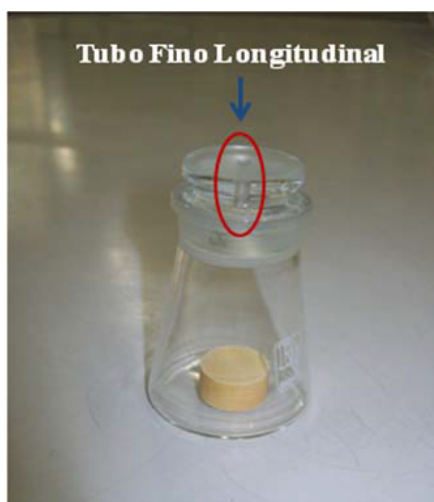
No refinamento foi utilizada a função “pseudo-Voigt” que consistiu primeiramente em ajustar parâmetros de deslocamento da amostra com relação ao plano do cristal, “background”, fator de escala, largura do pico de difração a meia altura (W), fator de assimetria, perfil de pico (NA e NB), parâmetros de rede (a, b, c; α , β , γ), possível orientação preferencial, posições atômicas (x, y, z), parâmetros térmicos isotrópicos ou anisotrópicos e parâmetros instrumentais (U e V) [MENEZES, 2007; MEDEIROS, 2007; ALMEIDA, 2007; FERNANDES, 2012].

3.3.3 PICNOMETRIA.

A picnometria pode ser usada para determinar a porosidade em cerâmicas. Na prática, a densidade aparente do sólido, consiste em utilizar o método de Arquimedes. O sólido irá deslocar um volume de líquido igual ao seu volume. Conhecendo a densidade teórica das partículas em que o sólido é isento de poros, o seu valor é obtido a partir dos manuais de dados físicos e químicos para materiais cristalinos ou pela estrutura do cristal e as dimensões da célula unitária determinada pela difração de raios-x, pode-se inferir que porosidade é igual a $1 - \rho_{ap}/\rho_{te}$ [STERRETT, 1968; RAHAMAN, 2003, CASTELLAN, 1986]

O picnômetro é um pequeno frasco de vidro construído de forma bastante cuidadosa para que o volume do fluido que ele contenha seja invariável. Além disso, ele tem uma abertura suficientemente larga e uma tampa bem esmerilhada perfurada na forma de um tubo fino longitudinal, com a finalidade de determinar a densidade relativa das amostras. Além dele, foi feito o uso de água destilada e de uma balança analítica de precisão, para determinar a massa da amostra. Primeiro momento se obteve, a massa do picnômetro vazio e a do mesmo contendo água destilada, e em segundo momento a massa do picnômetro contendo água destilada e a amostra em análise como mostra a Figura 18 [FERNANDES, 2012; SILVA, 2013].

Figura 18: Picnômetro contendo amostra a ser analisada.



Fonte: FERNANDES, 2012

3.3.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).

Na análise da microestrutura, a microscopia eletrônica de varredura é utilizada como uma técnica no estudo dos materiais cerâmicos, com a finalidade de explicar diferentes propriedades, tais como, porosidade, tamanho de grão, densidade, etc., e, assim, direcioná-los às aplicações mais adequadas. Apesar de que as amostras, aparentemente, apresentarem o mesmo caminho de fabricação e sinterização, no entanto, há diferenças nos rearranjos estruturais que quase sempre encontram explicações quando se estuda a microestrutura, observando-se, por exemplo, o tamanho de grão, a quantidade de fase vítrea ou a forma do poro [DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007; NAGATANI et al., 1987; BRAGANÇA, S. R.; BERGMANN, C. P, 2004; MALISKA, 2006; MENEZES, 2007].

As amostras foram recobertas com uma camada ultrafina de ouro de poucos nanômetros de espessura, e com isso, é possível facilitar a interação do feixe eletrônico focalizado sobre a área da amostra e, desta forma, melhorar o contraste da imagem, já que as camadas depositadas no recobrimento das amostras podem melhorar o nível de emissão de elétrons, pois emitem mais elétrons que o material da amostra, facilitando a construção da imagem, para que proporcione uma boa condutividade elétrica (para escoamento de elétrons pela amostra) e térmica (para dissipar o calor produzido pela incidência de elétrons)[GOLDSTEIN et al., 1992; FERNANDES, 2012].

A morfologia dos compósitos produzidos nas micrografias foram obtidas com ampliação de 5000x e 1000x com voltagens de aceleração de 10 e 30 Kv usando um Microscópio de varredura INSPECT 50 com EDS/EBSD e litografia (Central Analítica/UFC).

3.4 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA E DIELETRICA.

3.4.1 RF A TEMPERATURA AMBIENTE.

A medição foi realizada em um Impedancímetro Agilent 4294A (40 Hz – 110 MHz), interligado a um microcomputador PC, via cabo GPIB (“General Purpose Interface Bus”) em que as amostras foram conformadas com polimento. Até atingir dimensões de 15 mm e 1.5 mm, e tiveram suas superfícies cobertas por tinta condutora. A

secagem foi feita a temperatura ambiente. As amostras foram fixadas com conexões condutoras (fios de cobre estanhados) e depois levadas a uma nova secagem a temperatura ambiente, por aproximadamente 24 horas.

No estudo das propriedades dielétricas foi considerado o modelo de um circuito equivalente RC paralelo em que a capacitância e a tangente de perda dielétrica foram medidas simultaneamente. A medida de permissividade relativa foi realizado a partir da capacitância medida e do fator geométrico da amostra, que neste caso são a razão entre a do disco cerâmico e a sua espessura. Assim, a permissividade relativa foi obtida, de modo que os efeitos de distorção foram desprezados do campo elétrico nas bordas das peças.

3.4.2 RF COM VARIAÇÃO DE TEMPERATURA.

As medições de impedância foram realizadas pelo controlador eletrônico digital microprocessado COEL HW4200, interligado a uma estufa, e acoplada a um analisador de impedância Solartron SI 1260. O programa Impedbeta, da Solartron foi utilizado para operação do analisador e obtenção de dados das amostras sinterizadas no formato cilíndrico que tiveram suas bases polidas, e metalizadas, e assim, inseridas ao equipamento de medidas para realizar as medições de impedância em função da frequência, na faixa de intervalo que se estende de 1 Hz a 1 MHz, cuja variação de temperatura foi de 30 °C a 350 °C para todas as amostras do compósito.

A partir dos parâmetros obtidos com a variação de temperatura, foi possível calcular os valores da energia de ativação (E_a), para cada amostra, tanto em função da frequência do ponto de máximo do módulo imaginário, quanto pela condutividade AC (σ_{AC}). Daí, construção do gráfico de Arrhenius.

$$\sigma_{AC} = \sigma_0 \exp \left[-\frac{E_a}{KT} \right], \quad (3.5)$$

onde, σ_0 é o chamado fator pré-exponencial, E_a a energia de ativação, K a constante de Boltzmann e T a temperatura absoluta.

Além da energia de ativação, a outra medida importante realizada em RF, pois a partir dele podemos verificar a estabilidade térmica da amostra, e os seus valores ideais são próximos de zero, é o coeficiente de variação da capacitância com a temperatura (TCC) que foi obtido, de acordo com a expressão [MOULSON; HERBET, 2003]:

$$TCC = \frac{(C_{T_2} - C_{T_1})}{C_{T_1}(T_2 - T_1)}, \quad (3.6)$$

onde, C_{T_1} é a capacitância medida na temperatura T_1 (30 °C) e C_{T_2} é a capacitância medida na temperatura T_2 (100 °C).

3.4.3 ESPECTROSCOPIA DIELÉTRICA EM MICROONDAS.

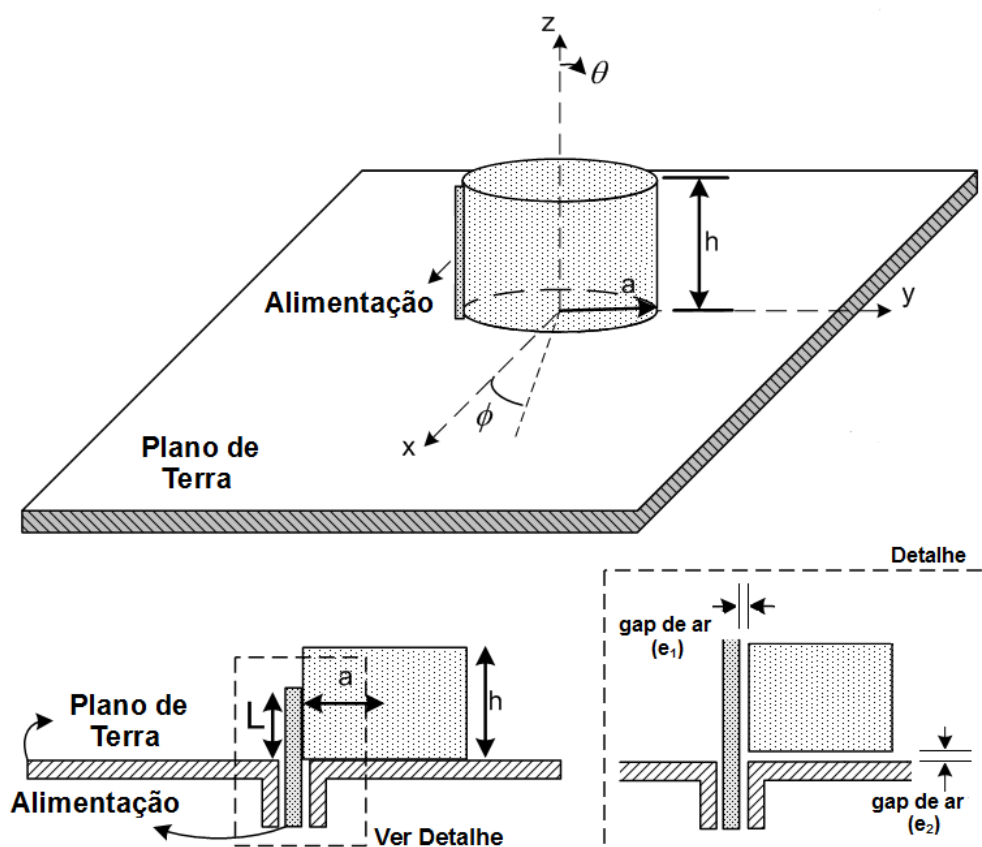
As medidas na faixa de microondas foram obtidas com o auxílio de um analisador de rede HP8716ET, pelo uso da técnica introduzida por Long (1983), na qual as amostras são excitadas por um cabo coaxial (“feed probe”). O mesmo está acima do plano de terra, e conectado através de um conector SMA a este plano. O plano tem dimensões iguais a 35,50 cm x 30,00 cm x 0,214 cm. A sonda (“feed probe”) é ligada ao plano de terra através do conector SMA. A DRA possui raio a , altura h e permissividade relativa ϵ_r . O alimentador está localizado ao longo do eixo z , no centro dos planos x e y , $\phi = 0$, conforme a Figura 19 [LONG, S. A. et al, 1983].

As medições são realizadas em várias posições do DR em torno da sonda (ponta de prova coaxial) são avaliadas e os parâmetros de impedância e perda de retorno são medidos. A posição do DR que indica menor perda de retorno representa o melhor casamento de impedância do ressoador com o excitador. São desprezados os “gaps” de ar, tanto lateral (contato antena-sonda), como vertical (antena-plano de terra), proveniente da imperfeição dos planos de contato.

As características dielétricas na faixa de microondas foram medidas utilizando o método de medição de ressonância introduzido por Hakki e Coleman (1960). Esta configuração permite a propagação de vários modos TE, TM, EH e HE, proporcionadas pelas duas placas paralelas que são infinitamente largas. O modo TE_{011} é amplamente usado na caracterização das propriedades dos materiais, já que as propriedades ressoantes deste modo permanecem inalteradas caso haja “gaps” de ar entre o dielétrico e as placas condutoras [CHEN; ONG; NEO, VARANDAN; VARADAN, 2004; COURTNEY, 1970; ALMEIDA, 2011; FERNANDES, 2012].

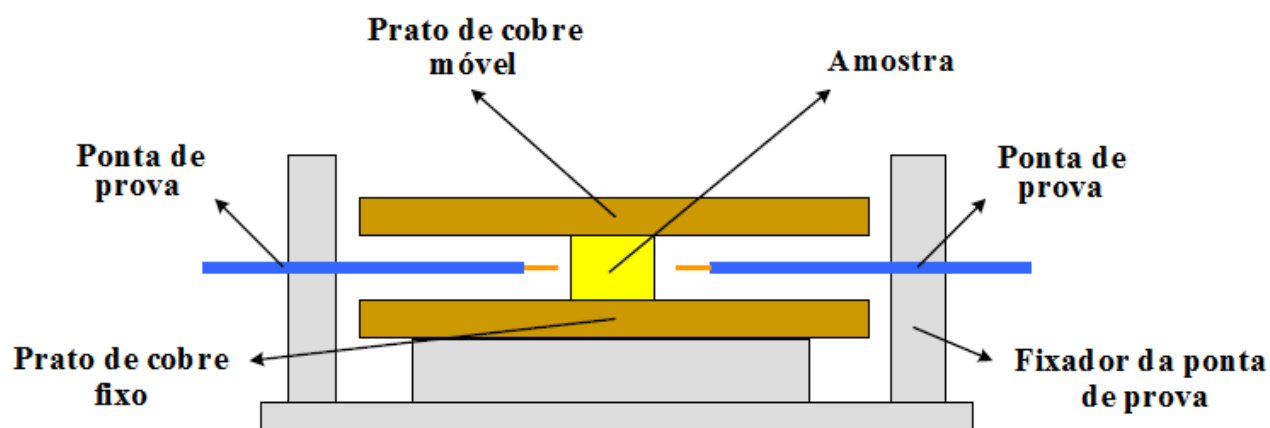
Para todas as amostras foram feitas a medida de transmissão do Analisador de Rede HP, utilizando a configuração proposta por Hakki e Coleman (1960). O cálculo da permissividade relativa foi feito através do programa COURTNEY. Estabelecendo um certo diâmetro de cabo coaxial e uma distância entre as placas, o modo TE_{011} é obtido pelo deslocamento da placa do centro, de modo que os modos TM se

Figura 19: Configuração para análise das amostras como antena ressoadora dielétrica montada sob o plano de terra.



Fonte: FERNANDES, 2012

Figura 20: (a) Diagrama esquemático do sistema de medição de propriedades dielétricas utilizando o método de Hakki e Coleman (1960).

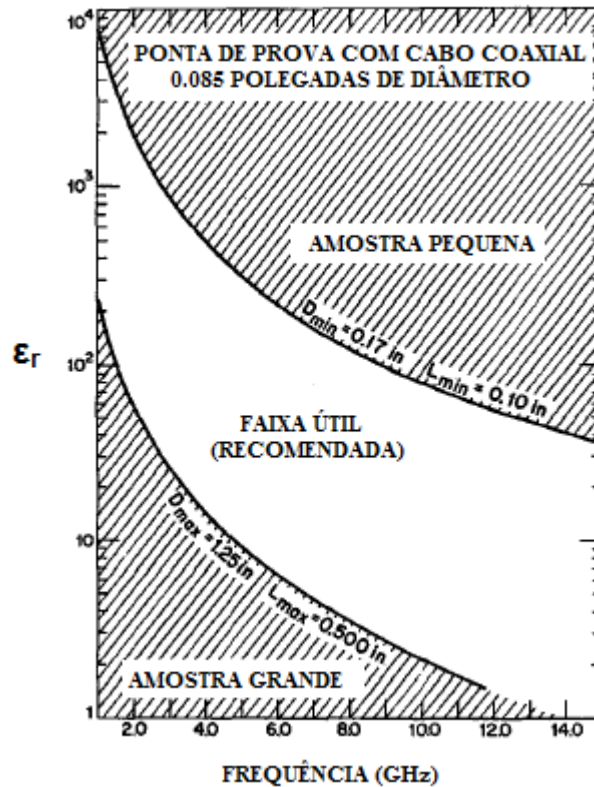


Fonte: SEBASTIAN, 2008 [Adaptado]

movem rapidamente para frequências mais altas enquanto o modo TE_{011} permanece estacionário. Como na maioria das situações, a constante dielétrica aproximadamente

conhecida a frequência de ressonância do TE_{011} pode ser prevista (Figura 20).

Figura 21: Constante dielétrica, ϵ_r , em função da frequência ressonante do modo TE_{011} para valores máximos ou mínimos com cabo coaxial 0.085" (polegadas) de diâmetro e distância entre as placas de 2.5" (polegadas).



Fonte: COURTNEY, 1970 [Adaptado]

3.4.4 COEFICIENTE DE TEMPERATURA DA FREQUÊNCIA RESSONANTE.

O parâmetro que indica a estabilidade térmica do ressoador é conhecido como coeficiente de temperatura na frequência de ressonância, τ_f . Ele é responsável pelo deslocamento da frequência de ressonância com a variação de temperatura. Isto se deve a vários fatores, como área e expansão térmica linear. A origem desta grandeza está relacionada ao coeficiente de expansão linear α_L , a qual afeta as dimensões do ressoador e sua constante dielétrica. Os dispositivos eletrônicos como os ressoadores de microondas, melhoram seu rendimento quando os valores de τ_f estão o mais próximo possível de zero ou variações mínimas em torno de zero. A sua medida se dá quando a temperatura é variada lentamente, e o deslocamento do pico de frequência de ressonância é observado. Para a obtenção dos dados do τ_f , deve-se manter a mesma configuração de medição do método apresentado por

Courtney (1970), mantendo o ressoador em temperatura controlada. Desta forma, a variação da frequência de ressonância é plotada em função da temperatura. Para estabilidade térmica em osciladores e filtros é necessário que a frequência ressonante não mude na faixa aproximadamente de -20°C a 80°C [SEBASTIAN, 2008; REANEY; IDDLES, 2006; KONO et al., 2006; WERSING, 1996].

A expressão matematicamente para o τ_f :

$$\tau_f = -\alpha_L - \frac{\tau_\varepsilon}{2}, \quad (3.7)$$

onde, τ_f é o coeficiente de temperatura da permissividade e α_L é o coeficiente de expansão linear do material dielétrico.

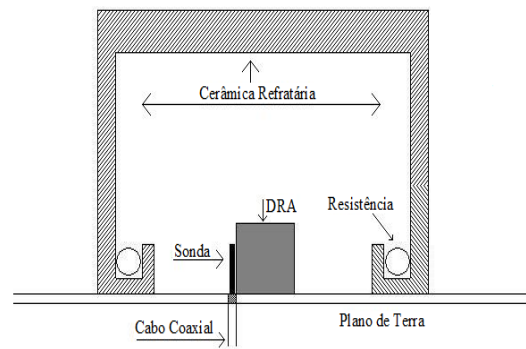
O τ_f , obtido de modo experimental a partir da inclinação da curva usando a seguinte equação:

$$\tau_f = \frac{(f_{80} - f_{25})}{f_{25}(80 - 25)} = \frac{1}{f} \cdot \frac{\Delta f}{\Delta T} \times 100, \quad (3.8)$$

Figura 22: Sistema de medição de τ_f com forno acoplado.



(a) Fonte: Próprio Autor.



(b) Fonte: FERNANDES, 2012.

Em geral, f_{25} (frequência inicial) é tomada como sendo a frequência de ressonância em temperatura ambiente. O valor de τ_f , nesse caso, é dado em ppm/ $^{\circ}\text{C}$ (partes por milhão por graus Celsius). Para aplicações em microondas, onde a estabilidade térmica é característica fundamental, é interessante que o módulo de τ_f seja próximo de zero [MOULSON; HERBERT, 2003].

3.4.5 CONFIGURAÇÃO DA ANTENA RESSOADORA DIELÉTRICA.

A DRA cilíndrica opera no modo $HE_{11\delta}$, conforme descrito na Seção 2.6 e 2.7. Os parâmetros experimentais de impedância e perda de retorno são obtidos para cada amostra.

Devido às reflexões na fronteira de uma linha de transmissão, o meio (DRA) contendo a onda incidente também contém a onda refletida e a superposição destas duas ondas forma um padrão de ondas estacionárias [CARNEIRO FILHO, R., 2010].

O coeficiente ou a razão de onda estacionária de tensão, VSWR (“Voltage Stationary Wave Ratio”), desta linha de transmissão, é definido como sendo a razão entre os valores máximo e mínimo da amplitude da onda estacionária ou razão entre o sinal refletido e o sinal incidente [POZAR, S. M., 2006].

$$VSWR = \frac{V_{max}}{V_{min}} = \frac{I_{max}}{I_{min}} = \frac{1 + |\Gamma|}{1 - |\Gamma|} \quad (3.9)$$

A razão entre o sinal refletido e o sinal incidente é expressa pelo coeficiente de reflexão (Γ) da linha, dado por [CARNEIRO FILHO, R., 2010]:

$$\Gamma = \frac{Z - 1}{Z + 1}, \quad (3.10)$$

onde, $Z = Z_e/R_c$, sendo Z_e a impedância de entrada e R_c é a impedância característica da sonda. A valor utilizado para R_c é de 50Ω .

Uma antena perfeitamente casada irradiará toda potencia que receber por meio de uma linha de transmissão. Tal idealização ocorre quando a impedância da antena é igual à impedância da linha de transmissão ($Z_e = Z_c$), resultando em $\Gamma = 0$ (sem reflexão) e o VSWR tem o seu valor mínimo, $VSWR = 1$. Devido às perdas ôhmicas a potência não é totalmente transferida à antena, sendo a fração não transmitida à antena refletida de volta à linha de transmissão. Para $\Gamma = 1$, a impedância de carga Z_c tende a infinito e há completa reflexão da onda para a linha de transmissão [CARNEIRO FILHO, R., 2010].

Os diversos valores de perdas de retorno são obtidos nas diferentes posições da DR em relação ao excitador, procura-se o valor de frequência em que a perda de retorno é mínima. Este valor é denominado frequência de ressonância do ressoador na antena (f_0), que pode ser visualizada na Figura 23. O valor menos intenso indica

um bom casamento de impedância do ressoador com o excitador [BALANIS, 2009; COSTA, 2007; ALMEIDA et al., 2008; SANTOS et al., 2008; PEREIRA et al., 2010; WHITE, J. F., 2004].

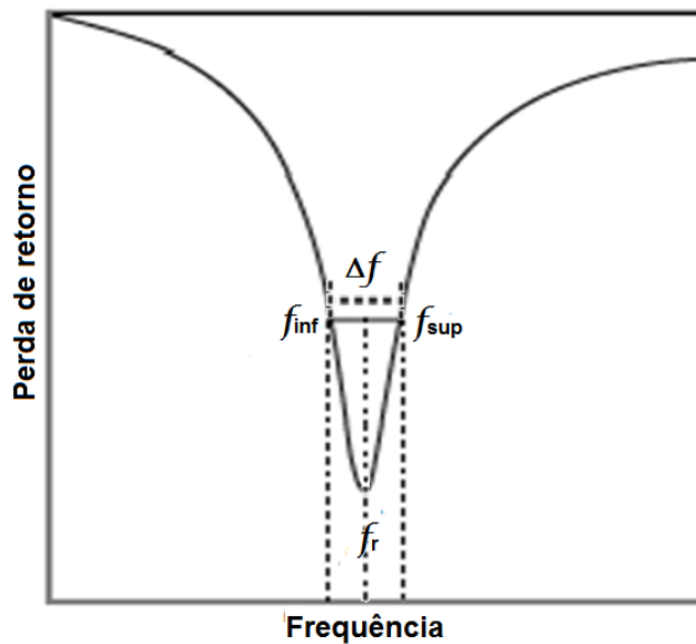
A perda de retorno (RL) expressa em dB é: [WHITE, J. F., 2004]:

$$R_L = -20\log_{10} \left| \frac{V_{max}}{V_{min}} \right| = -20\log_{10} \left| \frac{I_{max}}{I_{min}} \right| \quad (3.11)$$

O Parâmetro S_{11} representa quanta potência recebida pela antena é por ela refletida. $S_{11} = 0$ dB é indicativo de que toda a potência é refletida pela antena, de tal forma que nada é irradiado. Assim, S_{11} significa a perda de retorno [ROCHA, H. H., 2010], sendo identicamente expressa por:

$$R_L = S_{11} - 20\log_{10}|\Gamma| \quad (3.12)$$

Figura 23: Perda de retorno em função da frequência para uma DRA genérica.



Fonte: ROCHA, H. H., 2010

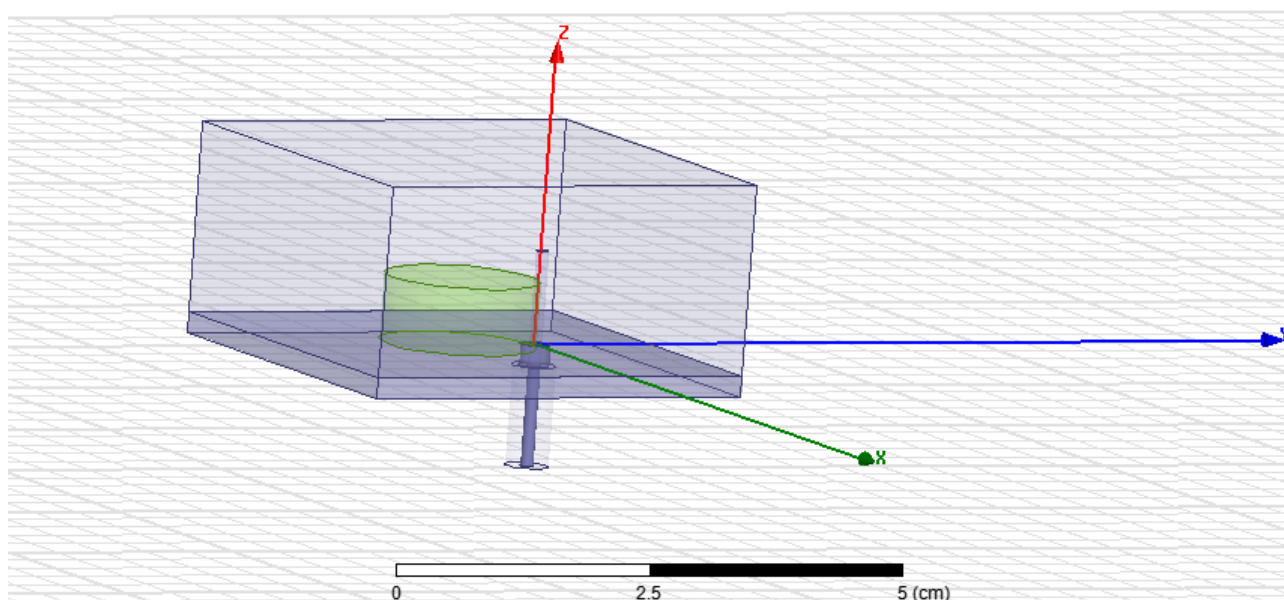
3.4.6 SIMULAÇÃO POR HFSS.

Com objetivo de estimar parâmetros importantes, como por exemplo, diagramas de radiação, ganho, diretividade, dentre outros, é feita uma validação numérica dos resultados experimentais. Assim, foram feitas simulações com o auxílio do software

HFSS (“High Frequency Structure Simulator”) em que utiliza como base os métodos de elementos finitos (FEM), que divide os objetos presentes no modelo em um grande número de pequenas regiões (elementos), em que cada elemento é um tetraedro formado por quatro triângulos equiláterais, sendo que essa coleção de tetraedros é denominada de malha (“mesh”) do elemento finito [BALANIS, 2009, ROCHA et al, 2006].

A interface de trabalho do HFSS pode ser vista na Figura 24 que também apresenta a malha gerada para uma DRA e a caixa de vácuo que absorve a radiação emitida pela antena para estimar o valor do campo eletromagnético radiado.

Figura 24: Interface de trabalho do HFSS mostrando uma malha de elementos finitos na DRA e no plano de terra.



Fonte: Próprio Autor.

O HFSS emprega um processo iterativo, denominado análise adaptativa, no qual a malha é automaticamente refinada em regiões críticas. Primeiro, é gerada uma solução baseada numa malha inicial de qualidade inferior. Em seguida, o programa refina a malha nas áreas de maior densidade de erros e gera uma nova solução. As DRAs sob plano de terra alimentadas pela sonda têm a sua geometria estrutural aberta. Será necessário delimitar a região do problema (pois deve-se considerar o espaço adjacente ao arranjo). Interior a esta região será obtida a solução de campo [COSTA, 2007; BALANIS, 2009, ROCHA et al, 2006; KAI, 2000; FERNANDES, 2012].

Para simulação no programa HFSS são necessários os dados da permissividade relativa e da tangente de perda dielétrica que são obtidos através do método de Hakki

- Coleman juntamente com os dados da geometria da amostra (raio e altura).

RESULTADOS E DISCUSSÕES.

4.1 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL.

Nesta seção é descrita a caracterização estrutural das amostras. Na subseção 4.1.1 é apresentada a análise difratométrica das amostras do compósito estudado, bem como, os resultados do método de Refinamento de Rietveld. Na subseção 4.1.2 são mostrados os resultados de Picnometria, e na subseção 4.1.3 são apresentados os resultados da Microscopia Eletrônica de Varredura.

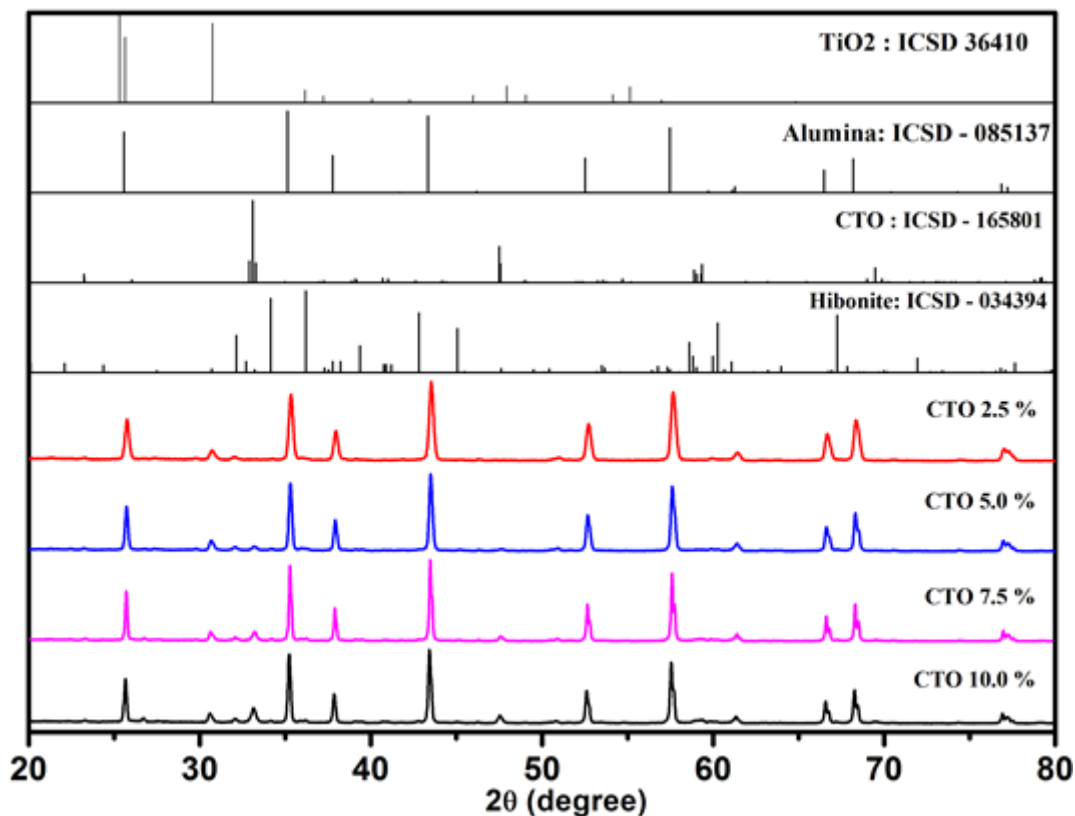
4.1.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.

As fases cristalinas apresentados na cerâmica foram encontrados por análise de difração de raios-x para o padrão dos compósitos de $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$. Os picos de difração apresentados nos padrões de XRD na Figura 25 demonstram a presença de três ou quatro fases cristalinas, dependendo da concentração CTO, alguns picos não associadas para CTO ou alumina foi associada à presença de hibonite e TiO_2 .

O refinamento Rietveld foi realizada para a confirmação das fases propostas (Tabela 4). O refinamento foi realizado com CTO ortorrômbico (ICSD: 165.801, grupo espacial PNMA) em conjunto com alumina (ICSD: 85.137, grupo espacial R-3C), TiO_2 (ICSD: 36410, grupo espacial 4/mmm) e hibonite, $CaO.6Al_2O_3$, (ICSD: 34394, espaço grupo P63/mmc). O refinamento de Rietveld foi realizada por DBWStools 2.3 associada com DBWStools (interface gráfica).

O $\alpha-Al_2O_3$ (“corundum”) é a fase predominante, mas $CaTiO_3$ (CTO) e $CaO.6Al_2O_3$ (hibonite) estão presentes em cada concentração. Isto se deve, ao fato que parte do titanato de cálcio ($CaTiO_3$) reage com a alumina (Al_2O_3) e é convertido em hibonite ($CaO.6Al_2O_3$). Fato que já foi relatado por Teodossiev (2011 e 2012). Uma possível explicação para esta formação é indicado pela pequena presença da fase TiO_2 . a qual

Figura 25: Difratomogramas pó de amostras com 2.5, 5.0, 7.5 e 10% adição de CTO sinterizadas a temperatura de 1350 °C, e as fases encontradas são: CTO, Alumina, hibonite, e TiO_2 .



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 4: Dados obtidos a partir do Refinamento de Rietveld.

Amostras	R_{wp}	Fases	R_{Bragg}	Peso (%)	$\rho(g.cm^{-3})$
CTO 2.5%	16.07	Al_2O_3	7.82	97.98	3.98
		CTO	-	-	-
		Hibonite	9.95	1.79	3.72
		TiO_2	7.00	0.23	4.16
CTO 5.0%	15.89	Al_2O_3	6.08	93.99	3.98
		CTO	6.12	1.41	4.01
		Hibonite	8.47	4.28	3.75
		TiO_2	7.38	0.32	4.15
CTO 7.5%	15.36	Al_2O_3	4.92	90.41	3.98
		CTO	3.88	4.54	4.02
		Hibonite	8.32	4.84	3.75
		TiO_2	9.73	0.21	4.22
CTO 10.0%	14.95	Al_2O_3	5.18	87.57	3.98
		CTO	3.22	7.43	4.02
		Hibonite	8.53	4.80	3.75
		TiO_2	9.07	0.20	4.24

Fonte: Próprio Autor.

provoca o deslocamento do cátion Ca^{2+} do CTO.

Os resultados de refinamento mostram que o ajuste de dados experimentais com

as fases propostas demonstram boa concordância, com valores de R_{wp} abaixo de 20 e R_{Bragg} com valores abaixo do 9 para a maioria das fases testadas, algumas fases apresentaram R_{Bragg} com valores acima de 9, que isto pode ser associado com baixas concentrações de fases analisadas. Então pode inferir que $TiO_2 - CaO.6Al_2O_3$ (hibonite) em quantidade comparável à quantidade de CTO na amostra CTO 7.5%. Estas duas fases são aproximadamente duas vezes mais na amostra com 5% CTO comparado à amostra com 2.5% CTO fato que também foi observado por Teodossiev (2011 e 2012) em outras concentrações de CTO .

A fase hibonite acrescenta uma natureza refratária ao compósito. Porém, um aumento da temperatura de sinterização acima de $1350^\circ C$, aumenta a quantidade de hibonite — $CaO.6Al_2O_3$ e respectivamente, a quantidade de CTO diminui. Isto favorece, o surgimento da β -alumina que reduz as características mecânicas da cerâmica à base Al_2O_3 [LEITE, 2008; TEODOSSIEV, 2011; TEODOSSIEV, 2012; BUCHVAROV, 2003].

4.1.2 PICNOMETRIA.

A densidade dos compósitos cerâmicos foi analisada pela picnometria, e na tabela 5 mostra a densidade para os compósitos. Observa-se um aumento dos valores da densidade para todas as amostras, com o aumento da concentração de CTO na matriz Al_2O_3 , conforme a Figura 26.

Tabela 5: Densidade aparente, densidade teórica, densidade relativa e resultados de porosidade da picnometria para compósitos de Alumina-CTO.

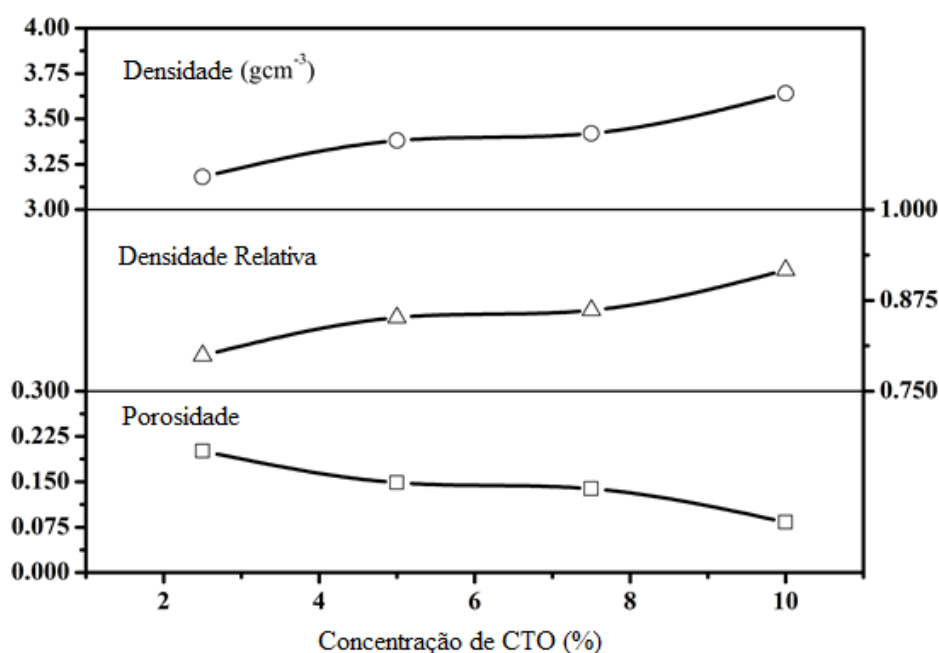
Amostra	$\rho_{aparente}$	$\rho_{teórico}$	$\rho_{relativo}$	Porosidade
CTO 2.5%	3.18	3.98	0.80	0.20
CTO 5.0%	3.38	3.97	0.85	0.15
CTO 7.5%	3.42	3.97	0.86	0.14
CTO 10.0%	3.64	3.97	0.92	0.08

Fonte: Próprio Autor

Os resultados de picnometria também demonstraram um bom acordo com os resultados de difração de raios-x, onde as fases refinadas apresentaram valores compatíveis de densidade com a densidade medida. No cálculo de densidade teórica foi utilizada a densidade de monocristal obtidas no refinamento Rietveld para todas as fases e utilizando a equação 4.1.

$$\rho_{mistura} = \frac{100}{\frac{\%fase_1}{\rho_{fase_1}} + \frac{\%fase_2}{\rho_{fase_2}} + \dots + \frac{\%fase_n}{\rho_{fase_n}}} \quad (4.1)$$

Figura 26: Variação da densidade aparente, densidade relativa e porosidade com a concentração de CTO.



Fonte: Próprio Autor.

4.1.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).

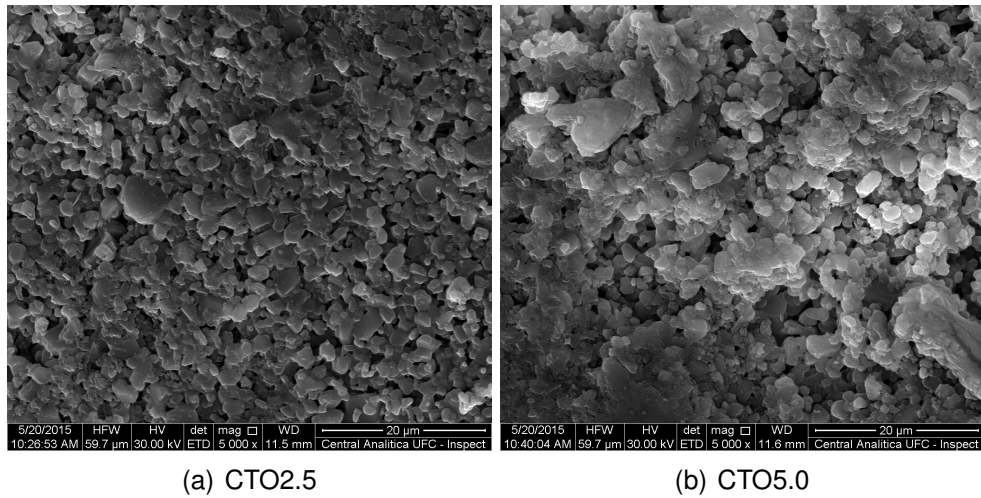
A morfologia dos grãos da superfície dos compósitos foi caracterizada por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As mesmas estão representadas nas Figuras 27 e 28 com um fator de ampliação de 5000x. Os grãos de todas as amostras exibiram morfologia diversa com existência de aglomerados.

Por inspeção visual foi possível observar que o aumento da concentração de CTO, na composição do compósito, promoveu crescimento do tamanho de grão e melhor sinterização da peça cerâmica. Isto se deve a coalescência que ocorreu na sinterização que provocou uma diminuição dos espaços vazios, ao longo das regiões de contato entre as partículas adjacentes que observada para todas as amostras, aumentando a densificação do material, confirmando os resultados da picnometria.

Nas próximas micrografias mostram a diminuição da porosidade das concentrações 5% a 10.0% CTO a matriz Alumina com fator de ampliação de 1000x.

A Figura 30 ilustra como a densidade do compósito segue o modelo da regra das misturas proposto por Lichtenecker [HURON, M.J; VIDAL, J., 1979].

Figura 27: Micrografia das amostras do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ com ampliação de 5000x (resolução: 20 μm)

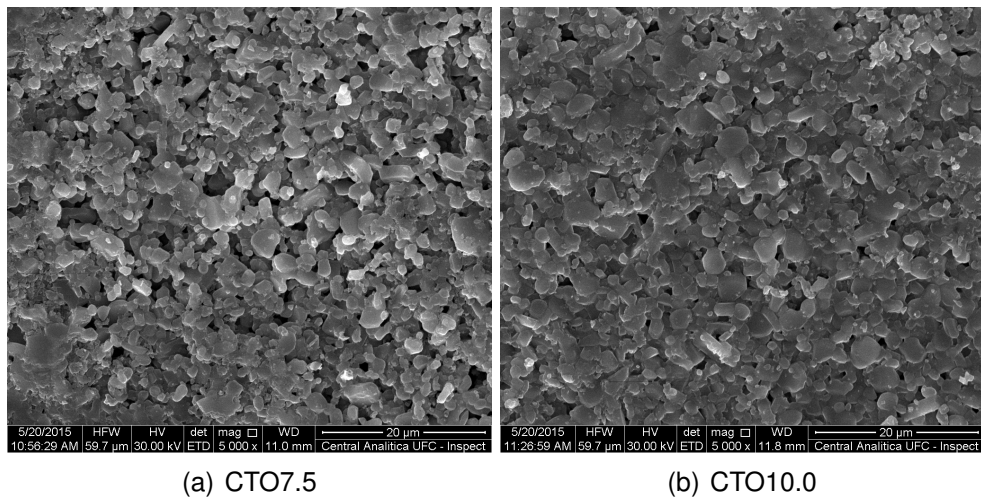


(a) CTO2.5

(b) CTO5.0

Fonte: Próprio Autor.

Figura 28: Micrografia das amostras do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ com ampliação de 5000x (resolução: 20 μm)



(a) CTO7.5

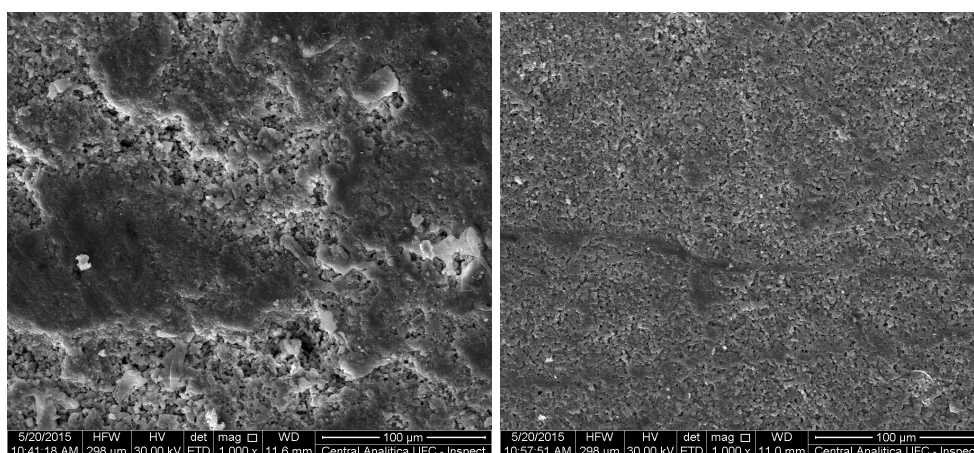
(b) CTO10.0

Fonte: Próprio Autor.

$$\ln D_m = X_{Al_2O_3} \ln D_{Al_2O_3} + X_{CaTiO_3} \ln D_{CaTiO_3}, \quad (4.2)$$

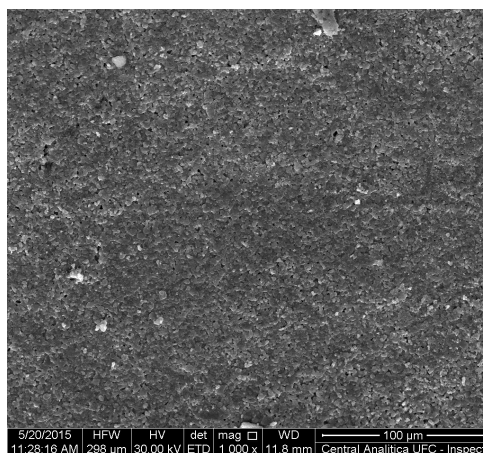
onde, D_m é a densidade teórica, X e D do segundo termo são as quantidades mássicas percentuais e a densidade experimental obtida pelo método de Arquimedes para cada fase na mistura, respectivamente. Com base nesse modelo pode-se observar que a densidade do compósito variou quase linearmente em função do incremento de CTO. Isto é, atribui-se esta não concordância a formação da fase hibonite. Este fato está mais destacado no compósito CTO5.0. Pode-se dizer que o resultado obtido na 4.2 está em conformidade com os dados de DRX apresentando coerência com as

Figura 29: Micrografia das amostras do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ com ampliação de 1000x (resolução: 100 μm)



(a) CTO5.0

(b) CTO7.5



(c) CTO10.0

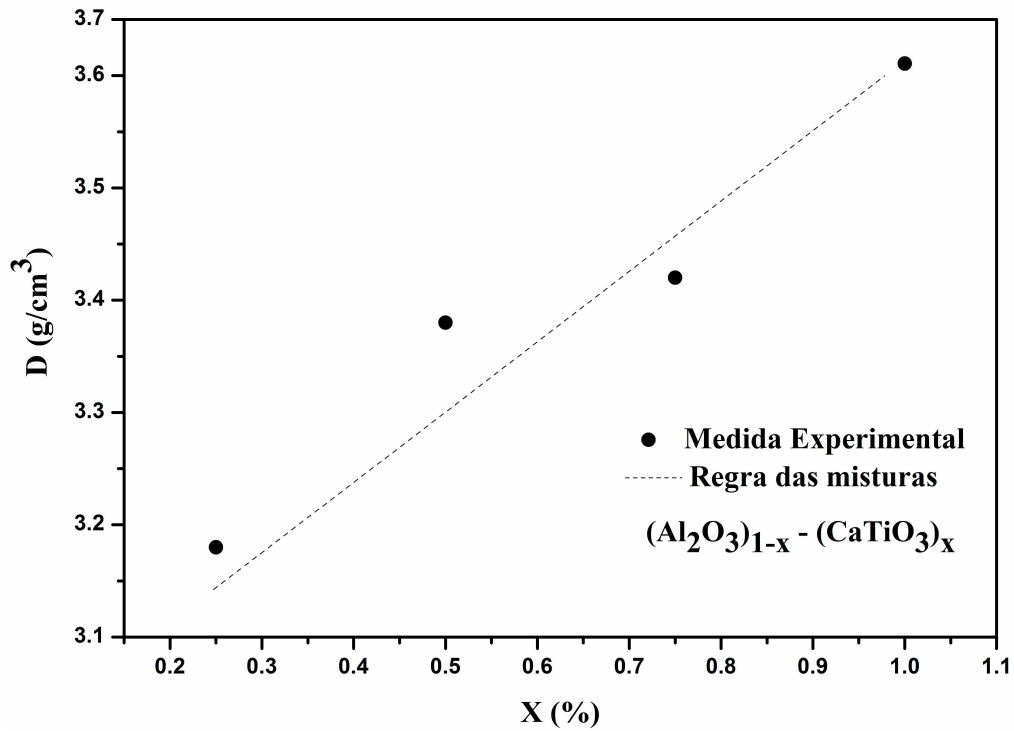
Fonte: Próprio Autor.

micrografias da Figura 29. Portanto, inferimos a partir dos resultados obtidos pelo MEV, que a fase CTO na matriz Alumina contribuiu com o aumento da densificação dos compósitos.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DIELÉTRICA DAS AMOSTRAS.

4.2.1 RF COM VARIAÇÃO DE TEMPERATURA.

A caracterização em radiofrequência permite, através das medidas de impedância complexa, obter informações a respeito da permissividade, das perdas dielétricas, da condutividade das amostras, do coeficiente de variação da capacitância com a

Figura 30: Densidade em função da composição mássica do composto $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ 

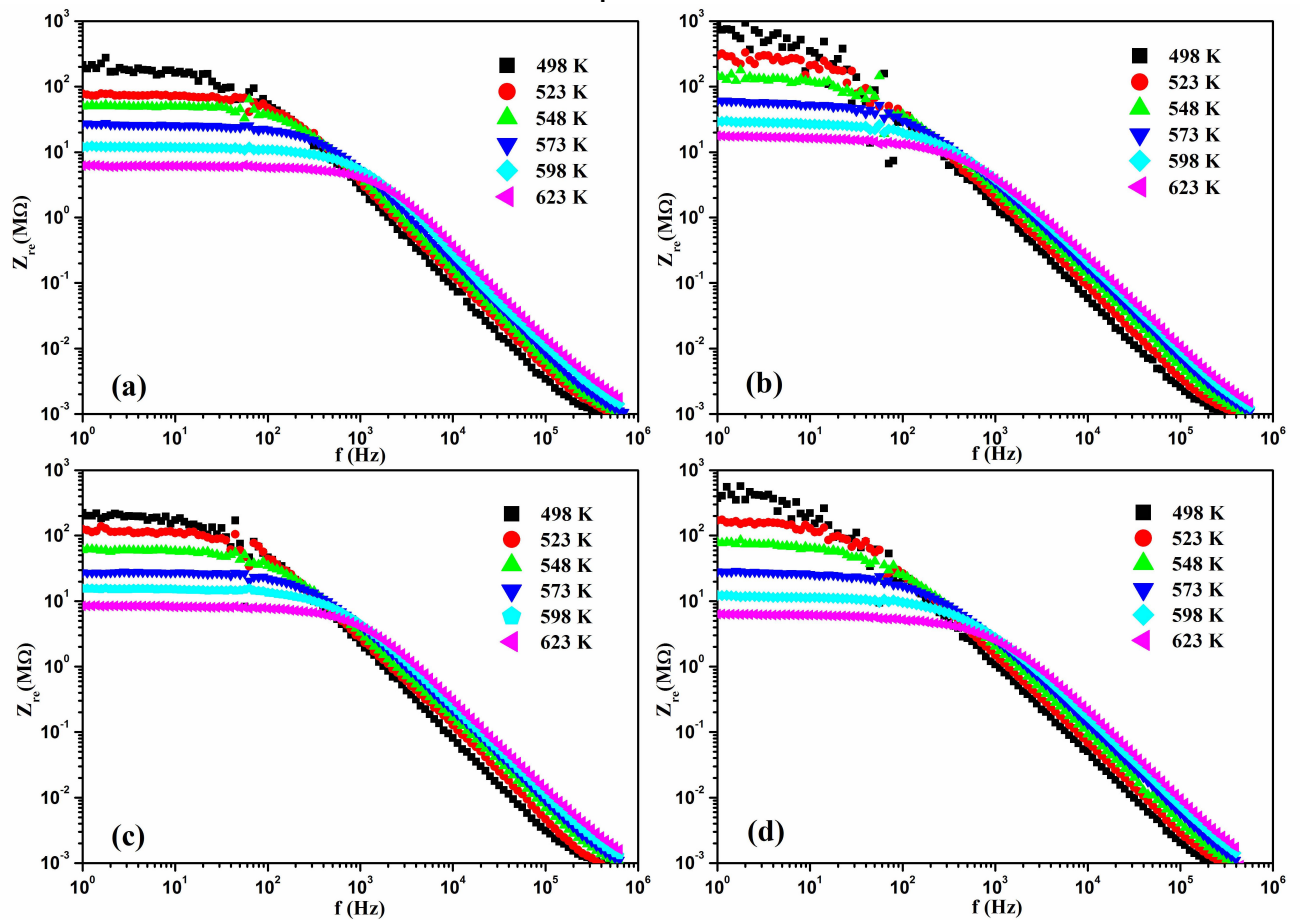
Fonte: Próprio Autor.

temperatura (TCC) e da energia de ativação necessária para realinhar os dipolos elétricos. Esses parâmetros são importantes para fornecer a base para uma interpretação das propriedades do material, relacionando-as com a sua caracterização microestrutural

As propriedades dielétricas de $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ na faixa de RF foi estudada pelos métodos de espectroscopia de impedância complexos [OLIVEIRA, R. G. M et al, 2014]. As propriedades dielétricas são obtidas a partir das equações básicas $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$, $tg\delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$, $M^* = \frac{1}{\epsilon^*}$, $\sigma = j\omega\epsilon_0\epsilon^*$, $\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12}$ F/m. As partes reais e imaginárias da impedância complexa Z^* , Z_{re} e Z_{im} , respectivamente, em função da frequência na faixa de 1 Hz a 10 MHz, são estudados para o intervalo de temperatura de 498K a 623K. Os resultados das amostras são mostrados nas Figura 31 e 32.

A parte real Z_{re} atingiu valores mais elevados em frequências baixas e diminui como aumento de frequência conforme o esperado. Examinando a influência da temperatura, observou-se que para todas as amostras de CTO, os valores de Z_{re} próximos da frequência 1 Hz diminui bruscamente, a tendência a zero para temperaturas maiores que 623 K. Os resultados para todas as amostras são destacados na tabela 6 que ocorre para todas as amostras testadas. Isto é indicativo de um possível aumento de condutividade AC para temperaturas mais elevadas. A

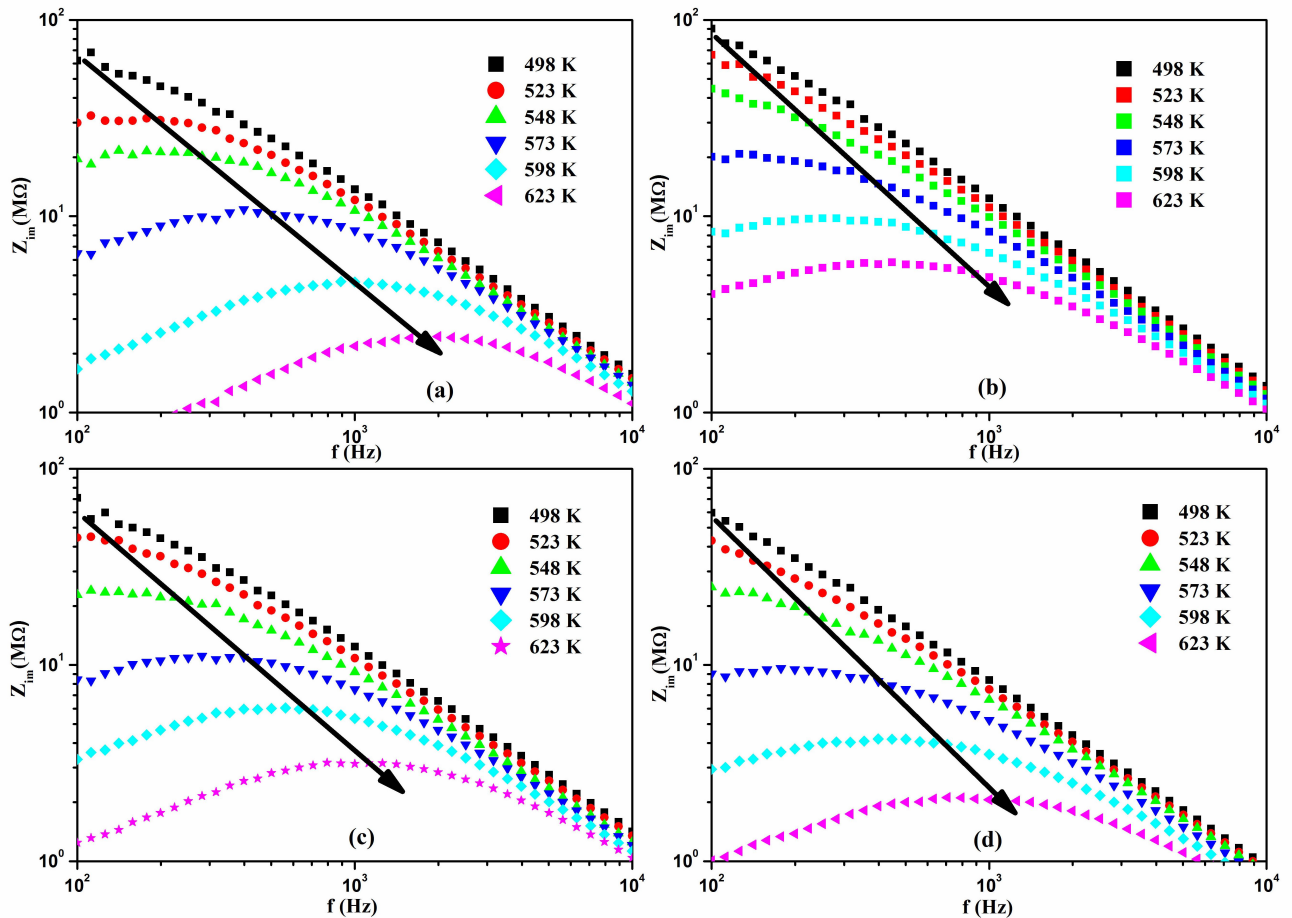
Figura 31: $Z_{re}(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0



Fonte: Próprio Autor.

Figura 31 também sugere que Z_{re} em diferentes temperaturas tende para o mesmo ponto quando a frequência aumenta. Isto é indicativo de um livre movimento de portadores de cargas quando a frequência aumenta. A resposta em frequência de Z_{im} para a mesma faixa de temperatura é mostrada na Figura 32. As posições dos picos deslocam para as frequências mais altas com aumento da temperatura. Esta mudança ocorre no valor máximo de frequência em todas as amostras, indicando uma condução ativa associada com reorientação dipolo [OLIVEIRA, R. G. M et al, 2014]. O alargamento dos picos da frequência são mostrados para curvas Z_{im} com o aumento da temperatura sugerem que há uma expansão do tempo de relaxamento, ou seja, a existência de uma temperatura de relaxamento dependente do fenômeno elétrico no compósito dado pela relação $2\pi f_r \tau = 1$ onde f_r é a frequência de relaxamento. Este fenômeno é independente dos fatores geométricos da amostra e depende basicamente das propriedades intrínsecas do material [BARIK, S. K.; MAHAPATRA, P. K.; CHOUDHARY, R. N., 2006; BARSOUKOV, E.; MACDONALD, J. R., 2005].

Figura 32: $Z_{im}(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 6: Os valores de Z_{re} para todas as amostras em 1 Hz.

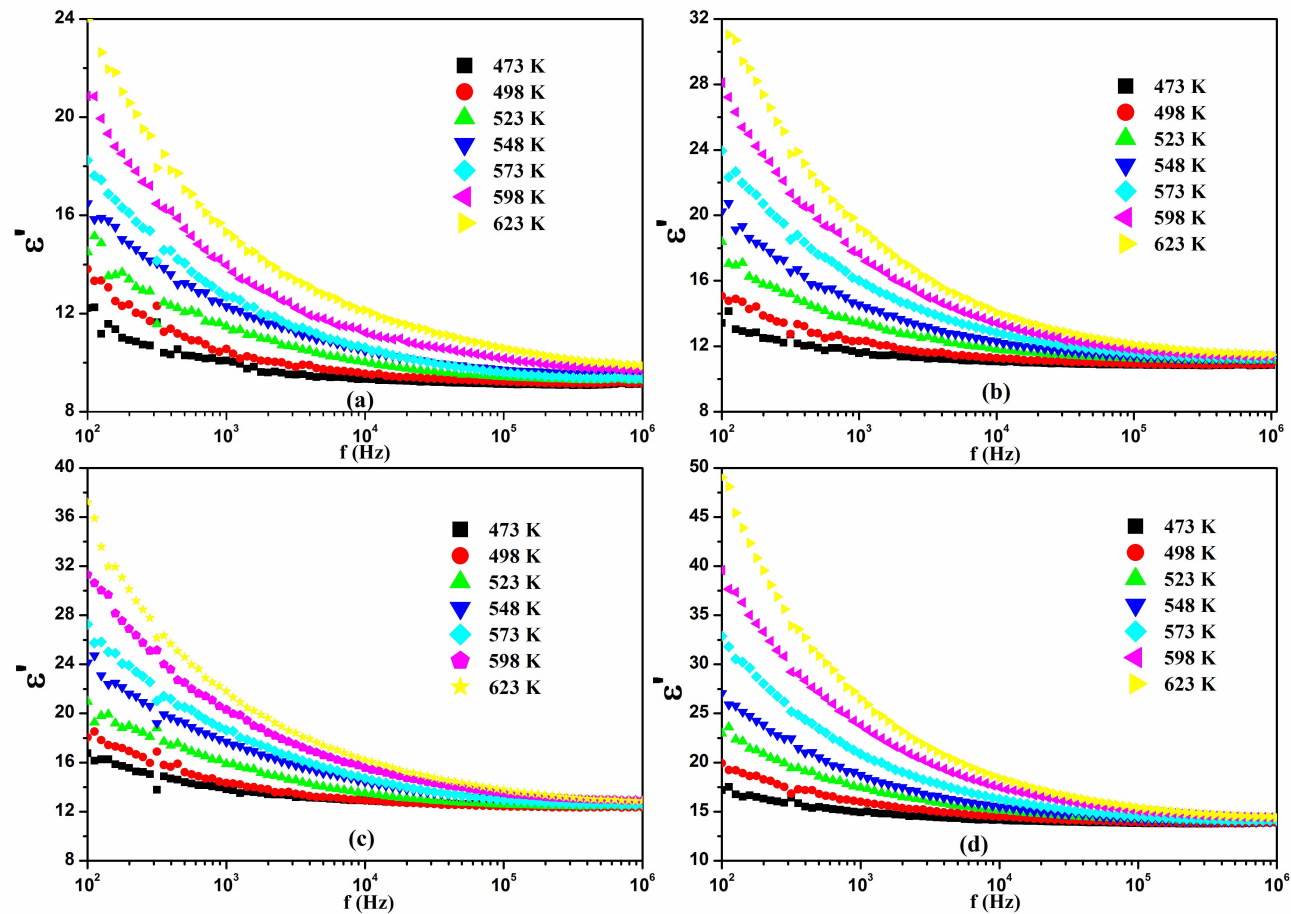
Temperatura(K)	$Z_{re} (M\omega)$			
	CTO 2.5%	CTO 5.0%	CTO 7.5%	CTO 10.0%
498	214.32	963.84	222.27	371.83
523	77.69	298.37	125.36	170.73
548	49.95	144.78	60.17	79.07
573	27.40	61.43	27.60	28.58
598	12.00	29.31	15.58	12.22
623	6.21	17.62	8.45	6.32

Fonte: Próprio Autor

Os valores de permitividade real e imaginária para as amostras de CTO diminuem com aumento da temperatura (Figura 33 e Figura 34). A diminuição da constante dielétrica com o aumento da frequência pode ser explicada pela teoria fenomenológica da Koop (1951), que considera a estrutura como de duas camadas dielétricas não homogênea de Maxwell-Wagner [KOOPS, C. G, 1951]. Neste modelo, a estrutura dielétrica consiste em grãos que conduzem bem, enquanto nas fronteiras dos grãos e entre grãos, a condução é pobre. Este resultado é esperado porque faz com que

a inserção $CaTiO_3$ cause a densificação de Al_2O_3 e aumentando sua permissividade [PENN, S. J.; PENN, S. J.; ALFORD, N. M.; ALFORD, N. M, 1997], ou seja, tanto porosidade quanto resistividade diminuem. Isto pode reduzir a condutividade em frequências muito baixas, o que resultará em maiores constantes dielétricas do material em baixas frequências, como observado na Tabela 7.

Figura 33: $\epsilon'(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0



Fonte: Próprio Autor.

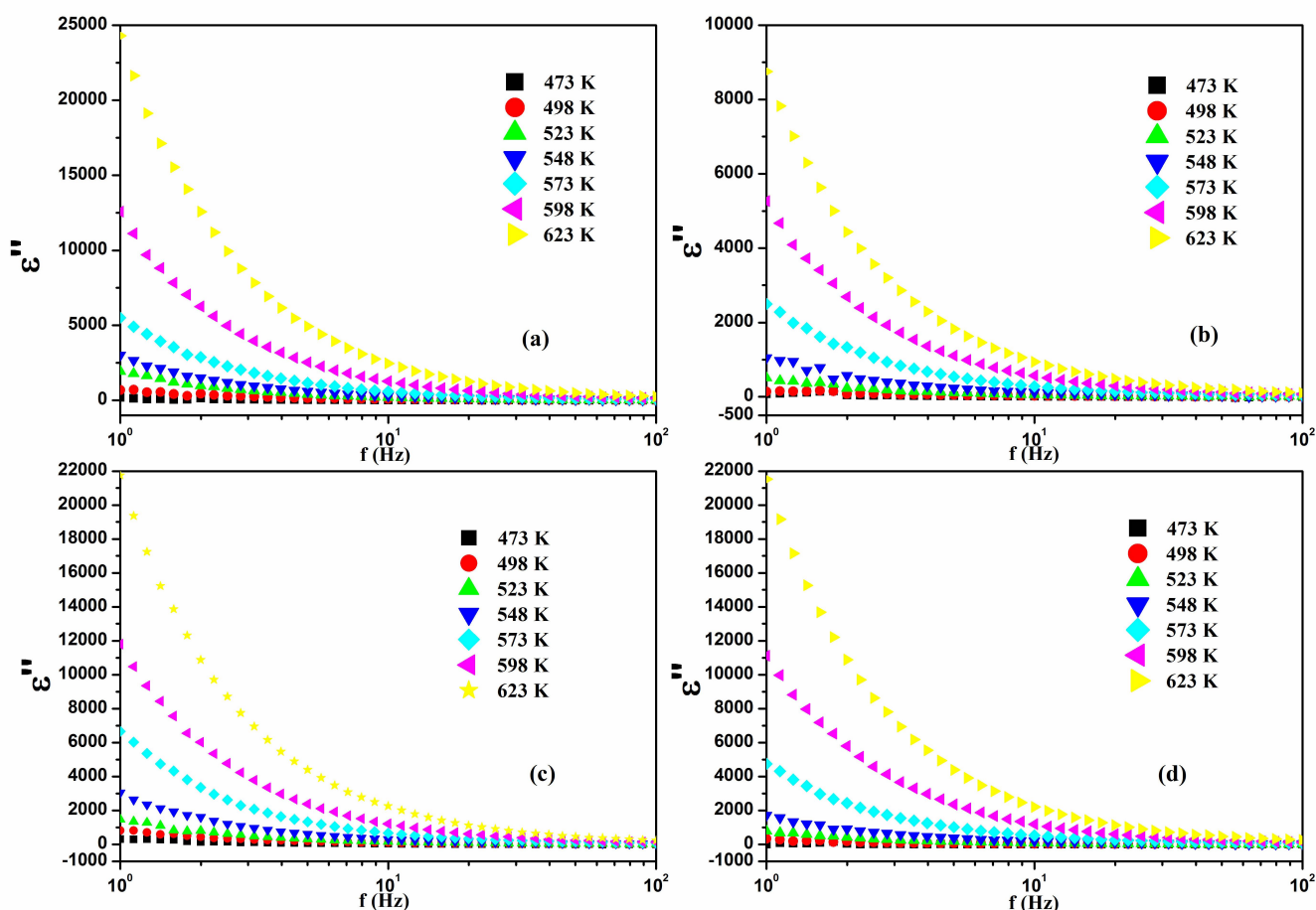
Tabela 7: Os parâmetros elétricos e dielétricas de $Al_2O_3 - CaTiO_3$ em 498 K.

Composição	$\sigma_{DC}(10^{-6}\Omega^{-1}m^{-1})$	E_a (eV)	$\sigma_0(10^{-6}\Omega^{-1}m^{-1})$	W_M (eV)	T = 623 K		
					ϵ'	ϵ''	ϵ''_{DC}
CTO2.5	0.0388	0.77	1.349	0.258	23.99	258.74	698.30
CTO5.0	0.0078	0.83	0.486	0.284	32.86	107.48	140.41
CTO7.5	0.0456	0.71	1.208	0.267	37.20	231.60	820.16
CTO10.0	0.0190	1.15	1.196	0.261	49.02	252.54	341.77

Fonte: Próprio Autor

As Figuras 35 e 36 ilustram o comportamento da constante dielétrica com a temperatura. Nota-se que para regiões de baixas temperaturas, $T < 400$ K, há variações ϵ' para diferentes frequências e que diminuem ao longo das adições de

Figura 34: $\varepsilon''(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0



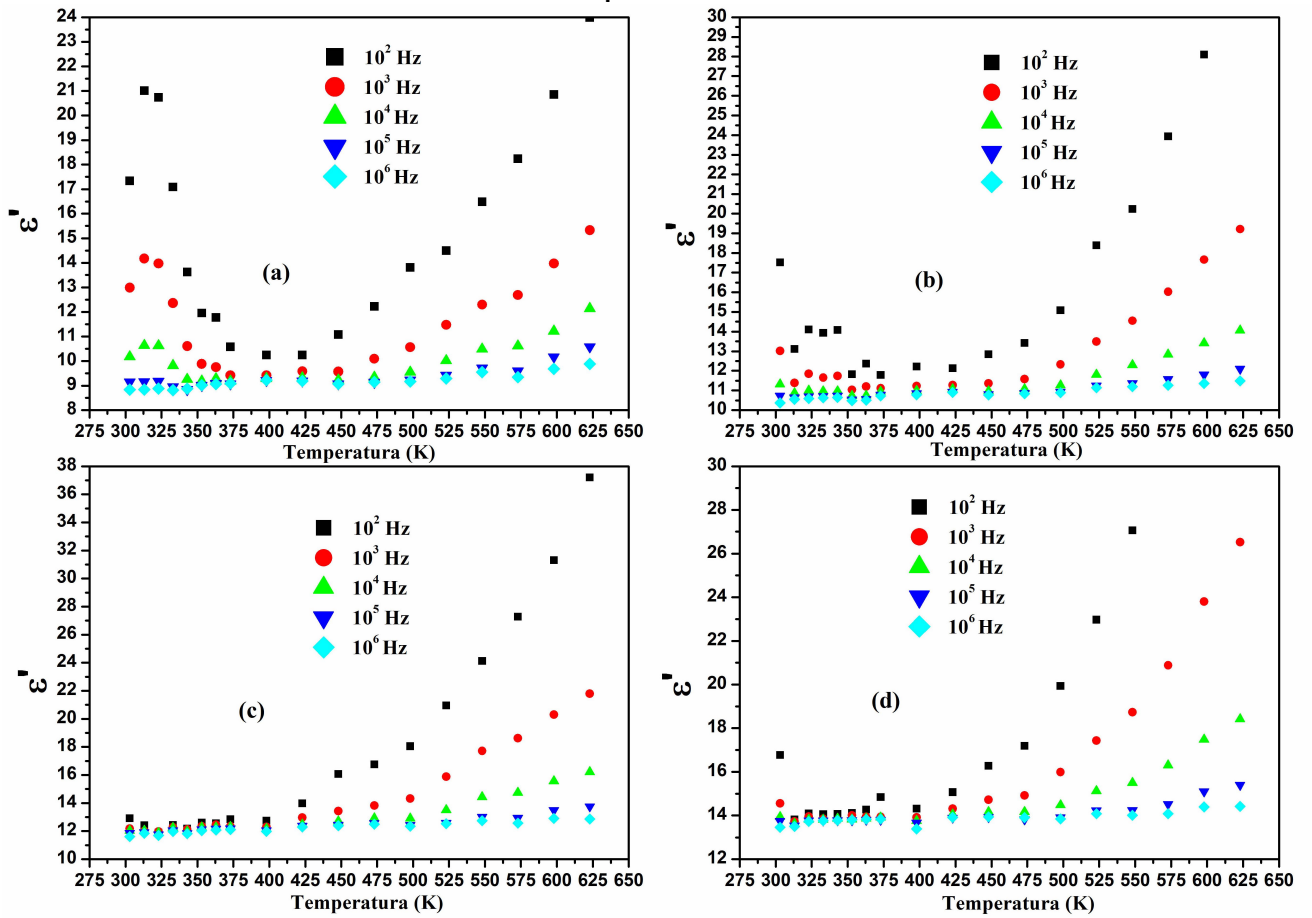
Fonte: Próprio Autor.

CTO. Isto é um indicativo que a adição do CTO leva o TCC do compósito (coeficiente de variação da capacitância com a temperatura) para valores negativos considerando uma frequência de operação. Na medida que as frequências aumentam os valores de TCC aumentam. A variação de TCC também aumenta com a temperatura, e os valores de TCC assumem valores positivos.

Nas regiões acima de 400 K, os valores de TCC vão para valores positivos com o aumento da temperatura e adição de CTO. Caem para valores mais baixos com aumento da frequência, bem como, ocorre o aumento de ε'' com a temperatura.

Em dielétricos com a presença da polarização iônica causa um incremento nas constantes dielétricas com um aumento da temperatura [ABO EL ATA, A. M.; ATTIA, S. M.; MEAZ, T. M, 2004]. Os átomos ou moléculas nas amostras não podem na maioria dos casos, orientar-se na região de baixa temperatura. Com aumento da temperatura a orientação dos dipolos é facilitada e a permissividade aumenta. Porém,

Figura 35: $\varepsilon'(T)$ com variação de frequência de 10^2 Hz a 10^6 Hz para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0



Fonte: Próprio Autor.

em temperaturas mais elevadas, a agitação térmica das moléculas é reforçada, e o grau de ordem é diminuída, assim, a permissividade atinge um valor máximo [ANANTHARAMAN, M. R., 1999].

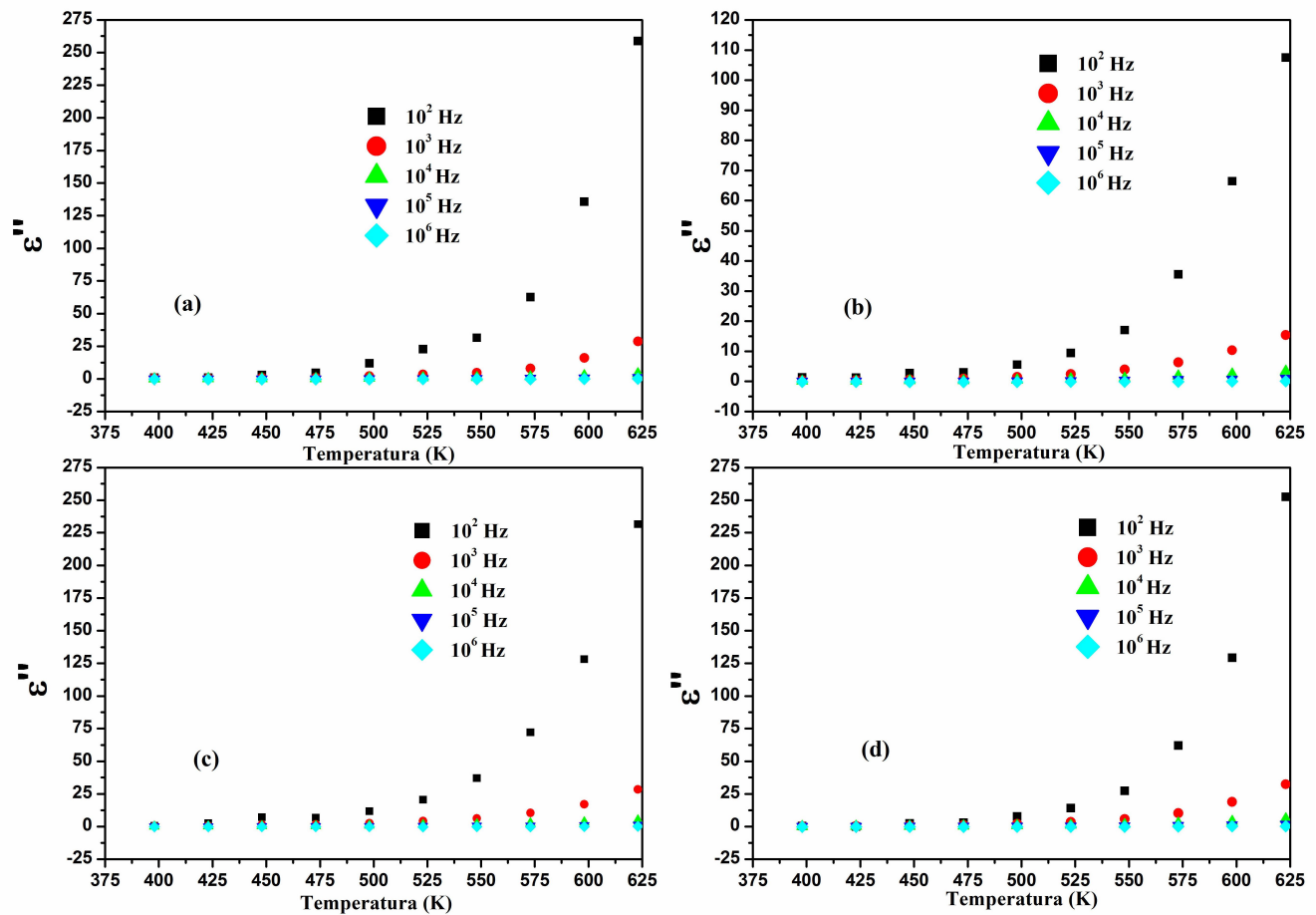
Nas frequências mais elevadas, o efeito da temperatura na constante dielétrica é desprezível, já em baixas frequências é bem notável. Este comportamento foi observado em todas as amostras.

Para analisar a perda dielétrica observada em baixas frequências calculou-se a perda de condução DC utilizando a seguinte expressão:

$$\varepsilon''_{DC} = \frac{\sigma_{DC}}{\omega \varepsilon_0}, \quad (4.3)$$

onde, ε_0 é a permissividade do espaço livre e ω é a frequência angular. Em temperaturas mais altas e baixas frequências, ε''_{DC} é calculada pela equação 4.3

Figura 36: $\varepsilon''(T)$ com variação de frequência de 10^2 Hz a 10^6 Hz para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0



Fonte: Próprio Autor.

sendo compatível com os resultados experimentais relatados na literatura [ARORA, R.; TRIPATHI, S. K.; KUMAR, A., 1990].

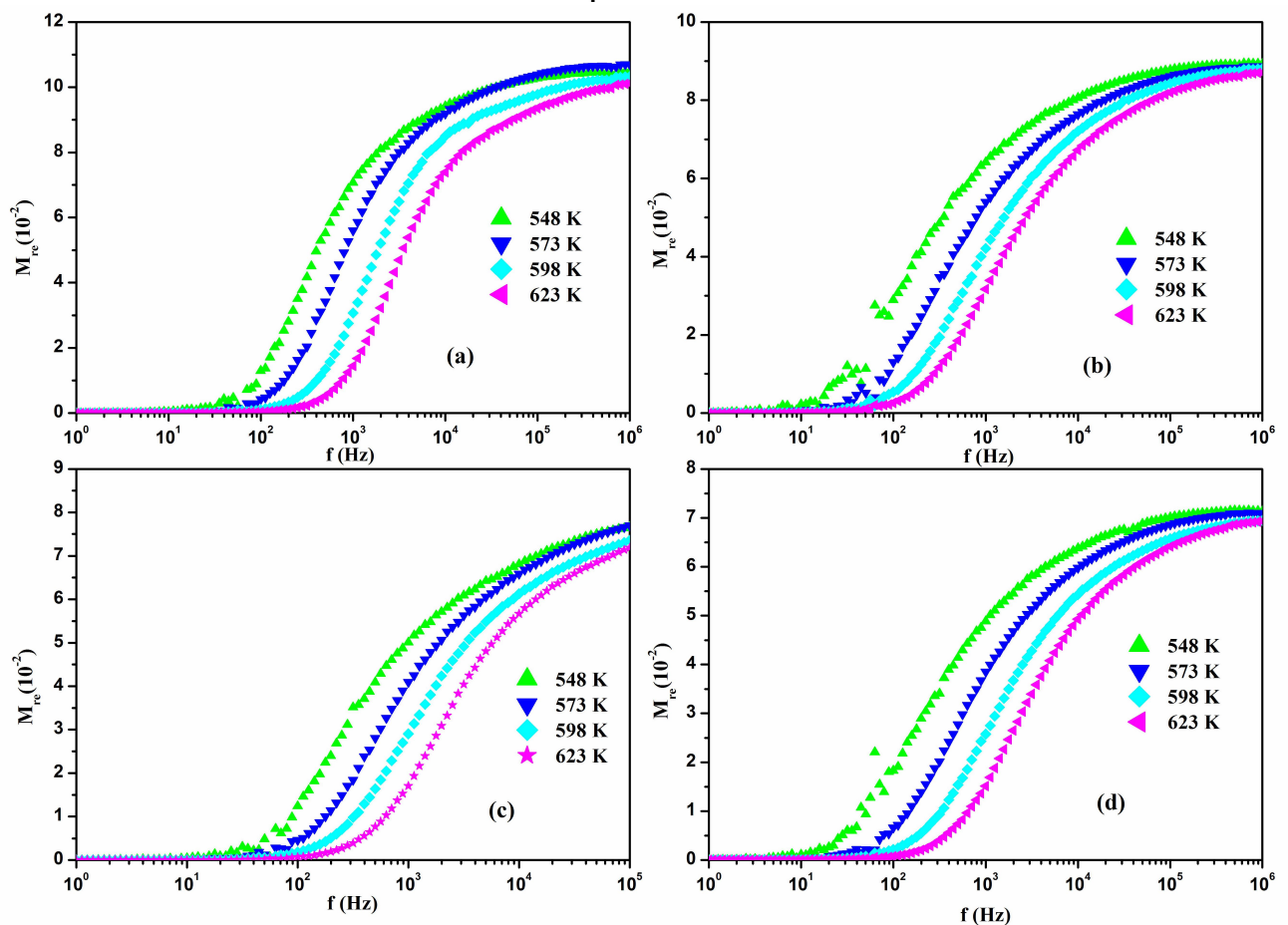
Os valores em uma determinada temperatura e frequência, como é visto na Tabela 7, para $T = 623$ K e $f = 100$ Hz. Percebe-se que estes valores de perda de condução DC apresentou maior do que a perda dielétrica do compósito, ou seja, a perda de condução DC é dominante sobre a perda dielétrica. Assim, estes resultados indicam que a dispersão dielétrica observada pela perda de condução DC pode ser atribuída à dispersão dielétrica nessa região [KUMAR, S.; HUSAIN, M.; ZULFEQUAR, M., 2007].

A função *modulus* dielétrico complexo M^* permite a análise dos fenômenos da condução em cerâmica dielétricos. A resposta de frequência de parte real e imaginária de M^* com a frequência são mostrados nas Figuras 37 e 38. Como pode ser visto, o valor de M_{re} é muito baixo (próximos de zero) na região de baixa frequência, e aumenta monotonamente para todas as temperaturas que tende para o mesmo ponto M_∞ . Isto

é uma evidência de que a mobilidade de portadores de cargas estão envolvidas no processo de polarização [OLIVEIRA, R. G. M et al, 2014].

Com o aumento da temperatura, a posição do pico de M_{im} move-se para a maior frequência e a altura do pico de M_{im} aumenta, indicando a presença de relaxação dielétrica que é termicamente ativada, em que o processo “hopping” de portadores de cargas é predominante [WONG, Y. J; HASSAN, J; HASHIM, M., 2013; HIMANSHU, A. K; CHOUDHARY, B. K.; SINGH, S. N.; GUPTA, D. C.; BANDYOPADHAYAY, S. K.; SINHA, T. P., 2010].

Figura 37: $M_{re}(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0

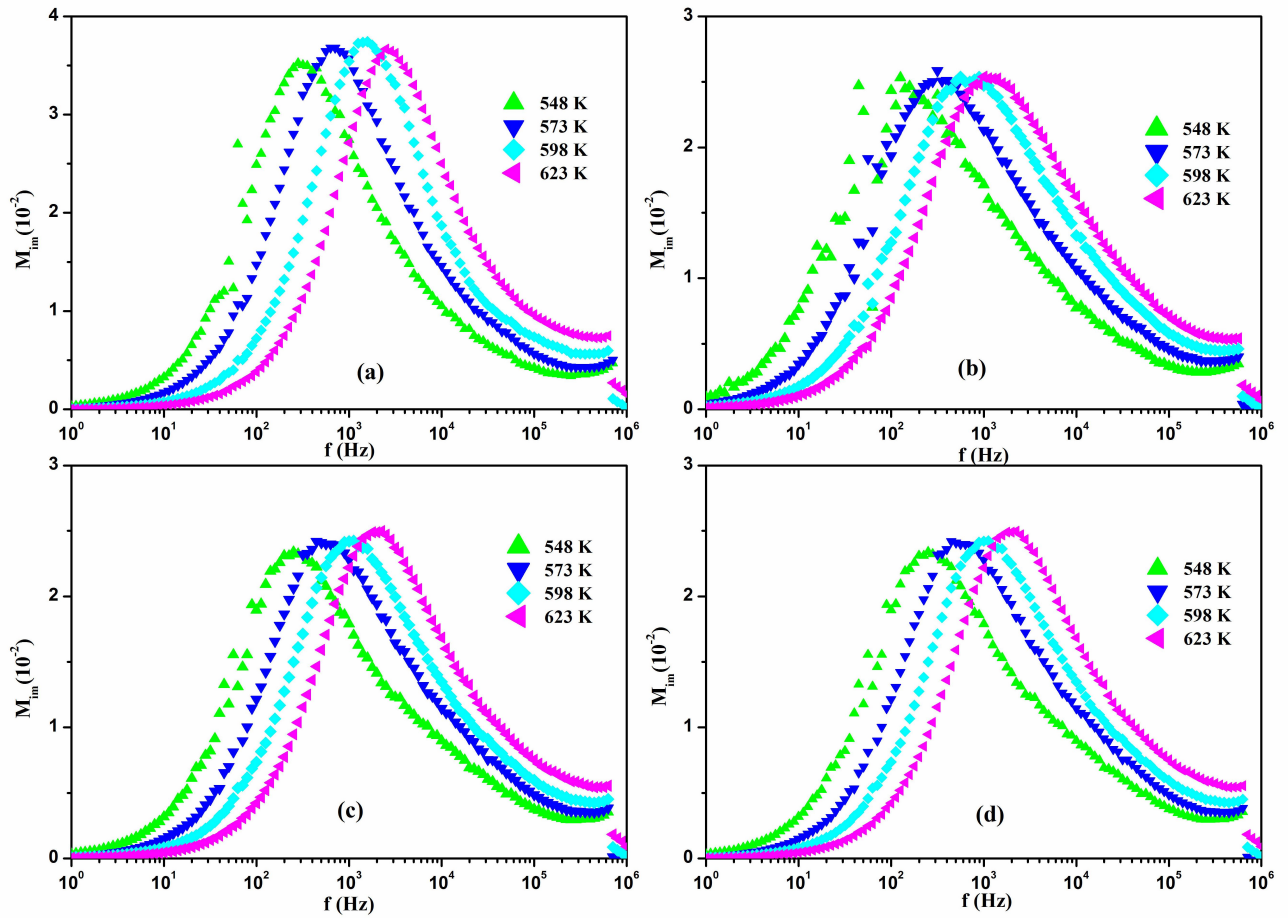


Fonte: Próprio Autor.

Representação da condutividade é um parâmetro muito importante relativo a medição macroscópica de portadores de cargas com seus movimentos microscópicos [OLIVEIRA, R. G. M et al, 2014]. A Figura 39 mostra a condutividade AC em função da frequência e da temperatura para amostra CTO7.5.

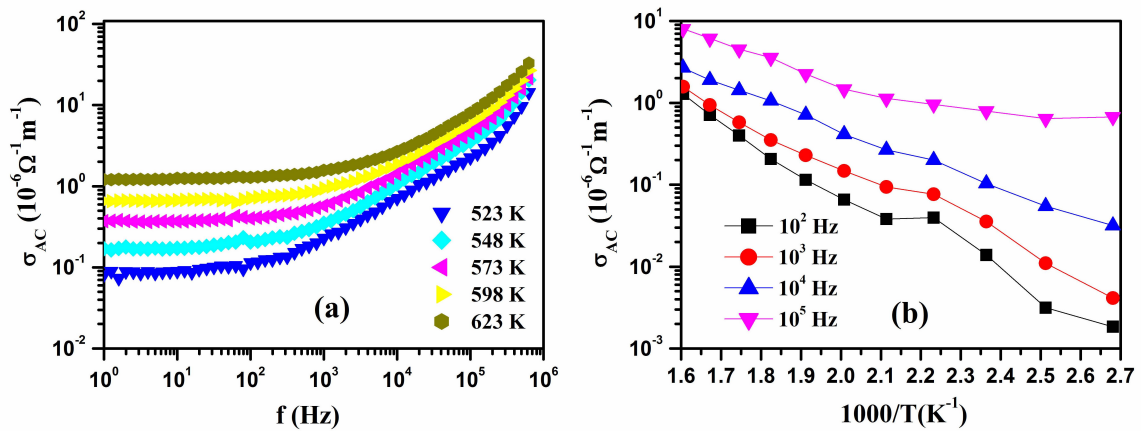
A Figura39a, os valores da condutividade AC aumentam com o incremento da

Figura 38: $M_{im}(f)$ com variação de temperatura para as amostras: (a) CTO2.5; (b) CTO5.0; (c) CTO7.5 e (d) CTO10.0



Fonte: Próprio Autor.

Figura 39: (a) $\sigma_{AC}(f)$ com variação de temperatura (b) $\sigma_{AC}(T)$ com variação de frequência para amostra de CTO7.5.



Fonte: Próprio Autor.

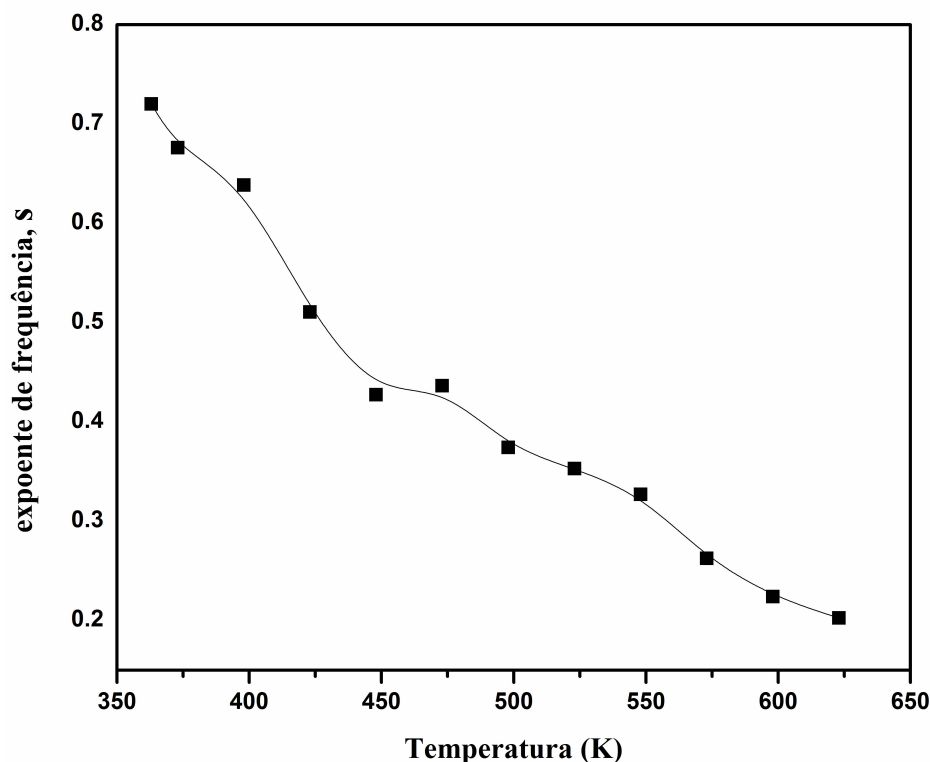
frequência. Isto se deve ao movimento ativo de elétrons e efeito “hopping” entre os sítios vizinhos [WONG, Y. J; HASSAN, J; HASHIM, M., 2013]. Os baixos valores de

condutividade de AC em baixa frequência 1 Hz em Figura 39a pode ser atribuído ao bloqueio de íons entre o eletrodo e amostra [MARIAPPAN, C. R.; GOVINDARAJ, G., 2002]. A condutividade AC é quase constante na região de baixa frequência 1 Hz a 100 Hz. Enquanto, na região de alta frequência, a lei da potência, $\sigma_{AC}(\omega) \approx \omega^s$ é dominante. Esse comportamento é observado em nossas amostras e são relatados nas literaturas [JONSCHER, A. K., 1981; HILL, R. M.; JONSCHER, A. K., 1979]. A Figura 39b, σ_{AC} em função da temperatura exibe diferentes taxas de crescimento. Em baixas temperaturas observa um pequeno aumento de σ_{AC} com temperatura na frequência de 10^2 Hz a 10^5 Hz, enquanto nas temperaturas mais elevadas, σ_{AC} mostra um aumento mais rápido com o aumento da temperatura. Esse comportamento é observado em todas as amostras, e pode ser explicado, pelo “hopping” de elétrons [WONG, Y. J; HASSAN, J; HASHIM, M., 2013].

A condutividade de AC do compósito apresenta o comportamento da lei da potência universal, expressa por $\sigma = \sigma_{AC} + A\omega^s$, onde σ_{AC} é a condutividade de DC, e s e A são os parâmetros característicos. A é uma constante e s é o expoente da lei de potência ($0 < s < 1$). Este expoente é usado para caracterizar o mecanismo de condução elétrica em materiais diferentes. É indicativo da interação entre todas as espécies que participam do processo de polarização dos portadores de cargas. Os valores de s são determinados da inclinação linear do σ_{AC} versus frequência (Figura 39a) [JONSCHER, A. K., 1981; HILL, R. M.; JONSCHER, A. K., 1979; OKUTAN, M.; BASARAN, E.; BAKAN, H. I.; YAKUPHANOGLU, F., 2005].

A figura 40 descreve o comportamento de s com temperatura T para a amostra de CTO7.5. Verificou-se a dependência de temperatura com o valor de s , $s = -0.00194T + 1.37248$. Esta equação foi obtida da Figura 40. Uma aproximação ao valor de 1 quando T tende a 0K sugere o modelo CBH [OKUTAN, M.; BASARAN, E.; BAKAN, H. I.; YAKUPHANOGLU, F., 2005; GHOSH, ASWINI, 1990]. No modelo de CBH, o “hopping” é termicamente ativada, as cargas em mobilidade passam pela barreira de potencial entre sítios vizinhas. Portanto, o valor da barreira de potencial W_M foi calculado a partir da função $(1-s)$ versus curva de T e foi encontrado o valor igual a 0,267 eV para a amostra CTO7.5. A Tabela 7, mostram os dados da barreira de potenciais W_M para todas as amostras

A condutividade DC, em 1 Hz, obedece relação Arrhenius da seguinte forma $\sigma_{DC} = \sigma_0 \exp(-E_a/kT)$ para todas as temperaturas, onde σ_0 é um fator de pré-exponencial, k é a constante de Boltzmann, T é a temperatura absoluta e E_a é a energia de ativação,

Figura 40: Expoente de frequência (s) em função da temperatura T para CTO7.5.

Fonte: Próprio Autor.

bem como, f_{max} como parte imaginária do modulus (M_{im}) tem valor máximo dado pelo $f_{max} = f_0 \exp(-E_a/kT)$, onde f_0 é um fator pré-exponencial, E_a é a energia de ativação, k é a Boltzmann constante e T a temperatura absoluta. A Tabela 8 mostram os valores de energia de ativação calculado a partir da função modulus e a energia de ativação obtida a partir da condutividade DC a 1 Hz para diferentes temperaturas para todas as amostras observa que a diminuição da energia de ativação de CTO7.5 pode ser explicado pelo aumento da dispersão dielétrica atribuído a ϵ''_{DC} e, portanto, uma redução da barreira de potencial W_M [KUMAR, S.; HUSAIN, M.; ZULFEQUAR, M., 2007].

Tabela 8: Valores de energia de ativação em todas as amostras.

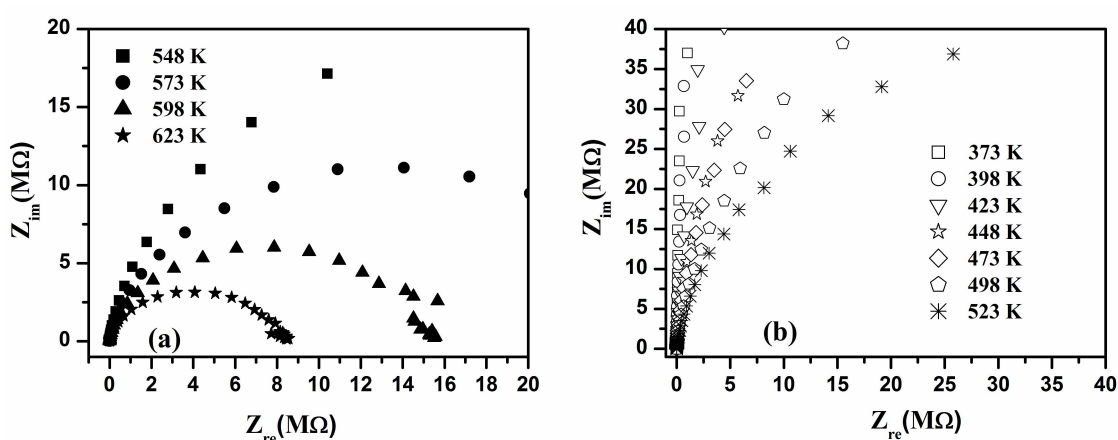
	CTO2.5	CTO5.0	CTO7.5	CTO10.0
Energia de ativação da função modulus	0.72 eV	0.83 eV	0.78 eV	0.92 eV
Energia de ativação da condutividade DC	0.72 eV	0.82 eV	0.76 eV	0.95 eV

Fonte: Próprio Autor

O σ_0 pré-exponencial é obtido a partir do gráfico de resistividade contra $1/T$ para temperaturas acima de 448 K, e a linearidade da resposta muda gradualmente ao

arco semicircular que indica o aumento da condutividade da amostra na figura 41b, quando o $\sigma_0 = \sigma_{min}$ para altas temperaturas [GHOSH, ASWINI, 1990]. O valor do σ_0 pré-exponencial indica se a condução é realizado pelos estados estendidos ou pelos estados localizados. O valor de σ_0 está na faixa de $10^3 - 10^4 \Omega^{-1}cm^{-1}$ para condução de estados estendidos e uma menor para a condução por “hopping” entre estados localizados. A Tabela 7 apresenta os valores de σ_0 pequenos, na ordem de $10^{-6} - 10^{-7} \Omega^{-1}cm^{-1}$. Isto é indicativo que a condução ocorre pelo mecanismo “hopping” [MOTT, N. F., 1978; DAKHEL, A. A., 2006].

Figura 41: Gráfico de Nyquist para CTO7.5 na (a) faixa 548K a 623K (b) 373K a 523K.



Fonte: Próprio Autor.

Para obter um modelo de circuito equivalente, foram ajustados os diagramas de Nyquist de CTO2.5 e CTO7.5 (Figura 42). Os dados foram analisados pelo programa LEVMW, versão 8.08. Os parâmetros são verificadas na Tabela 9. Os parâmetros PRSDRMS e PRSDAV quando estão abaixo de 0,03 indicam uma boa concordância entre o ajuste experimental e computacional, validando o modelo do circuito [MACDONALD, J. R.; FRANCESCHETTI, D. R., 1991].

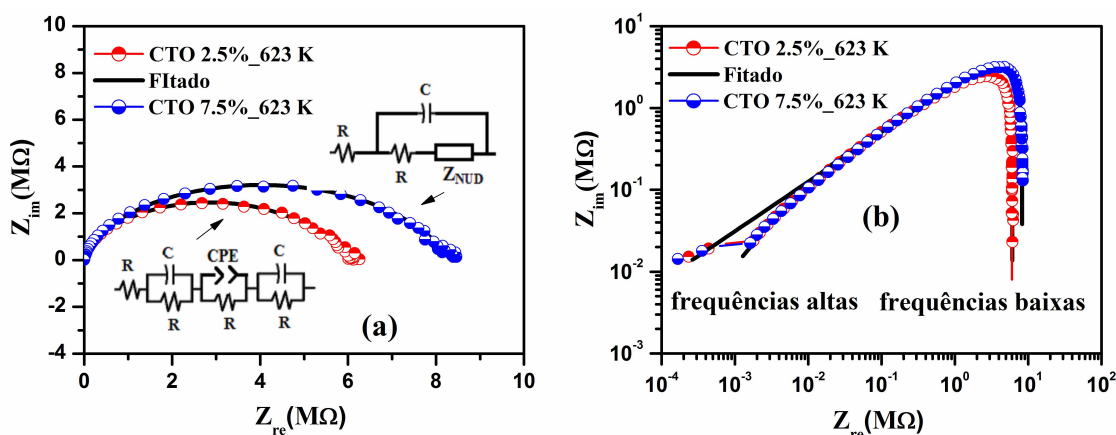
Tabela 9: Ajuste dos parâmetros das curvas fitadas pelo programa LEVMW, versão 8.08 para todas as amostras.

Amostras	Temperatura					
	598 K			623 K		
	PRSDAV	PRSDRMS	Chi-quadrado	PRSDAV	PRSDRMS	Chi-quadrado
CTO2.5	0.013488	0.019453	0.0002789	0.0062779	0.011985	0.0008021
CTO5.0	0.0062779	0.011985	0.0008021	0.0055779	0.010707	0.0006065
CTO7.5	0.0040461	0.0078529	0.0003134	0.0039932	0.0078432	0.0002716
CTO 10.0	0.0047883	0.0091814	0.0004646	0.0047961	0.0093275	0.0004047

Fonte: Próprio Autor

A Figura 42a ilustra as concentrações de 2,5% e 7,5% de CTO com dados experimentais, percebe um desvio significativo desse comportamento R-C simples,

Figura 42: Curvas experimentais e ajustadas para CTO2.5 e CTO7.5 (a) seus circuitos equivalentes sugeridos pelo programa LEVMW, versão 8.08 (b) e com dupla escala logarítmica em seus eixos.



Fonte: Próprio Autor.

tornando-se aparente visível como deformação e alargamento em seu semicírculo no diagrama de Nyquist. Isto é mais claramente visto em uma dupla escala logarítmica (Figura 42b) em CTO2.5 verifica um desvio em alta frequência entre dados da impedância imaginária experimental e teórica está relacionado com a lei da potência de Jonscher. O desvio de comportamento ideal R-C, além de dependência da condutividade com a frequência do processo elementar de “hopping” dos íons é a principal razão da deformação dos semicírculos de impedância no diagrama de Nyquist [BAUERLE, J. E, 1969; FUNKE, K.; BANHATTI, R. D.; BRÜCKNER, S.; CRAMER, C.; KRIEGER, C.; MANDANICI, A.; ROSS, I., 2002.]. Assim, uma aproximação fenomenológica comum descreve esses semicírculos ampliados por uma conexão paralela de um resistor R e um elemento de fase constante (CPE) [SHOAR ABOUZARI, M. R.; BERKEMEIER, F.; SCHMITZ, G.; WILMER, D., 2009]

A condutividade dos grãos e fronteiras de grãos são fortemente influenciados pela porosidade [VERKERK, M.; MIDDELHUIS, B.; BURGGRAAF, A., 1982]. Observa que na Tabela 7, a queda da condutividade em 5% CTO atribui o surgimento de hibonite e TiO_2 na matriz alumina [OLIVEIRA L.S.; GOUVEIA D.X.; SILVA M.A.S.; SOMBRA A.S.B, 2015]. Com o aumento da concentração de 5% a 10% CTO, a porosidade e a condutividade DC diminui. Em temperaturas elevadas, o mecanismo de condução dos portadores de cargas é ativado termicamente. Isto mostra a dependência da condutividade AC com a frequência. [JONSCHER, A. K., 1981]. O circuito equivalente do programa LEVMW, versão 8.08 muda para circuito Randles com difusão não uniforme (NUD) como uma resposta ao aumento de Z_{im} no diagrama de Nyquist

em altas frequências, bem como, pode também atribuir a formação de segundas fases [VERKERK, M.; MIDDELHUIS, B.; BURGGRAAF, A.; 1982; BRUG, G. J.; VAN DEN EEDEN, A. L. G.; SLUYTERS-REHBACH, M.; SLUYTERS, J. H., 1984].

A medida dielétrica da capacitância em função da frequência nos compósitos foi realizada para o cálculo do coeficiente de temperatura da capacitância (TCC). Essa grandeza muda com a temperatura não somente por causa das dimensões do capacitor, que é observado pelo coeficiente térmico de expansão linear (α_L), mas também em função das mudanças de ϵ_r' . Isto é, a avaliação da permissividade é importante para avaliação do TCC. A variação da permissividade relativa a temperatura é designada como coeficiente de temperatura da permissividade (TC_ϵ) [HARROP, P. J., 1969; OSTERHOUT, W. J.; HAAS, A R., 1919; AZAD, A.-M.; PANG, T. Y.; ALIM, M. A, 2003].

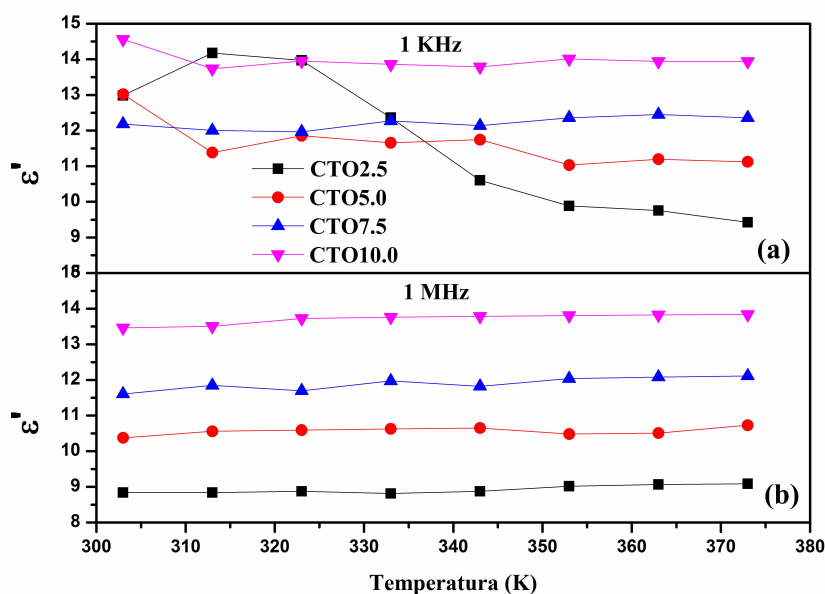
$$TCC = TC_\epsilon + \alpha_L \quad (4.4)$$

Os coeficientes de expansão nas direções x, y e z são idênticos, ou seja, os dielétricos apresentam características de α_L isotrópicas.. A capacitância pode mudar com a temperatura, não só porque as dimensões do capacitor mudam, mas, também, porque a permissividade do dielétrico muda com a temperatura. Assim, pode-se estabelecer regiões onde TCC sejam negativas e positivas, dependendo da faixa de temperatura observada [MOULSON, A. J., HERBERT, J. M., 2003; LEE, B.W. ET AL., 2006].

A Figura 43 ilustra a constante dielétrica nas frequências de 1 KHz e 1 MHz variando com a faixa de temperatura de 303K a 378K para todas as amostras.

A Figura 43, perceber-se que na região de temperatura baixa, $300\text{ K} < T < 350\text{ K}$, em 1KHz e 1 MHz, verifica um crescente aumento do TCC nos compósito, fato que também se repete na região de temperatura mais alta, $T > 350\text{ K}$. Pode-se inferir que a adição de CTO eleva o TCC do compósito. Isto se deve pelos vários motivos, dentre eles, cita-se: que o maior tratamento térmico permitiu uma maior coalescência entre os grãos, que resultou em um material mais denso e, conseqüentemente, um aumento de ϵ_r' , e que houve um reforço da polarização iônica da alumina, que abaixo de 1600°C é predominante [MOULSON, A. J., HERBERT, J. M., 2003], pela adição de CTO causa um reforço na polarização efetiva iônica e eletrônica em todos os átomos da célula unitária. A polarização adicional iônica não só gera um deslocamento de ϵ_r'

Figura 43: $\epsilon'(T)$ com variação de concentração de CTO na matriz alumina para as frequências: (a) 1 KHz e (b) 1 MHz.



Fonte: Próprio Autor.

mas também muda o TC_{ϵ} para valores negativos [WERSING, W., 1996]. Na tabela 10, mostra os valores de TCC para frequências de 1 KHz e 1MHz.

Tabela 10: TCC do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ na faixa de 303 K a 373 K.

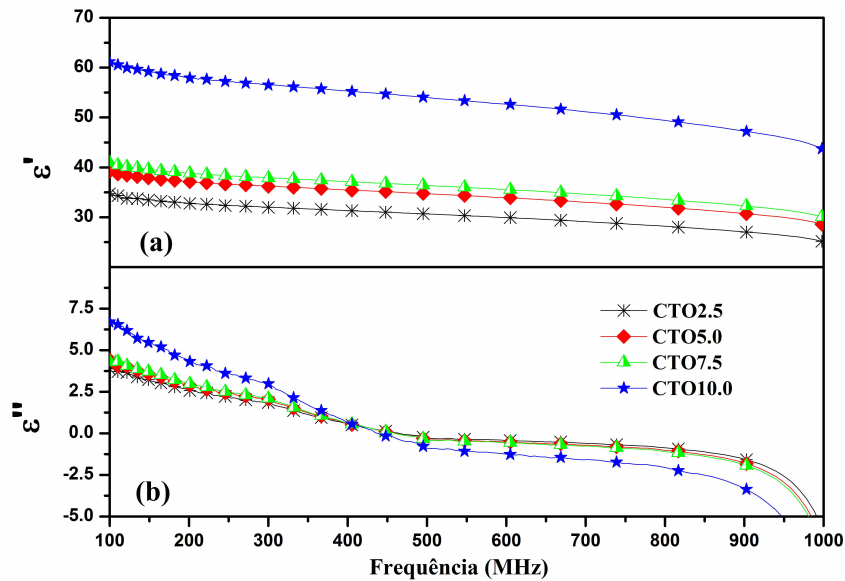
Amostras	TCC (ppm/ $^{\circ}C$)	
	f = 10^3 Hz	f = 10^6 Hz
CTO2.5	-5598.83	451.77
CTO5.0	-1518.44	222.64
CTO7.5	437.71	572.29
CTO10.0	-261.42	397.71

Fonte: Próprio Autor

4.2.2 RF EM TEMPERATURA AMBIENTE.

Quando submetidas a uma diferença de potencial na faixa de RF e em temperatura ambiente, a série de amostras do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ sinterizadas a $1350^{\circ}C$ apresentaram as seguintes respostas sendo possível a análise dielétrica.

A Figura 44 exibe a parte real (ϵ') e imaginária (ϵ'') da permissividade dielétrica dos compósitos. Os valores de ϵ' (Figura 44a) para as amostras analisadas apresentam um decréscimo na faixa de frequência estudada que pode ser associado com efeitos dos eletrodos, onde o CTO10.0 possuiu o maior valor de ϵ' (43,23 em 1GHz) que pode ser atribuído a uma boa densificação, bem como, a menor perda dielétrica (Figura 44b), acima de 400 MHz, entre as amostras.

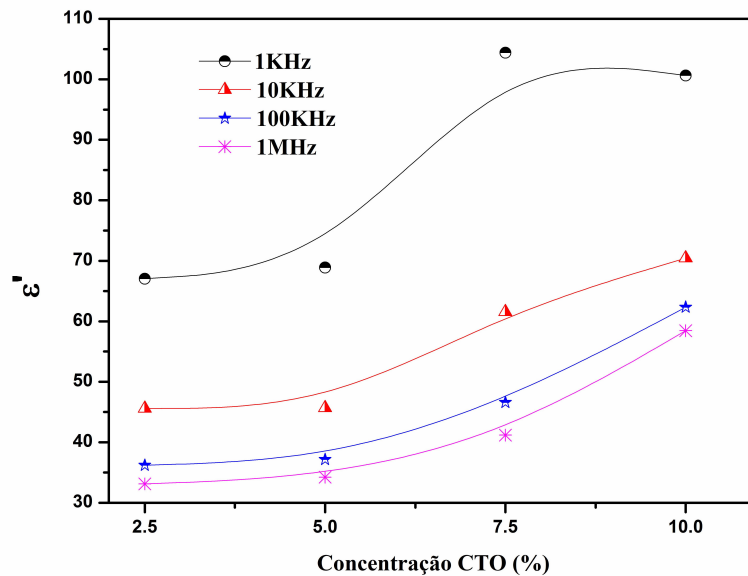
Figura 44: Medidas dielétricas da série $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$: (a) $\epsilon'(f)$ e (b) $\epsilon''(f)$.

Fonte: Próprio Autor.

O gráfico da Figura 45 apresenta o ϵ_r' para frequências inferiores a 1MHz em função da composição do compósito. Foi possível observar que existe uma tendência do ϵ_r' tornar-se maior com a adição de CTO no compósito, pois o acréscimo desse componente torna a cerâmica mais densa. Portanto, mudanças microestruturais nos materiais refletem em variações das propriedades dielétricas. Com relação à frequência, pode-se verificar que os valores de ϵ_r' , para as amostras CTO2.5, CTO5.0 e CTO7.5 apresentam valores relativamente próximos, em destaque CTO 10.0 que confirma a sua tendência na faixa de 50 a 1000 MHz.

4.3 MEDIDAS ELÉTRICAS EM MICROONDAS.

As propriedades dielétricas dos compósitos cerâmicos não variam apenas de acordo com suas propriedades intrínsecas (estrutura molecular), mas também das suas propriedades extrínsecas (microestrutura do material). Portanto, foram estudadas as propriedades dielétricas dos compósitos $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$, na faixa de microondas. As propriedades dielétricas foi obtido pelo método Hakki-Coleman, e estas foram listadas na Tabela 11. O mesmo comportamento observado na faixa de radiofrequência foi observada na faixa de microondas, ou seja, que a permissividade dielétrica cresce com o aumento da concentração de CTO no compósito o ϵ_r , bem como a diminuição de $tg\delta_E$ na ordem de 10^{-3} (Figura 46). Isto revela um comportamento próximo ao linear (em ϵ_r) ao longo das variações composicionais

Figura 45: Variação da permissividade dielétrica (ϵ') em função da composição de CTO nos compósitos $((Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x)$ 

Fonte: Próprio Autor.

do compósito, em destaque o CTO10.0 que apresentou um alto fator de qualidade ($Q_D = 1/tg\delta_E$) comparado com os outros compósitos. Esses valores são aceitáveis para uma possível aplicação do material como antena ressonadora dielétrica (DRA), seja numa microfita ou monopolo [BALANIS, 2009] em que são observados os modos TE_{011} de todos os compósitos na forma de ressoadores.

O fator de qualidade Q para um DR é limitada a valores abaixo de 1000 ($Q < 1000$), mas se tiver baixa condutividade entre o eletrodo e amostra, então é desejável um fator de qualidade acima de 1000 ($Q \gg 1000$) para um material cerâmico [WERSING, 1996].

Tabela 11: Propriedades dielétricas na faixa de microondas das amostras

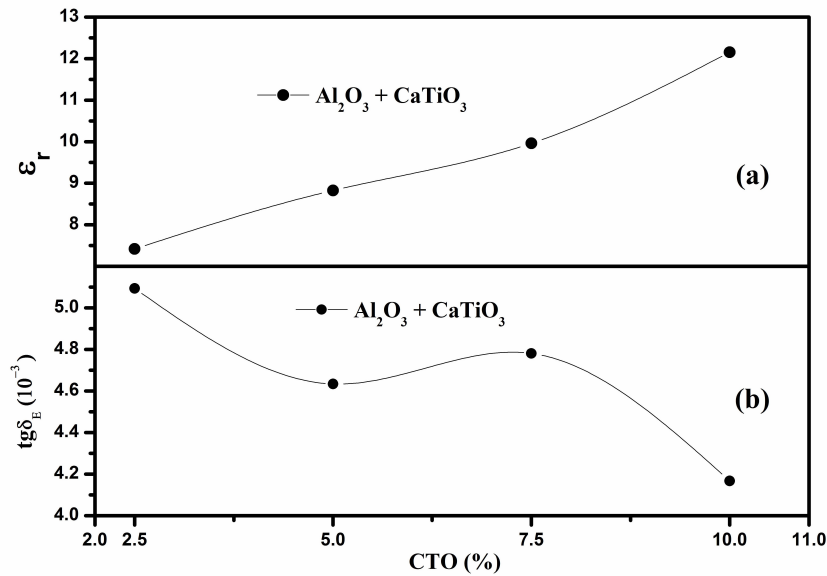
Amostra	ϵ_r	D (mm)	h (mm)	$tg\delta_E$ (10^{-3})	f_0 (GHz)	Q_D	$\tau_f(pp.^{\circ}C^{-1})$
CTO 2,5%	7.42	15.76	6.73	5.09	10.65	93.90	-46.7621
CTO 5%	8.83	15.38	6.26	4.63	10.35	96.62	-29.1155
CTO 7.5%	9.96	15.11	6.6	5.15	9.47	105.60	-16.2425
CTO 10%	12.15	15.15	6.18	4.17	8.95	111.73	9.7406

Fonte: Próprio Autor

4.3.1 COEFICIENTE DE TEMPERATURA DA FREQUÊNCIA RESSONANTE.

Assim como o TCC, foi realizada uma medida similar para se obter a estabilidade térmica na faixa de microondas do compósito. Esta é representada pelo coeficiente de

Figura 46: Parâmetros elétricos em função da concentração de CTO composto $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ (a) ϵ_r e (b) $tg\delta_E$.



Fonte: Próprio Autor.

temperatura da frequência de ressonância (τ_f), onde foi observada a variação do τ_f do modo TE_{011} em função da temperatura. Esse comportamento também é atribuído ao TC_ϵ e α_L , como demonstra a equação abaixo.

$$\tau_f = -\left(\frac{1}{2}TC_\epsilon + \alpha_L\right), \quad (4.5)$$

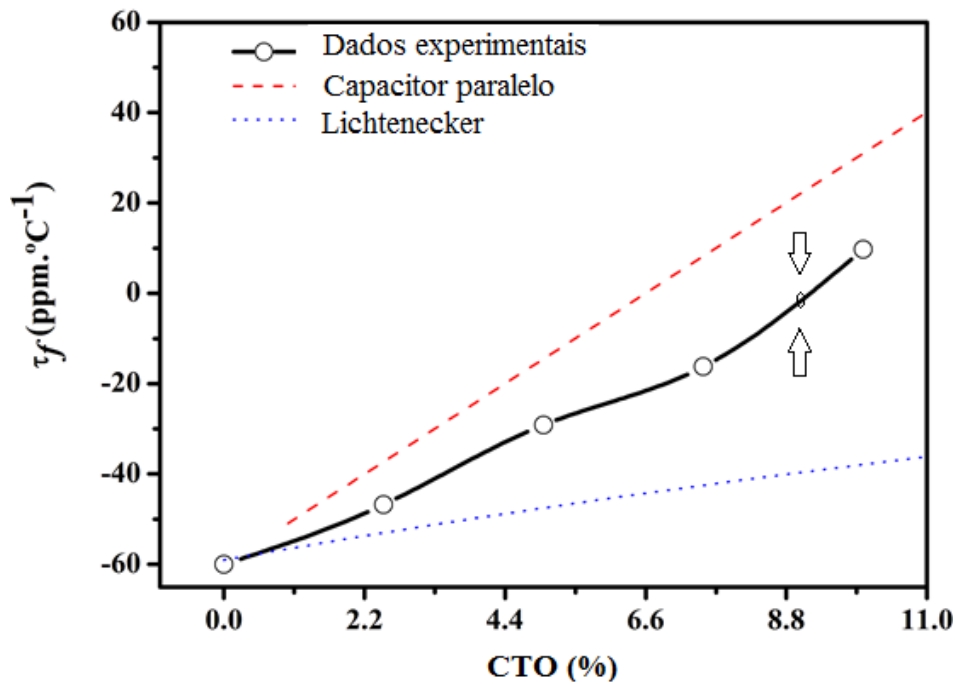
onde, o α_L não desvie significativamente do valor de $8 \cdot 10^{-6}$ até $8 \cdot 10^{-5} K^{-1}$ numa ampla faixa de temperatura para materiais cerâmicos dielétricos [Lee, B. D.; Lee, H. R.; Yoon, K. H.; Cho, Y. S 2, 2005].

Na literatura o τ_f da alumina é $-60 \text{ ppm} \cdot ^\circ C^{-1}$ e τ_f para CTO é de $850 \text{ ppm} \cdot ^\circ C^{-1}$. Este valor varia dependendo da síntese ou sinterização processo utilizado. O comportamento previsto era que os valores de τ_f dos compósitos sejam positivos com adição CTO. Os resultados obtidos mostraram um comportamento esperado. A Figura 47 apresenta os resultados da inclinação teórica usando o Capacitor Paralelo e regra de Lichtenecker. O comportamento de τ_f do compósito não resulta qualquer pontos dentro da regra de misturas. Isto se deve a formação das fases hibonite e óxido de titânio no processo de sinterização, e seus valores de τ_f são menores do que CTO, embora sejam valores positivos.

O ideal seria que tanto o TCC quanto o τ_f fossem os mais próximos do valor nulo, pois o comportamento de um dispositivo eletrônico sofreria menor influência da

temperatura do ambiente em que está submetido. A consequência de um τ_f nulo é o menor deslocamento de frequência ressonante no ressonador provocado por diversos fatores tais como a sua área e coeficiente de expansão térmica linear, o tipo de suporte do ressonador, a dependência de temperatura de outros elementos do circuito, etc. Portanto, sua diminuição tende a aumentar a estabilidade térmica dos dispositivos [CASTRO, P. J.; NONO, M. C. A., 1999].

Figura 47: Variação de τ_f com a concentração CTO comparação com a regra de mistura do condensador em paralelo (-) e Lichtenecker (-).



Fonte: Próprio Autor.

A figura 47, mostra a passagem do τ_f pelo zero. Uma estimativa de ajuste com a função polinomial foi obtido pela seguinte equação [OLIVEIRA L.S., GOUVEIA D.X., SILVA M.A.S., SOMBRA A.S.B.,2015]:

$$\tau_f = 0.24x^2 + 4.43x - 59.52. \quad (4.6)$$

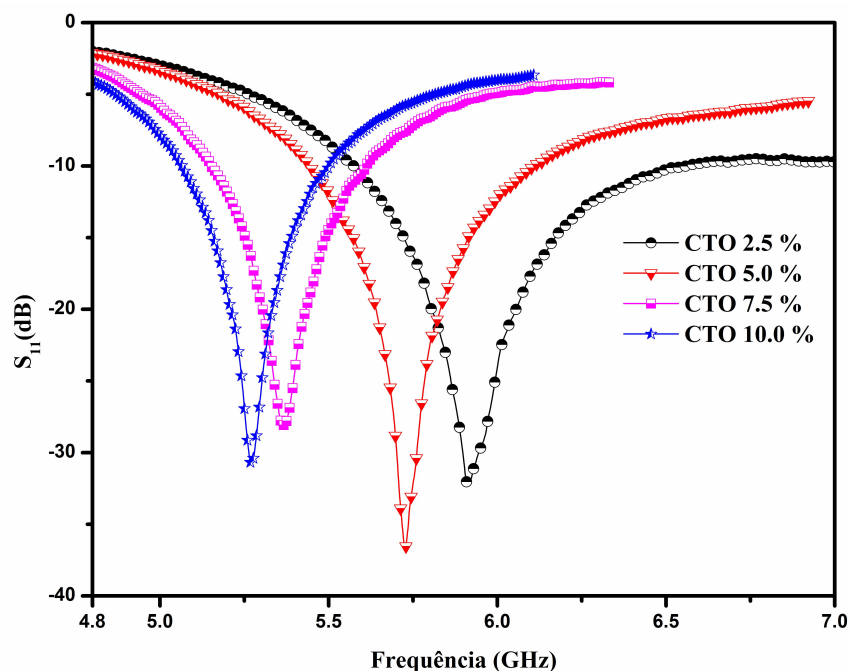
A equação 4.6 é possível calcular a concentrações de CTO, onde os valores $\tau_f = 0$. Resolvendo a equação 4.6, obtém o valor de 9.3 % CTO. Por interpolação linear chega-se ao valor de $\varepsilon_r = 11.54$.

Embora, esta equação não ter significado físico, mas descreve a tendência de $\tau_f = 0$ nas concentrações de CTO, considerando as fases secundárias.

4.3.2 ANTENAS RESSOADORAS DIELÉTRICA (DRA) - ANÁLISE COMPUTACIONAL

Na Figura 24 (subseção 3.4.6) foi apresentada a disposição do programa HFSS (modelo computacional) para as amostras do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$. A perda de retorno (S_{11}) das mesmas em função da frequência estão apresentadas na Figura 48. Uma antenna com perda de retorno abaixo de -10 dB já pode ser utilizada para fins comerciais e tecnológicos [PETOSA, A., 2007].

Figura 48: Perda de retorno para as todas as DRAs do compósito $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$.



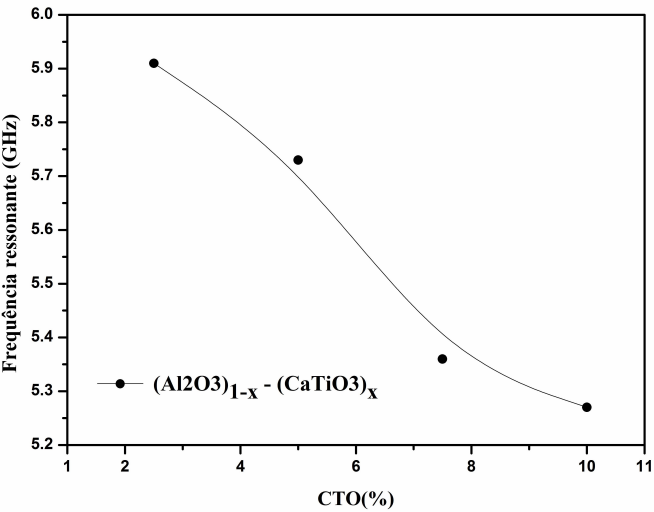
Fonte: Próprio Autor.

O ressonador dielétrico fabricado foi testado como DRA, para este experimento, os compósitos fabricados (2,5% CTO, 5% CTO, 7,5% e 10% CTO) foram colocados sobre um plano de terra condução e excitados por uma sonda. A amostra de ensaio funciona no modo $HE_{11\delta}$. Na primeira observação foi analisado se todo o DRA testado apresentam perda de retorno abaixo de -10 dB, na Figura 48 pode-se observar que todos DRAs apresentaram perda de retorno menor do que -20 dB. Outra observação, a frequência de ressonância é decrescente com concentração CTO (Figura 49). Isto é devido à dimensão das DRAs são muito próximas e a permissividade dielétrica aumenta com a concentração de CTO, conforme a equação 4.7 [LUK, K.-M.; LEUNG, K.-W., 2003; OLIVEIRA L.S., GOUVEIA D.X., SILVA M.A.S., SOMBRA A.S.B., 2015].

$$f_{HE11\delta} = \frac{6.324}{2\pi a \sqrt{\epsilon + 2}} \left[0.27 + 0.36 \left(\frac{a}{2h} \right) + 0.02 \left(\frac{a}{2h} \right)^2 \right]$$

(4.7)

Figura 49: A $f_{HE11\delta}$ das DRAs em função da composição do $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$.



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 12: Valores experimentais (Exp.) e simulados (Sim.) dos parâmetros de ajuste das DRAs para CTO2.5 e CTO5.0.

	CTO2.5			CTO5.0		
	Experim.	Simul.	Error	Experim.	Simul.	Error
$f_{HE11\delta}$	5.9	5.91	-0.17	5.68	5.73	-0.88
S_{11} (dB)	-32.31	-32.3	0.03	-36.47	-36.72	-0.69
Pico da frequência ressonante (Ω)	190.1	194.5	-2.31	215.82	240.06	-11.23
Resistência (Ω)	48.24	52.46	-8.75	49.06	51.48	-4.93
BW (%)	14.41	16.57	-14.99	10.41	11.61	-11.53
Eficiência (%)			97.47			96.71
Ganho (dBi)			3.06			3.25
Directividade (dBi)			3.14			3.36

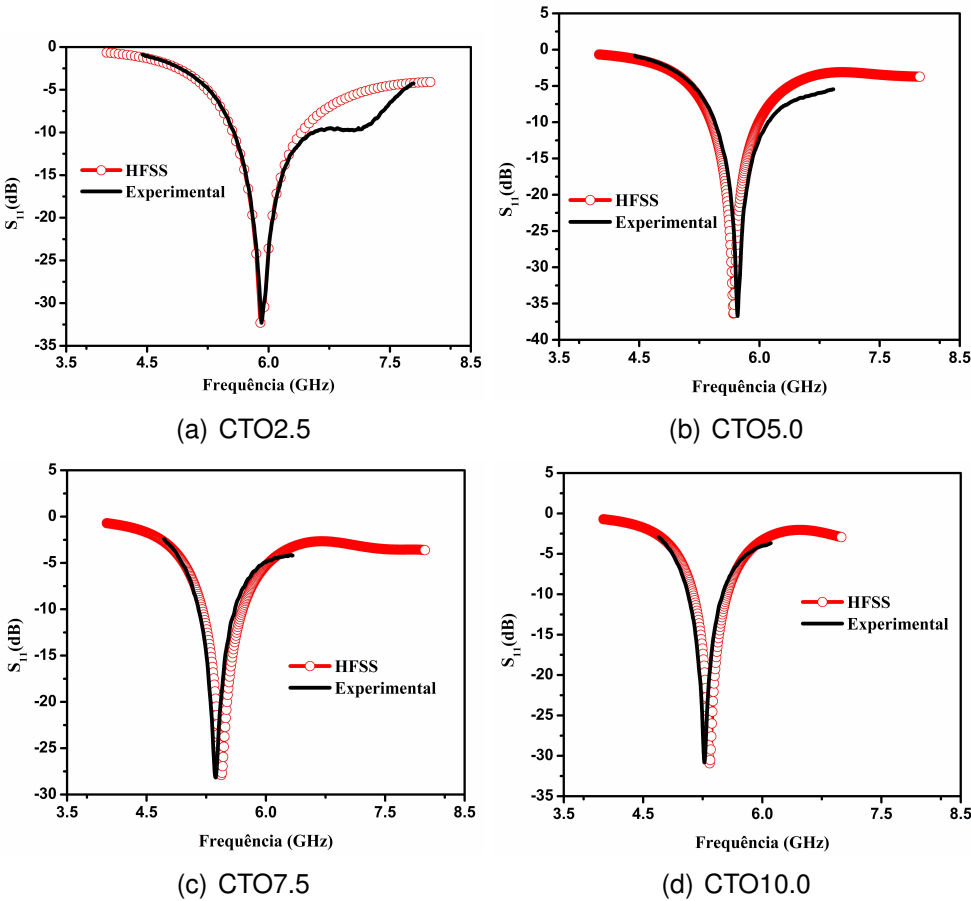
Fonte: Próprio Autor

Tabela 13: Valores experimentais (Exp.) e simulados (Sim.) dos parâmetros de ajuste das DRAs para CTO7.5 e CTO10.0.

	CTO7.5			CTO10.0		
	Experim.	Simul.	Error	Experim.	Simul.	Error
$f_{HE11\delta}$	5.44	5.36	1.47	5.34	5.27	1.31
S_{11} (dB)	-27.9	-28.17	-0.97	-30.94	-30.81	0.42
Pico da frequência ressonante (Ω)	228.28	222.17	2.68	267.44	236.54	11.55
Resistência (Ω)	47.86	53.53	-11.85	48.33	47.32	2.09
BW (%)	9.38	8.58	8.53	8.06	8.35	-3.6
Eficiência (%)			96.07		96.33	
Ganho (dBi)			3.08		3.13	
Directividade (dBi)			3.21		3.25	

Fonte: Próprio Autor

Figura 50: Perda de retorno experimental e simulado (HFSS).



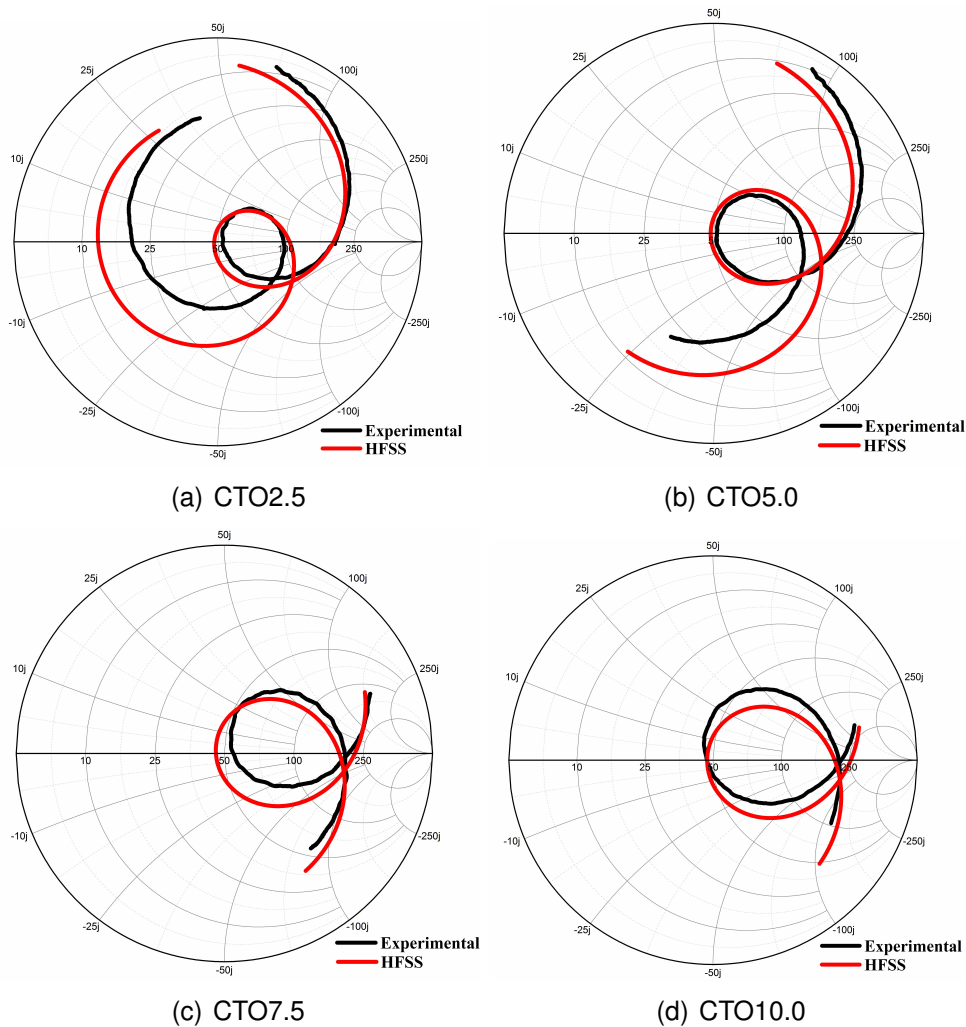
Fonte: Próprio Autor.

Analisando a frequência ressonante, na Figura 50 com as Tabelas 12 e 13, pode-se observar que o erro é inferior a 1,5%, isto é, as frequências de ressonâncias estão em acordo com os resultados experimentais. A discordância dos picos presentes no gráfico podem ser associados com a imperfeição da DRA. A mesma observação

pode ser o parâmetro S_{11} , ou seja, os resultados estão de acordo com os resultados experimentais, em que os erros são inferiores a 1%.

A Figura 51 exibem as cartas de Smith das amostras desenvolvidas, onde podemos observar o ajuste entre as curvas experimentais e simuladas, e identificar a influência da perda na proximidade das curvas de impedância de entrada, onde podemos verificar que todas as amostras estão na região de resistência relativamente baixa, sendo que as amostras CTO2.5 e CTO5.0 são capacitivas e as amostras CTO7.5 e CTO10.0 são indutivas.

Figura 51: Cartas de Smith para os dados experimentais e simulados (HFSS).



Fonte: Próprio Autor.

Além da impedância de entrada verificada na carta de Smith podemos analisar o coeficiente de reflexão e de onda estacionária para todas as amostras, bem como suas eficiências de reflexão ($\Gamma = \frac{\bar{Z}-1}{\bar{Z}+1}$ e $\bar{Z} = \frac{Z_e}{Z_c} = \bar{R} + j\bar{X}$, onde Γ é o coeficiente de reflexão, e ainda $VSWR = \frac{1+|\Gamma|}{1-|\Gamma|}$ é chamado de coeficiente de onda estacionária de

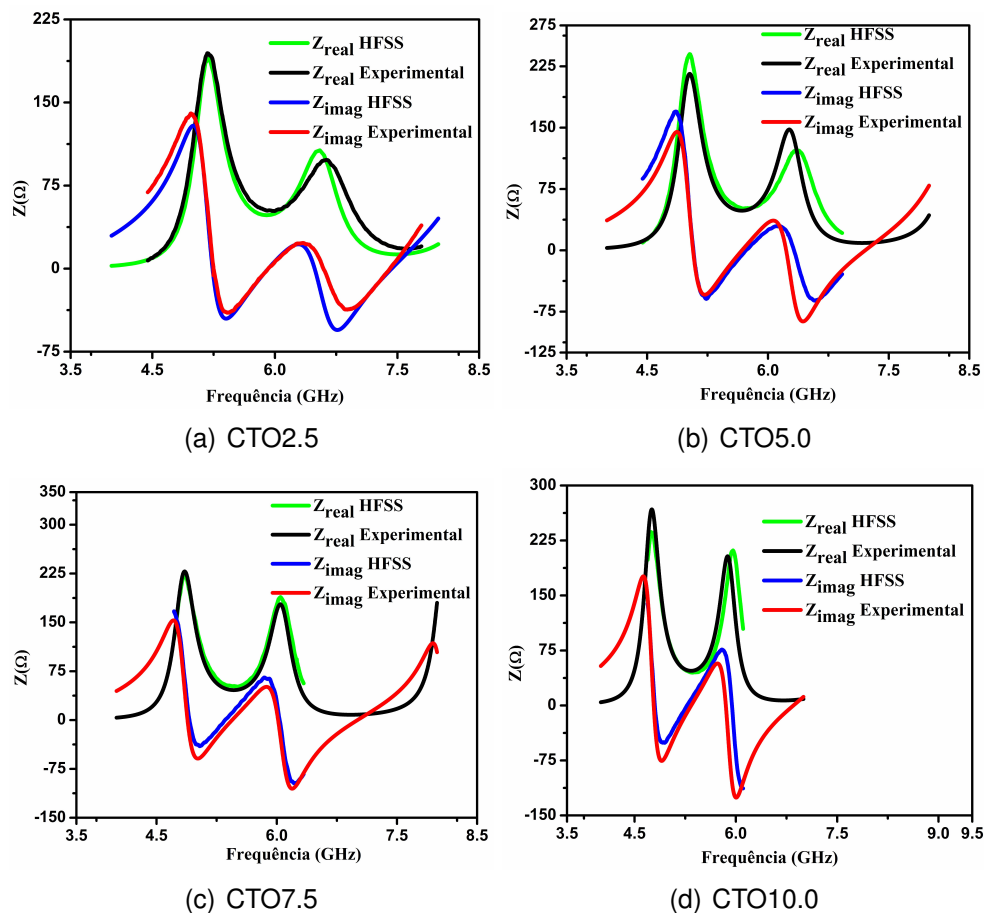
tensão que para um bom casamento de impedância geralmente é necessário ter um valor baixo, próximo de 1. E sua eficiência de reflexão é dada por $e_R = 1 - |\Gamma|^2$). Na tabela 14 verifica-se que todas as amostras apresentaram baixíssimas perdas de refreflexão, $0.02 \leq |\Gamma| \leq 0.04$ e altas eficiências de reflexão, $99.84 \leq e_R \leq 99.96$.

Tabela 14: Características da linha de transmissão para os pontos observados na carta de Smith das amostras estudadas

Amostra	R(Ω)	X(Ω)	Frequência (GHz)	VSWR	$ \Gamma $	Ângulo ($^\circ$)	e_R (%)
CTO2.5	52.42	- 1.82	5.90	1.04	0.02	-2.18	99.96
CTO5.0	51.30	- 5.46	5.68	1.04	0.02	-6.09	99.96
CTO7.5	52.15	10.84	5.44	1.06	0.03	11.94	99.91
CTO10.0	45.09	9.01	5.34	1.08	0.04	11.31	99.84

Fonte: Próprio Autor

Figura 52: Impedância real e imaginária (experimental e simulado — HFSS).



Fonte: Próprio Autor.

A análise de impedância da Figura 52, apresentaram os erros com valores mais elevados em comparação com a primeira análise conforme observado nas Tabelas 12 e 13, este erros mais elevadas podem ser explicados pela imperfeição da DRA. O parâmetro de campo distante foi calculada com base nas condições apresentadas acima, onde todas as DRAs apresentaram ganho acima de 3 dBi, eficiência superior

a 90% e diretividade superior a 3 dBi e que no compósito CTO5.0 apresentaram melhores resultados de ganho e directividade.

Para o CTO2.5 e CTO 5.0 têm ângulos de reflexão negativos indicando que estão no sentido do gerador, enquanto, CTO7.5 e CTO10.0 possuem ângulos de reflexão positivos indicando que estão no sentido da carga. E o coeficiente de onda estacionária de tensão para todas amostras ficaram em torno de 1, isto significa que toda a potência é transmitida pela antena e não há reflexão. Todos os valores obtidos de VSWR que são ≤ 2 possibilitam inúmeras aplicações [KAI, 2000].

CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

CONCLUSÕES.

Os testes para obtenção de cerâmicas com matriz Alumina com adição de CTO do foram satisfatórios, pois, o CTO auxiliou na sinterização da Alumina. Os resultados de DRX confirmaram as fases principais e secundárias com bons ajustes, com destaque a hibonite que já tinha sido reportado em outras investigações com $(Al_2O_3)_{1-x} - (CaTiO_3)_x$ em diferentes concentrações de CTO, reforçando o caráter refratário a cerâmica. A picnometria e o MEV confirmaram os resultados em DRX apontando para uma densificação do compósito com sua diminuição de poros.

As características dielétricas nas medidas do compósito em RF e Microondas mostraram bons resultados. A estabilidade térmica foi obtida para a matriz alumina quando adicionado de CTO ($\tau_f = 0$). Bem como, os valores de TCC variando de valores negativos e positivos (NP0) que sugere aplicações em circuitos eletrônicos. O aumento da permissividade elétrica (ϵ_r) e fator de qualidade (Q) por concentração propõem a capacidade de miniaturizar dispositivos eletrônicos e seu uso em aplicações tecnológicas.

Para as medidas elétricas realizadas na faixa de 1Hz a 1MHz e com variação de temperatura de 448 K a 623 K, houve um aumento da condutividade AC para todas as amostras. O aumento da temperatura ocasiona o deslocamento do pico do M_{Im} para maiores frequências, indicando que ocorre um mecanismo de relaxação bem definido ao longo da faixa de frequência, sendo o processo de condutividade (transporte de carga) e polarização elétrica termicamente ativados.

Nas simulações feitas utilizando o software HFSS o qual mostrou-se bastante eficiente na simulação das DRAs e bons valores do coeficiente de onda estacionária

de tensão (VSWR). As antenas propostas foram projetadas para operar em microondas na faixa de frequência de banda *C*, sendo obtidos resultados com frequências variando de 5.4 GHz a 5.9 GHz. Os resultados das amostras estudadas são importantes para o desenvolvimento de capacitores cerâmicos, para aplicações em dispositivos de radiofrequência e microondas, e para o desenvolvimento de antenas ressoadoras dielétricas.

TRABALHOS FUTUROS.

1. Fazer outras concentrações de CTO na matriz Alumina na busca do τ_f próximo de zero.
2. Emprego de outras técnicas de caracterização de materiais como Infravermelho, Raman, Raman com temperatura, DSC, EDX e TG do compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—CaTiO}_3$.
3. Fazer o estudo de microdeformação do material e dureza.
4. Projetar e construir antenas microfita, filtros e capacitores utilizando o compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—CaTiO}_3$.
5. Estudar outros compósitos utilizando o compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—CaTiO}_3$ visando aplicações tecnológicas em microondas e antenas.
6. Divulgar novos resultados através de publicações em periódicos indexados.

Referências Bibliográficas

- ABO EL ATA, A. M., ATTIA, S. M., & MEAZ, T. M. (2004). **AC conductivity and dielectric behavior of $\text{CoAl}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$** . *Solid State Sciences*, 6(1), 61–69. <http://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2003.10.006>
- AHMED, M. A.; BISHAY, S. T. **Effect of annealing time, weight pressure and Fe doping on the electrical and magnetic behavior of calcium titanate**. *Materials Chemistry and Physics*, v. 114, p. 446–450, 2009.
- ALMEIDA, J. M. A. **Propriedades estruturais de L-arginina.HCl.H₂O pura e dopada com ferro usando difração de raios-X com n-feixes**. Tese (Tese de Doutorado) — Universidade Federal do Ceará, 2007.
- ANANTHARAMAN, M. R. (1999). **Dielectric properties of rubber ferrite composites containing mixed ferrites**. *Journal of Physics, D:applied Physics*, 32, 1801–1810. <http://doi.org/10.1088/0022-3727/32/15/307>
- ARORA, R., TRIPATHI, S. K., & KUMAR, A. (1990). **Electrical conductivity and dielectric relaxation in bulk glassy $\text{Se}_{80-x}\text{Te}_{20}\text{In}_x$** . *Journal of Materials Science Letters*, 9(3), 348–350. <http://doi.org/10.1007/BF00725846>
- ATKINS, P.; PAULA, J. **Físico-Química**. 8ª ed, LTC: Rio de Janeiro, 2008.
- AZAD, A.M., PANG, T. Y., ALIM, M. A. (2003). **Ultra-Low Temperature Coefficient of Capacitance (Tcc) of the SrSnO_3 -Based Electrical Components**. *Active and Passive Electronic Components*, 26(3), 151–166. <http://doi.org/10.1080/10420150'31000073814>
- BALANIS, C. A. **Advanced Engineering Electromagnetics**. Wiley, 1989
- BALANIS, C. A. **Teoria de Antenas: Análise e Síntese**. 3ª ed., v. 1 e 2, Rio de Janeiro: LTC, 2009.
- BARIK, S. K., MAHAPATRA, P. K., CHOUDHARY, R. N. P. (2006). **Structural and electrical properties of $\text{Na}_{1/2}\text{La}_{1/2}\text{TiO}_3$ ceramics**. *Applied Physics A*, 85(2), 199–203. <http://doi.org/10.1007/s00339-006-3668-z>

- BARSOUKOV, E., MACDONALD, J. R. (2005). **Impedance Spectroscopy. Impedance Spectroscopy: Theory, Experiment, and Applications.** <http://doi.org/10.1002/0471716243>
- BAUERLE, J. E. (1969). **Study of solid electrolyte polarization by a complex admittance method.** *Solid State Communications*, 7(15), ii. [http://doi.org/10.1016/0038-1098\(69\)90484-0](http://doi.org/10.1016/0038-1098(69)90484-0)
- BENDERSKY, L. A., LEVIN, I., ROTH, R. S., SHAPIRO, A. J. **Ca₄Nb₂O₉+CaTiO₃: Phase Equilibria and Microstructures.** *Journal of Solid State Chemistry* 160, 257–271 (2001). doi:10.1006-jssc.2001.9244
- BEZERRA, JOSÉ WAGNER DE OLIVEIRA. **Estudo numérico/experimental de antena ressoadora dielétrica circularmente polarizada com alimentação por sonda única.** Dissertação (mestrado) — Universidade Federal do Ceará, Departamento de Engenharia de Teleinformática, 2012.
- BLEICHER, L., SASAKI, J. M., PAIVA-SANTOS, C. O. **Development of a graphical interface for the Rietveld refinement program DBWS**, *J. Appl. Cryst.* 33, 2000, p. 1189.
- BRAGANÇA, S. R.; BERGMANN, C. P. **Microestrutura e propriedades de porcelanas.** *Cerâmica*, v. 50, p. 291–299, 2004
- BRUG, G. J., EEDEN, A. L. G., SLUYTERS-REHBACH, M., SLUYTERS, J. H. (1984). **The analysis of electrode impedances complicated by the presence of a constant phase element.** *Journal of Electroanalytical Chemistry and Interfacial Electrochemistry*, 176(1-2), 275–295. [http://doi.org/10.1016/S0022-0728\(84\)80324-1](http://doi.org/10.1016/S0022-0728(84)80324-1)
- BUCHVAROV S., **Ceramic Technology**, Sofia, 2003, 865 (in Bulgarian)
- CALLISTER Jr, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials Science and Engineering: An Introduction.** 8^a ed, John Wiley & Sons, Inc, 2010.
- CAO, M.-S., HOU, Z.-L., YUAN, J., XIONG, L.-T., SHI, X.-L. **Low dielectric loss and non-Debye relaxation of gamma-Y₂Si₂O₇ ceramic at elevated temperature in X-band** *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 106102–106103.

- CARNEIRO FILHO, R. **Desenvolvimento de Substrato Cerâmico BiNbO₄ para Antenas de Microfita de Sistemas de Comunicações Sem Fio**. Tese (doutorado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Programa de Pós- Graduação em Engenharia Elétrica e de Computação, Natal, RN, 2010.
- CARTER, C. B.; NORTON, M. G. **Ceramic Materials: Science and Engineering**. Spring, Nova York, 2007.
- CASTELLAN, G. **Fundamentos de Físico-Química**. Livros Técnicos e Científicos Editora, 1986
- CASTRO, P. J., NONO, M. C. A., **Journal of Microwaves and Optoelectronics**, n. 4, 12, 1, 1999.
- CHEN, C.C., 1998. **Electromagnetic resonances of immersed dielectric spheres. IEEE Transactions on Antennas and Propagation**, 46(7), pp.107–1083
- CHEN, Y. C.; ONG, C. K.; NEO, C. P.; VARADAN, V. V.; VARADAN, V. K. **Microwave Electronics: Measurement and Materials Characterization**. John Wiley & Sons, Inc., 2004.
- COSTA, M. M. et al. **Impedance and modulus studies of magnetic ceramic oxide Ba₂Co₂Fe₁₂O₂₂(Co₂Y) doped with Bi₂O₃**. Journal of Applied Physics, v. 110, 034107, 2011.
- COSTA, R. C. de S. **Estudo Experimental e Numérico de uma Antena Ressonadora Dielétrica Baseada em CaTi_{1-x}(Nb_{1/2}Li_{2/3})_xO_{3-δ} (CNLTO) e CaTi_{1-x}(Nb_{1/2}Li_{2/3})_xO₃ (Ln = Bi (CNBTO) e Fe (CNFTO)) para Aplicações em Bluetooth**. Dissertação — Universidade Federal do Ceará, Agosto de 2007.
- DAI, Y., GUO, T., PEI, X., CHEN, W. (2008). **Effects of MCAS glass additives on dielectric properties of Al₂O₃-TiO₂ ceramics**. Materials Science and Engineering: A, 475(1-2), 76–80. doi:10.1016/j.msea.2007.01.159
- DAKHELI, A. A. (2006). **Study of dc conduction mechanisms in dysprosium-manganese oxide insulator thin films grown on Si substrates**. Microelectronics Reliability, 46(8), 1303–1308. <http://doi.org/10.1016/j.microrel.2005.11.001>
- DURBIN, J., WATSON, G. S. **Testing for serial correlation in least squares regression**. I, Biometrika 37, 1950, pp. 409–428.

- FECHINE, P. B. A. **Estudo das propriedades estruturais e elétricas das granadas ferrimagnéticas $Gd_{1-x}Y_{1-x}$ e suas aplicações em componentes de microondas**. Tese de Doutorado, Programa de Pós-graduação em Química Inorgânica, Universidade Federal do Ceará (UFC) 2008.
- FERNANDES, T. S. M. **Estudo da estabilidade térmica da liga $Ca(Nb_{1/2}Bi_{1/2})_xTi_{1-x}O_3:(B_2O_3)_y$ para uso em antena ressoadora dielétrica (DRA)**. (Dissertação de Mestrado) — Universidade Federal do Ceará, 2012.
- FREITAS, M. R. de. **Preparação e Caracterização de Corpos Cerâmicos de $Sr_{1-x}Ca_xTiO_3$ ($x = 0.01; 0.05$ e 0.10)**. Dissertação — Universidade de São Paulo, 2005.
- FUNKE, K., BANHATTI, R. D., BRÜCKNER, S., CRAMER, C., KRIEGER, C., MANDANICI, A., & ROSS, I. (2002). **Ionic motion in materials with disordered structures: conductivity spectra and the concept of mismatch and relaxation**. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 4(14), 3155–3167. <http://doi.org/10.1039/b200122p>
- GANGWAR, R.K. et al., 2011. **Microwave dielectric properties of $(Zn_{1-x}Mg_x)TiO_3$ (ZMT) ceramics for dielectric resonator antenna application**. *Journal of Alloys and Compounds*, 509(42), pp.10195–0202.
- GENTILLI, G. B.; MORINI, M.; SELLERI, S. **Relevance of coupling effects on DRA array design**. *IEEE Transactions on Antennas*, v. 51, n. 3, p. 399–404, March 2003.
- GIRÃO, H.T. **Estudo das Propriedades Estruturais e Elétricas do $Bi_4Ti_3O_{12}$ (BIT) dopado com La_2O_3 e ZnO e suas Aplicações em RF**. Tese (doutorado) — Universidade Federal do Ceará, Departamento de Engenharia de Teleinformática, 2010.
- GHOSH, ASWINI. **Frequency-dependent conductivity in bismuth-vanadate glassy semiconductors**. *Physical Review B*. (1990). 41(3).
- GOBBO, L. DE A. **Os compostos do clínquer Portland: sua caracterização por difração de raios-X e quantificação por refinamento de Rietveld**. São Paulo, 2003. 157 f. Dissertação (Mestrado em Recursos Minerais e Hidrogeologia). Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, 2003.

- GOLDSTEIN, J. et al. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: A text for biologist, Materials Scientists, and Geologists**. Plenum Press, New York, 2^a nd., 1992.
- HAKKI, B. W.; COLEMAN, P. D. **A dielectric resonator method of measuring inductive capacities in the millimeter range**. *Microwave Theory*. Tech. 3, 402–410 (1960).
- HARROP, P. J. (1969). **Temperature coefficients of capacitance of solids**. *Journal of Materials Science*, 4(4), 370–374. <http://doi.org/10.1007/BF00550407>
- HILL, R. M., JONSCHER, A. K. (1979). **DC and AC conductivity in hopping electronic systems**. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 32(1-3), 53–69. [http://doi.org/10.1016/0022-3093\(79\)90064-4](http://doi.org/10.1016/0022-3093(79)90064-4)
- HIMANSHU, A. K., CHOUDHARY, B. K., SINGH, S. N., GUPTA, D. C., BANDYOPADHAYAY, S. K., SINHA, T. P. (2010). **Synthesis and dielectric relaxation studies of Ba substitution in Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃ ceramics by co-precipitation method**. *Solid State Sciences*, 12(7), 1231–1234. <http://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2010.03.005>
- HOWARD, C.J., STOKES, H.T. **Group-theoretical analysis of octahedral tilting in perovskites**. *Acta Crystallographica Section B-Structural Science* 54(782–789), 1998.
- HUANG, C.- L., TSAI, J.- T., **PROC. NATL. Sci. Counc.**, 25, N°5, 317, 2001.
- HURON, M.-J. VIDAL, J., 1979. **New mixing rules in simple equations of state for representing vapour-liquid equilibria of strongly non-ideal mixtures**. *Fluid Phase Equilibria*, 3(4), pp.255–271.
- JONSCHER, A. K. (1981). **A new understanding of the dielectric relaxation of solids**. *Journal of Materials Science*, 16(8), 2037–2060. <http://doi.org/10.1007/BF00542364>
- JUNKER, G.P., KISHK, A. A. GLISSON, A. W., 1994. **Input impedance of dielectric resonator antennas excited by a coaxial probe**. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 42(7), pp.960–966.
- KAJFEZ, D.; GUILLON, P. **Dielectric Resonators**. Washington: Artech House, Inc., 1986.
- KANG, S.- J. L. **Sintering (Densification, Grain Growth and Microstructure)**. Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005

- KAO, K. C. **Dielectric Phenomena in Solids: with emphasis on physical concepts of electronic processes**. Elsevier, 2004, pp. 41–114.
- KENNEDY, B. J., HOWARD, C. J., CHAKOUMAKOS, B. C., **High-temperature phase transitions in SrZrO_3** , Phys. Rev. B, 59 6, (1999) 4023.
- KENNEDY, B. J., HOWARD, C. J., CHAKOUMAKOS, B. C., **Phase transitions in perovskite at elevated temperatures – a powder neutron diffraction study**, J. Phys-Condens. Mat., 11 6, (1999) 1479.
- KOOPS, C. G. (1951). **On the dispersion of resistivity and dielectric constant of some semiconductors at audiofrequencies**. Physical Review, 83(1), 121–124. <http://doi.org/10.1103/PhysRev.83.121>
- KIM, J.-S., CHOI, E.-S., RYU, K.-W., BAE, S.-G., LEE, Y.-H. (2009). **Microwave dielectric properties of $\text{Mg}_4\text{Ta}_2\text{O}_9$ ceramics with TiO_2 additions for dielectric resonator oscillator**. Materials Science and Engineering: B, 162(2), 87–91. [doi:10.1016/j.mseb.2009.03.025](https://doi.org/10.1016/j.mseb.2009.03.025)
- KISHK, A. A.; ANTAR, Y. M. M. **Antenna engineering handbook**. In:____. 4. ed. New York: McGraw Hill, 2007. cap. 17, Dielectric Resonator Antennas, p. 17:1?24.
- KISHK, A. A. **Fundamentals of Antennas. Chapter 1 on Antennas for Base Stations in Wireless Communications**, Edited by Zhi Ning Chen and Kwai-Man Luk, by The Mc Graw Hill Companies, 2009.
- KRAUS, J. D. **Electromagnetics**. 4^a nd, McGraw-Hill, 1991.
- KUMAR, S., HUSAIN, M., ZULFEQUAR, M. (2007). **Dielectric relaxation in the glassy a-Se-Te-Ga system**. Physica B: Condensed Matter, 387(1-2), 400–408. <http://doi.org/10.1016/j.physb.2006.04.036>
- LALENA, J. N.; CLEARY, D. A. **Principles of Inorganic Materials**. John Wiley & Sons, Inc. ISBN 0-471-43418-3, 2005.
- LEE, B. D., LEE, H. R., YOON, K. H., CHO, Y. S., **Ceramics International**, 31, 143, 2005.
- LEE, B.W. ET AL., 2006. **Tailoring of temperature coefficient of capacitance (TCC) in nanocomposite capacitors**. Scripta Materialia, 54(7), pp.1231–1234.

- LEITE, ANA LA SALETE PEREIRA. **Síntese de pigmentos inorgânicos azuis com base em lama de anodização de alumínio**. (Dissertação de Mestrado). Universidade de Aveiro. Departamento de Engenharia de Cerâmica e do Vidro, 2008.
- LEUNG, K. W. **Complex resonance and radiation of hemispherical dielectric-resonator antenna with a concentric conductor**. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, v. 49, n. 3, p. 524–531, 2001.
- LONG, S. A. et al. **The Resonant Cylindrical Dielectric Cavity Antenna**. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 31, p. 406–412, 1983.
- LUK, K.-M.; LEUNG, K.-W. **Dielectric Resonator Antennas**. Hertfordshire, England: Research Studies Press LTD, 2003.
- MACDONALD, J. R., FRANCESCHETTI, D. R. (1991). **Precision of impedance spectroscopy estimates of bulk, reaction rate, and diffusion parameters**. *Journal of Electroanalytical Chemistry and Interfacial Electrochemistry*, 307(1-2), 1–11. [http://doi.org/10.1016/0022-0728\(91\)85534-V](http://doi.org/10.1016/0022-0728(91)85534-V)
- MAKAROV, S. N. **Antenna and EM Modeling with Matlab**. New York: John Wiley & Sons, 2002.
- MALISKA, A. M. **Microscopia eletrônica de varredura e microanálise**. Universidade Federal de Santa Catarina — UFSC, apostila, 2006.
- MARIAPPAN, C. R., GOVINDARAJ, G. (2002). **Ac conductivity, dielectric studies and conductivity scaling of NASICON materials**. *Materials Science and Engineering*, B94, 82–88. [http://doi.org/10.1016/S0921-5107\(02\)00083-1](http://doi.org/10.1016/S0921-5107(02)00083-1)
- MARTINEZ, A. L. **Síntese e crescimento de cristal da fase BiNbO₄**. 2006. 119 f. Tese (Doutorado em Física) — Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.
- MATOS, A. L. **Caracterização espectroscópica e elétrica de compósitos de quitosana**. Dissertação (Mestrado em Física) — Universidade Federal do Mato Grosso, 2007.
- MEDEIROS, A. M. L. **Síntese e caracterização de nanopartículas de Cr₂O₃ através do método sol-gel protéico**. Dissertação (Dissertação de mestrado), Universidade Federal do Ceará, 2007.

- MENEZES, C. T. **Estudo da cristalização de nanopartículas de NiO por difração e absorção de raios-X**. Tese (Tese de Doutorado) — Universidade Federal do Ceará, 2007.
- MOLITON, A. **Applied Electromagnetism and Materials**. Springer, 2007
- MOTT, N. F. (1978). *Journal of Non-Crystalline Solids* 28 (1978), North-Holland Publishing Company. **The origin of some ideas on non-crystalline materials**, 28, 147–158.
- MOULSON, A. J., HERBERT, J. M. (Eds.). **Electroceramics: Materials, Properties, Applications**. 2nd Ed. Wiley, 2003
- ÖIJERHOLM, J., 2004. **Ionic transport of α -alumina below 1000 °C An in-situ impedance spectroscopy study**. Department of Materials Science and Engineering. Royal Institute of Technology. (Thesis). ISBN 91-7283-920-1
- OKAWA, T., IMAEDA, M., OHSATO, H., **Materials Science and Engineering B**, 88, 58, 2002.
- OKUTAN, M., BASARAN, E., BAKAN, H. I., YAKUPHANOGLU, F. (2005). **AC conductivity and dielectric properties of Co-doped TiO₂**. *Physica B: Condensed Matter*, 364(1-4), 300–305. <http://doi.org/10.1016/j.physb.2005.04.027>
- OLIVEIRA, E. A. L. **Estudo de Cerâmicas à Base de Titânia para Aplicação como Ressonadores Dielétricos de Micro-ondas**. Relatório (INICIAÇÃO CIENTÍFICA) ? Ministério da Ciência e Tecnologia, Instituto Nacional de Pesquisa Espacial, São José dos Campos, 2010.
- OLIVEIRA L.S., GOUVEIA D.X., SILVA M.A.S., SOMBRA A.S.B. **Study of the performance of dielectric resonator antennas based on the matrix composite of Al₂O₃-CaTiO₃**. *Microwave and Optical and Technology Letters* vol.57 No.4 April (2015), 963–969, DOI 10.1002/mop
- OLIVEIRA, R. G. M., ROMEU, M. C., COSTA, M. M., SILVA, P. M. O., FILHO, J. M. S., JUNQUEIRA, C. C. M., SOMBRA, A. S. B. (2014). **Impedance spectroscopy study of Na₂Nb₄O₁₁ ceramic matrix by the addition of Bi₂O₃**. *Journal of Alloys and Compounds*, 584, 295–302. <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.08.208>

- OLIVEIRA, T. F. **Análise das incertezas da quantificação de fase pelo método de Rietveld em análise de pó por difração de raios-X.** Rio de Janeiro, 2005. 161 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção). Departamento de Engenharia Industrial, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2005.
- OSTERHOUT, W. J., HAAS, A. R. (1919). **The Temperature Coefficient of Photosynthesis.** The Journal of General Physiology, 1(3), 295–298. <http://doi.org/10.1085/jgp.1.3.295>
- OTA, Y., KAKIMOTO, K.- I., OHSATO, H., OKAWA, T., **Journal of European Ceramic Society**, 24, 1755, 2004.
- PENG, Z. et al. **Dielectric resonator antennas using high permittivity ceramics.** Ceramics International, p. 1211–1214, 2004.
- PENN, S. J., PENN, S. J., ALFORD, N. M., ALFORD, N. M., TEMPLETON, A., TEMPLETON, A, SCHRAPE, K. (1997). **Effect of porosity and grain size on the microwave dielectric properties of sintered alumina.** J. Amer. Ceram. Soc., 80(191364), 1885–1888.
- PETOSA, A. **Dielectric Resonator Antenna Handbook.** Norwood, MA: Artech House, ISBN 978-1-59693-206-7, 2007.
- POZAR, D. M. **Microwave Engineering.** 2ª nd, New York: John Wiley & Sons, Inc, 1998.
- PRINCE, E. **Mathematical aspects of Rietveld refinement** in: YOUNG, R. A. (Ed.). **The Rietveld Method.** Oxford: Oxford University Press, 1995.
- RAHAMAN, M. N. **Ceramic Processing and Sintering.** 2ª nd, New York: Marcel Dekker, 2003.
- RAJPUT, S.S. et al. **Design of microwave dielectric resonator antenna using MZTO–CSTO composite.** Ceramics International, 2011.
- RANDALL M., **Fundamentals of Sintering, Engineering Science and Mechanics Department,** Ceramic Monographs, Verlag Schmid, Alemanha, p.260 – 269, 1991.
- REED, J. S. **Principles of Ceramics Processing.** 2ª nd, New York: John Wiley & Sons, Inc, 1995.
- RICE, R. W. **Ceramic Fabrication Technology.** New York: Marcel Dekker, ISBN 0-8247-0853-9, 2003.

- RIETVELD, H. M., **Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement**. Acta Crystallogr. 22, 1967, pp. 151.
- H. M., **A profile refinement method for nuclear and magnetic structures**. J. Appl. Cryst. 2, 1969, pp. 65–67.
- ROCHA, H. H. B. **Ressoadores e Guias Dielétricos Cilíndricos Operando em Micro-Ondas e Óptica: Antenas Dielétricas e Acopladores Refletores de Bragg a Fibra**. Tese (doutorado) - Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Depto. de Engenharia de Teleinformática, Fortaleza, 2010.
- SADIKU, M. N. O. **Elementos de Eletromagnetismo**. 3ª ed, Bookman, 2006.
- SCHMIDT, W. **Materiais Elétricos; Isolantes e Magnéticos**, São Paulo: Editora Edgard Blücher LTDA, V. 2, p. 136, 1979.
- SEBASTIAN M.T., JAWAHAR I.N., MOHANAN P. **A novel method of tuning the properties of microwave dielectric resonators**. Materials Science and Engineering B97 (2003) 258–264
- SEBASTIAN, M. T. **Dielectric Materials for Wireless Communication**. San Diego USA: Elsevier, 2008
- SEGAL, D. **Chemical Synthesis of Advanced Ceramic Materials**. Chemistry of Solid State Materials, Cambridge University Press, 1989.
- SETHARES, J. C., J. NAUMANN, **Design of Microwave Dielectric Resonators**, IEEE Transactions on Microwave Theory & Techniques, Vol. 14, No.1, Jan. 1966, pp 2–7.
- SILVA, PAULO MARIA DE OLIVEIRA. **Estudo dos efeitos da adição de ZnO e Nb2O5 nas propriedades dielétricas da matriz cerâmica BaBi₄Ti₄O₁₅ (BBT) e suas aplicações em antenas**. Tese (Doutorado)—UFC (DETI), 2013.
- SILVA, R. S. **Síntese e propriedades dielétricas de cerâmicas nanoestruturadas de Ba_{1-x}Ca_xTiO₃ (0 ≤ x ≤ 0.3) sinterizadas a laser**. Tese (Tese de Doutorado) — Universidade Federal de São Carlos (USP), 2006.
- SIMON, S.B. et al., 2002. **A hibonite-corundum inclusion from Murchison : A first-generation condensate from the solar nebula**. Meteoritics & Planetary Science, 548, pp.533–548.
- SHOAR ABOUZARI, M. R., BERKEMEIER, F., SCHMITZ, G., & WILMER, D. (2009). **On the physical interpretation of constant phase elements**. Solid State Ionics, 180(14-16), 922–927. <http://doi.org/10.1016/j.ssi.2009.04.002>

STERRETT, F.S.K.; KENNEDY, S.E.; SPARBERG, E. B. A. **Laboratory Investigation of Concepts in Chemistry**. Harper & Row Publishers, New York, 1968.

SURYANARAYANA, C. **Mechanical alloying and milling**. Progress in Material Science, v.46, n. 1-2, p. 1–184, 2001.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. **Introduction to Powder Metallurgy. The Institute of Materials**, ISBN 0-901716-26-X, 1993.

TEODOSSIEV, D. K., PETKOV, V. P., VALOV, R. V, GEORGIEV, J. S., STEFANOV, S. G., TZVETKOV, P. T. (2011). **Composite material on Al_2O_3 basis coated with vitreous carbon for medical needs** Powder Metallurgic Progress. 11(3), 326–329.

TEODOSSIEV, D., VALOV, R., PETKOV, V., PETROV, N., TABAKOVA, B. (2012). **Bio compatible ceramic material (Al_2O_3 , CaTiO_3) coated with vitreous carbon for medical applications**, 1(133), 100–103

TOMANDL G., RÖDEL J., **Sintering of ceramics, Ceramic Monograph 3.5**, Handbook of Ceramics, p.1–9, Schmid Verlag, 1984.

VERKERK, M., MIDDELHUIS, B., BURGGRAAF, A. (1982). **Effect of grain boundaries on the conductivity of high-purity $\text{ZrO}_2\text{Y}_2\text{O}_3$ ceramics**. Solid State Ionics, 6(2), 159–170. [http://doi.org/10.1016/0167-2738\(82\)90083-2](http://doi.org/10.1016/0167-2738(82)90083-2)

VERPLANKEN, M., J. van BLADEL, **The Magnetic Dipole Resonance of Ring Resonators of Very High Permittivity**, IEEE Transactions on Microwave Theory & Techniques, Vol. 27, No. 4, April 1979, pp 328–332.

WEBSTER, T.J.; ERGUN, C.; DOREMUS, R.H., LANFORD, W.A. **Increased osteoblast adhesion on titanium—coated hydroxylapatite that forms CaTiO_3** . Journal of Biomedical Materials Research Part A 67A(3): 975–980, 2003.

WENTWORTH, S. M. **Fundamentos de Eletromagnetismo com Aplicações em Engenharia**, LTC, 2006.

WERSING, W., 1996. **Microwave ceramics for resonators and filters**. Current Opinion in Solid State and Materials Science, 1(5), pp.715–731.

WHITE, J. F. **High Frequency Techniques: an Introduction to RF and Microwave Engineering**. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2004

- WONG, Y. J., HASSAN, J., HASHIM, M. (2013). **Dielectric properties, impedance analysis and modulus behavior of CaTiO_3 ceramic prepared by solid state reaction.** Journal of Alloys and Compounds, 571, 138–144. <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.03.123>
- XIE, Z., YANG, J. HUANG, Y., 1998. **Densification and grain growth of alumina by microwave processing.** Materials Letters, (November), pp.215–220.
- YASHIMA, M., ALI, R. **Structural phase transition and octahedral tilting in the calcium titanate perovskite CaTiO_3 .** Solid State Ionics, v. 180, p. 120–126, 2009.
- YOUNG, R. (Ed.). **The Rietveld Method.** Oxford University Press/IUCr, 1995.
- YOUNG, R. A.; LARSON, A. C.; PAIVA-SANTOS, C. O. **Use's Guide to program DBWS-9807a for Rietveld Analisis of X-ray and Neutron Powder Diffraction Patterns.** 2000.
- YU, J.; SUN, J.L.; CHU, J.H., TANG, D.Y., **Light-emission properties in nanocrystalline BaTiO_3 .** Applied Physics Letters 77(18): 2807–2809, 2000.
- ZHOU, H.; LIU, X.; CHEN, X.; FANG, L.. **Preparation, phase structure and microwave dielectric properties of $\text{CoLi}_{2/3}\text{Ti}_{4/3}\text{O}_4$ ceramic.** Materials Research Bulletin, v. 47, p. 1278–1280, 2012.
- ZHENG, H.; de GYORGYFALVA, G.; QUIMBY, R.; BAGSHAW, H.; UBIC, R.; REANEY, I.M., YARWOOD, J. **Raman spectroscopy of B-site order-disorder in CaTiO_3 —based microwave ceramics.** Journal of the European Ceramic Society 23(14):2653–2659, 2003.
- ZHOU, H.; et al. **Sintering behavior, phase evolution and microwave dielectric properties of thermally stable $(1-x)\text{Li}_3\text{NbO}(4-x)\text{CaTiO}_3$ composite ceramic.** Ceramics International, v. 40, p. 2103–2107, 2014.

APÊNDICE A – PUBLICAÇÕES GERAIS E DECORRENTES DO TRABALHO.

Artigos publicados, aceitos e submetidos em revistas internacionais.

OLIVEIRA, L. S. ; GOUVEIA, D. X. ; SILVA, M. A. S. ; SOMBRA, A. S. B. Study of the performance of dielectric resonator antennas based on the matrix composite of Al_2O_3 — CaTiO_3 . Microwave and Optical Technology Letters (Print), v. 57, p. 963–969, 2015.

Publicações em processo de submissão

OLIVEIRA, L. S. ; GOUVEIA, D. X. ; SILVA, M. A. S. ; SOMBRA, A. S. B. Impedance spectroscopy for the composite Al_2O_3 — CaTiO_3

APÊNDICE B – TRABALHOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS.

1. Oliveira S.L. ; Assunção D.D. ; SILVA, Marcelo Antonio Santos da ; SOMBRA, Antonio Sergio Bezerra ; GOUVEIA, Daniel Xavier . Dielectric studies of Al_2O_3 — CaTiO_3 composites in Radiofrequency and temperature effects. In: XIV Brazil MRS Meeting, 2015, Rio de Janeiro. XIV Brazil MRS Meeting, 2015.
2. Oliveira S.L. ; Assunção D.D. ; SILVA, Marcelo Antonio Santos da ; Gouveia, D.X. ; SOMBRA, Antonio Sergio Bezerra . Study of composite Al_2O_3 — CaTiO_3 and dielectric resonator antenna applications. In: XIII Encontro da SBPMAT, 2014, Joao Pessoa. XIII Encontro da SBPMAT. Sao Paulo: Aptor, 2014. v. 1. p. 1-260.

ANEXOS.

TABLE 2 Measurement and Simulation Bandwidth of the Passbands and the Notched Bands of the Presented Filter (BW: band-width; FBW: fractional Bandwidth; MND: maximum notch depth)

Parameters		Measured Results				Simulated Results			
Passbands	Band number	1	2	3	4	1	2	3	4
	BW _{3dB} (GHz)	2.89–3.45	3.66–5.18	6.04–7.85	8.22–10.78	2.89–3.43	3.6–5.15	5.92–7.82	8.03–11.08
	FBW _{3dB}	17.67%	34.39%	26.06%	26.94%	17.1%	35.43%	27.66%	31.92%
Notched bands	Band number	1	2	3	4	1	2	3	4
	BW _{10dB} (GHz)	3.53–3.61	5.29–5.39	5.86–5.98	8.02–8.15	3.46–3.55	5.22–5.29	5.74–5.85	7.87–7.99
	FBW _{10dB}	2.24%	1.87%	2.02%	1.62%	2.56%	1.33%	1.89%	1.51%
	MND (dB)/Freq (GHz)	16.6/3.57	17.7/5.34	16.1/5.92	18.4/8.08	24.6/3.51	30.9/5.27	24.7/5.81	35.4/7.93

within the passband, the current distribution is symmetric, as shown in Figure 6(e). It is worthwhile to note that different phases of the signal show different current distribution, but for the notched frequencies, the current along the transmission line close to the output port at all phases are low.

3. MEASUREMENT AND DISCUSSION

The proposed filter was fabricated and the *S*-parameter against frequencies was measured by using the Agilent E5071C vector network analyzer. Figure 7 presents the photo of the proposed filter with two SMA connectors. Total area of the proposed filter is 50 mm × 12 mm. Figure 8 plots the measurement results for the *S*-parameter, as well as its comparison with the simulation ones. It can be seen from Figure 8 that, four notched bands have been gotten within the UWB frequencies, but only four passbands are obtained because the notched bands of 5.34 and 5.92 GHz are contiguous. The four passbands are 2.89–3.45 GHz, 3.66–5.18 GHz, 6.04–7.85 GHz, and 8.22–10.78 GHz, respectively.

The detailed 3-dB BW of each passband and 10-dB notched fractional bandwidth of the presented filter are listed in Table 2. It can be seen from Figure 8 and Table 2 that, there are some differences between the simulation results and the measurement ones. In the first place, all notched frequencies gotten from measurement are higher than that obtained from simulation, namely, the simulation results show the notched frequencies are 3.51, 5.27, 5.81, and 7.93 GHz, whereas the experimental results show that they are 3.57, 5.34, 5.92, and 8.08 GHz, respectively. Second, the measurement notch depth at each notched frequency is not as good as the simulation one, namely, the simulation results show that the MND of all notched frequencies are higher than 24 dB, but they are about 16 dB in testing. Third, the low edge of the filter passband for both simulation and measurement are almost overlapping, while for high edge of the passband, some different are seen. Last but not the least, the measured insertion losses are higher than that of simulation ones, especially in high frequencies. It is evident that two results are not the same but they have high similarity. The frequency error between simulation and measurement is lower than 2% for each notched frequency.

4. CONCLUSION

Detailed design of an UWB filter with quad-notched bands, which is comprised of a seven-pole pseudo-bandpass filter and eight arrow-shaped resonators, is presented in this letter. The pseudo-bandpass filter, which is based on optimum distributed highpass filters, is comprised of four grounded stubs separated by three unit elements. Eight arrow-shaped resonators both close to the main transmission line and the stubs provide four notched bands in the UWB band. The results of the parametric study and the investigation of the current distributions for the notched and the passband frequencies of the proposed filter have been

included. Simulation results show that the notched frequency can be widely tuned by altering the length of the resonators, and the BW of the notched band can also be changed by adjusting the gaps between the additional resonators and the bandpass filter. Experimental results show that, within 2.89–10.78 GHz, four notched frequencies, namely, 3.57, 5.34, 5.92, and 8.08 GHz are obtained with the notch depth is higher than 16 dB.

REFERENCES

1. Federal Communications Commission, Revision of Part 15 of the Commission's rules regarding ultra-wideband transmission systems, First Report and Order, FCC 02.V48, Washington, D.C., April 2002.
2. J.-S. Hong and M.J. Lancaster, Microstrip filters for RF/microwave applications, Wiley, New York, 2001.
3. J. Zhao, J. Wang, G. Zhang, and J.-L. Li, Compact microstrip UWB bandpass filter with dual notched bands using E-shaped resonator, IEEE Microwave Wireless Compon Lett 23 (2013), 638–640.
4. Y. Wu, C. Liao, X. Xiong, and X. Zhong, Design filters using tunable E-shaped dual-mode resonators for lower-ultra-wideband and upper-ultra-wideband applications, Prog Electromagn Res C 37 (2013), 145–157.
5. Q. Yi, M. Zhang, F. Zhou, and X. Luo, An ultrawideband single notched-band bandpass filter by consisting of CRLH TL and EOS, Microwave Opt Technol Lett 56 (2014), 1115–1118.
6. L. Qi, L. Chang-Hong, Z. Wei, and X. Wei-Feng, Novel compact UWB bandpass filter with notched band, Microwave Opt Technol Lett 52 (2010), 280–283.
7. K.-J. Song and Q. Xue, Asymmetric dual-line coupling structure for multiple-notch implementation in UWB bandpass filters, Electron Lett 46 (2010), 1388–1390.
8. H. Shaman and J.-S. Hong, Asymmetric parallel-coupled lines for notch implementation in UWB filters, IEEE Microwave Wireless Compon Lett 17 (2007), 516–518.

© 2015 Wiley Periodicals, Inc.

STUDY OF THE PERFORMANCE OF DIELECTRIC RESONATOR ANTENNAS BASED ON THE MATRIX COMPOSITE OF Al₂O₃ – CaTiO₃

L. S. Oliveira,¹ D. X. Gouveia,¹ M. A. S. Silva,² and A. S. B. Sombra²

¹IFCE - Instituto Federal do Ceará

²Telecommunications and Materials Science and Engineering Laboratory (LOCEM), Department of Physics, Federal University of Ceará, Caixa, Postal 6030, CEP 60455-760, Fortaleza, Ceará, Brazil; Corresponding author: marceloassilva@yahoo.com.br

Received 2 September 2014

ABSTRACT: In this article is present the structural and dielectric microwave properties of Alumina – CaTiO₃ ceramic composite with the addition of CaTiO₃ and your performance as a dielectric resonator

antenna (DRA). Alumina has a negative temperature variation of resonant frequency coefficient τ_f , while CaTiO_3 has a high positive temperature coefficient. Also influence of calcium titanate on densification and porosity of the composite is presented. The CaTiO_3 was added (2.5% to 10% wt. amount) in order to analyze changes in the dielectric properties. Samples were characterized by X-ray diffraction. Dielectric properties were investigated by Hakki-Coleman methods and the experimental characteristics parameters like return loss, bandwidth, and input impedance are presented and compared with numerical simulations. The results obtained shows the formation of secondary phases (Hibonite and TiO_2), with the dielectric permittivity and dielectric loss increasing and decreasing with calcium titanate concentration, respectively. The application of DRA was verified and all samples tested presented return loss below -10 dB in the resonant frequency. © 2015 Wiley Periodicals, Inc. Microwave Opt Technol Lett 57:963–969, 2015; View this article online at wileyonlinelibrary.com. DOI 10.1002/mop.28999

Key words: microwave properties; ceramics; CaTiO_3 ; temperature coefficient of resonant frequency; dielectric resonator antenna

1. INTRODUCTION

The last decades, investigation of dielectric materials properties has increased, enabling the development of new ceramics for several applications in the wireless communication technologies and others. In the microwave range, the specific properties for ceramic materials as complex permittivity, dielectric losses, and low temperature coefficients of resonant frequency can be obtained from the addition of one or more phases with the common material to form a composite with the desired property [1–3]. Specifically, a temperature coefficient of resonant frequency, τ_f , with a value close to zero is mandatory when the material is used as dielectric resonator [3, 4]. High τ_f values do not allow the adequate practical application for this material. Good values can be obtained by the addition to the principal phase, a secondary phase with the opposite τ_f , aiming to cancel the influence of environmental temperature [3]. The aluminum oxide arouses interest due your dielectric properties as ϵ_r (9.8) and $\tan \delta$ in order of the 10^{-5} [5, 6]. Alumina has a high melting point of about 2050°C , relatively high thermal conductivity and low dielectric losses and is a well-known ceramic packaging material. Most of the properties of the high-purity alumina such as thermal expansion, thermal conductivity, elastic modulus, melting point, Poisson's ratio, and permittivity fall within a narrow range for different samples from a wide range of sources.

TABLE 1 Rietveld Parameters, Monocrystal Density, and Sample Composition Obtained by X-ray Diffraction

Sample	R_{wp}	Phases	R_{Bragg}	%wt	ρ (g cm $^{-3}$)
CTO 2.5%	16.07	Al_2O_3	7.82	97.98	3.98
		CTO	—	—	—
		Hibonite	9.95	1.79	3.72
		TiO_2	7.00	0.23	4.16
CTO 5.0%	15.89	Al_2O_3	6.08	93.99	3.98
		CTO	6.12	1.41	4.01
		Hibonite	8.47	4.28	3.75
		TiO_2	7.38	0.32	4.15
CTO 7.5%	15.36	Al_2O_3	4.92	90.41	3.98
		CTO	3.88	4.54	4.02
		Hibonite	8.32	4.84	3.75
		TiO_2	9.73	0.21	4.22
CTO 10.0%	14.95	Al_2O_3	5.18	87.57	3.98
		CTO	3.22	7.43	4.02
		Hibonite	8.53	4.80	3.75
		TiO_2	9.07	0.20	4.24

However, the dielectric loss is highly variable from sample to sample varying over several orders of magnitude. Powder purity is an important factor in the production of low-loss alumina [6–16]. In polycrystalline alumina, the quality factor is dramatically decreased [7] by the impurity degree.

The calcium titanate (CTO) was a ferroelectric oxide that exhibits higher dielectric permittivity in radiofrequency and microwave range, in the microwave range the CTO exhibits $\epsilon_r = 160$ [6–11] and dielectric loss in the order 10^{-4} . The CTO too higher τ_f positive (850 ppm. $^\circ\text{C}^{-1}$).

In the work was studied ceramic composite of Al_2O_3 – CTO, with the CTO concentration varying of the 2.5% at 10% wt. For structural characterization was used X-ray diffraction with crystalline phases confirmed by Rietveld refinement. The dielectric properties of composites was obtained by impedance spectroscopic (IS) and Hakki–Coleman method. The coefficient of temperature of resonant frequency was obtained by SFS method, and the antenna application was analyzed by numerical simulation by HFSS® software.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

The ceramic composite was fabricated by mixture of alumina and CTO in the planetary mill for one hour for better homogenization and decreasing particle size of the powders Al_2O_3 (Alcoa), and CaTiO_3 (Aldrich), with the CTO concentration varying from 0% at 10% wt. The ceramic cylinder and pellets was obtained from mixture of CTO, Alumina and Alcohol Polyvinyl (PVA), this mixture was pressing in the uniaxial press for 5 min under constant pressure of the 8.81 MPa. The green body was sintered at 1350°C for 4 h in furnace. The pellets and cylinders were polished before sinterization process. The nomenclature of the samples was showed in the Table 1.

The samples was analyzed by X-ray diffraction using the Rigaku diffractometer using Cu radiation K α ($\lambda = 0.15406$ Å). The dielectric measurement the ceramic pellets and cylinder was fabricated, in the ceramic pellet was painted a conductor ink for analysis by Impedance Spectroscopic in the radio-frequency, the ceramic cylinder was used for analysis in the microwave range by Hakki-Coleman method [17], the measurement was performed in the impedance analyzer (E4991a and 4294a) and network analyzer (N5230a), both for Agilent. The τ_f was measured by SFS method by analysis for displacement of frequency of mode HE_{116} with temperature [18]. The density of the ceramics was analyzed by Pycnometry.

3. RESULTS

3.1. X-Ray Diffraction

The crystalline phases presented in the ceramic was performed by analysis for the pattern diffraction of the composites of Alumina-CTO. The diffraction peaks presented in the XRD patterns in the Figure 1 demonstrated the presence of three or four crystalline phases, depending of the CTO concentration, a few peaks not associated for CTO or alumina was associated the presence of Hibonite and TiO_2 . The Rietveld refinement was performed for confirmation of the proposed phases. The refinement was carried with orthorhombic CTO (ICSD: 165801, space group Pnma); in conjunct with rhombohedral alumina (ICSD: 85137, space group R-3C), TiO_2 (ICSD: 36410, space group 4/mmm) and Hibonite, CaO_6 (Al_2O_3), (ICSD: 34394, space group P63/mmc). The Rietveld refinement was performed by DBWS9807 associated with graphical interface DBWStools [19].

The refinement results showed that the adjust for experimental data with the proposed phases demonstrated good agreement,