

**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIENCIA E TECNOLOGIA DO CEARÁ –
IFCE**

ENGENHARIA EM TELECOMUNICAÇÕES

**PPGET PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
TELEINFORMÁTICA**

RAPHAEL VICTOR BARROS CAMPOS

**ESTUDO DE ANTENAS DIELÉTRICAS
RESSOADORAS BASEADAS NA MATRIZ
CERÂMICA AL_2O_3 - TiO_2 OPERANDO NA
BANDA C.**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Volume I

**Fortaleza
2015**

RAPHAEL VICTOR BARROS CAMPOS

**ESTUDO DE ANTENAS DIELÉTRICAS RESSOADORAS
BASEADAS NA MATRIZ CERÂMICA Al_2O_3 -
 TiO_2 OPERANDO NA BANDA C.**

[Dissertação de Mestrado] apresentado ao [PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE TELEINFORMÁTICA], como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de [MESTRE].

Orientador: Daniel Xavier Gouveia
Coorientador: Antônio Sérgio Bezerra Sombra

Volume I

Fortaleza
2015

C198e Campos, Raphael Victor Barros.

Estudo de antenas dielétricas ressoadoras baseadas na matriz cerâmica AL_2O_3 - TiO_2 operando na banda C / Raphael Victor Barros Campos. - Fortaleza: IFCE, 2015.
109p.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Telecomunicações).
Orientadora: Prof. Daniel Xavier Gouveia.

1. TELECOMUNICAÇÕES - DISSERTAÇÃO. 2. ANTENA RESSOADORA
DIELÉTRICA. 3. ALUMINA. 4. ÓXIDO DE TITÂNIO. I. Título.

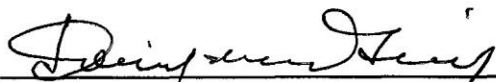
CDD 621.38

RAPHAEL VICTOR BARROS CAMPOS

**ESTUDO DE ANTENAS DIELÉTRICAS
RESSOADORAS BASEADAS NA MATRIZ
CERÂMICA AL_2O_3 - TiO_2 OPERANDO NA
BANDA C.**

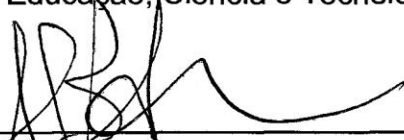
Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia de Telecomunicações do
Instituto Federal de Educação,
Ciência e Tecnologia do Ceará, como
requisito parcial à obtenção do título
de Mestre em Engenharia de
Telecomunicações. Área de
concentração: Sistemas de
Telecomunicações.

Trabalho aprovado. Fortaleza, 20 de Agosto de 2015:



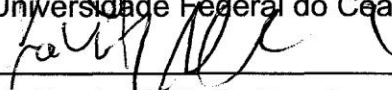
Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia (Orientador)

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE)



Prof. Dr. Antônio Sérgio Bezerra Sombra (Co-orientador)

Universidade Federal do Ceará (UFC)



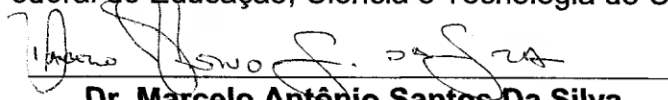
Prof. Dr. José Wally Mendonça Meneses

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE)



Prof. Dr. Mairton Cavalcante Romeu

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE)



Dr. Marcelo Antônio Santos Da Silva

Universidade Federal do Ceará (UFC)

Fortaleza

2015

Dedico este trabalho aos meus pais, Regina e Rivelino e a pessoas especiais e meus amigos que acreditaram em mim e principalmente a Deus.

Agradecimentos

À FUNCAP pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa de auxílio,
Ao Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia, pela excelente orientação.

Ao Prof. Dr. Antônio Sérgio Bezerra Sombra, pela excelente orientação e por ceder o seu laboratório (LOCEM) para realização das medições apresentadas neste trabalho.

Ao Dr. Marcelo Antônio Santos da Silva pela paciência, ensinamentos e discussões durante a realização deste trabalho.

Aos professores participantes da banca examinadora pelas valiosas sugestões.

Aos colegas da turma de mestrado, pelas reflexões, críticas e sugestões recebidas.

Aos meus amigos Renata Silva de Queiroz, George Anderson de Araujo, Bruno Abreu, Caio Leite Bezerra, Luiz Nonato Lopes de Oliveira e Barbara Silva.

O homem não possui como seu senão aquilo que pode levar deste mundo. O que ele encontra ao chegar e o que deixa ao partir, goza durante sua permanência na Terra; mas, desde que é forçado a deixá-los, é claro que só tem o usufruto, e não a posse real. O que é, então, que ele possui? Nada do que se destina ao uso do corpo, e tudo o que se refere ao uso da alma: a inteligência, os conhecimentos, as qualidades morais. Eis o que ele traz e leva consigo, o que ninguém tem o poder de tirar-lhe, e o que ainda mais lhe servirá no outro mundo do que neste. Desde depende estar mais rico ao partir do que ao chegar neste mundo, porque a sua posição futura depende do que ele houver adquirido no bem. Quando um homem parte para um país longínquo, arruma a sua bagagem com objetos de uso nesse país e não se carrega de coisas que lhe seriam inúteis. Fazei, pois, o mesmo, em relação à vida futura, a provisionando-vos de tudo o que nela vos poderá servir.

M., Espírito Protetor

Bruxelas, 1861

Resumo

Este trabalho mostra a influência da adição do óxido de titânio (TiO_2) na matriz cerâmica de alumina (Al_2O_3). Tendo como estudo a análise das características dielétricas, melhoramento do processo de sinterização da alumina e suas aplicações como antena dielétrica. A avaliação estrutural do compósito estudado foi realizada através da difração de raios-X, do refinamento de Rietveld, picnometria e microscopia eletrônica de varredura. As propriedades dielétricas do compósito, foram estudadas através da espectroscopia de impedância (EI) e pelo método de Hakki-Coleman, nas faixas de frequência de rádio frequência (RF) e micro-ondas (MO). Outra propriedade estudada foi o coeficiente de temperatura da frequência de ressonância (τ_f). As propriedades dielétricas do compósito indicam a melhoria de seus valores com o aumento da concentração do TiO_2 na matriz de Al_2O_3 . Observa-se que a permissividade dielétrica (s') cresce e a perda dielétrica ($\text{tg}\delta$) diminui. Uma melhoria na temperatura de sinterização do compósito também pode ser observada de tal forma que houve uma redução da mesma. Sendo assim pôde-se fabricar as amostras com uma temperatura inferior à da alumina pura (2050°C), reduzindo-se está no nosso experimento para 1350°C .

Abstract

This work shows the influence of the addition of titanium oxide (TiO_2) in the ceramic matrix of alumina (Al_2O_3). Were studied the dielectric characteristics, the improvement of the alumina sintering process, and the application of the composite how dielectric antenna. The Structural characterization was carried out by the diffraction X-rays, Rietveld refinement, and picnometry method. The composite was also analysed by the scanning electron microscopy. The dielectric properties, were studied through the impedance spectroscopy (EI) and the Hakki-Coleman method, in the Radio Frequency Frequency (RF) and microwave (MW) ranges. Another property studied was the temperature coefficient of resonance frequency (τ_f). The dielectric results indicates an improvement in the dielectric properties with the increasing concentration of TiO_2 to Al_2O_3 matrix. A dielectric permittivity (s') and dielectric loss ($\text{tg}\delta$) shows better values after the TiO_2 addition. A decreasing in the sintering temperature may be also observed. Like this the manufacture of this composite may be obtained with a temperature lower than that of pure alumina reducing this in our experiment from 2050°C to 1350°C .

Lista de Figuras

Figura 1 – Dipolo sobre a influência de um campo elétrico E_a	25
Figura 2 – Diagrama do circuito equivalente: capacitor, corrente capacitiva (IC), corrente de de perdas (IR), tangente de perdas para um dielétrico típico.....	28
Figura 3 – Resposta em frequência da permissividade imaginária em função da permissividade real.	30
Figura 4 – Circuito RC em paralelo.....	31
Figura 5 – Exemplo de gráfico de impedância ($-Z''$ versus Z').....	32
Figura 6 – Efeito da condutividade d.c. nas curvas de r'' (imaginária) versus r' (real). (A) $\sigma = 0$, (B) $\sigma = \sigma_1 > 0$, (C) $\sigma_2 > \sigma_1$, (D) $\sigma_3 = \sigma_2$	34
Figura 7 – A figura mostra uma representação da onda guiada e a onda irradiada no espaço livre.....	35
Figura 8 – Antenas filamentosas. (a) Dipolo. (b) Loop circular ou quadrático. (c) Helicoidal.	36
Figura 9 – Antenas de abertura. (a) Corneta piramidal, (b) Corneta cônica. . .	37
Figura 10 – Legenda.....	38
Figura 11 – Visão lateral de uma antena de microfita.....	38
Figura 12 – Diversas geometrias de antenas ressoadoras dielétricas.....	40
Figura 13 – Fluxograma do procedimento experimental.....	43
Figura 14 – Perda de retorno em função da frequência para um DRA qualquer. .	47
Figura 15 – Configuração da antena sobre o plano terra, com detalhe ampliado para o gap de ar	48
Figura 16 – Padrões de difração.....	50
Figura 17 – Gráfico de Densidade Aparente.....	52
Figura 18 – Densidade Relativa.	52
Figura 19 – Porosidade	53
Figura 20 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 2,5% TiO_2 , com aumento de 1.000 x.	54
Figura 21 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 2,5% TiO_2 , com aumento de 5.000 x.	54
Figura 22 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 2,5% TiO_2 , com aumento de 20.000 x.	55
Figura 23 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 5,0% TiO_2 , com aumento de 1.000 x.	56
Figura 24 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 5,0% TiO_2 , com aumento de 5.000 x.	56

Figura 25 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 5,0% TiO ₂ , com aumento de 20.000 x.	57
Figura 26 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 7,5% TiO ₂ , com aumento de 1.000 x.	58
Figura 27 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 7,5% TiO ₂ , com aumento de 5.000 x.	58
Figura 28 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 7,5% TiO ₂ , com aumento de 20.000 x.	59
Figura 29 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 10% TiO ₂ , com aumento de 1.000 x.	60
Figura 30 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 10% TiO ₂ , com aumento de 5.000 x.	60
Figura 31 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 10% TiO ₂ , com aumento de 20.000 x.	61
Figura 32 – Permissividade dielétrica (ϵ') em função da frequência em tempera- tura ambiente das amostras	63
Figura 33 – Tangente de perdas ($\tan \delta$) em função da frequência em temperatura ambiente das amostras	63
Figura 34 – Variação da impedância real em função da frequência para a amostra, 2,5% de TiO ₂ , com variação da temperatura de 200°C a 350°C	65
Figura 35 – Variação da impedância real em função da frequência para a amostra, 5,0% de TiO ₂ , com variação da temperatura de 200°C a 350°C	65
Figura 36 – Variação da impedância real em função da frequência para a amostra, 7,5% de TiO ₂ , com variação da temperatura de 200°C a 350°C	66
Figura 37 – Variação da impedância real em função da frequência para a amostra, 10% de TiO ₂ , com variação da temperatura de 200°C a 350°C	66
Figura 38 – Condutividade AC em função da frequência em temperatura ambiente para todas as amostras	68
Figura 39 – Variação da condutividade em função da frequência para a amostra de Al ₂ O ₃ – 2,5% TiO ₂ , com variação de temperatura	69
Figura 40 – Variação da condutividade em função da frequência para a amostra de Al ₂ O ₃ – 5,0% TiO ₂ , com variação de temperatura	69
Figura 41 – Variação da condutividade em função da frequência para a amostra de Al ₂ O ₃ – 7,5% TiO ₂ , com variação de temperatura	70
Figura 42 – Variação da condutividade em função da frequência para a amostra de Al ₂ O ₃ – 10% TiO ₂ , com variação de temperatura	70
Figura 43 – Variação de σ_{dc} vs. $10^3/T$ e f_{max} vs. $10^3/T$ para a amostra Al ₂ O ₃ – 2,5% TiO ₂	71

Figura 44 – Variação de σ_{dc} vs. $10^3/T$ e f_{max} vs. $10^3/T$ para a amostra Al_2O_3 – 5,0% TiO_2	71
Figura 45 – Variação de σ_{dc} vs. $10^3/T$ e f_{max} vs. $10^3/T$ para a amostra Al_2O_3 – 7,5% TiO_2	72
Figura 46 – Variação de σ_{dc} vs. $10^3/T$ e f_{max} vs. $10^3/T$ para a amostra Al_2O_3 – 10% TiO_2	72
Figura 47 – Coeficiente de temperatura da frequência de ressonância em função da concentração de TiO_2	73
Figura 48 – Gráficos de Nyquist $-Z''$ versus Z' para amostra Al_2O_3 – 2,5% TiO_2 com variação de temperatura.	74
Figura 49 – Gráficos de Nyquist $-Z''$ versus Z' para amostra Al_2O_3 – 5,0% TiO_2 com variação de temperatura.	74
Figura 50 – Gráficos de Nyquist $-Z''$ versus Z' para amostra de Al_2O_3 – 10% TiO_2 com variação de temperatura.	75
Figura 51 – Gráficos de Nyquist $-Z''$ versus Z' para amostra de Al_2O_3 – 10% TiO_2 com variação de temperatura.	75
Figura 52 – Constante dielétrica e tangente de perda em função da concentração de TiO_2	76
Figura 53 – Perda de Retorno (dB) em função da frequência para as amostras experimentais	78
Figura 54 – Perda de Retorno simulado e experimental da amostra Al_2O_3 – 2,5% TiO_2	82
Figura 55 – Perda de Retorno simulado e experimental da amostra Al_2O_3 – 5,0% TiO_2	82
Figura 56 – Perda de Retorno simulado e experimental da amostra Al_2O_3 – 7,5% TiO_2	83
Figura 57 – Perda de Retorno simulado e experimental da amostra Al_2O_3 – 10% TiO_2	83
Figura 58 – Parte real da impedância, simulada e experimental da amostra de Al_2O_3 – 2,5% TiO_2	84
Figura 59 – Parte real da impedância, simulada e experimental da amostra de Al_2O_3 – 5,0% TiO_2	84
Figura 60 – Parte real da impedância, simulada e experimental da amostra de Al_2O_3 – 7,5% TiO_2	85
Figura 61 – Parte real da impedância, simulada e experimental da amostra de Al_2O_3 – 10% TiO_2	85
Figura 62 – Parte imaginaria da impedância, simulada e experimental da amostra Al_2O_3 – 2,5% TiO_2	86

Figura 63 – Parte imaginaria da impedância, simulada e experimental da amostra Al ₂ O ₃ – 5,0% TiO ₂	86
Figura 64 – Parte imaginaria da impedância, simulada e experimental da amostra Al ₂ O ₃ – 7,5% TiO ₂	87
Figura 65 – Parte imaginaria da impedância, simulada e experimental da amostra Al ₂ O ₃ – 10% TiO ₂	88
Figura 66 – Diagrama de radiação simulado das amostra de Al ₂ O ₃ – 2,5% TiO ₂	88
Figura 67 – Diagrama de radiação simulado das amostra de Al ₂ O ₃ – 5,0% TiO ₂ . .	89
Figura 68 – Diagrama de radiação simulado das amostra de Al ₂ O ₃ – 7,5% TiO ₂ . .	90
Figura 69 – Diagrama de radiação simulado das amostra de Al ₂ O ₃ – 10% TiO ₂ . .	90
Figura 70 – Carta de Smith da amostra Al ₂ O ₃ – 2,5% TiO ₂	91
Figura 71 – Carta de Smith da amostra Al ₂ O ₃ – 5% TiO ₂	91
Figura 72 – Carta de Smith da amostra Al ₂ O ₃ – 7,5% TiO ₂	92
Figura 73 – Carta de Smith da amostra Al ₂ O ₃ – 10% TiO ₂	92

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Parâmetros de Rietveld para as amostras da matriz Al_2O_3 com concentrações de 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10% de TiO_2	50
Tabela 2 – Valor para as medidas de densidades aparente teórica, relativa e porosidade para todas as amostras.....	51
Tabela 3 – Permissividade e tangente de perdas	63
Tabela 4 – Energias de ativação para as amostras de alumina adicionado de 2,5%, 5,0%, 7,5%, 10% de TiO_2	68
Tabela 5 – Valores de TCC das amostras.....	68
Tabela 6 – Valores das Medições de micro-ondas obtidos a partir de procedimento Hakki - Coleman, A tabela mostra os valores de permissividade dielétrica (ϵ'), de perda dielétrica ($\text{tg}\delta$), τf , espessura (H) Diâmetro (D) do ressonador $(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}(\text{TiO}_2)_x$	77
Tabela 7 – Parâmetros de antena computado pelo HFSS, das amostras de 2,5% e 5,0% de TiO_2	79
Tabela 8 – Parâmetros de antena computado pelo HFSS, das amostras de 7,5% e 10% de TiO_2	80
Tabela 9 – Parâmetros de antena computado pelo HFSS, para todas amostras.	81

Lista de abreviaturas e siglas

ARD Antena Ressoradora Dielétrica (Dielectric Resonator Antenna)

BWLargura de Banda (Bandwidth)

DCCorrente contínua (direct current)

DRXDifração de Raios-X

HEMModo Elétrico Híbrido

IEEEInstituto de Engenheiros Eletricistas e Eletrônicos

LComprimento

MOMicro-ondas

PVAÁlcool Polivinílico

RDessorador Dielétrico (Dielectric Resonator)

RFRádio-Frequência

RwpErro residual ponderado (weighted residual error)

SFator de qualidade do ajuste

TEModo transversal elétrico

TMModo transversal magnético

UHFUltra High Frequency

Lista de símbolos

aRaio do Ressorador

B Densidade de fluxo magnético ou indução magnética

c Velocidade da luz no vácuo

E Vetor campo elétrico

f (Hz) Frequência da onda eletromagnética

F Força

h Altura do Ressorador

J Densidade de corrente elétrica

K Constante de Boltzmann (eV/K)

Q Fator de qualidade

S_{11} Perda de Retorno

s VSWR na entrada da DRA

D_0 Densidade de fluxo elétrico no vácuo

E_0 Energia de ativação

f_0 Frequência de ressonância

λ Comprimento de onda

μ_r Permeabilidade relativa

μ Permeabilidade

ρ Densidade de carga livre (grandeza escalar)

ρ Resistividade

σ_{ac} Condutividade AC

σ_{dc} Condutividade DC

σ Condutividade do material

$tg\delta$ Tangente de perda dielétrica

ϵ_0	Permissividade elétrica absoluta
ϵ_0	Permissividade do espaço livre
ϵ_r	Permissividade relativa (ou simplesmente constante dielétrica)
ϵ	Permissividade
τ_f	Coefficiente de temperatura da frequência de ressonância
T	Temperatura em Kelvin (K)
T	Temperatura
Z	Impedância
Z''	Impedância (parte imaginária)
Z'	Impedância (parte real)

Sumário

1	INTRODUÇÃO	19
1.1	Motivação e Objetivos	20
1.2	Organização da Dissertação	21
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	22
2.1	Fundamentos do Eletromagnetismo Clássico.....	22
2.2	Propriedades Dielétricas dos Materiais.....	24
2.3	Capacitores	26
2.4	Tangente de Perda Dielétrica ($\tan\delta$) e Condutividade	28
2.5	Coeficiente de Temperatura da Capacitância (TCC)	29
2.6	Espectroscopia de Impedância.....	29
2.7	Antenas.....	35
2.7.1	Tipos de Antenas	36
2.7.2	Antenas Filamentares.....	36
2.7.3	Antena de Abertura	37
2.7.4	Antenas Refletoras	38
2.7.5	Antenas de Microfita	38
2.7.6	Antenas Dielétricas	39
2.8	Parâmetros Fundamentais de Antenas	40
2.8.1	Diretividade (D).....	40
2.8.2	Ganho (G).....	41
2.8.3	Eficiência de Radiação	41
3	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	43
3.1	Fluxograma do Procedimento Experimental.....	43
3.2	Difração de Raio-X e refinamento Rietveld	44
3.3	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	44
3.4	Picnometria	45
3.5	Caracterização Dielétrica.....	46
3.5.1	Medidas Dielétricas em Rádio Frequência em Temperatura ambiente	46
3.6	Medidas Dielétricas em Micro-onda	46
3.6.1	Hakki - Coleman	46
3.6.2	Medidas do Monopolo.....	47
4	Resultados e Discussões	49
4.1	Caracterizações estruturais das amostras	49

4.2	Picnometria	50
4.3	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	53
4.4	Medidas na faixa de Rádio Frequência (RF)	62
4.4.1	Medidas em RF à Temperatura Ambiente	62
4.4.2	Medidas de RF com Variação de Temperatura	64
4.5	Coeficiente de temperatura da frequência de ressonância.....	73
4.6	Medidas em Micro-ondas.....	76
4.7	Simulação das amostras usando o HFSS.....	77
5	CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS	93
5.1	Perspectivas.....	94
5.2	Publicações Gerais e Decorrentes do Trabalho	95
	Referências.....	96
	 ANEXOS	 98

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas dielétricas nas últimas décadas obtiveram um papel importante na indústria de telecomunicações (telefonia móvel, satélites de comunicação, sistemas de posicionamento global, etc) devido ao seu uso intenso como componente em uma grande faixa das frequências de micro-ondas. Nesta faixa de uso elas apresentam valores elevados de permissividade e baixas perdas em comparação com os materiais tradicionais utilizados na área de telecomunicações atendendo as condições para a miniaturização de componentes. Estas propriedades dielétricas (alta permissividade e baixas perdas) permitem a construção de antenas e componentes com elevado nível de miniaturização (PETOSA, 2007; SEBASTIAN, 2010).

A busca por um material adequado, com as propriedades desejadas isto é com permissividade elevada, baixas perdas e também imunidade as variações de temperatura (coeficiente de temperatura da frequência de ressonância (τ_f) próximo a zero) é um importante campo de investigação científica no cenário das telecomunicações em RF e Microondas. Deste modo um compósito que possua tais propriedades torna-se um candidato atraente para aplicações como dispositivo para sistemas de telecomunicações. Neste trabalho os materiais escolhidos para objeto de estudo foram a alumina (Al_2O_3) e o óxido de titânio (TiO_2). A alumina é uma cerâmica que tem propriedades bastante especiais na faixa de micro-ondas; Tais propriedades são bem conhecidas como $s_r = 10$, $\text{tg } \delta = 1,0 \times 10^{-5}$ e $\tau_f = -60 \text{ ppm } ^\circ\text{C}^{-1}$ (SEBASTIAN, 2010). Para sua fabricação é necessária uma temperatura de sinterização elevada, em torno de 2050°C , a fim de se obter uma cerâmica de alumina de alta densidade e baixa porosidade, caso contrário a sua utilização para aplicações em faixa de micro-ondas será bastante prejudicada, pois uma porosidade elevada implica em alterações das propriedades dielétricas.

Já o óxido de titânio sendo um bom agente de sinterização, e possuindo as seguintes propriedades, $s_r = 100$, e $\tau_f = 450 \text{ ppm } ^\circ\text{C}^{-1}$, também bem estabelecidas na literatura científica, foi escolhido para ser adicionado a matriz alumina de forma a se estudar o conjunto de propriedades para as suas aplicações em engenharia de telecomunicações mais especificamente como antenas ressoadoras dielétricas (SEBASTIAN, 2010).

1.1 Motivação e Objetivos

As indústrias de comunicações móveis têm passado por um grande crescimento nos projetos de antenas, dado as suas aplicações em sistemas de telefonia móvel (celulares) , sistema de posicionamento global (GPS), satélites, e sistemas de comunicação sem fio, tecnologia Bluetooth, dispositivos de redes de banda larga sem-fio, entre outros (JOHN; VOLAKIS, 2007).

Sendo a antena o elemento indispensável para a transmissão e recepção de ondas eletromagnéticas, o conhecimento de suas características é de grande importância para o desenvolvimento tecnológico da área de projetos em engenharia de telecomunicações. O conhecimento na área de materiais, relacionado as antenas ressoadoras dielétricas, é extremamente importante, pois através do conhecimento das propriedades dos materiais cerâmicos é que se pode projetar novos sistemas, e obter melhores desempenhos dos mesmos bem como adequá-los a novos requisitos (PETOSA, 2007) (MONGIA; BHARTIA, 1994).

A Alumina e o óxido de Titânio foram escolhidos para este estudo, devido as suas propriedades físicas na faixa de RF e Microondas. Historicamente a primeira utilização comercial da alumina (Al_2O_3) como material cerâmico data de 1907. Entre suas propriedades de interesse estão, permissividade relativa (ϵ_r) em torno de 10, condutividade térmica alta e baixa perda dielétrica. Entretanto devido ao alto ponto de fusão (2050°C) , a sua fabricação é dificultada (DORRE; HUBNER, 1984); (HUANG; WANG; HUANG, 2007); (SEBASTIAN, 2010).

O óxido de titânio (TiO_2) tem como características principais $\epsilon' = 100$, $\tau_f = 450\text{ppm}^\circ\text{C}^{-1}$, sendo bem conhecido na fabricação de compósitos cerâmicos. Aqui foi escolhido por ser um bom agente de sinterização, podendo ser usado para obter-se uma baixa temperatura de sinterização, e também para estudo de sua contribuição na estabilidade térmica do coeficiente de temperatura da frequência ressonante (τ_f), no compósito da matriz cerâmica de Al_2O_3 - TiO_2 (SEBASTIAN, 2010; HUANG; WANG; HUANG, 2007), tendo em vista que o TiO_2 tem coeficiente positivo e a Alumina tem coeficiente negativo. Procurou-se assim encontrar o ponto de cancelamento entre estes coeficientes com a adição do TiO_2 .

Este trabalho consiste no desenvolvimento e caracterização do compósito (Al_2O_3) - (TiO_2) com concentrações de $\text{TiO}_2 = 2,5\%$, 5% , $7,5\%$ e 10% , visando a adição de TiO_2 para diminuição da temperatura de sinterização e posteriormente, verificar as modificações ocorridas nas propriedades dielétricas do material como por exemplo, o coeficiente de temperatura da frequência ressonante (τ_f). Os objetivos deste trabalho são: o estudo dos efeitos da adição do óxido de titânio (TiO_2) na matriz cerâmica de alumina (Al_2O_3), compreendendo a caracterização do mesmo nas suas

propriedades estruturais e dielétricas, e também as suas propriedades de dispositivo como antena ressoadora dielétrica. Desta forma podemos enumerar como objetivos específicos do presente trabalho os seguintes itens:

- Produzir uma série de compósitos cerâmicos tomando como base o Al_2O_3 , com adição de TiO_2 ;
- Estudar efeitos das propriedades dielétricas no compósito;
- Identificação estrutural do material e das fases nele presentes, através de difratometria de raios-X;
- Estudar as propriedades dielétricas das amostras produzidas (constante dielétrica, tangente de perdas, condutividade AC e coeficiente de temperatura da frequência de ressonância em radiofrequência (RF) e em Microondas (MO), através de analisadores de impedância e de rede;
- Estudo da estabilidade do coeficiente de temperatura da frequência de ressonância com adição de TiO_2 na matriz cerâmica de Al_2O_3 ;
- Estudo das propriedades dielétricas do compósito nas faixas de frequência de Micro-ondas e RF através das técnicas de Hakki-Coleman e Espectroscopia de Impedância.
- Simulação de antena ressoadora dielétrica em Microondas através do software HFSS.

1.2 Organização da Dissertação

Este trabalho, está dividido nos seguinte capítulos: Introdução, Fundamentação Teórica, Metodologia e Procedimentos Experimentais, Discussão de Resultados, Conclusões, e perspectivas futuras deste trabalho. Também são relatados a produção científica e contribuições.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo apresentaremos a fundamentação teórica necessária para a compreensão da interação onda eletromagnética com um meio dielétrico.

2.1 Fundamentos do Eletromagnetismo Clássico

Para obtermos o entendimento das interações entre um material sob teste e o campo eletromagnético é fundamental conhecer as equações de Maxwell. O desenvolvimento da teoria eletromagnética clássica formulada por Maxwell permitiu unificar duas áreas da física, o eletromagnetismo e a óptica, demonstrando que a luz é uma onda eletromagnética. As aplicações do eletromagnetismo revolucionaram toda a tecnologia, em particular as telecomunicações. As equações de Maxwell nas formas Integrais e diferenciais são:

As equações de Maxwell na forma Integral são:

$$\oint E \cdot ds = \frac{Q_{\text{int}}}{\epsilon_0} \quad (2.1)$$

$$\oint B \cdot ds = 0 \quad (2.2)$$

$$\oint B \cdot dl = \mu_0 I + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial}{\partial t} \oint E \cdot ds \quad (2.3)$$

$$\oint E \cdot dl = - \frac{d}{dt} \oint B \cdot ds \quad (2.4)$$

As equações de Maxwell na forma Diferencial são:

$$\nabla \cdot E = \frac{\rho}{\epsilon_0} \quad (2.5)$$

$$\nabla \cdot B = 0 \quad (2.6)$$

$$\nabla \times B = \mu_0 J + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial E}{\partial t} \quad (2.7)$$

$$\nabla \times E = - \frac{\partial B}{\partial t} \quad (2.8)$$

As equações 2.1. e 2.2 (Lei de Gauss) , indicam que a carga elétrica é a fonte do campo elétrico $\mathbf{E}$. Na forma diferencial a carga é representada por sua densidade ρ . As equações 2.3 e 2.4 representam a lei de Gauss aplicada ao campo magnético $\mathbf{B}$. Elas indicam a inexistência de monopolos magnéticos na natureza, isto é as linhas do campo magnético $\mathbf{B}$ são sempre fechadas, sendo o fluxo sobre uma superfície Gaussiana sempre nulo.

As equações 2.5 e 2.6 dizem respeito à lei de Maxwell-Ampere, cujo ponto de partida é a Lei de Ampere a qual prevê a existência de um campo magnético em torno de um condutor percorrido por uma corrente I , sendo portanto um elemento de corrente a fonte do campo magnético $\mathbf{B}$. Maxwell corrigiu a equação de Ampère para campos variáveis no tempo introduzindo a noção de corrente de deslocamento. As equações 2.7 e 2.8 dizem respeito à lei de Maxwell-Faraday, cujo ponto de partida é a Lei de Faraday, a qual prevê a existência de um campo elétrico induzido por um fluxo magnético Φ_B variável no tempo. Estava assim desenhado o cenário do eletromagnetismo clássico, na época e no contexto de Maxwell.

$\mathbf{E}$, $\mathbf{D}$, $\mathbf{B}$, $\mathbf{J}$ e ρ são respectivamente os vetores campo elétrico, densidade de fluxo elétrico (deslocamento elétrico), campo magnético, densidade de corrente elétrica e ρ é a densidade de carga livre. As quatro equações de Maxwell aqui apresentadas em suas formas integral e diferencial (Eqs. 2.1, a 2.8) resumem toda o eletromagnetismo clássico (GRIFFITHS,).

Observe-se que uma das mais importantes inferências feitas por Maxwell aparece a partir da solução das equações acopladas (Maxwell-Ampere e Maxwell-Faraday), que resulta na equação de onda: Isto é Maxwell provou que o campo eletromagnético se propaga como uma onda eletromagnética (GRIFFITHS, ; BALANIS,).

As relações entre os campos $\mathbf{B}$ e $\mathbf{H}$, $\mathbf{D}$ e $\mathbf{E}$, e $\mathbf{J}$ e $\mathbf{E}$, são dadas pelas chamadas relações constitutivas, enumeradas abaixo: (Equações 2.9 a 2.11):

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{H} \quad (2.9)$$

$$\mathbf{D} = \varepsilon \mathbf{E} \quad (2.10)$$

$$\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E} \quad (2.11)$$

Nestas equações, μ , ε e σ são respectivamente a permeabilidade magnética, permissividade dielétrica e a condutividade elétrica do material onde os campos estão presentes. As propriedades físicas de um material podem ser estudadas por meio das medições de μ , ε e σ . A caracterização destas grandezas versus frequência ou

ainda versus temperatura, revelam aspectos da micro-estrutura do material uma vez que carregam informações sobre o comportamento do mesmo sob a ação de campos eletromagnéticos aplicados externamente. Podemos representar os valores relativos de μ e s de acordo com as equações 2.12 e 2.13.

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \quad (2.12)$$

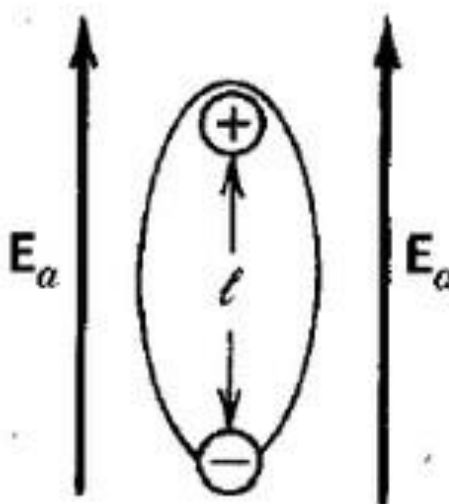
$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} \quad (2.13)$$

Os valores para a permeabilidade (μ_0) e a permissividade (s_0) no espaço livre são respectivamente, $\mu_0 = 1,257 \times 10^{-6} \text{ H.m}^{-1}$ e $\varepsilon_0 = 8,854 \times 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$. A permeabilidade e permissividade do meio considerado são μ_0 e s_0 que são respectivamente denominados de permeabilidade relativa e permissividade relativa (esta simplesmente chamada constante dielétrica). Em campos harmônicos (senoidais) estas grandezas (permeabilidade e permissividade) são representadas por fasores, isto é, grandezas imaginárias. A variação de amplitude e fase com a frequência de uma dada amostra representa a chamada resposta em frequência do material.

2.2 Propriedades Dielétricas dos Materiais

Dielétricos são materiais isolantes, em cuja estrutura interna estão presentes dipolos elétricos. Dipolos correspondem a cargas (+)q e (-)q separadas por uma distância d. Os dipolos elétricos se orientam de acordo com o campo elétrico externo aplicado tendendo a se alinhar com o mesmo, porém não são livres para conduzir corrente em corrente contínua (DC). Quando um campo elétrico externo é aplicado ao dielétrico ocorre uma tendência de deslocamento infinitesimal para as cargas positivas e negativas, de suas posições centrais, passando as mesmas a se alinharem com o campo externo. O efeito de cada dipolo elétrico é ilustrado na figura 1, o momento de dipolo infinitesimal é dado pela equação 2.14 (BARSOU, 2002; SEBASTIAN, 2010; PETOSA, 2007)

$$dp_i = Ql_i \quad (2.14)$$

Figura 1 – Dipolo sobre a influência de um campo elétrico E_a 

BALANIS, 2009

O modelo de dipolos é estudado em nível macroscópico, assumindo-se a existência de um vetor polarização elétrica $\mathbf{P}$. O momento de dipolo total $\mathbf{p}_t$, em uma amostra é dado por:

$$p_t = \sum_{i=1}^{N_e \Delta v} dp_i \quad (2.15)$$

onde, v é o volume do material considerado, N_e é o número de dipolos elétricos por unidade de volume e dp_i é o dipolo infinitesimal. Desta forma pode-se definir o vetor polarização elétrica $\mathbf{P}$ como sendo:

$$P = \lim_{\Delta v \rightarrow 0} \left[\frac{1}{\Delta v} p_t \right] \quad (2.16)$$

$$P = \lim_{\Delta v \rightarrow 0} \left[\frac{1}{\Delta v} \sum_{i=1}^{N_e \Delta v} dp_i \right] \quad (2.17)$$

Onde, P representa o número de dipolos elementares por unidade de volume do material.

2.3 Capacitores

Em um capacitor de placas planas paralelas no vácuo, a densidade de fluxo elétrico $\mathbf{D}_0$ é dada por:

$$D_0 = \varepsilon_0 E_a \quad (2.18)$$

Onde ε_0 a permissividade do espaço livre, e $\mathbf{E}_a$ o campo elétrico aplicado. Quando se insere um material dielétrico entre as placas, a densidade de fluxo elétrico $\mathbf{D}$ passa a ser:

$$D = \varepsilon_0 E_a + P = \varepsilon_s E_a \quad (2.19)$$

portanto:

$$P = \varepsilon_0 \chi_e E_a \quad (2.20)$$

$$\chi_e = \frac{1}{\varepsilon_0} \cdot \frac{P}{E_a} \quad (2.21)$$

Podemos definir a susceptibilidade elétrica χ_e do material. O capacitor armazena energia no seu campo elétrico. A capacitância por volume do capacitor é uma medida de sua eficiência volumétrica. No caso de um capacitor de placas paralelas de área A e distância entre placas h , sabe-se que:

$$C = \varepsilon_r \varepsilon_0 \frac{A}{h} \quad (2.22)$$

ou

$$\frac{C}{V} = \frac{\varepsilon_r \varepsilon_0}{h^2} \quad (2.23)$$

Onde, C é a capacitância e V é o volume do capacitor. Ou seja, a eficiência volumétrica C/V é diretamente proporcional à permissividade relativa e inversamente proporcional ao quadrado da espessura do dielétrico. Em um capacitor real existe uma resistência interna portanto consideraremos o efeito da resistência interna R_L do capacitor C no processo de descarga do mesmo. então:

$$R_L = \rho \frac{h}{A} \quad (2.24)$$

Sendo r , a resistividade do dielétrico. O capacitor descarrega-se através de sua própria resistência interna de acordo com a expressão:

$$Q(t) = Q_0 \exp \left[-\frac{t}{\tau} \right] \quad (2.25)$$

Onde, $Q(t)$ é a carga remanescente no tempo t , Q_0 é a carga inicial e $\tau = R_L C$ é a constante de tempo do capacitor, então:

$$R_L C = \frac{h}{A\rho} \frac{\varepsilon_r \varepsilon_0 A}{h} \quad (2.26)$$

$$R_L C = \varepsilon_r \varepsilon_0 \rho \quad (2.27)$$

Vê-se que a constante de tempo de descarga do circuito é dada pelas propriedades intrínsecas do material. Para circuitos trabalhando com sinais harmônico (isto é sinais alternados senoidais), pode-se representar a carga pela equação:

$$Q = CV_0 e^{i\omega t} \quad (2.28)$$

Assim, podemos escrever a corrente como:

$$I = \frac{dQ}{dt} \quad (2.29)$$

$$I = i\omega C \quad (2.30)$$

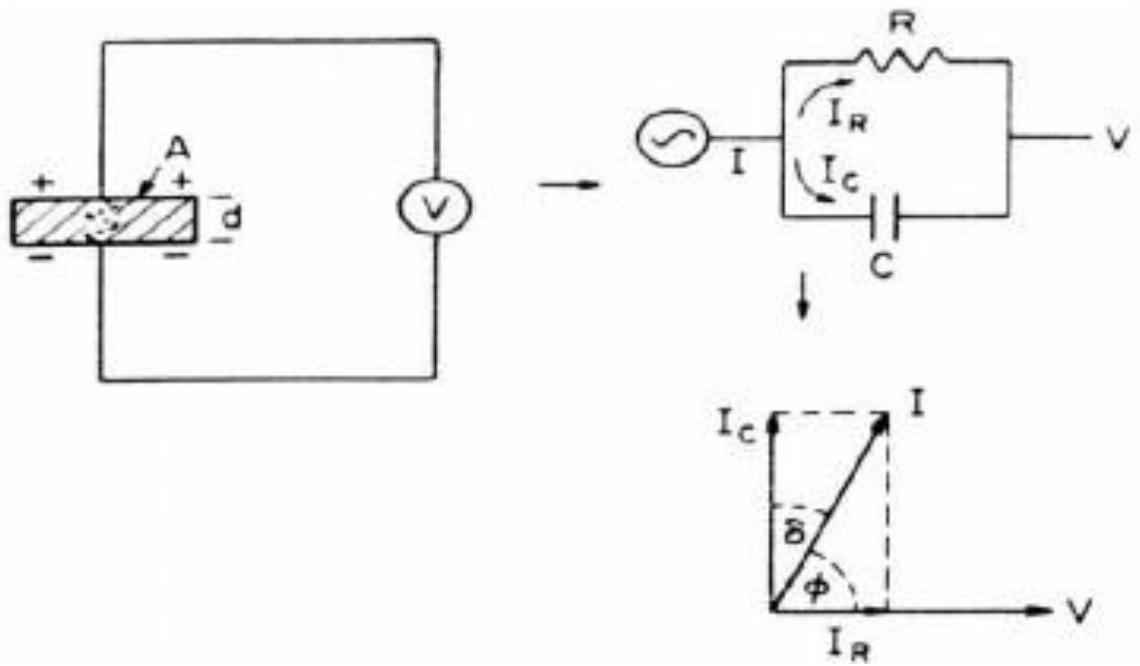
$$I = i\omega \varepsilon_0 \varepsilon_r V \quad (2.31)$$

Sendo $\omega = 2\pi f$, onde f é frequência e I representa a corrente na descarga do capacitor em função da frequência (BALANIS, ; HALLIDAY; RESNICK; WALKER, 2010). Através desta equação percebe-se que as propriedades de um material dielétrico variam com a frequência do campo externo aplicado sendo de grande importância o conhecimento das respostas em frequência das grandezas específicas (permeabilidade, impedâncias, frequências de ressonância, etc.) na faixa de frequências onde o material será utilizado como dispositivo de circuito. Em um dielétrico real dividimos a corrente total I em duas componentes: uma componente capacitiva I_C e uma componente resistiva I_R mostradas na ilustrado na figura 2.

Pode-se representar um capacitor com dielétrico por um circuito composto de uma resistência em paralelo com um capacitor, onde o vetor I_C representa uma corrente

capacitiva proporcional ao armazenamento de carga no capacitor e dependente da frequência. A corrente I_C está defasada de 90° em relação à voltagem. A corrente I_R é uma corrente de condução em fase com a voltagem V . Essa corrente representa a energia dissipada no dielétrico sob forma de calor.

Figura 2 – Diagrama do circuito equivalente: capacitor, corrente capacitiva (I_C), corrente de perdas (I_R), tangente de perdas para um dielétrico típico.



FECHINE, 2008

Sabe-se que a permissividade dielétrica do material é dada por (BALANIS, ; GRIFFITHS,):

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 (\varepsilon_r^t - i\varepsilon_r^{tt}) \quad (2.32)$$

Substituindo a equação 2.32 em 2.31 obtemos:

$$I = i\omega C_0 \varepsilon_0 I(\varepsilon_r^t - i\varepsilon_r^{tt}) V = i\omega C_0 \quad (2.33)$$

2.4 Tangente de Perda Dielétrica ($\tan\delta$) e Condutividade

A tangente de perdas ($\tan\delta$) ou fator de dissipação representa a relação entre a energia dissipada e a energia acumulada no dielétrico. Utilizando o resultado anterior, dada por:

$$D = \tan \delta E \quad (2.34)$$

$$\frac{\dot{I}_R}{\dot{I}_C} = \frac{\omega C_0 \epsilon_0 \epsilon_r^{tt} V}{\omega C_0 \epsilon_0 \epsilon_r^t V} \quad (2.35)$$

$$D = \frac{\epsilon_r^{tt}}{\epsilon_r^t} \quad (2.36)$$

A condutividade elétrica ($\Omega^{-1}\text{m}^{-1}$) em campo elétrico alternado é definida como o produto da frequência angular (ω) pelo fator de perda relativo (s_r''). A importância de conhecer a tangente de perdas é devido a necessidade de conhecê-la a fim de otimizar o projeto do dispositivo como DRA.

2.5 Coeficiente de Temperatura da Capacitância (TCC)

A capacitância do capacitor varia com a temperatura uma vez que seus valores de permissividade também variam com a mesma. Desta forma definimos a variação da capacitância com a temperatura através do coeficiente de temperatura da capacitância (TCC). Considerando uma expansão linear isotrópica, o TCC pode ser definido como:

$$TCC = TC_\epsilon + \alpha_L \quad (2.37)$$

Onde TC_ϵ é o coeficiente de temperatura da permissividade e α_L é o coeficiente de expansão térmica linear. Portanto a capacitância pode mudar com a variação de temperatura devido as alterações das dimensões do capacitor, e também pelas mudanças intrínsecas do material, isto é, da permissividade dielétrica com a temperatura (MOULSON; HERBERT, 2003). O conhecimento de TCC é de grande importância na fabricação de componentes (capacitores e antenas dielétricas) onde o componente poderá estar sob variação da temperatura do meio ambiente.

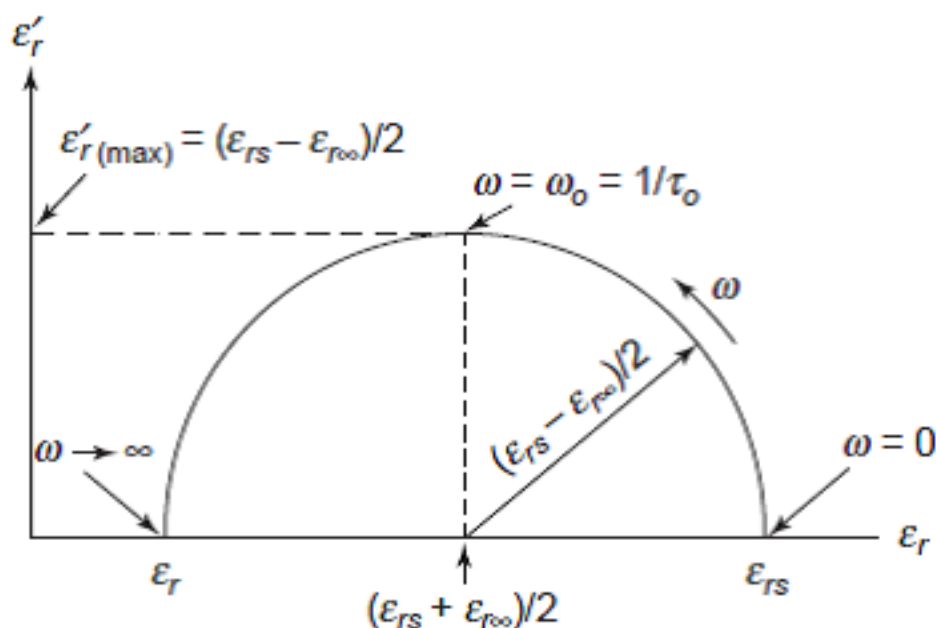
2.6 Espectroscopia de Impedância

A espectroscopia de impedância (EI) é uma técnica utilizada para caracterizar as propriedades elétricas de materiais e suas interfaces notadamente os mecanismos de condução eletrônica e até mesmo propriedades de micro estruturais do material sob teste. Neste ensaio o sinal de teste é sempre um sinal senoidal de amplitude fixa, cuja frequência pode ser variada entre 0 e 100kHz (valor típico). A Espectroscopia de Impedância não é limitada apenas a medição e análise dos dados em relação à impedância. Outras funções podem ser avaliadas e trazer informações sobre o comportamento de condução do material: a impedância complexa $Z(w)$, a função Modulos $M(w)$, a permissividade $s^*(w)$, e a Admitância $Z^{-1}(w)$. (KAO, 2004), (MACDONALD; BARSOUKOV, 2005).

Um sistema tendo um único tempo de relaxação bem definido pode concordar com as equações de Debye. Um gráfico de $s_r''(\omega)$ contra $s_r'(\omega)$ (gráfico de Cole-Cole) toma a forma de um semicírculo, como podemos verificar se eliminarmos o termo $(\omega\tau)$ na equação Debye (2.38). O que leva figura 3 a uma equação de um semicírculo (KAO, 2004).

$$\varepsilon^* = \varepsilon^t - j\varepsilon^{tt} = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{1 + j\omega\tau} \quad (2.38)$$

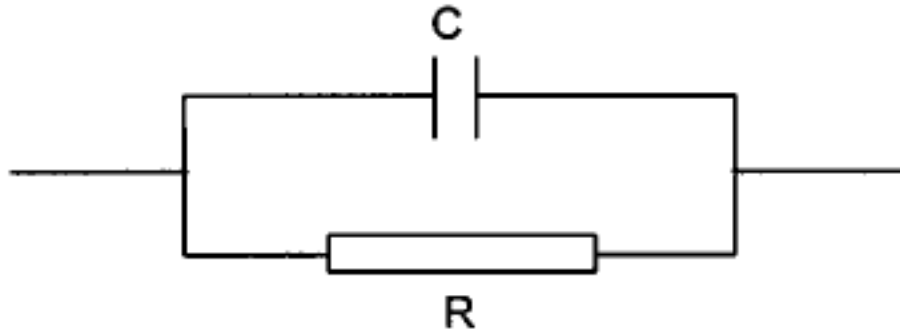
Figura 3 – Resposta em frequência da permissividade imaginária em função da permissividade real.



KAO, 2004

Tomando um circuito simples, RC em paralelo como mostra a figura 4. O circuito apresenta uma impedância cuja resposta em frequência também pode levar a um semicírculo. A partir do comportamento de um gráfico da impedância em função da frequência é possível modelar um circuito equivalente, composto de resistores, capacitores e ou outros elementos.

Figura 4 – Circuito RC em paralelo.



A impedância complexa do circuito da figura 4 é:

$$Z^* = \frac{R(1 - j\omega RC)}{(1 + \omega^2 R^2 C^2)} \quad (2.39)$$

Assim as componentes real e imaginária são:

$$Z^t = \frac{R}{(1 + \omega^2 R^2 C^2)} \quad (2.40)$$

e

$$-Z^{tt} = \frac{\omega R^2 C}{(1 + \omega^2 R^2 C^2)} \quad (2.41)$$

Sabendo que a constante de tempo do circuito é da por $\tau = RC$, podemos escrever:

$$Z^t = \frac{R}{(1 + \omega^2 \tau^2)} \quad (2.42)$$

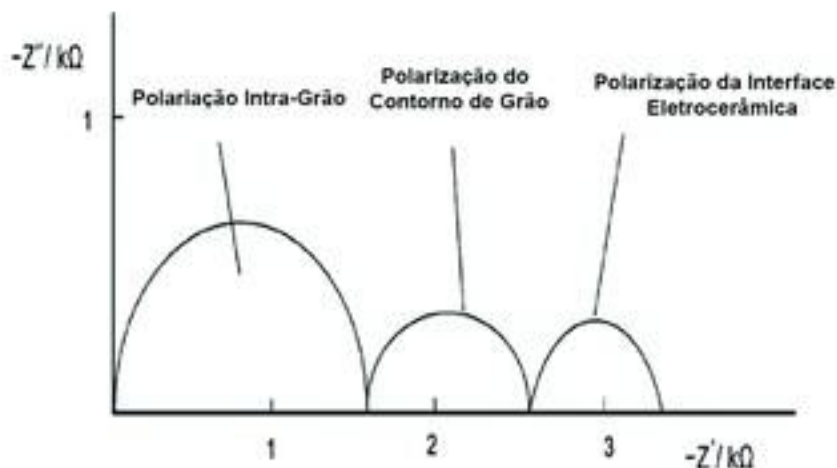
e

$$-Z^{tt} = \frac{R\omega\tau}{(1 + \omega^2 \tau^2)} \quad (2.43)$$

As equações 2.42 e 2.43 estão no mesmo formato das equações de Debye, sendo $(s'_{rs} - s'_{rl})$ substituído por R .

Para um material cerâmico policristalino, a resposta de frequência pode produzir um gráfico com três semicírculos representando respectivamente os processos de polarização associados com o interior dos grãos, com as regiões de contorno de grão e com a região de interface cerâmica-eletrodo. A figura representa um modelo de semicírculos desses tipos .

Figura 5 – Exemplo de gráfico de impedância (-Z'' versus Z')



Se a condutividade DCS não for suficientemente pequena para ser desprezada, então S trará uma contribuição para a parte imaginária da permissividade complexa. A permissividade complexa torna-se então:

$$\varepsilon^* = \varepsilon - j \varepsilon^t + \frac{\sigma}{\omega} \quad (2.44)$$

$$\varepsilon^* = \left[\varepsilon_r - j \varepsilon_r^t + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon^0} \right] \varepsilon_0 \quad (2.45)$$

ou

$$\varepsilon_r^* = \varepsilon_r - j \varepsilon_r^t - j \frac{\sigma}{\omega} \quad (2.46)$$

Levando a condutividade d.c. em conta, a equação de Debye, por exemplo, torna-se

$$\varepsilon_f - \varepsilon_{r\infty} = \frac{\varepsilon_{rs} - \varepsilon_{r\infty}}{1 + j\omega\tau_0} - j \frac{\sigma}{\omega \varepsilon^0} \quad (2.47)$$

e

$$\varepsilon_r^t = \frac{(\varepsilon_{rs} - \varepsilon_{r\infty}) \omega \tau_0}{1 + \omega^2 \tau_0^2} + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon^0} \quad (2.48)$$

Assim teremos uma nova expressão para $\text{tg} \delta$:

$$\text{tg } \delta = \frac{\omega \varepsilon_0 (\varepsilon_{rs} - \varepsilon_{r\infty}) \omega \tau_0 + \frac{(1 + \omega^2 \tau_0^2)}{2} \sigma}{\omega \varepsilon_0 (\varepsilon_{rs} + \varepsilon_{r\infty} \omega^2 \tau_0)} \quad (2.49)$$

Quando $\omega \tau_0 \ll 1$, nas equações 2.47 e 2.48, passam a ser:

$$\frac{\varepsilon^t}{r} = \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \quad (2.50)$$

e

$$\text{tg } \delta = \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0 \varepsilon_{rs}} \quad (2.51)$$

Já quando $\omega \tau_0 = 1$, temos:

$$\frac{\varepsilon^t}{r} = \frac{\varepsilon_{rs} - \varepsilon_{r\infty}}{2} + \frac{\sigma \tau_0}{\varepsilon_0} \quad (2.52)$$

e

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon_0 (\varepsilon_{rs} - \varepsilon_{r\infty}) + 2\sigma \tau_0}{\varepsilon_0 (\varepsilon_{rs} + \varepsilon_{r\infty})} \quad (2.53)$$

E, quando $\omega \tau_0 \gg 1$

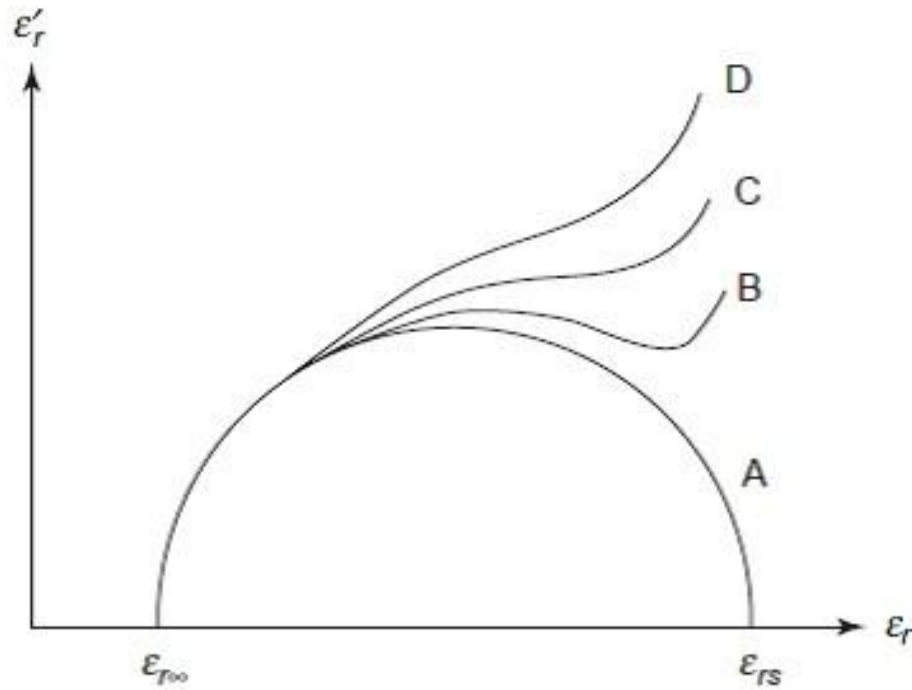
$$\frac{\varepsilon^t}{r} = \frac{\varepsilon_{rs} - \varepsilon_{r\infty}}{\omega \tau_0} \quad (2.54)$$

e

$$\text{tg } \delta = \frac{\varepsilon_0 (\varepsilon_{rs} - \varepsilon_{r\infty}) + \sigma \tau_0}{\omega \tau_0 \varepsilon_0 \varepsilon_{r\infty}} \quad (2.55)$$

As equações de Debye se aplicam ao caso em que há apenas uma constante de tempo de relaxação, o que nem sempre irá ocorrer. Para materiais dielétricos, o mais comum é a ocorrência de uma distribuição de tempos de relaxação (KAO, 2004).

Figura 6 – Efeito da condutividade d.c. nas curvas de r'' (imaginária) versus r' (real). (A) $\sigma = 0$, (B) $\sigma = \sigma_1 > 0$, (C) $\sigma_2 > \sigma_1$, (D) $\sigma_3 = \sigma_2$.



KAO, 2004

As equações para diferentes modelos seguem adiantes:

Equação para modelo Cole e Cole:

$$\epsilon_r^* - \epsilon_{r\infty} = \epsilon_r - \epsilon_{r\infty} - j\epsilon_r = \frac{\epsilon_{rs} - \epsilon_{r\infty}}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}} \quad (2.56)$$

Equação de Debye:

$$\epsilon_r - \epsilon_{r\infty} = \frac{\epsilon_{rs} - \epsilon_{r\infty}}{1 + j\omega\tau} \quad (2.57)$$

Equação de Davidson-Cole:

$$\epsilon_r^* - \epsilon_{r\infty} = \frac{\epsilon_{rs} - \epsilon_{r\infty}}{1 + (j\omega\tau)^\beta} \quad (2.58)$$

Equação de Havriliak-Negami:

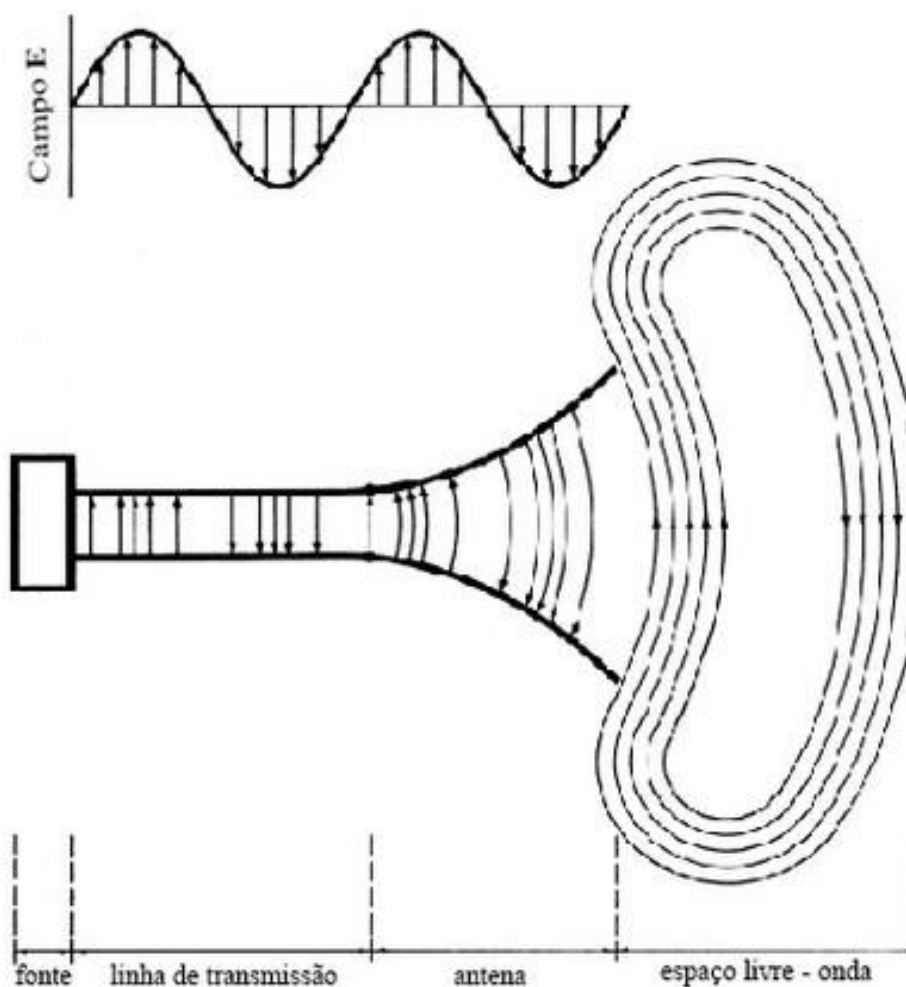
$$\epsilon_r^* - \epsilon_{r\infty} = \frac{\epsilon_{rs} - \epsilon_{r\infty}}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}\beta} \quad (2.59)$$

Todas estas equações dependem dos parâmetros α e β escolhidos no intervalo $0 < \alpha < 1$ e $0 < \beta < 1$.

2.7 Antenas

Antenas tem uma definição padrão pelo IEEE, como um dispositivo geralmente metálico (uma haste ou um fio capaz de irradiar e ou receber ondas de rádio). Pode-se também definir uma antena como uma estrutura de transição entre o espaço livre e um dispositivo de guia de ondas. Um guia de ondas pode ser feito de uma linha coaxial ou um tubo oco utilizado para transportar o sinal em forma de onda eletromagnética da fonte de transmissão até a antena, ou da antena ao receptor. Dependendo da aplicação as características de operação de uma antena podem variar com uma ampla variedade de geometrias (PETOSA; ITTIPIBOON, 2010) . A maneira mais simples de representar uma antena, é uma linha de transmissão com sua extremidade em aberto, representação na figura 7.

Figura 7 – A figura mostra uma representação da onda guiada e a onda irradiada no espaço livre.



2.7.1 Tipos de Antenas

Os tipos de antenas mais comum em telecomunicações são: antenas filamentosares, antenas de abertura, antenas refletoras, antenas de microfita e antenas ressoadoras dielétricas.

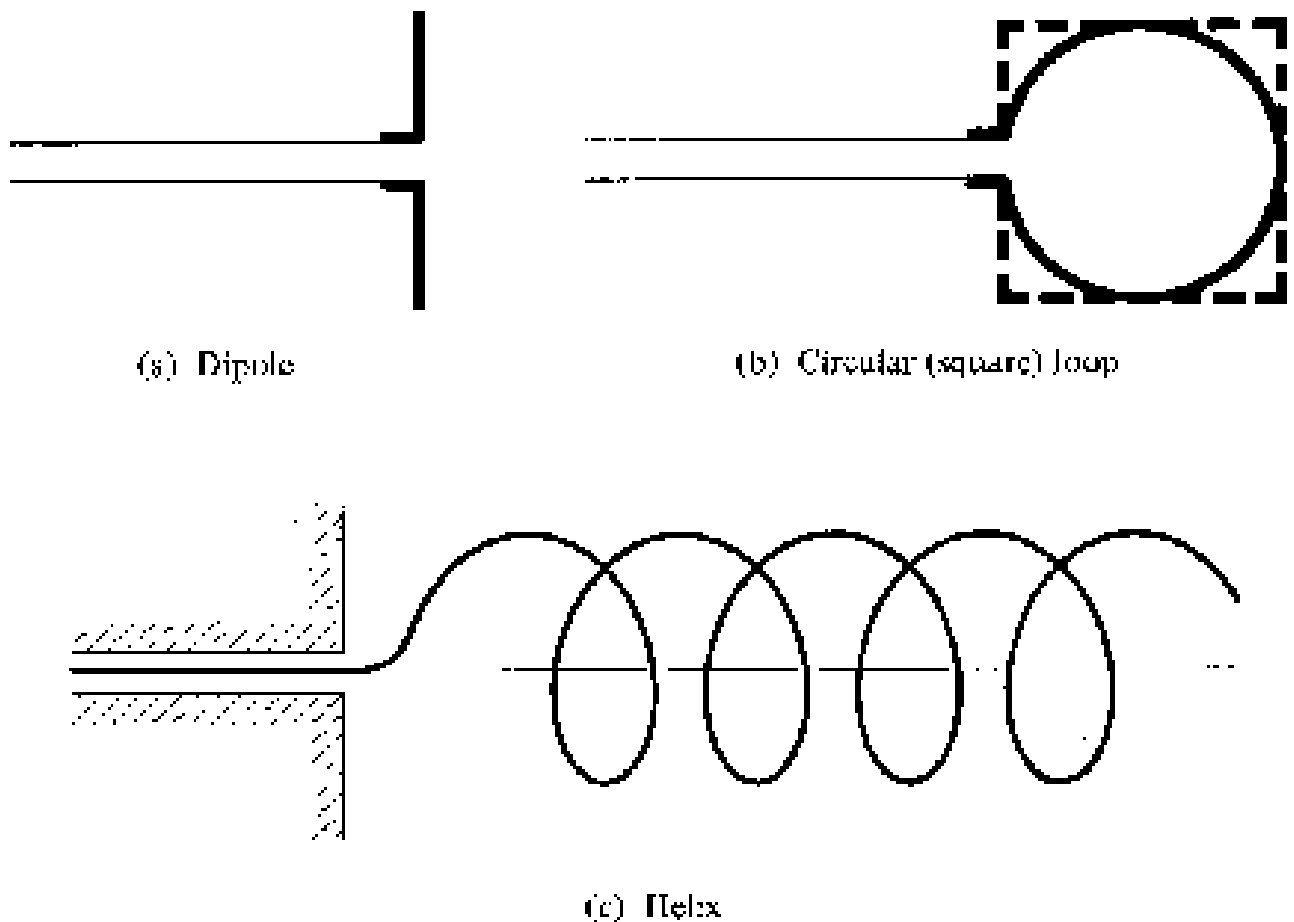
Particularmente este trabalho se refere a uma antena ressoadora dielétrica.

2.7.2 Antenas Filamentares

As antenas filamentosares estão entre as mais antigas, simples baratas e, em muitos casos, as mais versáteis em diversas aplicações. Estas consiste de um fio condutor que pode assumir vários formatos como o dipolo simples.

A figura 8 representa: (a), dipolo simples, (b), quadro circular, (c) a espiral. Estas antenas são de uso comum, para dispositivos como televisores, rádios AM/FM e roteadores sem fio (BALANIS, 2009).

Figura 8 – Antenas filamentosares. (a) Dipolo. (b) Loop circular ou quadrático. (c) Helicoidal.



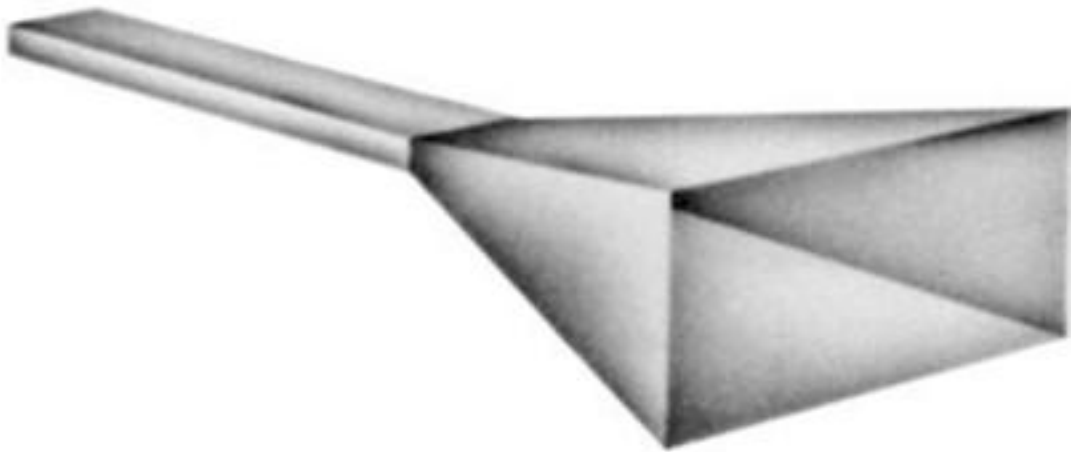
(BALANIS, 2009).

2.7.3 Antena de Abertura

Outro tipo de antena bastante comum são as antenas de abertura, devido à utilização de frequências mais altas na comunicação sem fio, o que diminui as dimensões da antena deixando-a com um tamanho conveniente.

A necessidade em algumas aplicações de uma boa diretividade também torna este tipo de antena muito atraente. Este tipo de antena atende a necessidade de algumas aplicações como uma boa diretividade e sua aplicação para frequências mais altas em comunicação sem fio, (BALANIS, 2009). A figura 9 mostra dois tipos desta antena, figura 9, (a) as cornetas piramidal e (b) cônica.

Figura 9 – Antenas de abertura. (a) Corneta piramidal, (b) Corneta cônica.



(a) Corneta Piramidal



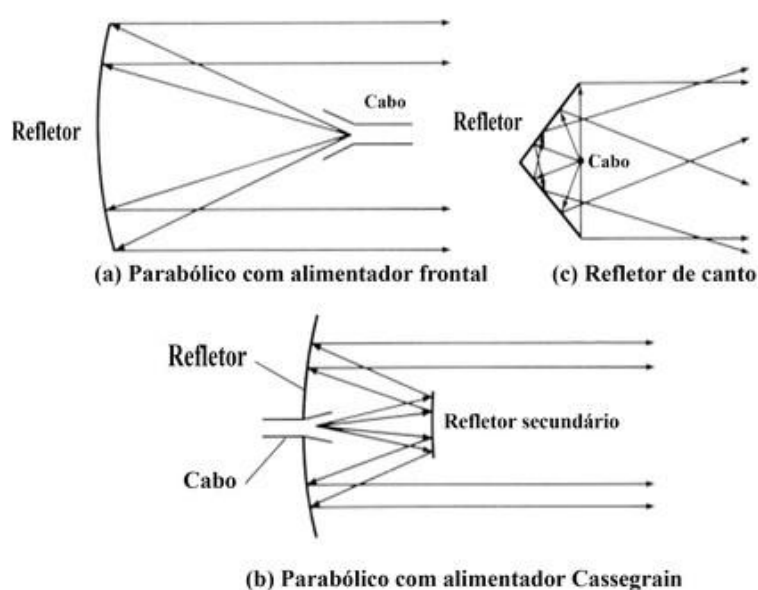
(b) Corneta Cônica

BALANIS, 2009).

2.7.4 Antenas Refletoras

Estas antenas possuem um ganho de potência elevado e normalmente são mais usadas em frequência superior a 1 Ghz, como é o caso de enlaces de comunicação via satélite e micro-ondas, (BALANIS, 2009). A figura 10, mostra alguns tipos de superfícies refletoras com seus elementos alimentadores. A figura 10, (a) mostra um refletor parabólico com alimentador frontal, (b) mostra um refletor parabólico com um sub-refletor também parabólico no foco da parábola esta configuração é chamada de Cassegrain. A (c) mostra um refletor tipo refletor de canto.

Figura 10 – Legenda



2.7.5 Antenas de Microfita

Este tipo de antena consiste num plano condutor posicionado sobre um substrato dielétrico aterrado através de um plano terra. Elas são de fácil aplicação, pelo fato de se adequar a superfícies planas ou curvas. Porém possuem baixa largura de banda em comparação com as demais antenas para faixa de frequência em micro-ondas (BALANIS, 2009; ROW; YEH; WONG, 2000); (ROW; YEH; WONG, 2000).

Figura 11 – Visão lateral de uma antena de microfita.



WONG, 2002

2.7.6 Antenas Dielétricas

Nos últimos anos houve um avanço no desenvolvimento do setor de telecomunicações. Este fato é devido a cada vez mais a utilização de novos materiais para a fabricação de dispositivos que apresentem alto desempenho, estabilidade térmica e que proporcionam uma miniaturização dos circuitos (PETOSA, 2007). Tais características são essenciais para atender a demanda crescente por novos dispositivos discretos para aplicações nos modernos sistemas de telecomunicações, em especial no desempenho dos sistemas de comunicação sem fio que cada vez mais exige ressoadores dielétricos de alto desempenho.

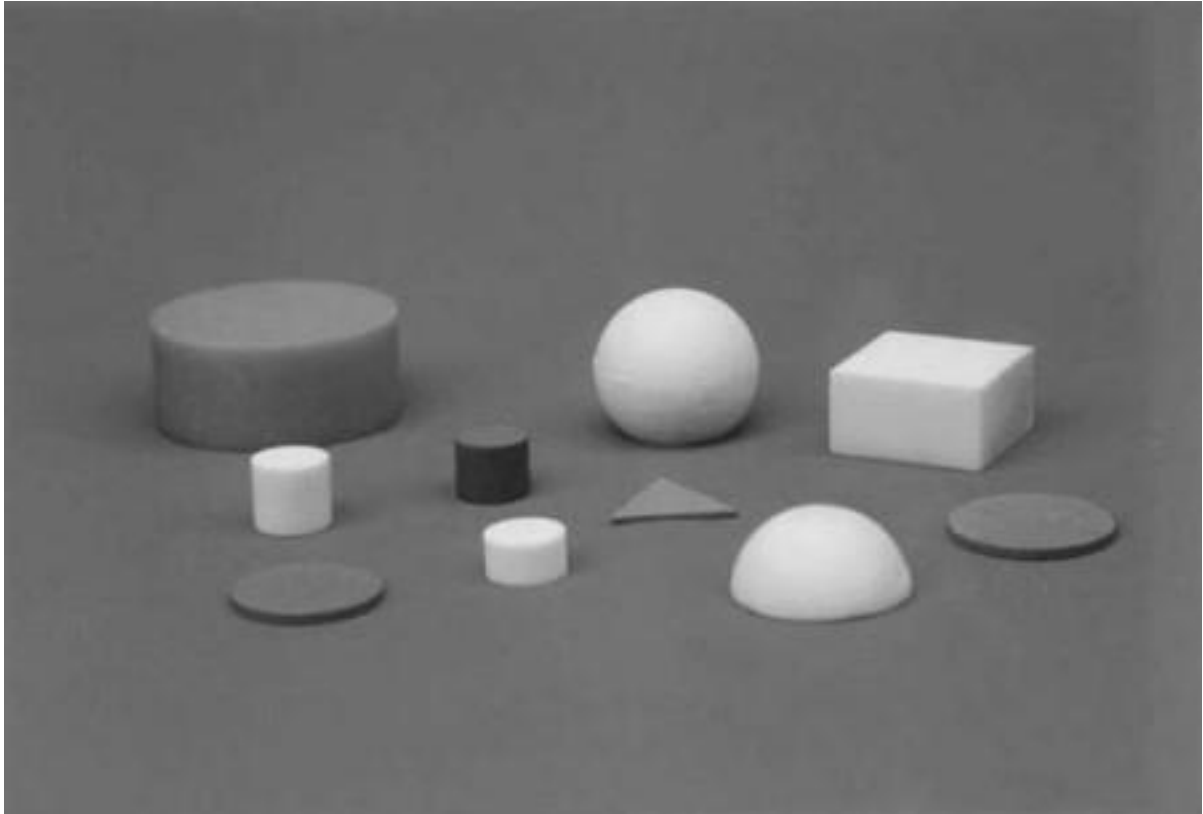
Os ressoadores dielétricos (RD) foram primeiramente utilizados em circuitos de micro-ondas, tais como osciladores e filtros. De início as aplicações eram apenas para componentes que pudessem armazenar energia ou guias de ondas. Então se notou que ao remover a blindagem e com uma alimentação adequada para excitar o modo adequado, verificou-se que estes mesmos ressonadores dielétricos poderiam se tornar radiadores eficientes. Este efeito de radiação pode ser cada vez mais usado através da redução da constante dielétrica, onde pode ser utilizada em um vasto intervalo de frequências (PETOSA, 2007; PETOSA; ITTIPIBOON, 2010). As antenas dielétricas são elementos isolantes, ou seja, são fabricados a partir de materiais dielétricos como cerâmicas, vidros, polímeros e compósitos. As propriedades de interesse para a construção de um RD são, um alto fator qualidade (Q), alta permissividade relativa (ϵ_r) e coeficiente de temperatura da frequência de ressonância (τ_f) próximo a zero. Para estas aplicações os ressoadores dielétricos tem uma geometria comum no formato de um cilindro do qual são fabricados com material de propriedades de interesse como a alta permissividade de constante dielétrica $\epsilon_r > 25$ e com um fator - Q de geralmente de valores entre 50 e 500, podendo ser também um fator muito elevado de, por exemplo, 10.000 (LONG; MCALLISTER; SHEN, 1983).

Estas antenas são elementos isolantes, ou seja, são fabricadas a partir de materiais dielétricos como cerâmicas, vidros, polímeros e compósitos. Em relação a seu funcionamento como antena ela irá irradiar ondas eletromagnéticas e ter ganho, largura de banda e os demais parâmetros similarmente a uma antena metálica. Porém, para certas aplicações pode ser que a antena ressoadora dielétrica seja mais adequada. Por exemplo, em uma aplicação em que a antena será submetida a temperaturas muito altas como em um veículo espacial em sua reentrada na atmosfera, uma antena feita de material cerâmico é uma escolha mais sensata do que uma outra de material metálico para que o sistema continue a operar, pois o material cerâmico resiste a temperaturas mais altas com pouca ou nenhuma proteção, diferentemente de seu concorrente.

Aplicações que exigem dimensões reduzidas da antena, integração em circuitos eletrônicos e versatilidade do formato físico tendem a utilizar antenas ressoadoras

dielétricas. Nas aplicações em que os tipos se equiparam ambos competem pelo mercado de acordo com os parâmetros de cada projeto e os custos de fabricação.

Figura 12 – Diversas geometrias de antenas ressoadoras dielétricas.



LUK; LEUNG, 2003

2.8 Parâmetros Fundamentais de Antenas

2.8.1 Diretividade (D)

A diretividade de uma antena é definida como a razão entre a intensidade de radiação em uma dada direção de uma antena pela intensidade de radiação média sobre todas as direções. A diretividade é uma medida que está associada às propriedades direcionais da antena (BALANIS, 2009). Assim diretividade pode ser definida pela a equação:

$$D = \frac{U}{U_0} = \frac{4\pi U}{P_{rad}} \quad (2.60)$$

Onde:

D = diretividade (adimensional).

D₀= diretividade máxima (adimensional).

U = intensidade de radiação (W/unidade de ângulo sólido).

U_0 = intensidade de radiação de uma fonte isotrópica (W/unidade de ângulo sólido).

P_{rad} = potência radiada total (W).

2.8.2 Ganho (G)

O ganho de uma antena está relacionada ao seu desempenho. O ganho da antena está associado com a eficiência da antena e sua diretividade. É definido como a razão entre a intensidade de radiação, em uma dada direção, e a intensidade de radiação que é obtida quando a potência aceita pela antena for radiada isotropicamente

$$G = \frac{4\pi U(\theta, \varphi)}{P_{in}} \quad (2.61)$$

Onde:

$U(\theta, \varphi)$ = é a intensidade de radiação.

P_{in} = potência de entrada total.

2.8.3 Eficiência de Radiação

É potência entregue à antena, a potência de entrada total (P_{in}), pela outra parte radiada potência de radiação total (P_{rad}) e a outra é dissipada pelas perdas no condutor e no dielétrico (BALANIS, 2009). Define-se a eficiência de radiação da antena, e_{cd} pela relação entre as potências:

$$e_{cd} = \frac{P_{rad}}{P_{in}} \quad (2.62)$$

Podemos também definir como:

$$e_{cd} = \frac{R_r}{R_r + R_l} \quad (2.63)$$

Onde a resistência R_l é usada para representar a perda por condução e dielétrica, enquanto que R_r é resistência de radiação (BALANIS, 2009). A potência radiada também está relacionada à perda de retorno (R_l) pela equação:

$$RL = 10 \log \frac{P_{in}}{P_{rad}} \quad (2.64)$$

De acordo com os Padrões IEEE, o ganho não inclui perdas devido a descasamentos de impedância (perda de reflexão) e de polarização (perda de polarização).

Ou seja a eficiência total da antena (e_0) é usada para levar em conta as perdas nos terminais de entrada e na estrutura da antena (BALANIS, 2009). Estas perdas podem ser devido a reflexões por causa do descasamento entre linha de transmissão e antena e também perdas de condução dielétrica (I^2R).

A eficiência total pode ser descrita por:

$$e_0 = e_r e_c e_d \quad (2.65)$$

Onde:

e_0 = eficiência total.

e_r = eficiência de reflexão (descasamento).

e_c = eficiência de condutância.

e_d = eficiência do dielétrico.

Sendo e_r :

$$e_r = 1 - \Gamma^2 \quad (2.66)$$

Muitas vezes, e_c e e_d são muito difíceis de serem calculados analiticamente. Porém, podem ser determinados experimentalmente, mesmo assim não podem ser distinguidos com facilidade. Assim podemos juntar as equações 1.37 e 1.38 e chegar a uma equação mais geral para a eficiência total:

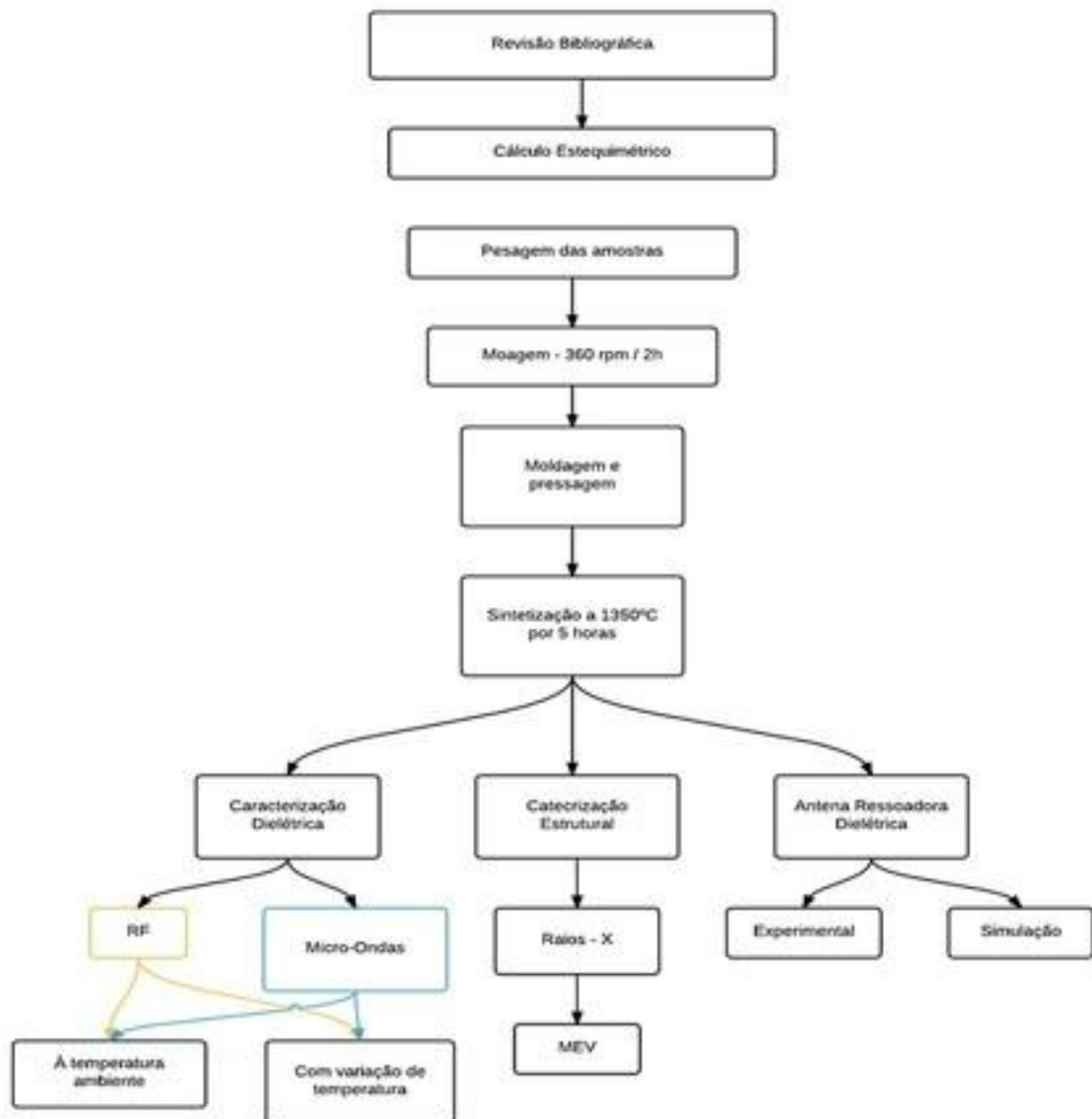
$$e_0 = e_r e_{cd} \cdot \frac{1 - |\Gamma|^2}{1 - |\Gamma|^2} \quad (2.67)$$

Onde e_{cd} é a eficiência de radiação da antena, que é usada para relacionar o ganho com a diretividade (BALANIS, 2009).

3 METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 Fluxograma do Procedimento Experimental

Figura 13 – Fluxograma do procedimento experimental.



Fonte: Próprio autor.

3.2 Difração de Raio-X e refinamento Rietveld

Os Raios-X foram descobertos pelo físico alemão W. C. Röntgen, em 1895, através de seus estudos com tubo de raio catódicos. O experimento consistia de um tubo de vidro, ligado a uma bomba de vácuo, onde era aplicada uma diferença de potencial entre dois terminais opostos, gerando uma corrente elétrica dentro do tubo então W. C. Röntgen observou que um anteparo recoberto por platino-cianeto de bário apresentava o fenômeno da fluorescência quando expostos a radiação emitida pelo tubo de raioscatódicos.

As medidas de difração de raios-X dos materiais aqui estudados, foram realizadas no Laboratório de Raios-X, do Departamento de Física - UFC. As fases cristalinas foram obtidas em um difratometro de raios-X Rigaku usando radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). Após as medidas de difração, foram feitos o tratamento dos dados obtidos, Primeiramente foi feito o processo de identificação das fases cerâmicas que melhor se encaixam nas medidas obtidas. A identificação das fases foi realizada através do banco de dados ICSD (Inorganic Crystal Structure Database). Assim, identificadas as fases, foi realizado o processo de refinamento, através de uma simulação numérica pelo método de Rietveld executado pela ferramenta computacional DBWS (BLEICHER et al., 2000; BLEICHER; SASAKI; SANTOS, 2000).

3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para materiais que são opacos a luz visível, como é o caso dos metais, de algumas cerâmicas e polímeros, somente a superfície pode ser observada e a mesma precisa ser preparada de maneira que possibilite revelar os detalhes da microestrutura. Então a melhor maneira de se estudar a superfície destes tipos de materiais é usando o microscópio eletrônico de varredura (MEV).

As micrografias de superfície das amostras de Al_2O_3 adicionadas com TiO_2 com foram obtidas em microscópio eletrônico de varredura, Phillips XL-30, operando com um grupo de elétrons primários a 30 keV e com as amostras sendo recobertas por fina camada de prata.

Para obtenção das micrografias de superfície, todas amostras foram cobertas com uma fina camada de prata a fim de facilitar a interação de um feixe fino de elétrons focalizado sobre a área ou micro volume a ser observado em um microscópio eletrônico de varredura. A interação feixe-superfície gera sinais que são convertidos em imagens, assim podendo ser utilizadas para caracterizar morfologicamente a superfície do composto estudado.

3.4 Picnometria

Através do método de picnometria, pode ser determinada a intensidade de um sólido, utilizando o método de Arquimedes. O sólido deslocará em um volume de líquido igual ao seu volume. A densidade de um sólido é determinada medindo corretamente seu peso e em seguida determinando seu volume. Se o sólido apresentar uma forma irregular (o que torna impossível medir suas dimensões), o volume poderá ser determinado utilizando um método de deslocamento. A densidade é dada pela massa dividida pelo volume:

$$V_s = V_a \quad (3.1)$$

Assim a massa que será deslocada será:

$$m_a = m_s + m_s - m_{p(a+s)} \quad (3.2)$$

Assim teremos a equação para o cálculo da densidade da amostra:

$$\rho_s = \frac{m_s \cdot \rho_a}{m_a + m_s - m_{p(a+s)}} \quad (3.3)$$

onde:

ρ_a = da água a 25°C (g/cm³);

ρ_s = densidade do sólido (g/cm³);

m_a = massa de água (g);

m_s = massa do sólido (g);

$m_{p(a+s)}$ = massa do sistema água e sólido contidos no picnômetro (g);

m'_a = massa de água deslocada (g);

V_a = volume da água (cm³);

V_s = volume do sólido (cm³); = densidade

V'_a = volume de água deslocada com adição do sólido no picnômetro (cm³).

3.5 Caracterização Dielétrica

3.5.1 Medidas Dielétricas em Rádio Frequência em Temperatura ambiente

As amostras sintetizadas a 1350°C por 4 horas foram prensadas na forma de cilindros, os quais tiveram suas bases polidas e revestidas com solução de prata. Onde dois eletrodos foram conectados um em cada superfície a fim de se realizar as medidas de capacitância, perdas dielétricas ($tg\delta$), impedância real e imaginária e condutividade. As pastilhas sinterizadas foram para uma estufa e secadas a 180°C por 24 horas. As medidas foram feitas à temperatura ambiente, através do analisador de impedância, Agilent 4294A, conectado a um computador, na faixa de frequências de 40 Hz – 10 MHz.

O valor para a constante dielétrica foi obtido a partir da capacitância medida $C(\omega)$, da espessura (t) das amostras e da área dos eletrodos (A). Usando o modelo de um circuito equivalente para capacitor real, podemos calcular o valor da capacitância $C(\omega)$, a partir da impedância elétrica $Z(\omega)$ (MOLITON, 2007; MOULSON; HERBERT, 2003).

$$C(\omega) = C'(\omega) - jC''(\omega) = \frac{A}{t} [\varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega)] \quad (3.4)$$

A tangente de perda é dada quando há um desfasamento da densidade do fluxo elétrico $D(\omega)$ em relação ao campo elétrico e assim podemos calcular a tangente deste ângulo de desfasamento por (MOLITON, 2007; MOULSON; HERBERT, 2003):

$$tg\delta = C''(\omega)/C'(\omega) = \varepsilon''(\omega)/\varepsilon'(\omega) \quad (3.5)$$

3.6 Medidas Dielétricas em Micro-onda

3.6.1 Hakki - Coleman

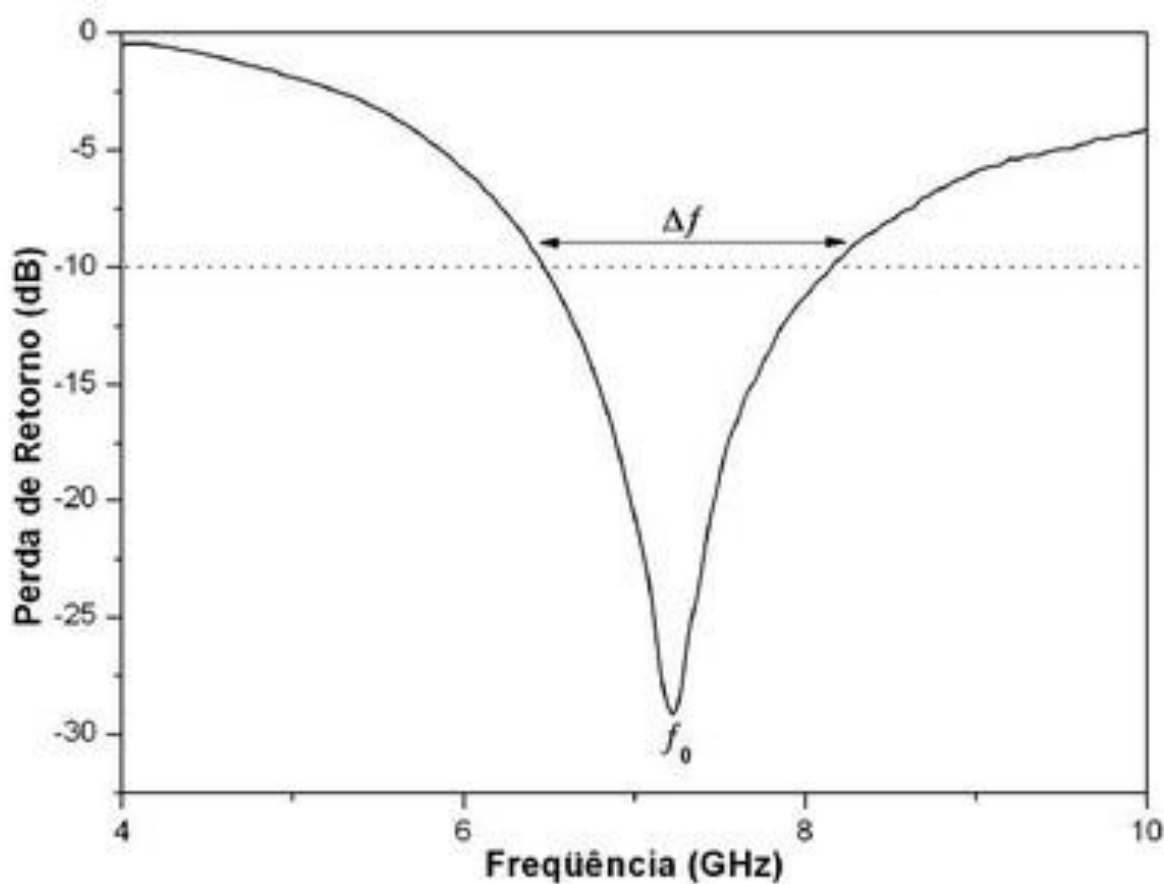
As medições de propriedades dielétricas na faixa de micro-ondas foram estudadas através do método Hakki - Coleman (HAKKI; COLEMAN, 1960). O método consiste no emprego de um analisador de rede (Agilent N5230A) para medir os parâmetros de transmissão e reflexão do material sob teste. O analisador através da varredura em frequências gera o espectro característico da amostra, a fim de determinar a permissividade dielétrica ϵ^* , a tangente de perda dielétrica ($tg\delta$) e o fator de qualidade do material ($Q = 1/tg\delta$) e a largura de banda (BW) da peça a qual é calculada por:

$$BW = \frac{\Delta f}{f_0} = \frac{1}{Q} \quad (3.6)$$

Onde, Δf é a variação da frequência a -10dB e o s é o VSWR (“Voltage Standing Wave Ratio”) desejado na entrada do DRA. Este tipo de medida permite a verificação da propagação de vários modos TE e TM, sendo o modo TE_{011} , o mais fácil a se identificar (COSTA; JÚNIOR; SOMBRA, 2010).

A frequência de ressonância do ressoador na antena ($f_r=f_0$) é o valor de frequência para o qual a perda de retorno seja abaixo de -10db, como mostra a Figura 14. Os valores de perda de retorno indicam a razão do quanto de energia fornecida para o ressoador é devolvida ao analisador de rede. Quando os valores de perda de retorno são próximos de 0 dB, indicam que toda energia é devolvida a fonte (PETOSA; ITTIPIBOON, 2010; POZAR, 1998; KAJFEZ; GUILLON, 1986).

Figura 14 – Perda de retorno em função da frequência para um DRA qualquer.



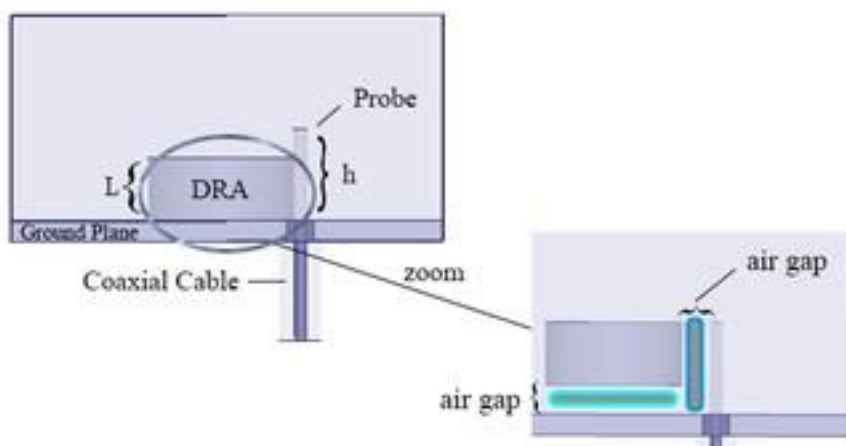
3.6.2 Medidas do Monopolo

As medidas foram realizadas, na faixa de micro-ondas, com o auxílio de um analisador de rede (Agilent N5230A), pelo uso da técnica introduzida por (LONG; MCALLISTER; SHEN, 1983), na qual as amostras estão na configuração de ressoadores

dielétricos – DR, onde são excitadas lateralmente por uma sonda estando a amostra acima de um plano aterrado, figura 15. O cabo coaxial é conectado ao plano de terra através de um conector SMA soldado a este plano. O DR cilíndrico, nesta configuração, opera no modo $HE_{11}\delta$.

A frequência de ressonância do ressoador é aquela na qual a perda de retorno é mínima. Normalmente são analisadas diversas posições do DR em torno da ponta de prova a fim de encontrar uma posição que indique a menor perda de retorno. Nesta posição haverá o melhor casamento de impedância da amostra excitada.

Figura 15 – Configuração da antena sobre o plano terra, com detalhe ampliado para o gap de ar.



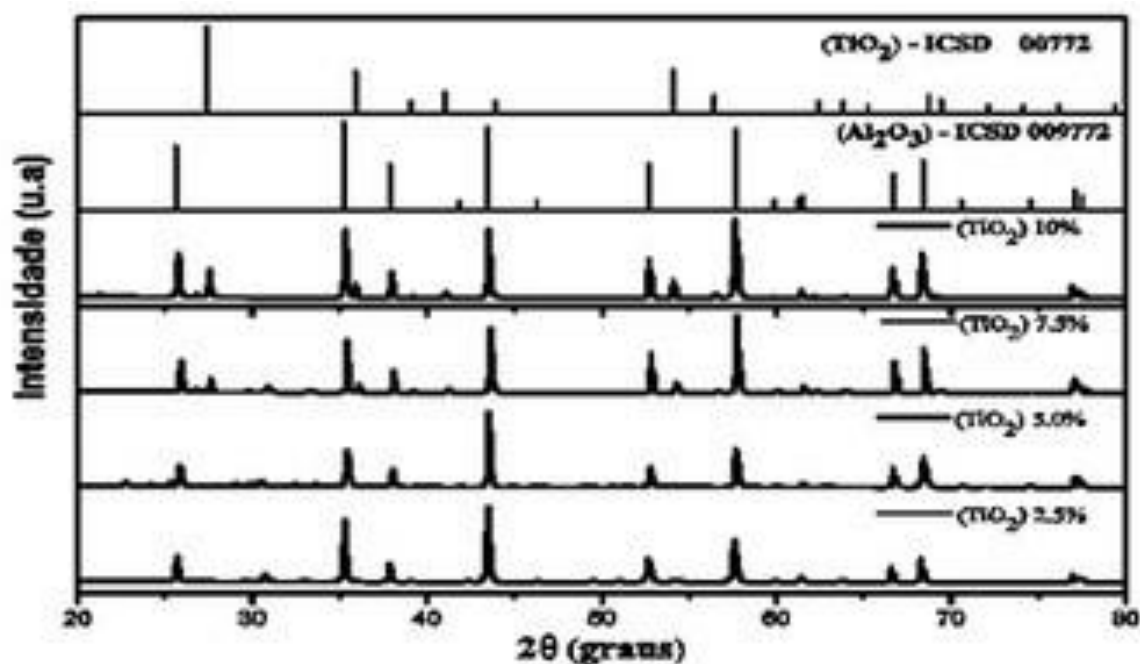
4 Resultados e Discussões

Neste capítulo serão descritos os resultados obtidos nas medições realizadas e sua discussão fundamentada nas referências bibliográficas. Os resultados estão divididos da seguinte maneira: resultados relativos a caracterização estrutural (difração de raio-x (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Picnometria). Resultados relativos a caracterização das propriedades dielétricas das cerâmicas $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ com a adição do TiO_2 nos valores de 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10% em massa sobre a matriz cerâmica Al_2O_3 .

4.1 Caracterizações estruturais das amostras

A difração de Raio X foi realizada para verificar as fases cristalinas do compósito, presentes na cerâmica após o processo de sinterização. Para confirmar as fases foi utilizado o método de refinamento de Rietveld 1 . A ferramenta computacional DBWS 9807 e o software de interface DBWS Tools 2.4. Com relação ao refinamento Rietveld, foram estudados alguns trabalhos na literatura que tratam de compósitos similares porem com processos de sinterização diferentes. Nestes trabalhos (CHEN et al., 2011; HUANG; WANG; HUANG, 2007; KOBAYASHI; KATOH, 1985), foi observado, que após a sinterização do material (com temperaturas e tempo de moagem diferentes), ocorreu a formação de uma fase secundária, isto é a alumina e o dióxido de titânio reagiram e entre si e formando Al_2TiO_5 . Os nossos resultados de difratograma de Raio-X indicam que não houve nenhuma reação entre a alumina e o dióxido de titânio no compósito. Não foi detectada a fase Al_2TiO_5 . Desta forma os picos de difração presentes nos difratograma da figura 16 mostram a presença somente do Al_2O_3 (ICDS - 85137) do grupo espacial R-3 c H e do TiO_2 (ICDS - 39172) do o grupo espacial de P 42/mnm. Com relação aos parâmetros Rietveld o parâmetro R obtido demonstra um bom refinamento tabela 1. Os valores de Rwp obtidos para todas as amostras são característicos de bons resultados de refinamento (RIETVELD, 1969). Estes valores variam entre 15,85 e 20,35 para todas as amostras. Tais valores de Rwp são aceitáveis na literatura por Pascoal (PASCOAL; MACHADO; PANDOLFELLI, 2002). Os parâmetros de refinamento estão descritos na tabela 1.

Figura 16 – Padrões de difração.



Fonte: Próprio autor.

Tabela 1 – Parâmetros de Rietveld para as amostras da matriz Al_2O_3 com concentrações de 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10% de TiO_2 .

%TiO ₂	Rwp	ρ (g/cm ³)	
		Al ₂ O ₃	TiO ₂
2,5%	16,62	3,98	4,19
5,0%	17,38	3,98	3,80
7,5%	20,35	3,98	4,17
10%	15,85	3,98	4,16

Fonte: Própria do autor.

4.2 Picnometria

As amostras estudadas foram sinterizadas a temperatura de 1350°C, que é inferior a temperatura de sinterização da alumina, (~2050°C). Este é um resultado expressivo na obtenção das nossas peças tendo em vista que representa uma possível economia de energia na fabricação da mesma. O método da picnometria (já descrito na seção 3.4) forneceu os dados para todas as amostras, os quais estão apresentados na tabela 2. Esta tabela apresenta os resultados de densidade e porosidade do material cerâmico, diretamente relacionado à eficiência do processo de sinterização. Os dados

revelam um aumento no valor da densidade relativa e uma diminuição da porosidade com o aumento da adição (concentração) de TiO_2 . Estes resultados validam os dados de difração de raios-X, pela comparação da densidade experimental e teórica mostrada na tabela 2. A densidade experimental de todas as amostras foi comparada com a densidade teórica e calculada pela equação:

$$\rho_{\text{composito}} = \frac{\%}{\frac{f_{\text{fase1}}}{\rho_{f_{\text{fase1}}}} + \frac{f_{\text{fase2}}}{\rho_{f_{\text{fase2}}}} + \frac{\%f_{\text{fase n}}}{\rho_{f_{\text{fase n}}}}} \times 100 \quad (4.1)$$

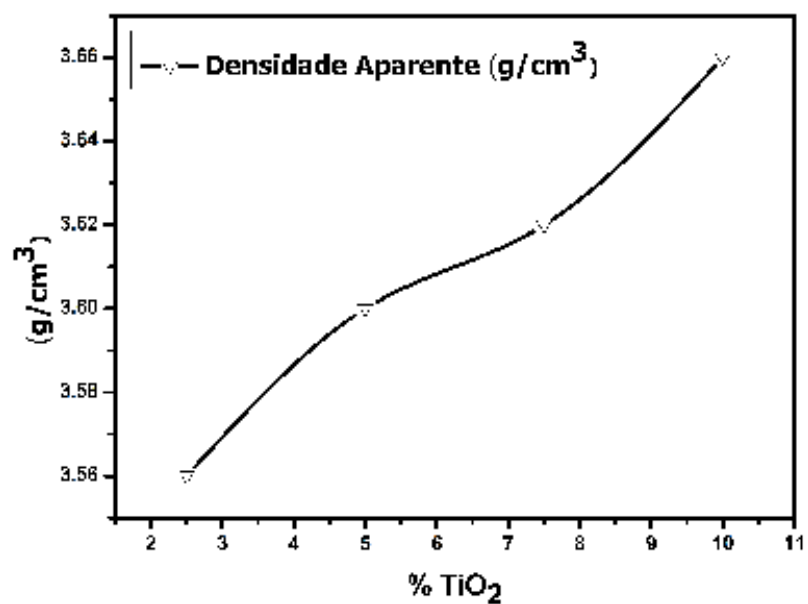
Tabela 2 – Valor para as medidas de densidades aparente teórica, relativa e porosidade para todas as amostras.

% TiO_2	$\rho_{\text{aparente}}(\text{g/cm}^3)$	$\rho_{\text{teórica}}(\text{g/cm}^3)$	$\rho_{\text{relativa}}(\%)$	Porosidade
2,5 %	3,56	3,98	0,89	0,010
5,0 %	3,60	3,97	0,90	0,09
7,5 %	3,62	3,99	0,90	0,09
10 %	3,66	4,00	0,91	0,08

Fonte: Próprio autor.

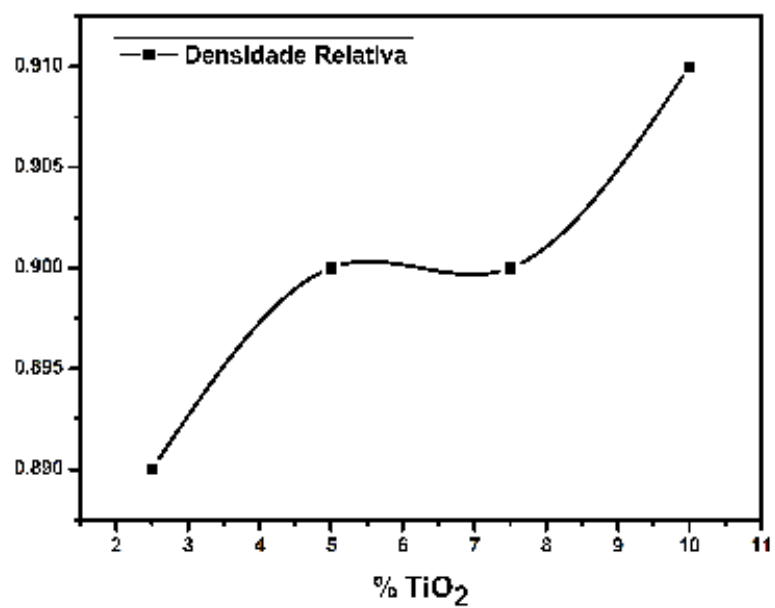
ρ = densidade

Figura 17 – Gráfico de Densidade Aparente.



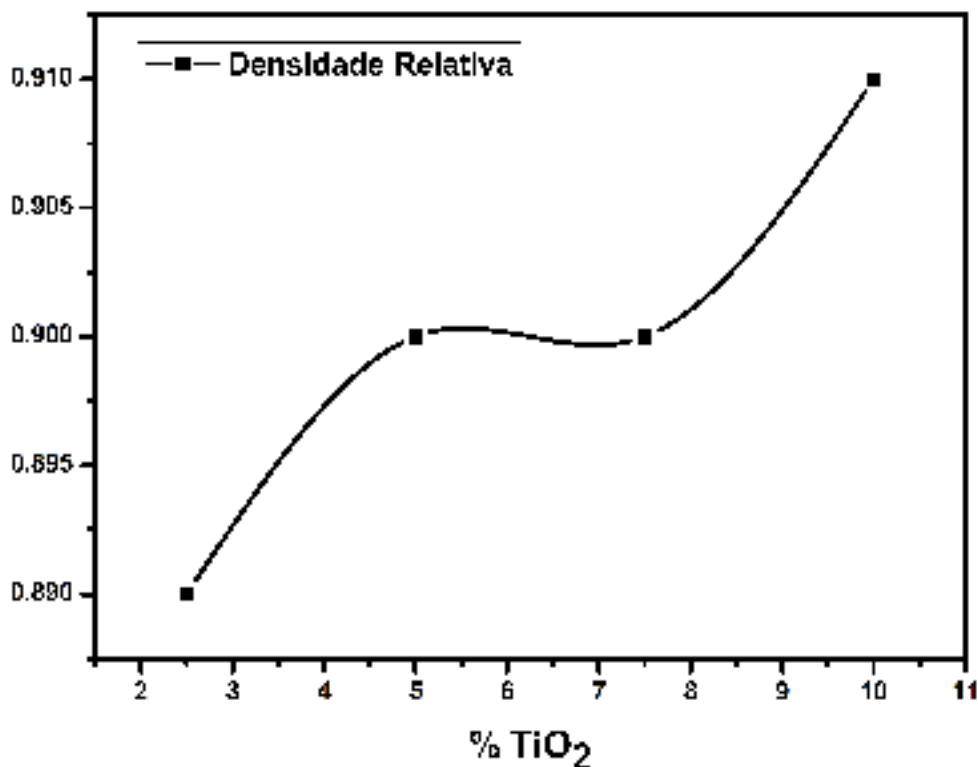
Fonte: Próprio autor.

Figura 18 – Densidade Relativa.



Fonte: Próprio autor.

Figura 19 – Porosidade.



Fonte: Próprio autor.

4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise de microscopia eletrônica de varredura, visualmente nos mostra que as amostras sofreram uma melhoria na sua densificação com o aumento da adição do TiO_2 . Onde podemos observar que a quantidade de poros nas amostras diminui com o incremento de TiO_2 . As micrografias das amostras da série de alumina com adição de óxido de titânio podem ser observadas nas figuras abaixo.

A seguir as figuras 20 a 22, mostra as micrografias obtida por MEV para a superfície da matriz cerâmica Al_2O_3 com adição de 2,5% de TiO_2 ., respectivamente com ampliações de 1.000, 5.000 e 20.000 vezes.

Figura 20 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 2,5% TiO₂, com aumento de 1.000 x.

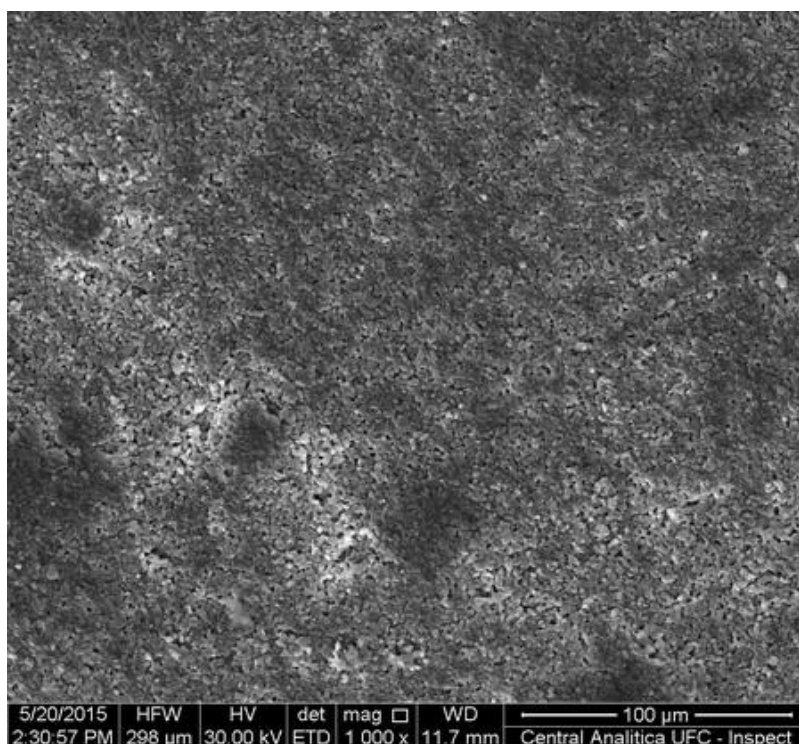
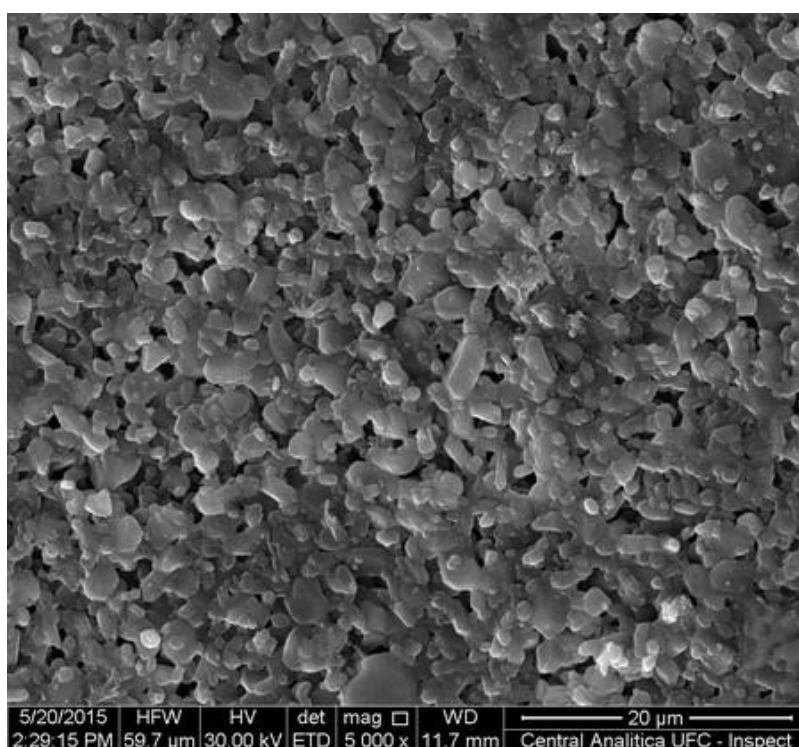
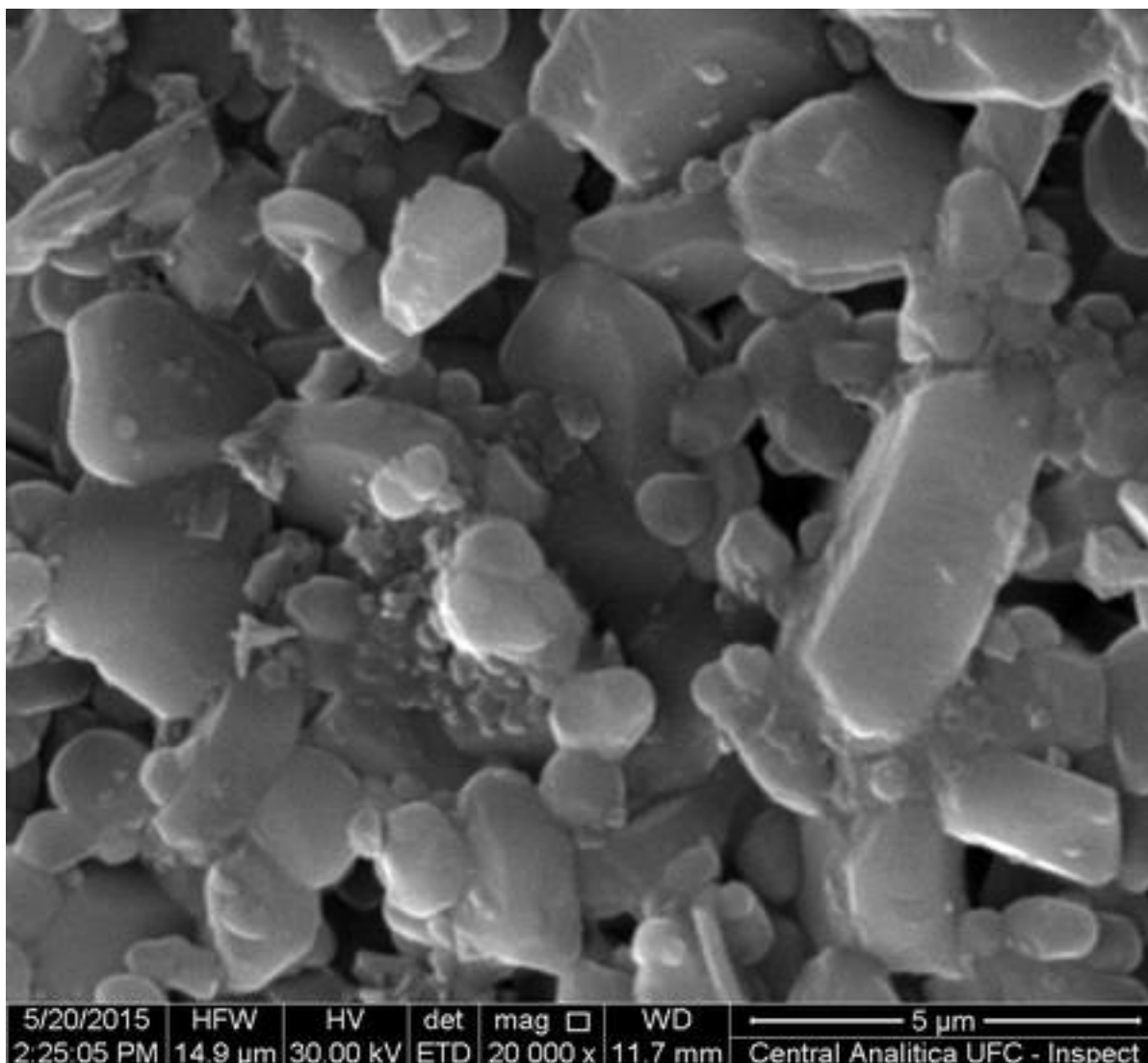


Figura 21 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 2,5% TiO₂, com aumento de 5.000 x.



Fonte: Próprio autor.

Figura 22 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 2,5% TiO₂, com aumento de 20.000 x.



As figuras 23 a 25, mostra as micrografias obtida por MEV para a superfície da matriz cerâmica Al₂O₃ com adição de 2,5% de TiO₂, respectivamente com ampliações de 1.000, 5.000 e 20.000 vezes.

Figura 23 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 5,0% TiO₂, com aumento de 1.000 x.

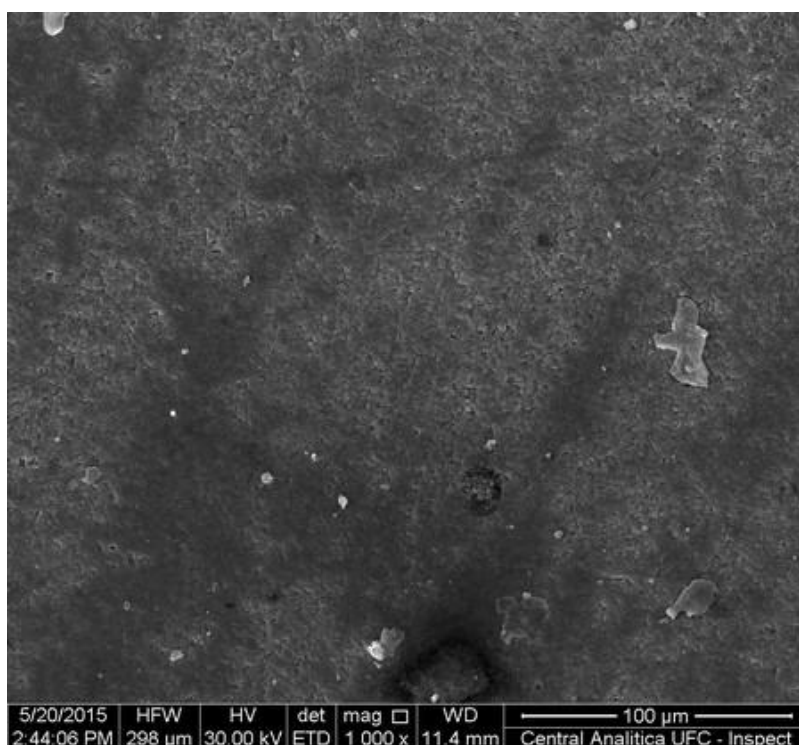


Figura 24 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 5,0% TiO₂, com aumento de 5.000 x.

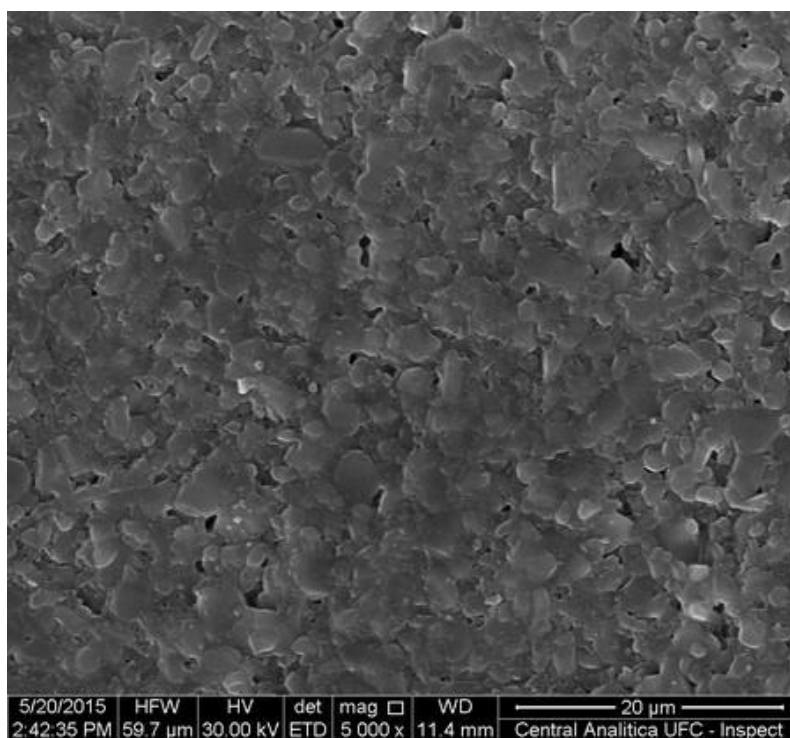
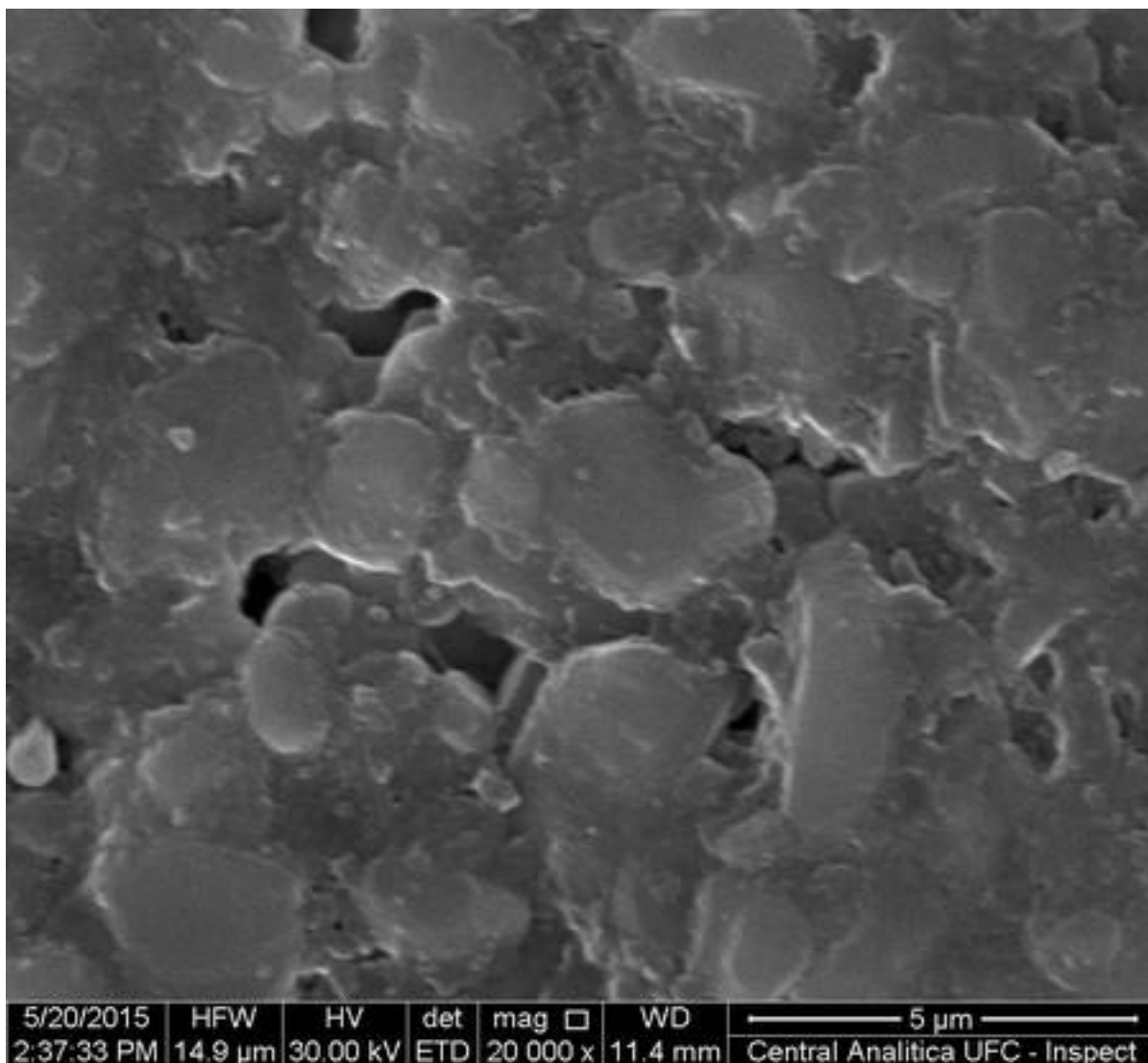


Figura 25 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 5,0% TiO₂, com aumento de 20.000 x.



As figuras 26 a 28, mostra as micrografias obtida por MEV para a superfície da matriz cerâmica Al₂O₃ com adição de 7,5% de TiO₂, respectivamente com ampliações de 1.000, 5.000 e 20.000 vezes.

Figura 26 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 7,5% TiO₂, com aumento de 1.000 x.

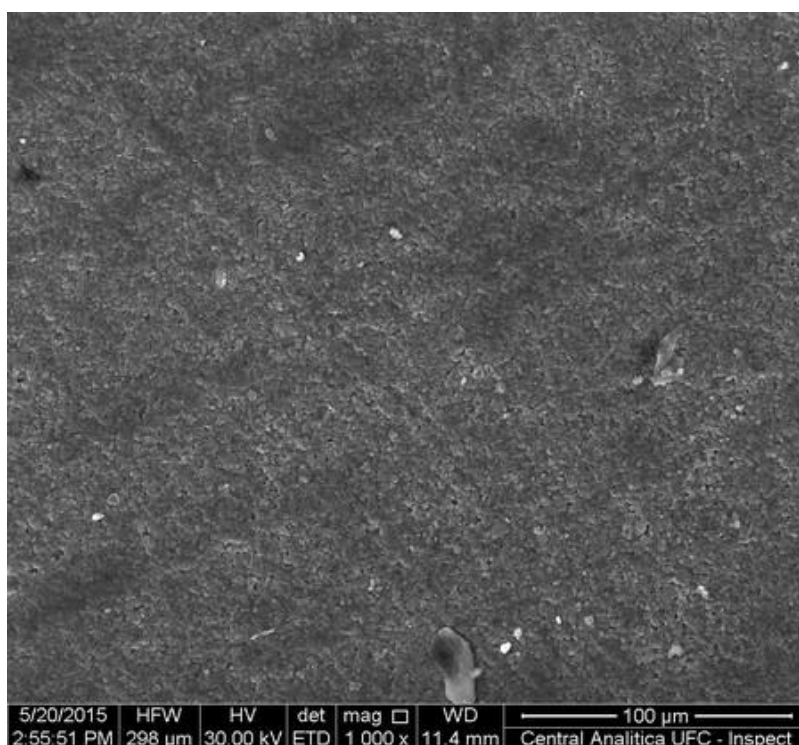


Figura 27 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 7,5% TiO₂, com aumento de 5.000 x.

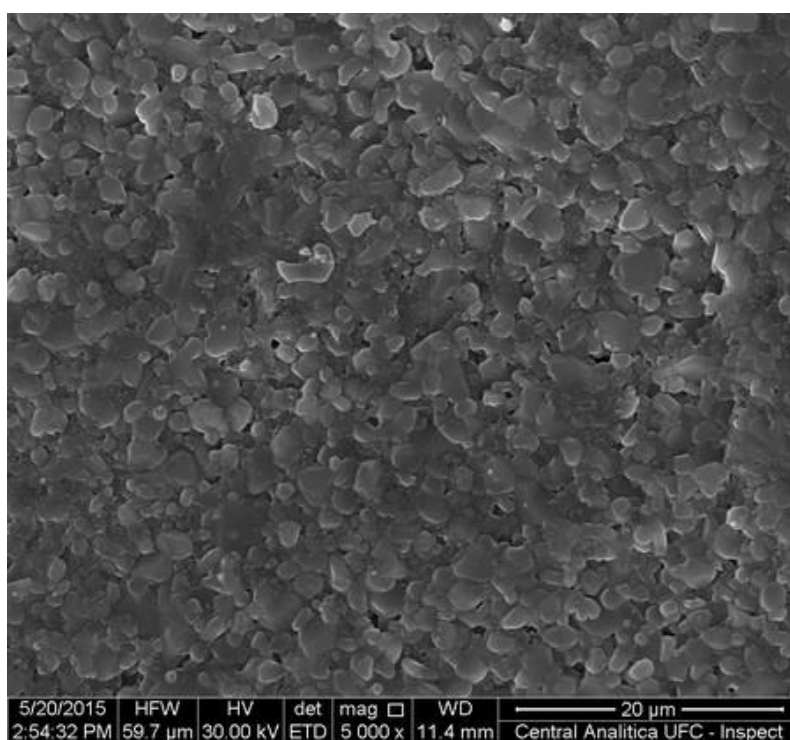
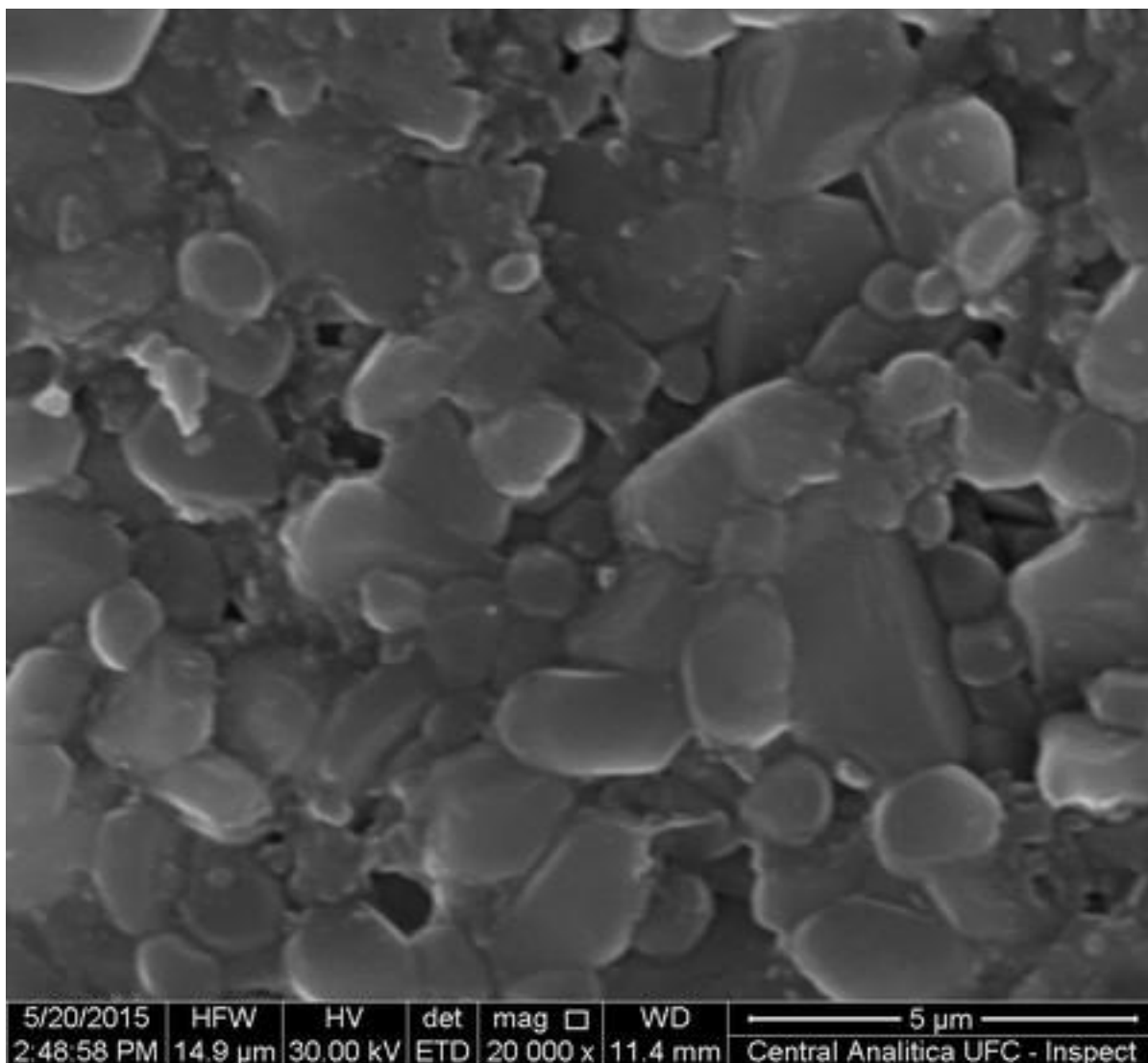
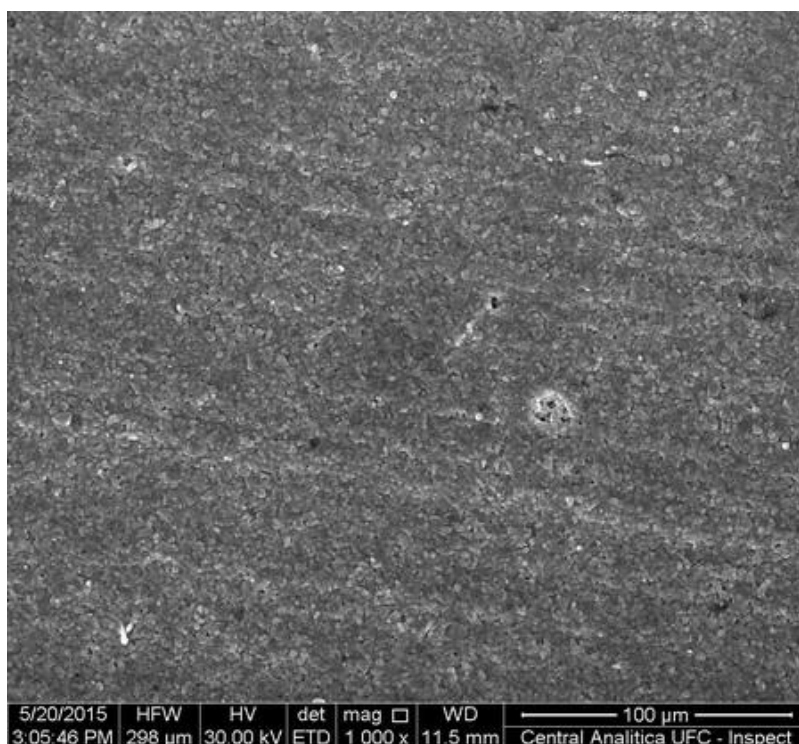


Figura 28 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 7,5% TiO₂, com aumento de 20.000 x.



As figuras 27 a 30, mostra as micrografias obtida por MEV para a superfície da matriz cerâmica Al₂O₃ com adição de 10% de TiO₂., respectivamente com ampliações de 1.000, 5.000 e 20.000 vezes.

Figura 29 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 10% TiO₂, com aumento de 1.000 x.



Fonte: Próprio autor.

Figura 30 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 10% TiO₂, com aumento de 5.000 x.

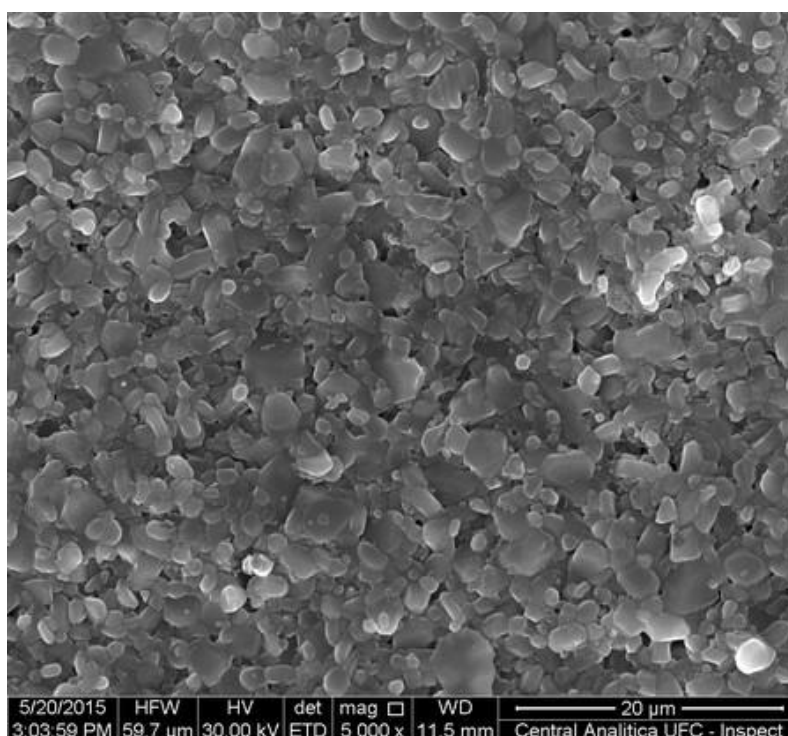
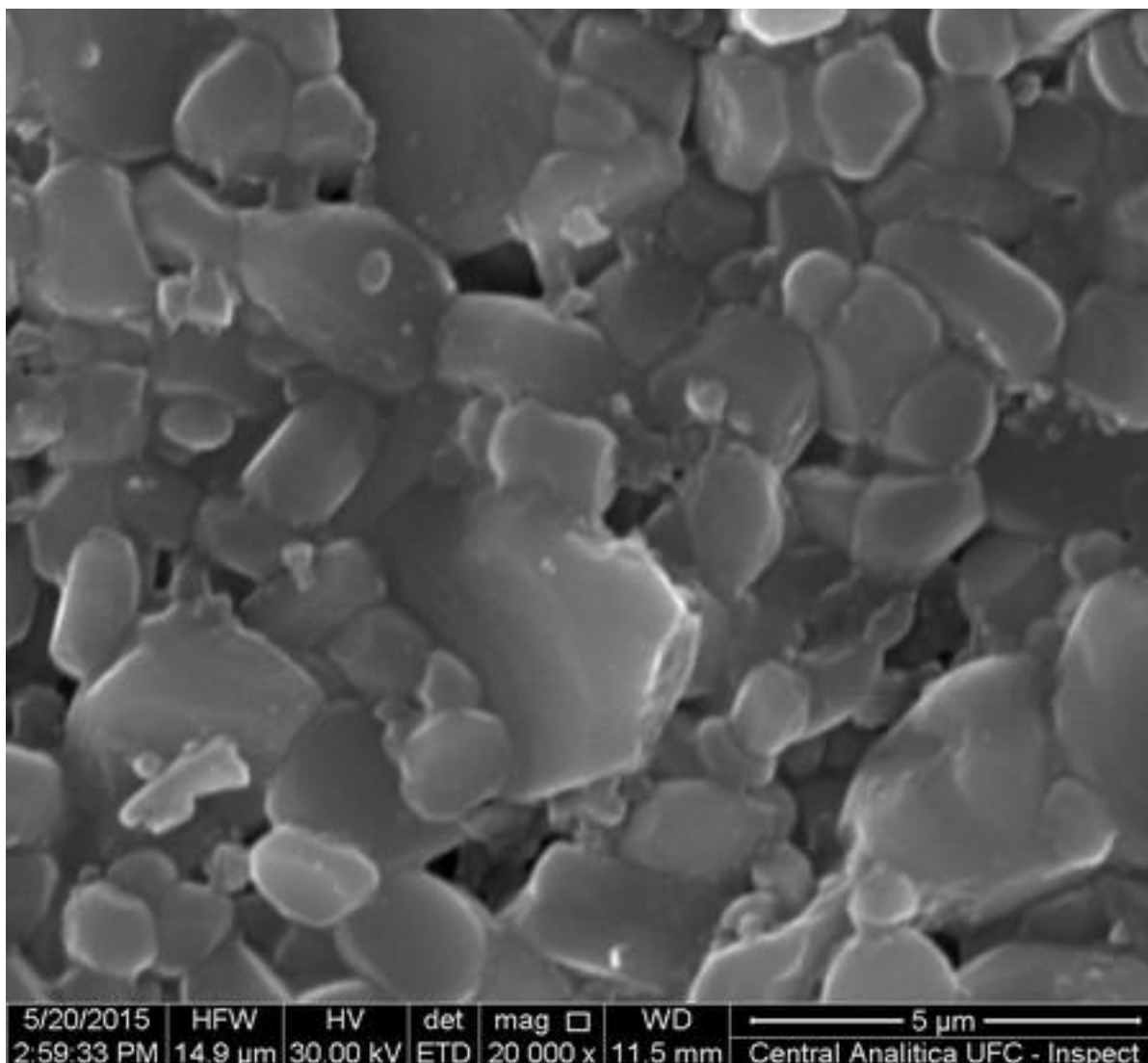


Figura 31 – Micrografias obtida por MEV da superfície da amostra 10% TiO₂, com aumento de 20.000 x.



Analizando estas micrografias podemos observar uma morfologia regular da superfície, a qual está em acordo com os dados obtidos no ensaio de picnometria e concluindo-se também que não há presença relevante de porosidade. Estes resultados são compatíveis com os resultados já apontados no ensaio de picnometria onde a densidade experimental está muito próxima da densidade teórica do monocristal. De fato o conjunto de resultados, microscopia de varredura eletrônica, picnometria e difração de raios-X estão em grande concordância, observando-se ainda nas figuras com aumento de 5.000 vezes e 20000 vezes, uma grande homogeneidade morfológica na superfícies da amostra.

4.4 Medidas na faixa de Rádio Frequência (RF)

A caracterização em radiofrequência tem como objetivo medir a impedância complexa, separando as componentes reais e imaginárias da permissividade, medir as perdas dielétricas, a condutividade, e o coeficiente de variação da capacitância com a temperatura (TCC). Esta sessão tem seus resultados divididos em dois, o primeiro resultado da sessão mostra as medidas em radio frequência (RF) à temperatura ambiente e ao segundo resultado as medidas em (RF) com variação da temperatura.

4.4.1 Medidas em RF à Temperatura Ambiente

As medidas dielétricas das partes real (s_r') e imaginária (s_r'') da permissividade e da perda dielétrica ($\tan \delta$) foram realizadas em temperatura ambiente (25°C), usando utilizando um analisador de impedâncias modelo Agilent Impedance Analyzer 4294-A na faixa de 40 Hz até 10 MHz. As propriedades dielétricas de cada amostra na forma de pastilha de cerâmica foram obtidas através da medida de capacitância de cada amostra cerâmica, sendo estas metalizadas com uma tinta condutora com o intuito de formar um capacitor de placa paralela. A equação 4.2 foi usada para calcular os valores de permissividade dielétrica com os valores medidos da capacitância C_p através da Equação:

$$\varepsilon_r = \frac{C_p \cdot h}{\varepsilon_0 \cdot A} \quad (4.2)$$

Onde:

s_r : Permissividade dielétrica relativa;

C_p : Capacidade (Farad);

h : Altura das amostras cilíndricas (m);

A : Área circular dos elétrodos (m²);

s_0 : Permissividade dielétrica no vácuo

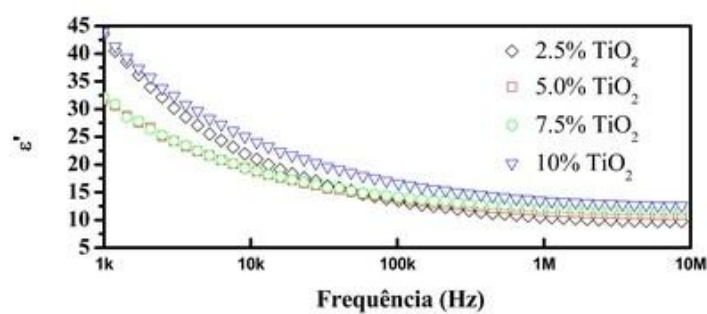
As figuras 32 e 33 mostram o comportamento da permissividade dielétrica e a tangente de perdas x frequência na faixa de 1Khz até 10MHz. A medida determinou o comportamento da permissividade e da tangente de perdas na região de RF para todas as amostras. Na Figura 32 observa-se que a permissividade s_r para todas as amostras aumenta com o incremento da concentração do TiO₂. Observa-se também que s_r diminui com o aumento da frequência (PETOSA; ITTIPIBOON, 2010), (Ver Tabela 3). O aumento do s_r com o incremento do TiO₂ é esperado, uma vez que o óxido de titânio tem uma permissividade 100, sendo maior que a da alumina ($s_r=9,8$).

Tabela 3 – Permissividade e tangente de perdas.

%TiO ₂	ϵ'	$\tan\delta$
2,5%	9,192	$1,1 \times 10^{-4}$
2,5%	10,152	10×10^{-4}
2,5%	10,995	9×10^{-4}
2,5%	12,689	8×10^{-4}

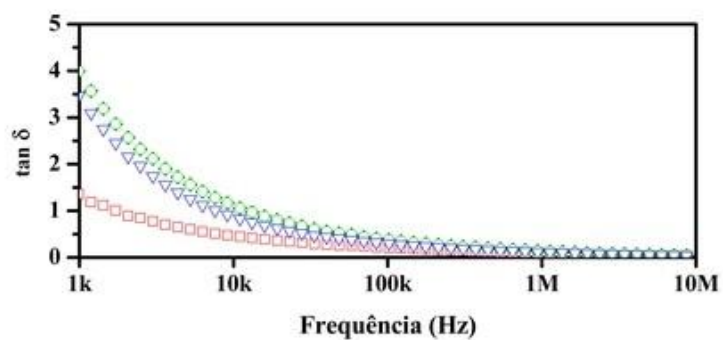
Fonte: Própria do autor.

Figura 32 – Permissividade dielétrica (ϵ') em função da frequência em temperatura ambiente das amostras.



Fonte: Própria do autor.

Figura 33 – Tangente de perdas ($\tan \delta$) em função da frequência em temperatura ambiente das amostras.



Fonte: Própria do autor.

4.4.2 Medidas de RF com Variação de Temperatura

Esta medida foi realizada no intervalo de temperatura de 200 °C a 350°C, visto que nesse intervalo de temperatura as amostras apresentaram uma melhor resposta, para as medidas de radiofrequência com a variação de temperatura, (TCC) e da energia de ativação necessária para realinhar os dipolos elétricos na medida em que varia a temperatura. Esses parâmetros podem fornecer a base para uma interpretação das propriedades do material, relacionando-as com a sua microestrutura.

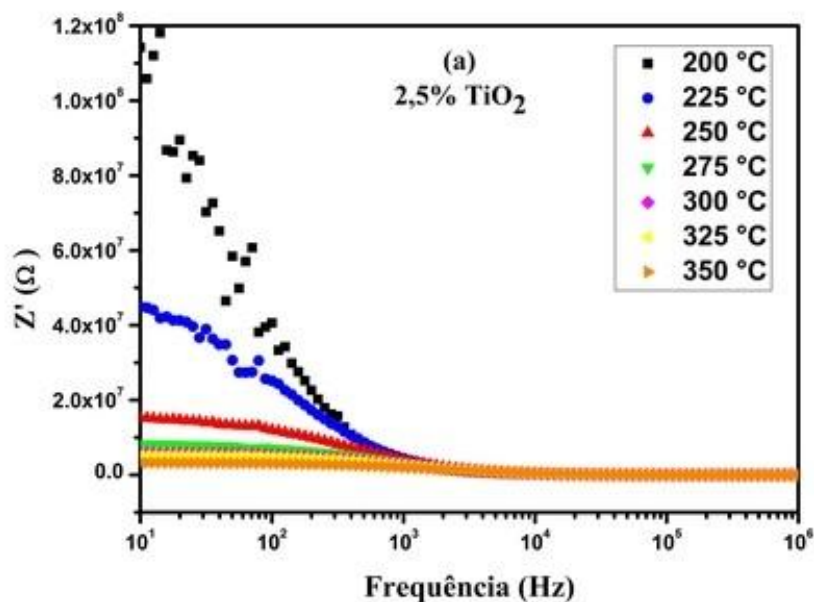
Nas Figuras 34 a 37, está representado os gráficos da variação da parte real da impedância Z' das amostras de Al_2O_3 com concentrações de TiO_2 , respectivamente, em função da frequência e da temperatura, com a variação de temperatura de 200°C a 350°C.

É observado o comportamento da parte real da impedância (ou resistência) em função da frequência onde percebe uma redução da resistência com o aumento da temperatura e da frequência em todas as amostras. Também é observado que para a medida na frequência de 1Hz, que na temperatura de 200°C, os valores de Z' , são máximos.

Observa-se também a variação da parte real da impedância dos compostos, em função da frequência e da temperatura (variando de 200°C a 350°C). À medida que ocorre o aumento da concentração de TiO_2 , observa-se aumento da resistência das amostras.

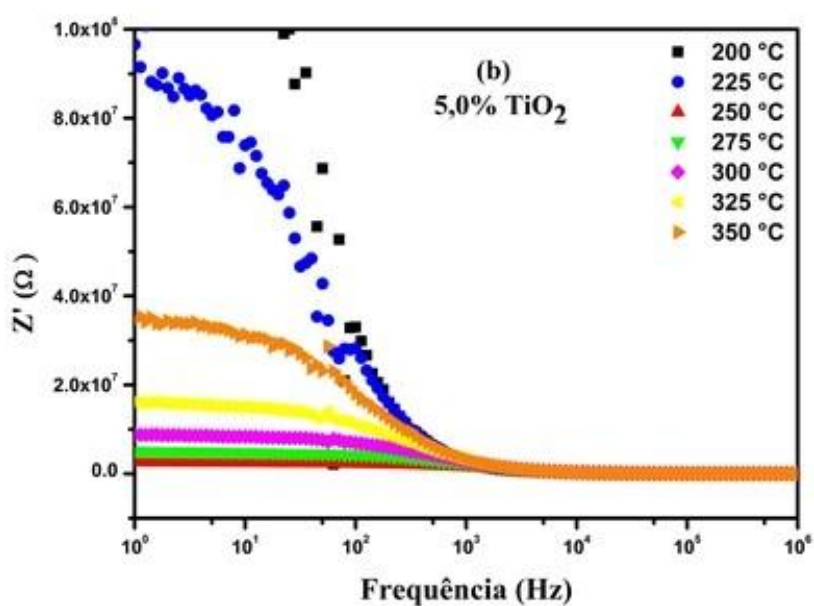
As amostras apresentam uma alta impedância em baixas frequências. Com o aumento da temperatura, a impedância inicial é reduzida. Isto é explicado pela maior mobilidade dos portadores de carga no interior das amostras, quando sujeitas a temperaturas mais elevadas. Ao mesmo tempo, frequências cada vez maiores do campo elétrico aplicado promovem um aumento da condutividade, portanto com influência inversamente proporcional sobre a impedância real (KAO, 2004).

Figura 34 – Variação da impedância real em função da frequência para a amostra, 2,5% de TiO_2 , com variação da temperatura de 200°C a 350°C.



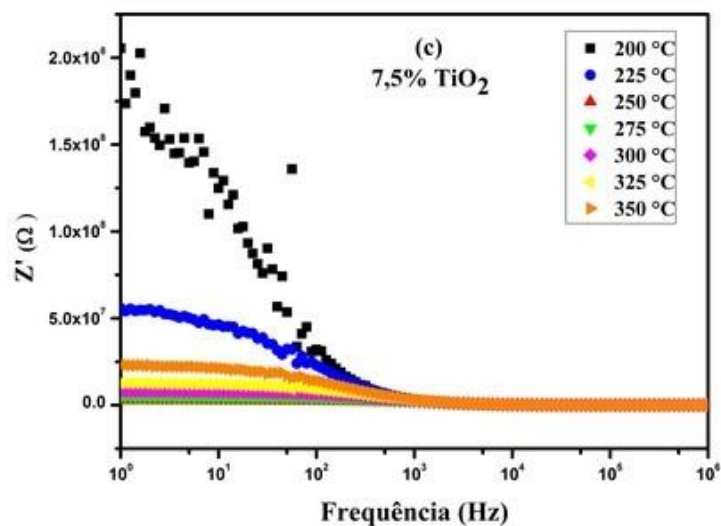
Fonte: Próprio autor.

Figura 35 – Variação da impedância real em função da frequência para a amostra, 5,0% de TiO_2 , com variação da temperatura de 200°C a 350°C.



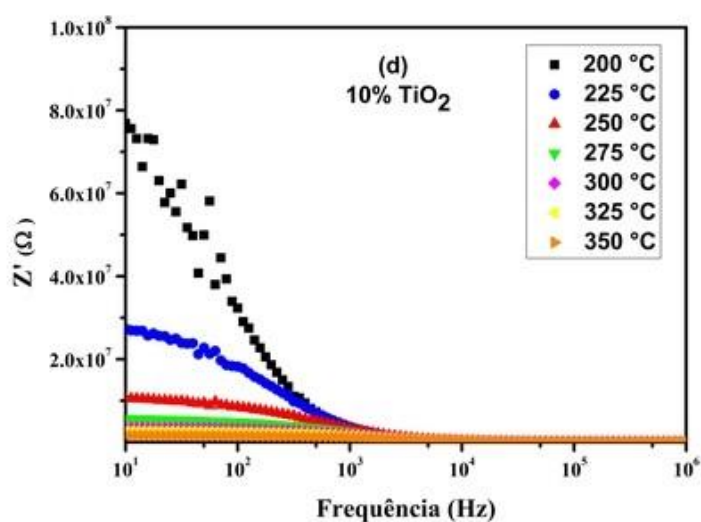
Fonte: Próprio autor.

Figura 36 – Variação da impedância real em função da frequência para a amostra, 7,5% de TiO_2 , com variação da temperatura de 200°C a 350°C.



Fonte: Próprio autor.

Figura 37 – Variação da impedância real em função da frequência para a amostra, 10% de TiO_2 , com variação da temperatura de 200°C a 350°C.



Fonte: Próprio autor.

A seguir temos os resultados para a condutividade AC, onde o gráfico está representado na figura 38 para as concentrações de TiO_2 . Nota – se dependência da condutividade A.C pela frequência, com variação da temperatura para as amostras de Al_2O_3 com concentrações de 2,5%, 5,0%, 7,5%, 10% de TiO_2 , Nas figuras 39 a 42, observamos que na faixa de frequência que vai de 1Hz até 1KHz a condutividade AC é aproximadamente igual a condutividade DC, nesta faixa de frequência, a temperatura ambiente, segue a relação de Arrhenius.

As relações de Arrhenius para a frequência e condutividade são expressadas pelas equações:

$$f = f_0 \exp[-(E_a/kT)] \quad (4.3)$$

e

$$\sigma = \sigma_0 \exp[-(E_a/kT)] \quad (4.4)$$

Onde:

σ_0 = é o fator pré-exponencial;

E_a = é a energia de ativação;

k = é constante de Boltzmann;

T = temperatura absoluta.

A tabela 4, nos mostra os valores das energias de ativação que foram obtidas a partir do módulo elétrico e da condutividade DC.

Observando os valores das energias apresentados na tabela 4, para condutividade e pela f_{max} do módulo elétrico, nota-se que estes valores são aproximadamente iguais onde são indicadores, processos de condução e relaxação de todas as amostras, ou seja os portadores de carga envolvidos são do mesmo tipo, (MACDONALD; BARSOUKOV, 2005).

Tabela 4 – Energias de ativação para as amostras de alumina adicionado de 2,5%, 5,0%, 7,5%, 10% de TiO_2 .

Energia de Ativação	2,5%	5,0%	7,5%	10%
	TiO_2	TiO_2	TiO_2	TiO_2
Através do Módulo Elétrico	0,84eV	0,94eV	0,77eV	0,75eV
Através da condutividade (DC)	0,74eV	0,74eV	0,74eV	0,68eV

Fonte: Própria do autor.

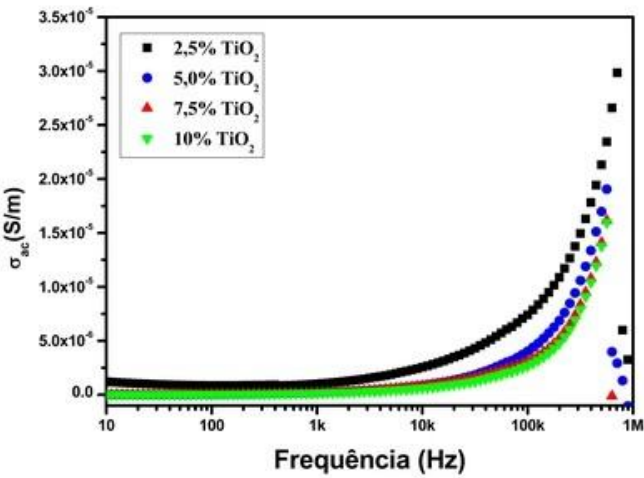
A tabela 5 apresenta os valores calculados para coeficiente de variação da capacitância com a temperatura (TCC) das amostras nas frequências de 100 Hz a 1 MHz em um intervalo de 30º C até 100ºC.

Tabela 5 – Valores de TCC das amostras.

Amostras	2,5% TiO_2	2,5% TiO_2	2,5% TiO_2	2,5% TiO_2
TCC (ppm/ºC), f = 100KHz	-267890	-101271	-55119	-87300

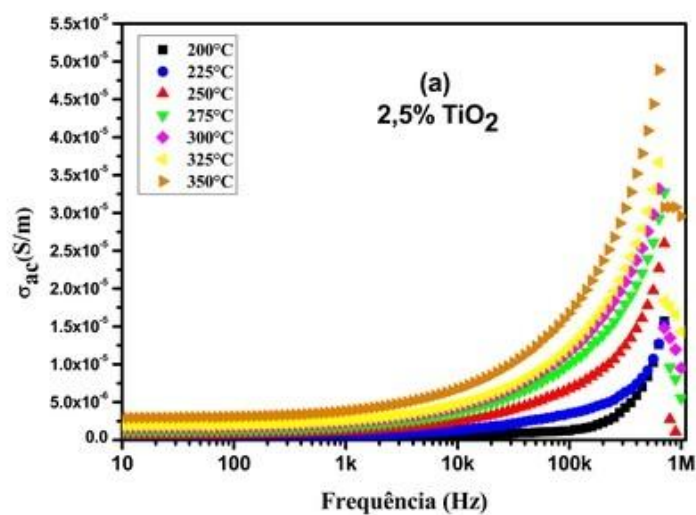
Fonte: Própria do autor.

Figura 38 – Condutividade AC em função da frequência em temperatura ambiente para todas as amostras.



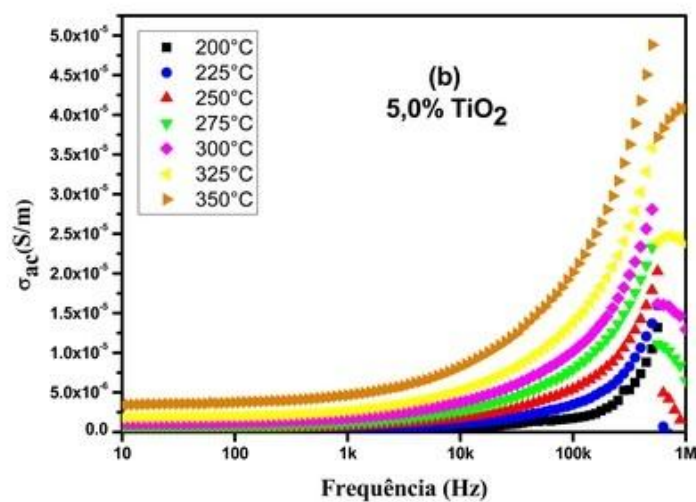
Fonte: Própria autor.

Figura 39 – Variação da condutividade em função da frequência para a amostra de Al_2O_3 – 2,5% TiO_2 , com variação de temperatura.



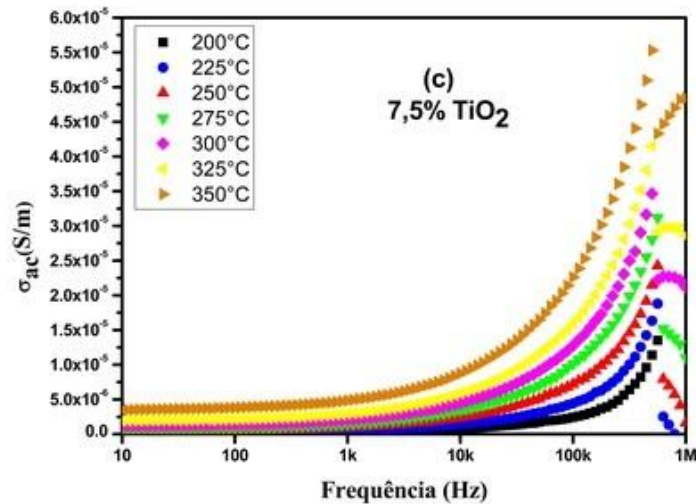
Fonte: Própria autor.

Figura 40 – Variação da condutividade em função da frequência para a amostra de Al_2O_3 – 5,0% TiO_2 , com variação de temperatura.



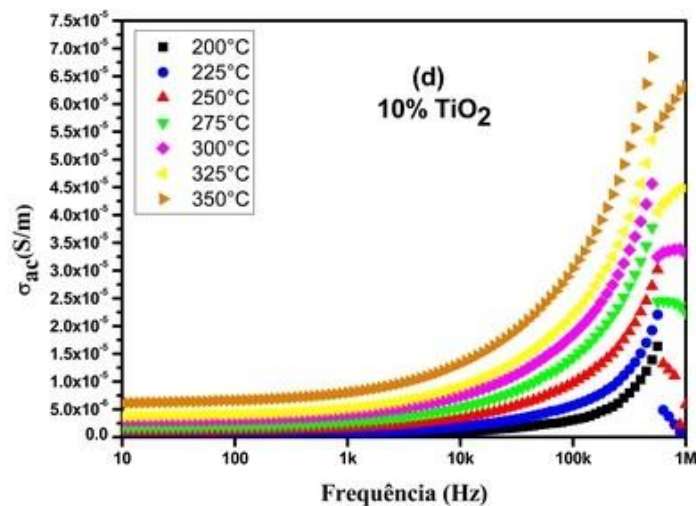
Fonte: Próprio autor.

Figura 41 – Variação da condutividade em função da frequência para a amostra de Al_2O_3 – 7,5% TiO_2 , com variação de temperatura.



Fonte: Próprio autor.

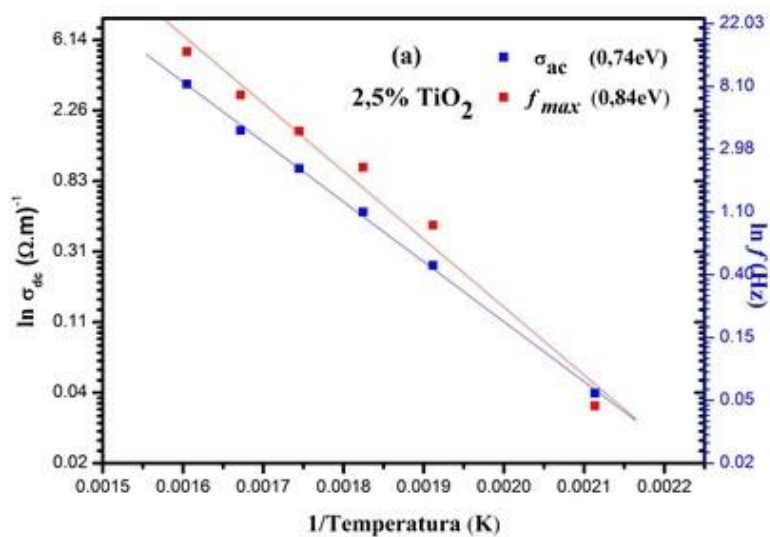
Figura 42 – Variação da condutividade em função da frequência para a amostra de Al_2O_3 – 10% TiO_2 , com variação de temperatura.



Fonte: Próprio autor.

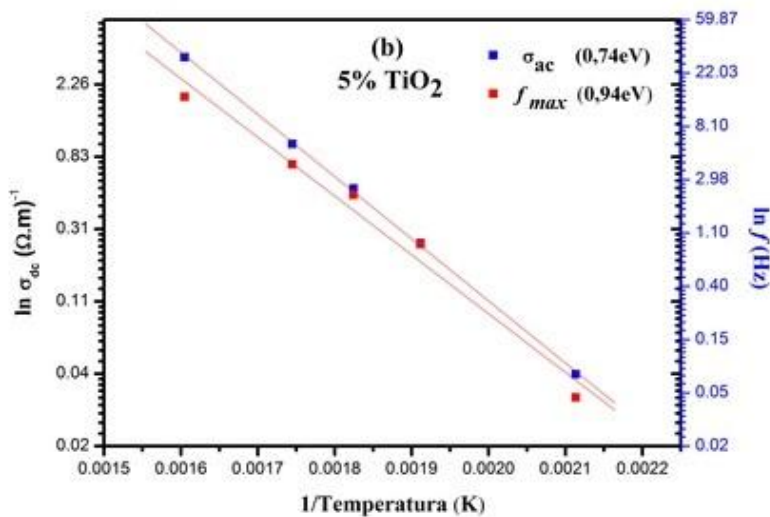
Nas figuras 43 a 46, observa-se o gráfico de Arrhenius do logaritmo natural das frequências de pico de $-Z''(f)$ como função da temperatura, $(1000/T)$, versus o gráfico do logaritmo natural da condutividade DC, o que mostra o processo de ativação térmica do materiais, para as amostras. Os valores comprados da energia de ativação para ambos os espectros indicam que nesse há processo de condução e relaxação por temos os mesmo tipo de portadores de carga envolvidos.

Figura 43 – Variação de σ_{dc} vs. $10^3/T$ e f_{max} vs. $10^3/T$ para a amostra Al_2O_3 – 2,5% TiO_2 .



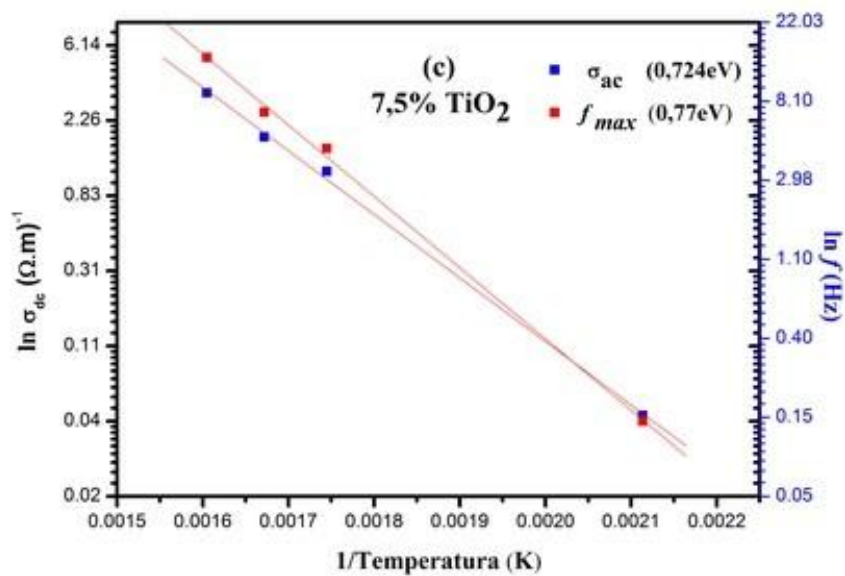
Fonte: Próprio autor.

Figura 44 – Variação de σ_{dc} vs. $10^3/T$ e f_{max} vs. $10^3/T$ para a amostra Al_2O_3 – 5,0% TiO_2 .



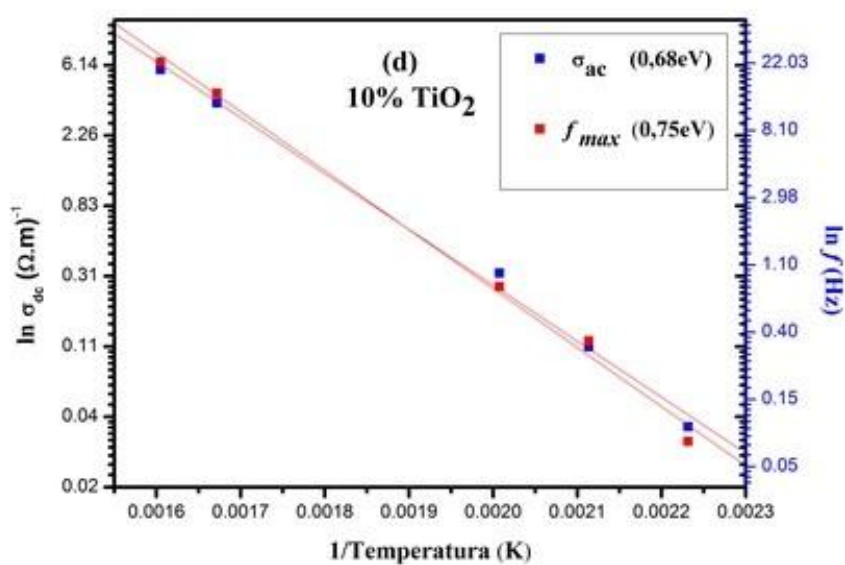
Fonte: Próprio autor.

Figura 45 – Variação de σ_{dc} vs. $10^3/T$ e f_{max} vs. $10^3/T$ para a amostra Al_2O_3 – 7,5% TiO_2 .



Fonte: Própria autor.

Figura 46 – Variação de σ_{dc} vs. $10^3/T$ e f_{max} vs. $10^3/T$ para a amostra Al_2O_3 – 10% TiO_2 .

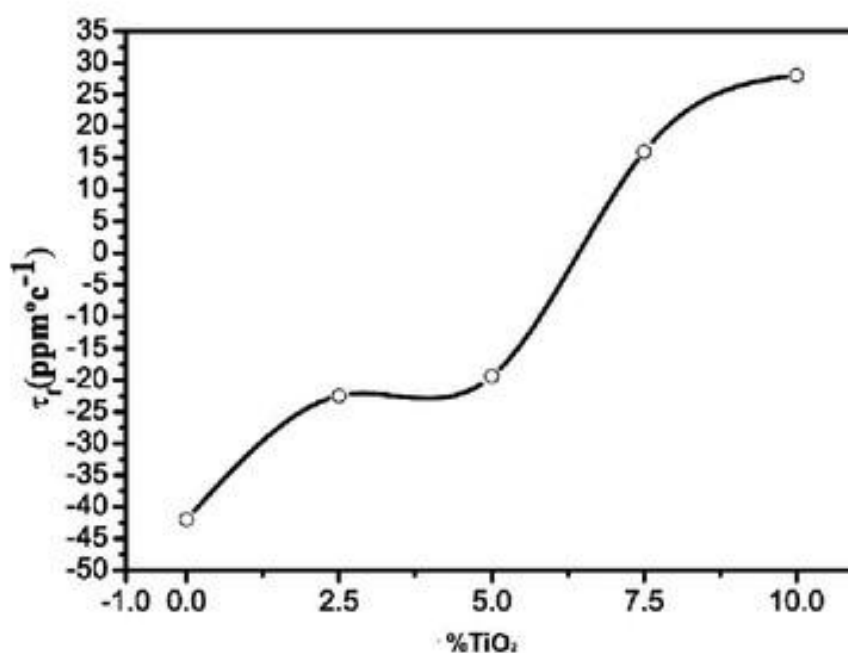


Fonte: Própria autor.

4.5 Coeficiente de temperatura da frequência de ressonância

Na medida para o coeficiente de temperatura da frequência de ressonância foi observado o efeito da adição do óxido de titânio na matriz de alumina com a variação da temperatura entre 30°C até 100°C. Assim foi possível calcular variação do valor de τ_f no compósito. Os valores passaram de negativos, no caso da alumina que possui $\tau_f = -60\text{ppm}^\circ\text{C}^{-1}$ para valores positivos, chegando a um ponto de estabilidade do coeficiente de temperatura da frequência de ressonância torna se zero entre as concentrações de 5,0% e 7,5% de TiO_2 . A figura 47, nos mostra a evolução do coeficiente de temperatura da frequência de ressonância, com adição do TiO_2 .

Figura 47 – Coeficiente de temperatura da frequência de ressonância em função da concentração de TiO_2 .

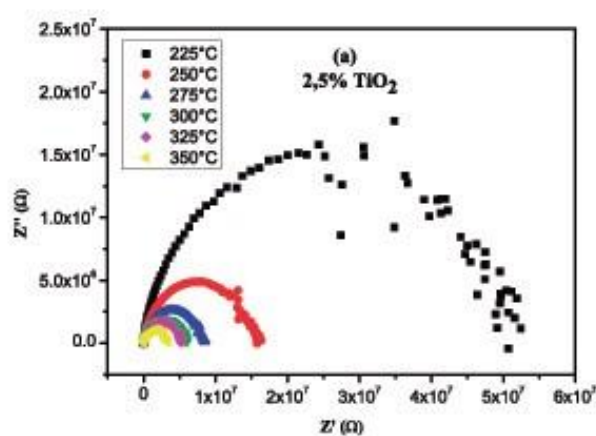


Fonte: Própria autor.

As figuras 48 a 51 mostra os diagramas de Nyquist variando a temperatura para as amostras cerâmicas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$. No gráfico podemos observar a presença de um semicírculo em todas as amostras em temperaturas superiores 200 °C. Em uma análise previa pode-se observar a redução do raio destes semicírculos, o que corresponde a dizer que as impedâncias das cerâmicas estão diminuindo com o aumento da temperatura e isto é comprovado através das medidas de condutividade e através das medidas de energia de ativação onde é mostrado um processo de transferência de carga ativada pela variação da temperatura.

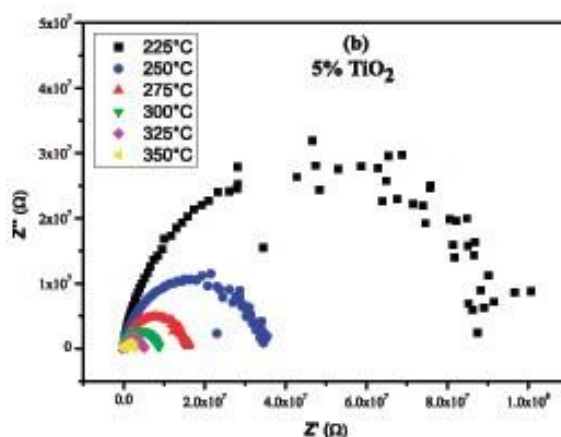
Nos diagramas de Nyquist mostrado nas figuras 48 a 51, é observado a formação de semicírculos deformados onde se sugere a presença de alguns processos eletrônicos acontecendo, como condução de grão, contorno de grão ou de efeitos de eletrodo. Um estudo detalhado sobre estes diagramas de Nyquist com ajustes teóricos com circuitos equivalentes devem fornecer informações como os processos de polarização associados com o interior dos grãos, com as regiões de contorno de grão e com a região de interface cerâmica-eletrodo.

Figura 48 – Gráficos de Nyquist $-Z''$ versus Z' para amostra $\text{Al}_2\text{O}_3 - 2,5\% \text{TiO}_2$ com variação de temperatura.



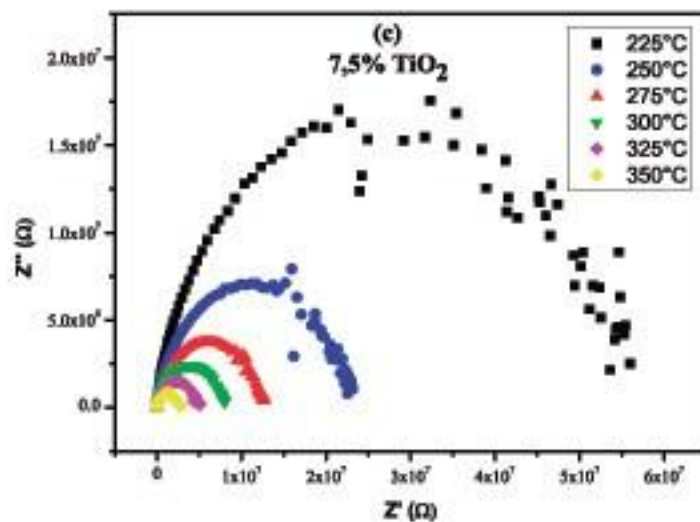
Fonte: Própria autor.

Figura 49 – Gráficos de Nyquist $-Z''$ versus Z' para amostra $\text{Al}_2\text{O}_3 - 5,0\% \text{TiO}_2$ com variação de temperatura.



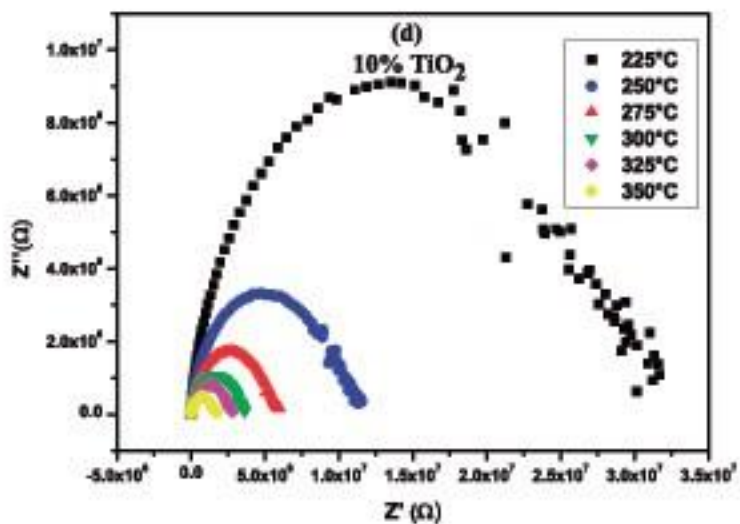
Fonte: Própria autor.

Figura 50 – Gráficos de Nyquist $-Z''$ versus Z' para amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3 - 10\% \text{TiO}_2$ com variação de temperatura.



Fonte: Próprio autor.

Figura 51 – Gráficos de Nyquist $-Z''$ versus Z' para amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3 - 10\% \text{TiO}_2$ com variação de temperatura.



Fonte: Próprio autor.

4.6 Medidas em Micro-ondas

As medidas da permissividade e da perda dielétrica foram obtidas em temperatura ambiente (26º) com o uso do método de Hakki-Coleman. O experimento foi realizado com o analisador de rede Agilent modelo PNA N5230A e as medidas foram obtidas da frequência de ressonância do modo TE₀₁₁. As amostras estudadas tiveram que obedecer a proporção de 2:1 entre diâmetro e altura (PETOSA, 2007). Esta geometria favorece a propagação do modo TE₀₁₁ (PETOSA, 2007; PETOSA; ITTIPIBOON, 2010). Os valores da constante dielétrica (ϵ_r), da tangente de perda ($\tan\delta$), foram obtidos a partir da frequência de ressonância (modo TE₀₁₁) para cada uma das amostras em temperatura ambiente. As equações abaixo foram utilizadas para calcular a permissividade relativa (ϵ_r) e a tangente delta ($\tan\delta$):

$$\epsilon_r = 1.0 + \frac{c^2}{\pi D f_1^2} \cdot \frac{2}{\alpha_1 + \beta_1} \quad (4.5)$$

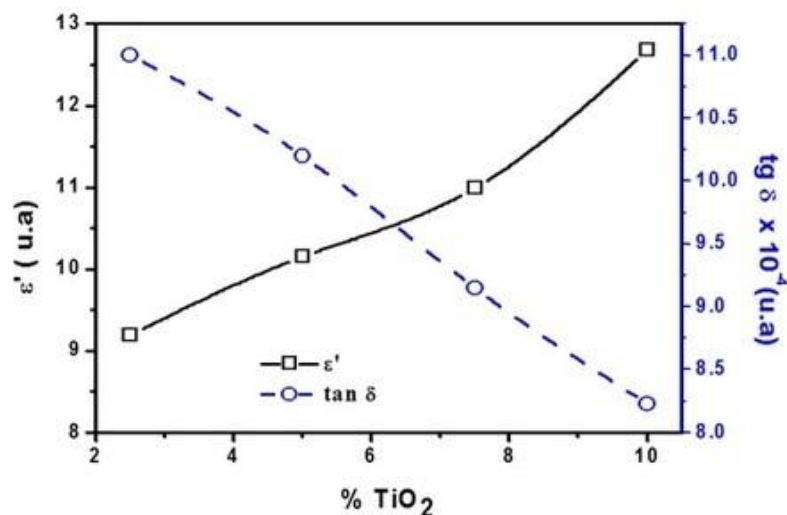
e

$$\tan \delta = \frac{A}{Q_o} - B \quad (4.6)$$

As equações 1.72 e 1.73 estão simplificadas para os fatores α , β , A, B e Q_o , (HAKKI; COLEMAN, 1960).

Na figura 52, abaixo, é observado o aumento do valor de ϵ_r , isto é devido as propriedades dielétricas do óxido de titânio, onde o valor de ϵ_r vai aumentando com a concentração de TiO₂ e com isso também ocorre uma melhoria na densidade relativa do compósito. Além disso, a perda dielétrica melhora com a adição do TiO₂.

Figura 52 – Constante dielétrica e tangente de perda em função da concentração de TiO₂.



Fonte: Próprio autor.

A tabela 6 mostram os valores medidos. Os valores obtidos para todas as amostras variam entre um mínimo de 9,19 e um máximo de 12,68 para a permissividade. Para a tangente de perda os valores obtidos estão entre $1,2 \times 10^{-3}$ e $8,5 \times 10^{-4}$ (Tabela 6).

Observa-se que a tendência de variação destas propriedades com a adição do TiO_2 indicam uma melhoria significativa com o aumento da concentração de TiO_2 uma vez que existe um aumento de s' e uma diminuição da tangente de perdas.

Tabela 6 – Valores das Medições de micro-ondas obtidos a partir de procedimento Hakki - Coleman, A tabela mostra os valores de permissividade dielétrica (ϵ'), de perda dielétrica ($\tan \delta$), τf , espessura (H) Diâmetro (D) do ressonador $(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}(\text{TiO}_2)_x$.

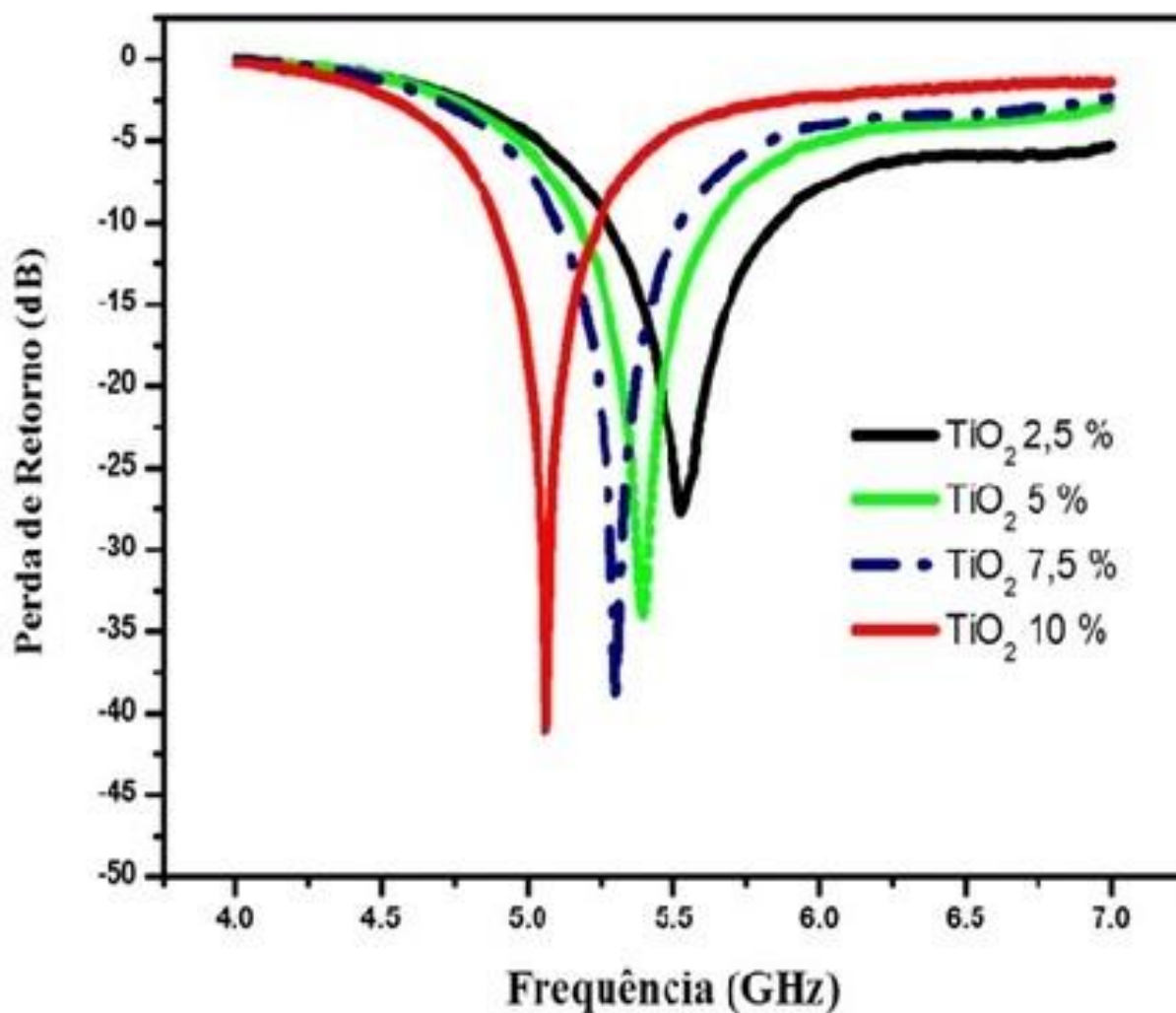
% TiO_2	$s' \tan \delta$	δ	$f_{TE011}(\text{GHz})$	τf (ppm. $^\circ\text{C}^{-1}$)H (mm)D (mm)
2,5%	9,191,10x10	$^{-3}$	9,53-22,57,0714,72	
5,0%	10,151,02x10-	3	9,38-19,46,7014,71	
7,5%	10,999,15x10	$^{-4}$	9,1016,06,5614,86	
10%	12,688,23 x10	$^{-4}$	8,5828,06,4414,86	

Fonte: Próprio autor.

4.7 Simulação das amostras usando o HFSS

Nesta seção foram realizadas simulações computacional utilizando o software HFSS, para analisar o comportamento das amostras, como antenas ressoadoras dielétricas a fim de validar os resultados experimentais. Os parâmetros simulados foram perda de retorno, diretividade, ganho serão foram calculados através de simulação numérica pelo software HFSS. A figura 53, mostra os resultados, experimental e simulados no Software HFSS, onde os resultados mostram concordância para validação do resultado experimental, com aproximação dos resultados experimentais com os simulados, Os valores de perda de retorno estão variando entre -27,7dB a -40 dB, isso é um bom indicativo que estão funcionando como uma antena ressoadora, por estarem com a largura de banda abaixo de -10dB (PETOSA, 2007; BALANIS, 2009).

Figura 53 – Perda de Retorno (dB) em função da frequência para as amostras experimentais.



Fonte: Própria autor.

Foi calculado os parâmetros de antenas, afim de comparar e validar os resultados experimentais das amostras feitas e testadas em laboratório.

Este dados simulados comparados com os experimentais mostrou um bom resultado, visto que os erros, são aceitáveis na literatura. Os parâmetros de antenas foram computados através da ferramenta computacional, High Frequency Structure Simulator (HFSS).

Os parâmetros analisados foram:

$f_{HE11\delta}$ = modulo da frequência ;

(Ω) = resistência;

BW = largura de banda;

eficiência (%), ganho (dBi) e directividade (dBi).

A Tabela 7, mostram os resultados obtidos para parâmetros de antena: $f_{HE11\delta}$, S_{11} (db), Pico de Resistência (Ω), Resistência (Ω) e BW (%) da matriz cerâmica, Al_2O_3 com incremento de 2,5% e 5,0 % de TiO_2 . Os parâmetros simulados comparados com os experimentais, foram bastantes satisfatórios com baixo percentual de erro.

Tabela 7 – Parâmetros de antena computado pelo HFSS, das amostras de 2,5% e 5,0% de TiO_2 .

Amostra			
		2,5% TiO_2	5,0% TiO_2
		ExpSim	ErroExpSim
$f_{HE11\delta}$		5,535,520,185,45,390,18	
S_{11} (dB)	-27,7-27,80,3-34-34,20,5		
Pico de Resistência (Ω)	197,63186,785,8175,79186,052,2		
Resistência (Ω)		35,736,040,9457,469,717,6	
BW (%)	87,65,28,37,86		

Fonte: Própria autor.

A Tabela 8, mostram os resultados obtidos para parâmetros de antena: $f_{HE11\delta}$, S_{11} (db), Pico de Resistência (Ω), Resistência (Ω) e BW (%) da matriz cerâmica, Al_2O_3 com incremento de 7,5% e 10% de TiO_2 . Para a tabela 8 os parâmetros simulados comparados com os experimentais, também foram bastantes satisfatórios com baixo percentual de erro.

Tabela 8 – Parâmetros de antena computado pelo HFSS, das amostras de 7,5% e 10% de TiO₂.

Amostra		
	7,5% TiO ₂	10% TiO ₂
ExpSimErroExpSimErro		
fHE11 δ	5,445,361,475,065,060	
S11 (dB)	-38,8-39,72,2-41,3-40,71,4	
Pico de Resistência (Ω)	179,79196,2143,5324,21392,9717,4	
Resistência (Ω)	7450,147,78373,512,9	
BW (%)	7,97,63,96,86,62,9	

Fonte: Própria autor.

Outros valores de parâmetros de antena esta, na tabela 9: eficiência (%), ganho (dBi), directividade.

É observado que a eficiência da antena é de quase 100% por cento de aproveitamento, isto é outro indicativo que o matéria é um bom candidato na aplicação de telecomunicações, funcionando como uma ARD.

Tabela 9 – Parâmetros de antena computado pelo HFSS, para todas amostras.

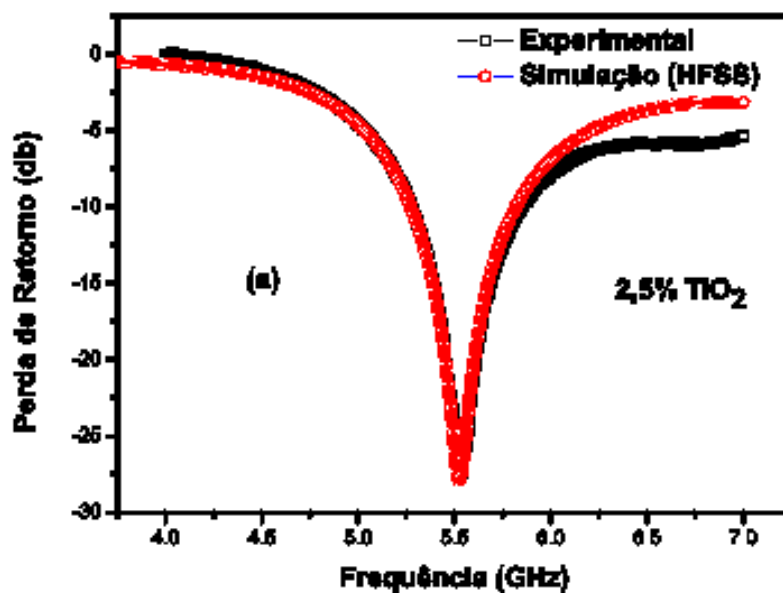
	Amostra			
	2,5%	5,0%	7,5%	10%
	Sim	Sim	Sim	Sim
Eficiência (%)	99,07	98,97	98,87	98,91
Ganho (dBi)	3,23	3,26	3,76	3,35
Directividade (dBi)	3,26	3,29	3,8	3,39

Fonte: Próprio autor.

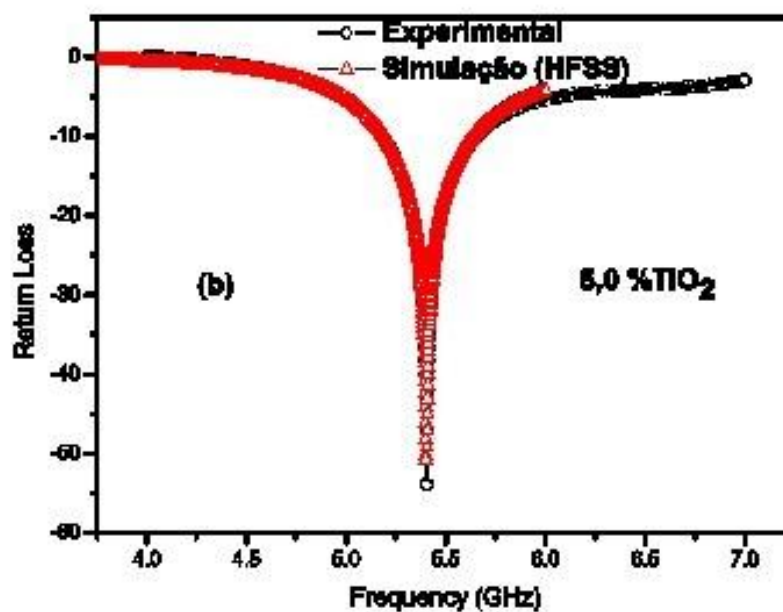
Analisando os dados da Tabela 7, 8 e 9 é observado que os resultados apresentados são consistentes em comparação com os resultados experimentais.

Os resultados para a perda de retorno foi obtido erros menores que 2,5%. As figuras 54 a 57 mostram os resultados para de perda de retorno (S_{11}) computados na simulação comparados com o dados experimentais. As amostras estão operando na faixa de frequência entre 4 GHz a 8 GHz, segundo os padrões de uso de frequência do IEEE, para telecomunicações (MEDEIROS, 2005).

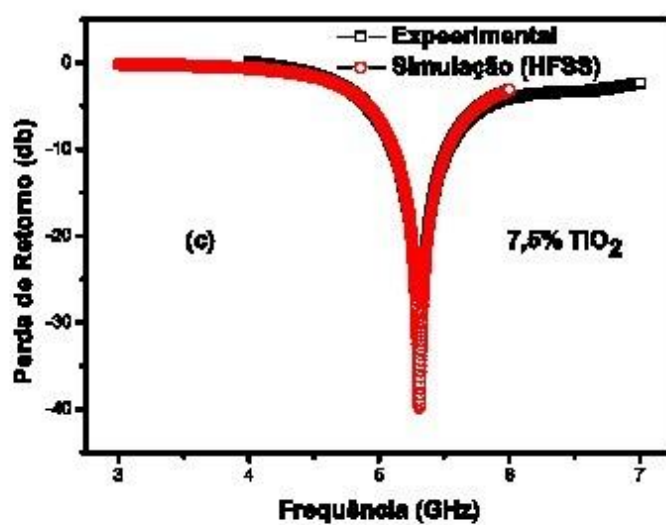
Estes resultados mostram que todas amostras, estão operando abaixo de -10dB, isso implica dizer que, estão operando como antenas ressoadoras na faixa de micro-ondas. Estes resultados validaram os resultados experimentais.

Figura 54 – Perda de Retorno simulado e experimental da amostra Al_2O_3 – 2,5% TiO_2 .

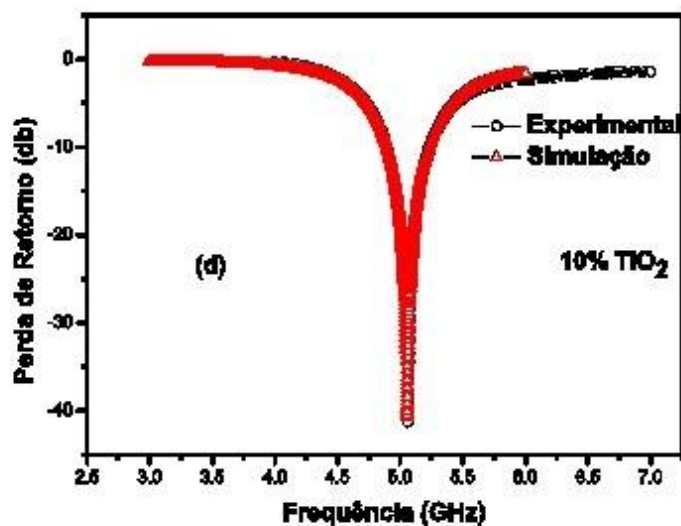
Fonte: Própria autor.

Figura 55 – Perda de Retorno simulado e experimental da amostra Al_2O_3 – 5,0% TiO_2 .

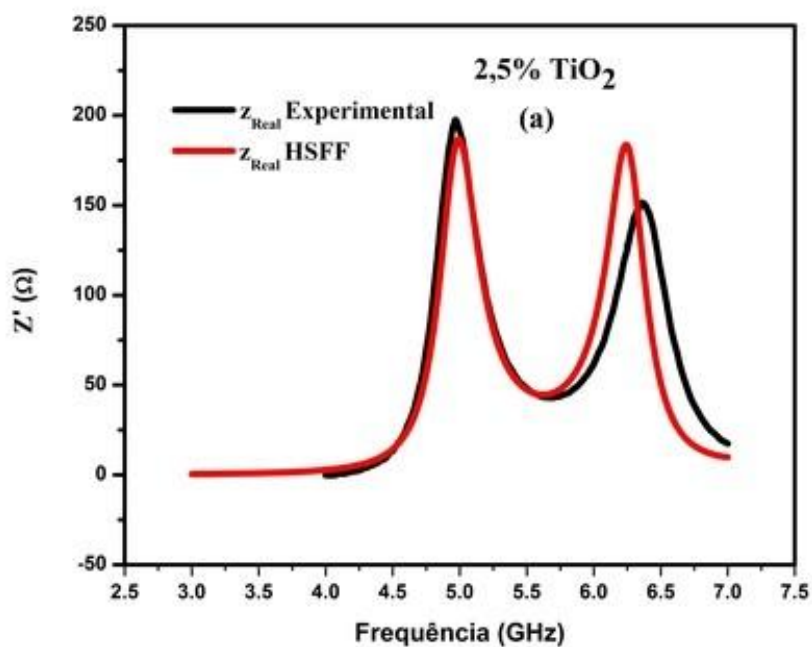
Fonte: Própria autor.

Figura 56 – Perda de Retorno simulado e experimental da amostra Al_2O_3 – 7,5% TiO_2 .

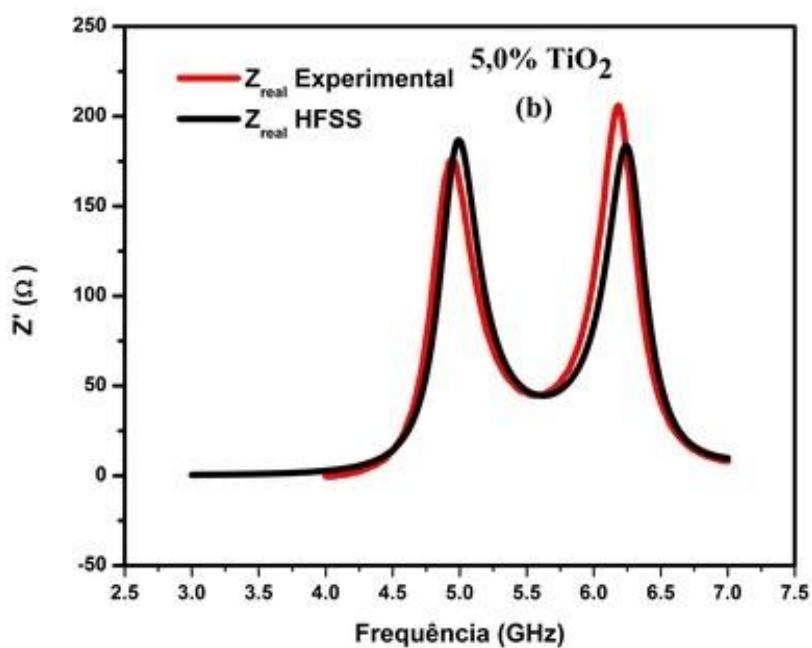
Fonte: Própria autor.

Figura 57 – Perda de Retorno simulado e experimental da amostra Al_2O_3 – 10% TiO_2 .

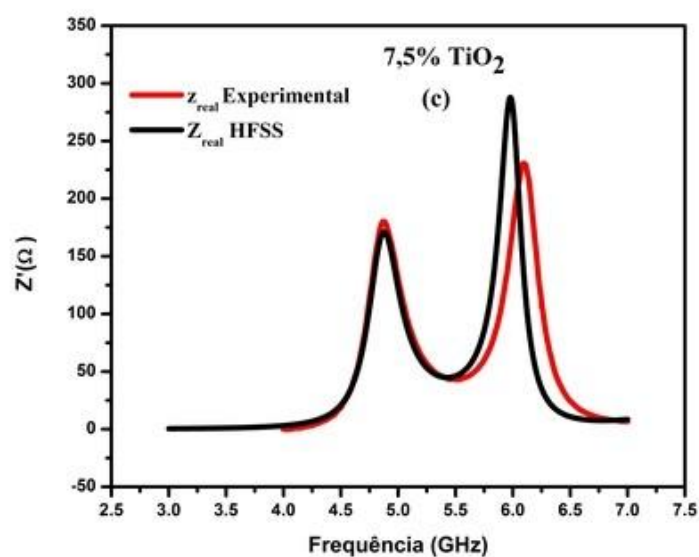
Fonte: Própria autor.

Figura 58 – Parte real da impedância, simulada e experimental da amostra de Al_2O_3 – 2,5% TiO_2 .

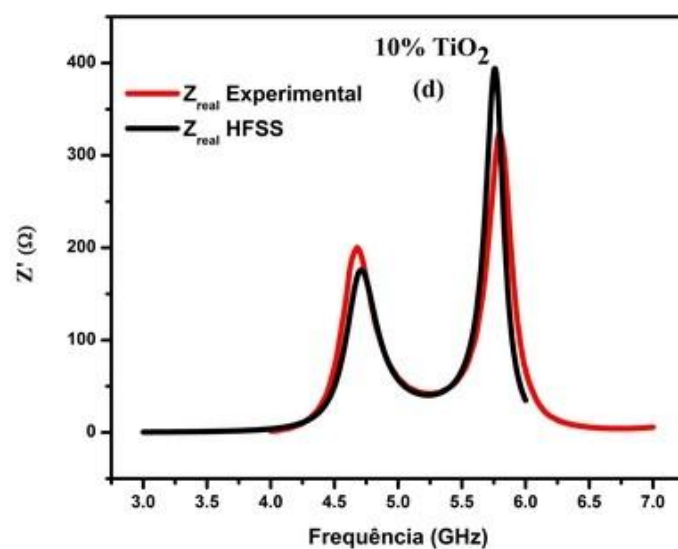
Fonte: Própria autor.

Figura 59 – Parte real da impedância, simulada e experimental da amostra de Al_2O_3 – 5,0% TiO_2 .

Fonte: Própria autor.

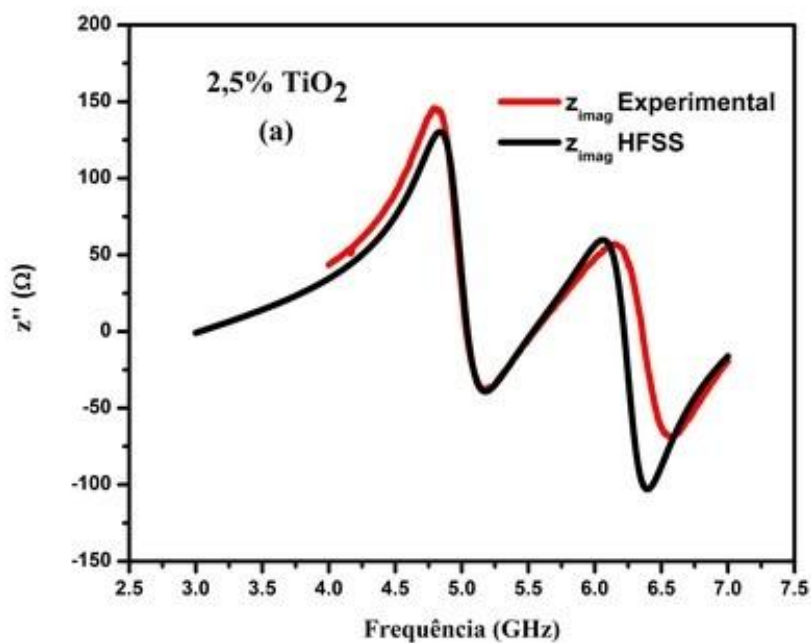
Figura 60 – Parte real da impedância, simulada e experimental da amostra de Al_2O_3 – 7,5% TiO_2 .

Fonte: Própria autor.

Figura 61 – Parte real da impedância, simulada e experimental da amostra de Al_2O_3 – 10% TiO_2 .

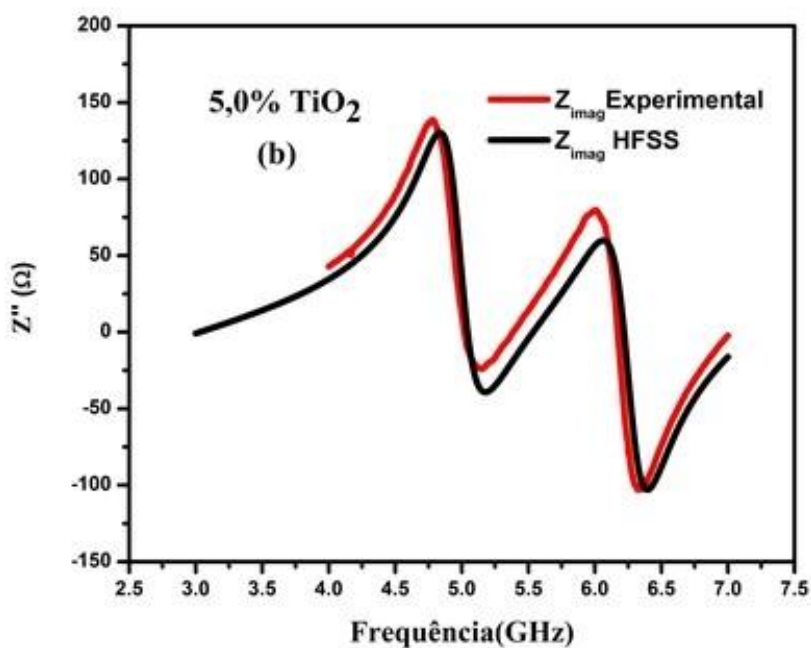
Fonte: Própria autor.

Figura 62 – Parte imaginária da impedância, simulada e experimental da amostra Al_2O_3 – 2,5% TiO_2 .



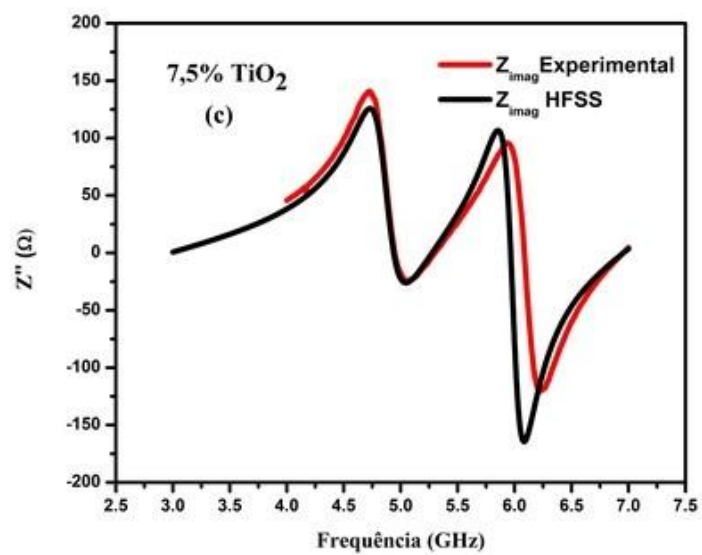
Fonte: Próprio autor.

Figura 63 – Parte imaginária da impedância, simulada e experimental da amostra Al_2O_3 – 5,0% TiO_2 .



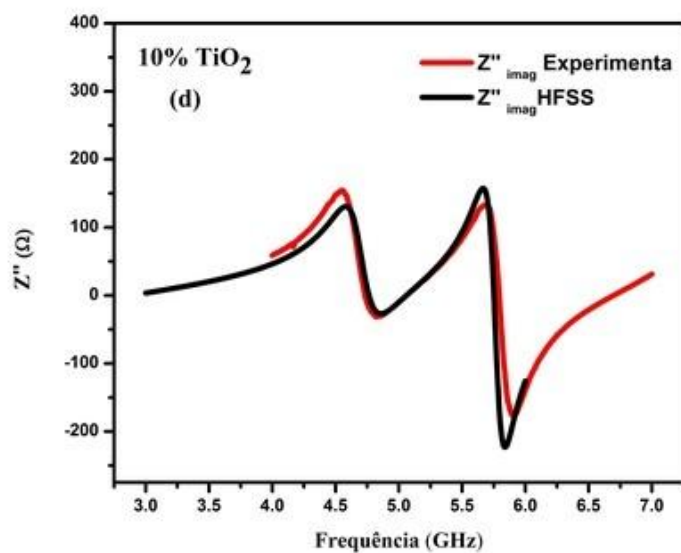
Fonte: Próprio autor.

Figura 64 – Parte imaginária da impedância, simulada e experimental da amostra Al_2O_3 – 7,5% TiO_2 .



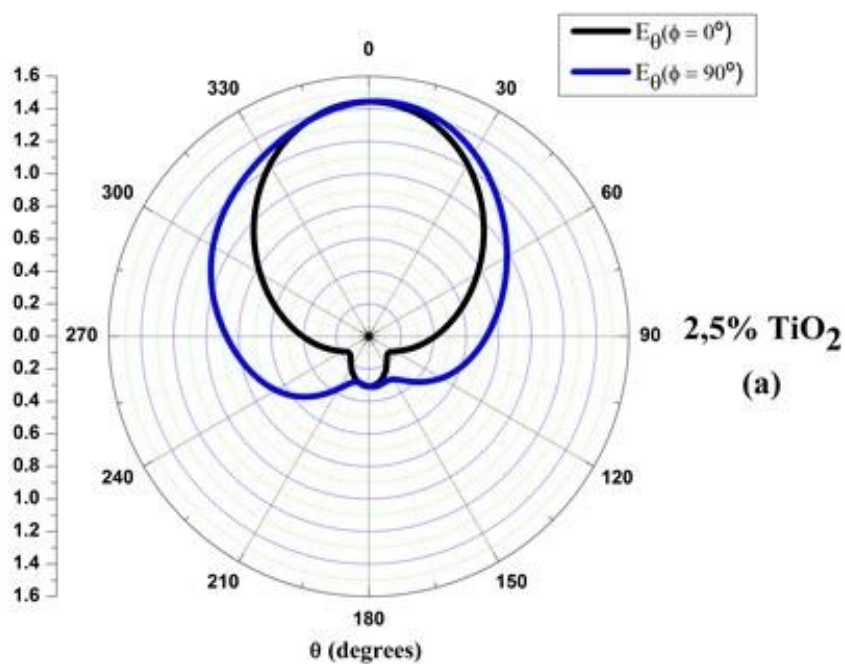
Fonte: Próprio autor.

Figura 65 – Parte imaginária da impedância, simulada e experimental da amostra Al_2O_3 – 10% TiO_2 .

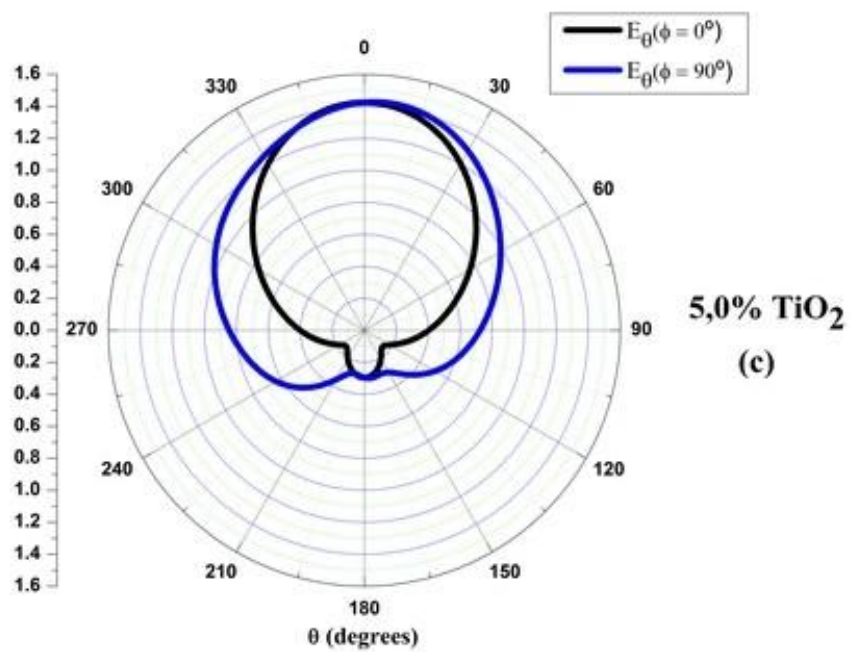


Fonte: Próprio autor.

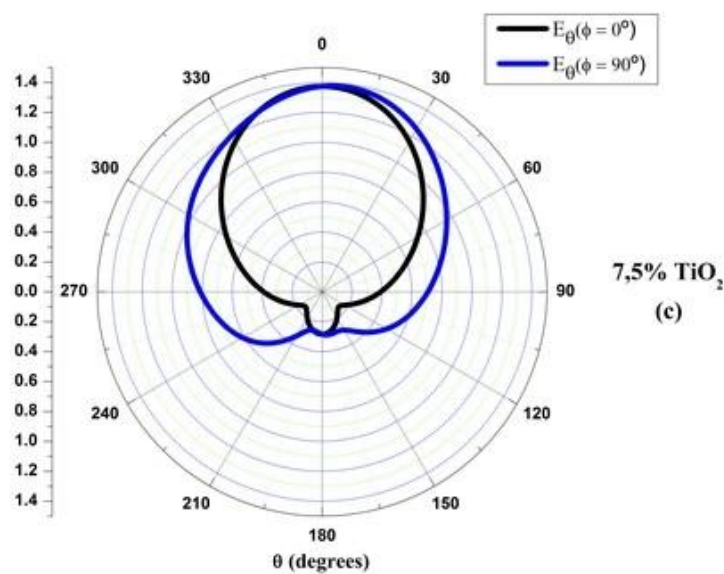
Figura 66 – Diagrama de radiação simulado das amostra de Al_2O_3 – 2,5% TiO_2 .



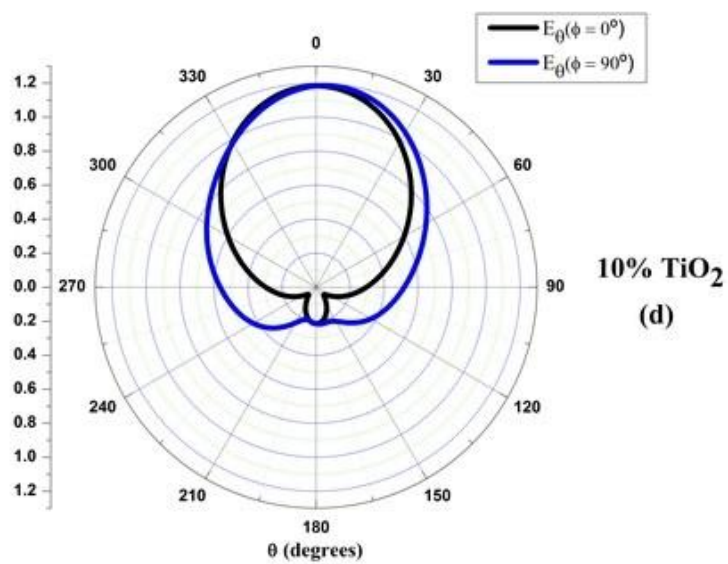
Fonte: Próprio autor.

Figura 67 – Diagrama de radiação simulado das amostra de Al_2O_3 – 5,0% TiO_2 .

Fonte: Próprio autor.

Figura 68 – Diagrama de radiação simulado das amostra de Al_2O_3 – 7,5% TiO_2 .

Fonte: Próprio autor.

Figura 69 – Diagrama de radiação simulado das amostra de Al_2O_3 – 10% TiO_2 .

Fonte: Próprio autor.

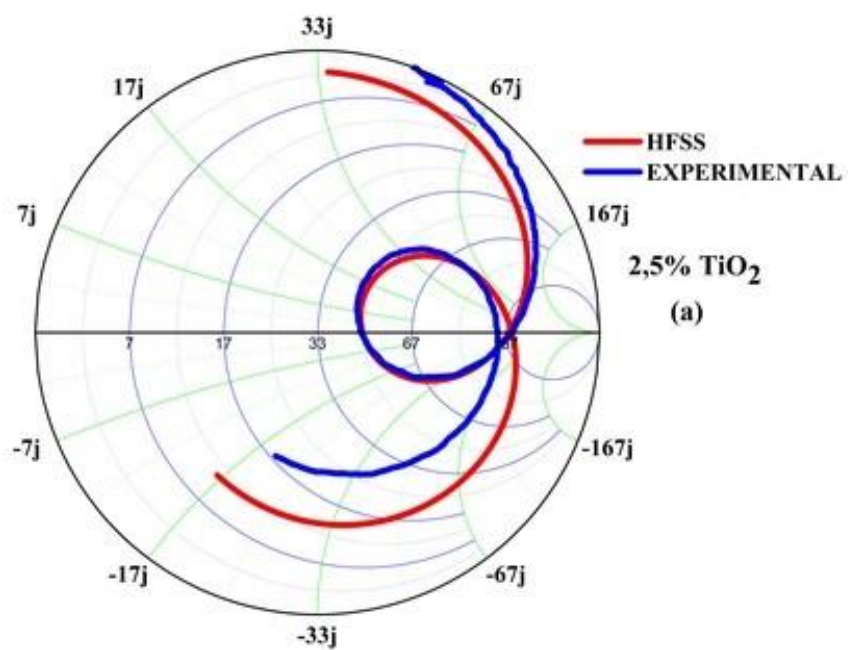
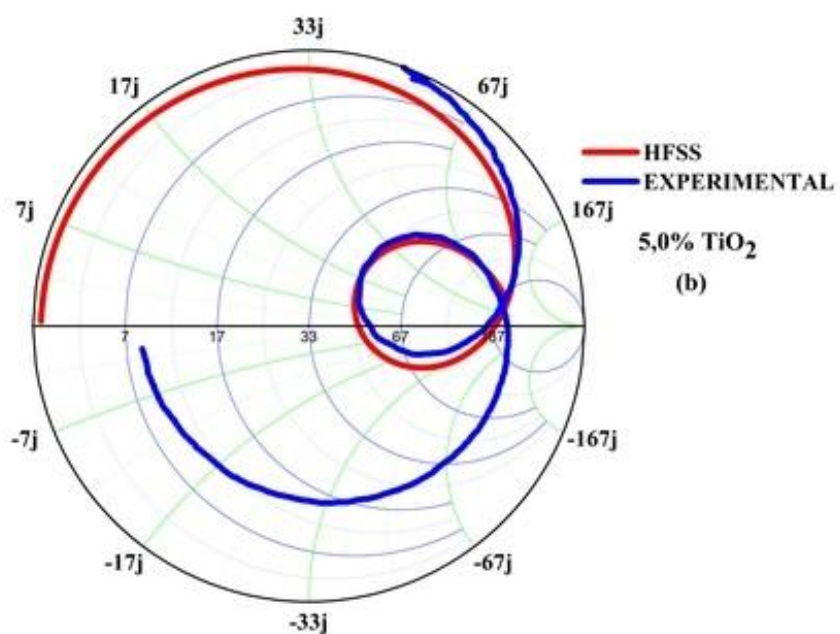
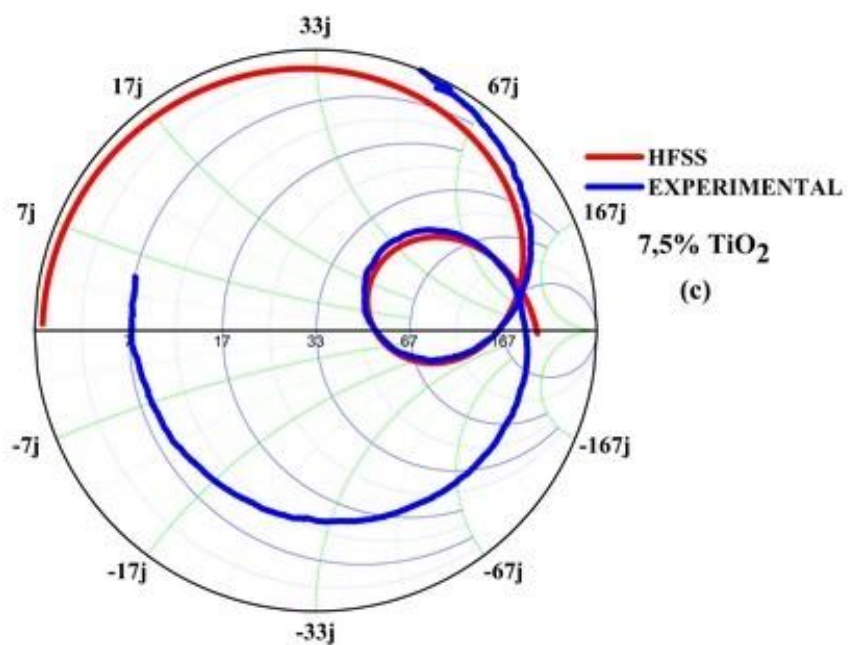
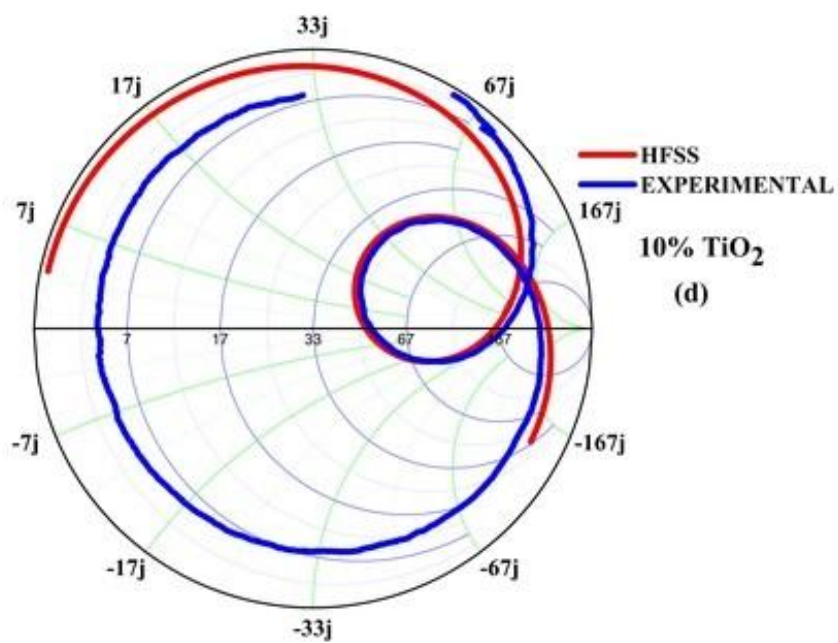
Figura 70 – Carta de Smith da amostra $\text{Al}_2\text{O}_3 - 2,5\% \text{TiO}_2$.Figura 71 – Carta de Smith da amostra $\text{Al}_2\text{O}_3 - 5\% \text{TiO}_2$.

Figura 72 – Carta de Smith da amostra $\text{Al}_2\text{O}_3 - 7,5\% \text{TiO}_2$.Figura 73 – Carta de Smith da amostra $\text{Al}_2\text{O}_3 - 10\% \text{TiO}_2$.

5 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

Neste trabalho foi realizado o estudo da influência da adição do óxido de titânio (TiO_2) na matriz cerâmica de alumina (Al_2O_3) para aplicação como antena ressoadora dielétrica. A adição de TiO_2 promoveu à matriz de alumina, uma redução na temperatura de sinterização saindo de $\sim 2050^\circ\text{C}$ para 1350°C , o que proporciona uma redução de custos e tempo para se preparar o compósito.

A adição de óxido de titânio na cerâmica de alumina demonstrou um aumento da densidade do compósito (Al_2O_3 - TiO_2), isto é confirmado pelo estudo morfológico através de micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e também da Picnometria, que mostrou, uma diminuição dos poros com o incremento de TiO_2 na matriz cerâmica Al_2O_3 . Este aumento na densidade das amostras, contribui para um aumento da permissividade dielétrica (ϵ), assumindo valores entre 9,5 e 13.

A caracterização estrutural do material, foi analisada por Difração de Raios-X (DRX) e com identificação das fases e refinamento de Rietveld dos padrões difratométricos para as amostras. Através do banco de dados 'Inorganic Crystal Structure Database' (ICSD), foi possível detectar as fases presente no material, onde obtivemos a presença somente do Al_2O_3 (ICDS - 85137) do grupo espacial R-3 c H e do TiO_2 (ICDS - 39172) do o grupo espacial de P 42/mnm, assim confirmou apenas as fases primarias de Al_2O_3 e TiO_2 , conclui-se portanto que não houve, fases espúrias no compósito. Os parâmetros de Rietveld, mostram valores que são aceitáveis de acordo com a literatura. Além disso os resultados de difração de Raios-X apresentaram coerência com os resultados de picnometria, assim confirmando as densidades teóricas e experimentais das amostras.

Nas medidas elétricas realizadas na região de rádio frequência e em temperatura ambiente, obtivemos respostas satisfatórias ao estímulo elétrico entre 1Khz até 10MHz, apesar das propriedades dielétricas das amostras mostrarem-se dependentes da frequência e da adição. De modo geral, a permissividade aumenta com o aumento da adição e diminuem como aumento da frequência e as perdas dielétricas crescem com o incremento de óxido de titânio e baixam para maiores frequências. As amostras apresentaram os maiores valores de constante dielétrica (ϵ') em RF, chegando a 13.

Encontramos valor de $\tau f = 0$ entre as concentrações de 7,5% e 10% de TiO_2 , assim concluindo que existe uma concentração em que o coeficiente de temperatura da frequência tem estabilidade com variação de temperatura entre 30°C e 100°C e também com frequência.

Na faixa de Microondas (MO) estudada, as adições indicaram que com o incre-

mento do TiO_2 , houve um aumento nos valores da permissividade dielétrica 9,19 e 12,68 e sua tangente de perda se mantiveram na ordem de 10^{-4} . A frequência de ressonância varia de 8,58 GHz e 9,53GHz, para todas as amostras. Podemos concluir que, na faixa de RF foram obtidos maiores valores de constante dielétrica e certa estabilidade na tangente de perdas, quando comparados com os valores obtidos na faixa de microondas.

Nas simulações feitas utilizando o software HFSS o qual mostrou-se bastante eficiente na simulação das ARD, ajustando com pequenos erros as características de perda de retorno e impedância de entrada. As amostras, obtivemos uma perda de retorno abaixo de -10dB que é importante parâmetro para o desenvolvimento de antenas. Concluímos então que a adição de TiO_2 , na matriz Al_2O_3 , é potencialmente aplicável em dispositivos de RF e MO. As amostras tiveram bons valores de permissividade, relativamente boas perdas dielétricas, além de ser potencialmente miniaturizável. As características na faixa de MO e RF revelam o potencial destas amostras para o uso como ARD, útil para a aplicação em dispositivos de antenas, em sistemas de comunicações via satélite, operando na banda C.

5.1 Perspectivas

- Buscar por um τ próximo a zero;
- Testar outras geometrias de DRA, como retangular, ou meio-cilindro;
- Avaliar as características de radiação;
- Comparar o desempenho das antenas produzidas com este material e com outros materiais;
- Comparar o desempenho das ARDs com antenas de microlinha, utilizando a mesma matriz cerâmica como substrato;
- Fazer e analisar modelagens de circuitos envolvidos na espectroscopia de impedância.
- Produzir compósitos para aproveitar as boas características dielétricas de outros materiais.

5.2 Publicações Gerais e Decorrentes do Trabalho

Campos, R. V. B.; Oliveira, L. N. L.; BEZERRA, C. L. ; SILVA, M. A. S; Gouveia, D. X; SOMBRA, A. B. STUDY OF Effect of TiO₂ addition IN CERAMIC MATRIX ALUMINA IN THE DIELECTRIC PROPERTIES BY IMPEDANCE SPECTROSCOPY. XIV Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais (SBPMat), de 27 de setembro e 01 de outubro de 2015. Rio de Janeiro (RJ).

Campos, R.V.B.; Bezerra, C.L.; Oliveira, L.N.L.; Gouveia, D.X.; Silva, M.A.S. Sombra., A.S.B. A Study of the Dielectric Properties of Al₂O₃–TiO₂ Composite in the Microwave and RF Regions. Journal of ELECTRONIC MATERIALS DOI: 10.1007/s11664-015-3958-3 2015 The Minerals, Metals & Materials Society.

Oliveira, L.N.L; R.V.B. Campos; D.X. Gouveia; M.A.S. Silva; A. S. B. Sombra. ESTUDO DOS EFEITOS DA ADIÇÃO DE Nb₂O₅ NAS PROPRIEDADES DE ANTENAS DO Al₂O₃ NA APLICAÇÃO COMO DRA. XXXIII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TELECOMUNICAÇÕES – SBRT2015, 1-4 DE SETEMBRO DE 2015, JUIZ DE FORA, MG.

(C.L.Bezerra, R.V.B.Campos, F.K.M.Carvalho, M.A.S.Silva,A.S.B.Sombra, D.X.Gouveia. Estudo das Propriedades Dielétricas em Frequência de RF e micro-ondas do composto Bi₅Ti₃FeO₁₅. Encontro Norte-Nordeste de Física da Sociedade Brasileira de Física (S.B.F.) , João Pessoa 2014.

Campos, R.V.B, Bezerra, L.B, Silva, M.A.S, Sombra, A.S.B, Gouveia, D.X. ESTUDO DAS PROPRIEDADES DIELÉTRICAS EM FREQUÊNCIAS DE RF E MICROONDAS DO COMPOSTO Al₂O₃ - TiO₂. Física Estatística e Nanomateriais no XXXII Encontro de Físicos do Norte e Nordeste, realizado de 19 a 21 de Novembro de 2014 em João Pessoa, PB, Brasil.

Referências

BALANIS, C. A. *Advanced engineering electromagnetics*. 1989. [S.l.]: Wiley, New York. Citado 3 vezes nas páginas 23, 27 e 28.

BALANIS, C. A. Teoria de Antenas: Análise e Síntese. *Trad. de José Rodolfo*, v. 3, p. 21 – 22, 2009. Citado 7 vezes nas páginas 36, 37, 38, 40, 41, 42 e 77.

BARSOUM, M.; BARSOUM, M. *Fundamentals of ceramics*. [S.l.]: CRC press, 2002. Citado na página 24.

BLEICHER et al. Introdução à difração de raios-X em cristais. *Universidade Federal do Ceará*, p. 1 – 20, 2000. Citado na página 44.

BLEICHER, L.; SASAKI, J. M.; SANTOS, C. O. P. Development of a graphical interface for the Rietveld refinement program DBWS. *Journal of Applied Crystallography*, International Union of Crystallography, v. 33, n. 4, p. 1189 – 1189, 2000. Citado na página 44.

CHEN, J. min et al. Effects of CaSiO_3 addition on sintering behavior and microwave dielectric properties of Al_2O_3 ceramics. *Ceramics International*, Elsevier, v. 37, n. 3, p. 989 – 993, 2011. Citado na página 49.

COSTA, M.; JÚNIOR, G. P.; SOMBRA, A. Dielectric and impedance properties studies of the of lead doped (PbO)- Co_2Y type hexaferrite ($\text{Ba}_2\text{Co}_2\text{Fe}_{12}\text{O}_{22}(\text{Co}_2\text{Y})$). *Materials Chemistry and Physics*, Elsevier, v. 123, n. 1, p. 35 – 39, 2010. Citado na página 47.

DORRE, E.; HUBNER, H. *Alumina: processing, properties, and applications*. [S.l.]: Not Avail, 1984. Citado na página 20.

GRIFFITHS, D. J. *Eletrodinâmica*. [S.l.: s.n.]. Citado 2 vezes nas páginas 23 e 28.

HAKKI, B.; COLEMAN, P. A dielectric resonator method of measuring inductive capacities in the millimeter range. *Microwave Theory and Techniques, IRE Transactions on*, IEEE, v. 8, n. 4, p. 402 – 410, 1960. Citado 2 vezes nas páginas 46 e 76.

HALLIDAY, D.; RESNICK, R.; WALKER, J. *Fundamentals of physics extended*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2010. Citado na página 27.

HUANG, C.-L.; WANG, J.-J.; HUANG, C.-Y. Microwave Dielectric Properties of Sintered Alumina Using Nano-Scaled Powders of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ and TiO_2 . *Journal of the American Ceramic Society, Wiley Online Library*, v. 90, n. 5, p. 1493, 2007. Citado 2 vezes nas páginas 20 e 49.

JOHN, L.; VOLAKIS, L. Antenna engineering handbook. *New York: McGraw-Hill*, 2007. Citado na página 20.

KAJFEZ, D.; GUILLON, P. Dielectric resonators. *Norwood, MA, Artech House, Inc., 1986, 547 p. No individual items are abstracted in this volume.*, v. 1, 1986. Citado na página 47.

KAO, K. C. *Dielectric phenomena in solids*. [S.l.]: Academic press, 2004. Citado 3 vezes nas páginas 29, 33 e 64.

KOBAYASHI, Y.; KATOH, M. Microwave measurement of dielectric properties of low-loss materials by the dielectric rod resonator method. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, IEEE, v. 33, n. 7, p. 586 – 592, 1985. Citado na página 49.

LONG, S. A.; MCALLISTER, M. W.; SHEN, L. C. The resonant cylindrical dielectric cavity antenna. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, v. 31, p. 406–412, 1983. Citado 2 vezes nas páginas 39 e 47.

MACDONALD, J. R.; BARSOUKOV, E. Impedance spectroscopy: theory, experiment, and applications. *History*, v. 1, 2005. Citado 2 vezes nas páginas 29 e 67.

MEDEIROS, J. C. de O. *Princípios de Telecomunicações: teoria e prática*. [S.l.]: Érica, 2005. Citado na página 81.

MOLITON, A. *Basic electromagnetism and materials*. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2007. Citado na página 46.

MONGIA, R. K.; BHARTIA, P. Dielectric resonator antennas—A review and general design relations for resonant frequency and bandwidth. *International Journal of Microwave and Millimeter-Wave Computer-Aided Engineering*, Wiley Online Library, v. 4, n. 3, p. 230 – 247, 1994. Citado na página 20.

MOULSON, A. J.; HERBERT, J. M. *Electroceramics: materials, properties, applications*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2003. Citado 2 vezes nas páginas 29 e 46.

PASCOAL, C.; MACHADO, R.; PANDOLFELLI, V. Determinação de fase vítrea em bauxitas refratárias (Amorphous phase determination in refractory bauxites). *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 48, n. 306, p. 61 – 69, 2002. Citado na página 49.

PETOSA, A. *Dielectric resonator antenna handbook*. [S.l.]: Artech House Publishers, 2007. Citado 6 vezes nas páginas 19, 20, 24, 39, 76 e 77.

PETOSA, A.; ITTIPIBOON, A. Dielectric resonator antennas: A historical review and the current state of the art. *Antennas and Propagation Magazine, IEEE*, IEEE, v. 52, n. 5, p. 91 – 116, 2010. Citado 5 vezes nas páginas 35, 39, 47, 62 e 76.

POZAR, D. Microwave resonators. *Microwave Engineering, 2nd ed.* New York: Wiley, p. 323 – 327, 1998. Citado na página 47.

RIETVELD, H. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of applied Crystallography*, International Union of Crystallography, v. 2, n. 2, p. 65 – 71, 1969. Citado na página 49.

ROW, J.-S.; YEH, S.-H.; WONG, K.-L. Compact dual-polarized microstrip antennas. *Microwave and Optical Technology Letters*, v. 27, n. 4, p. 284 – 287, 2000. Citado na página 38.

SEBASTIAN, M. T. *Dielectric materials for wireless communication*. [S.l.]: Elsevier, 2010. Citado 3 vezes nas páginas 19, 20 e 24.

Anexos

A Study of the Dielectric Properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--TiO}_2$ Composite in the Microwave and RF Regions

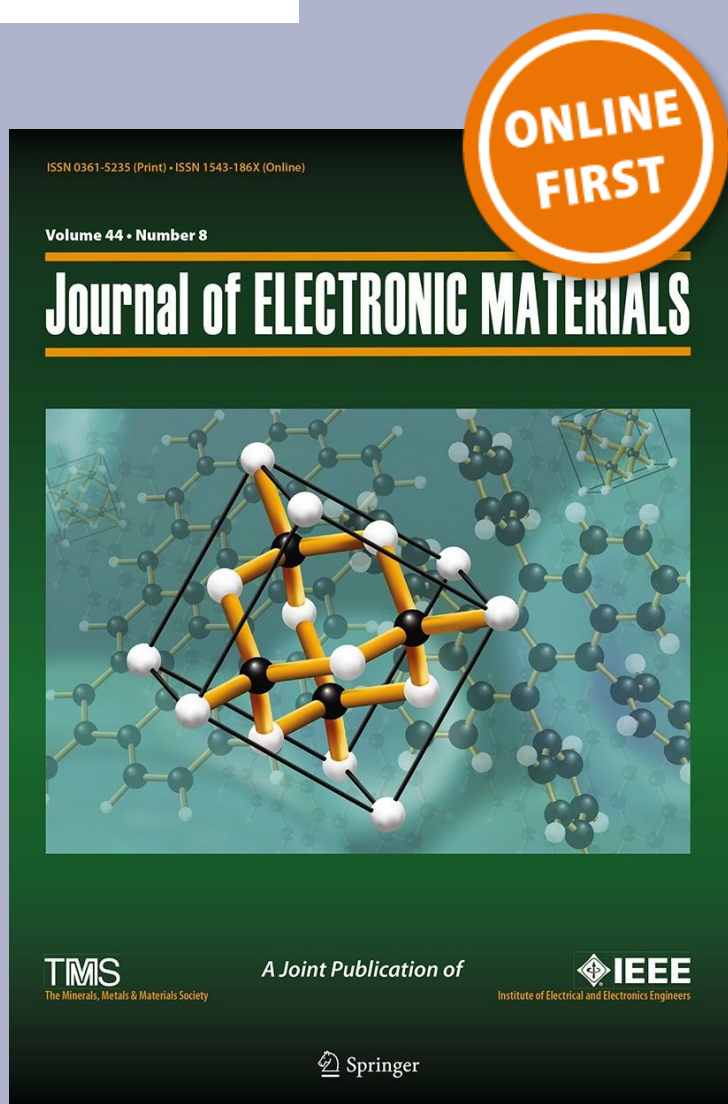
**R.V.B. Campos, C.L. Bezerra,
L.N.L. Oliveira, D.X. Gouveia,
M.A.S. Silva & A.S.B. Sombra**

Journal of Electronic Materials

ISSN 0361-5235

Journal of Elec Materi

DOI 10.1007/s11664-015-3958-3



Your article is protected by copyright and all rights are held exclusively by The Minerals, Metals & Materials Society. This e-offprint is for personal use only and shall not be self-archived in electronic repositories. If you wish to self-archive your article, please use the accepted manuscript version for posting on your own website. You may further deposit the accepted manuscript version in any repository, provided it is only made publicly available 12 months after official publication or later and provided acknowledgement is given to the original source of publication and a link is inserted to the published article on Springer's website. The link must be accompanied by the following text: "The final publication is available at link.springer.com".



A Study of the Dielectric Properties of Al_2O_3 – TiO_2 Composite in the Microwave and RF Regions

R.V.B. CAMPOS,¹ C.L. BEZERRA,¹ L.N.L. OLIVEIRA,^{1,2} D.X. GOUVEIA,¹
M.A.S. SILVA ^{2,3} and A.S.B. SOMBRA²

1.—IFCE - Instituto Federal do Ceará, Fortaleza, Brazil. 2.—Telecommunications and Materials Science and Engineering Laboratory (LOCEM) - Physics Department, Federal University of Ceará, Caixa Postal 6030, CEP 60455-760 Fortaleza, Ceará, Brazil. 3.—e-mail: marceloassilva@yahoo.com.br

We have studied the effect of addition of titania, as a sintering agent, to alumina on the dielectric characteristics of the ceramic composites obtained. The dielectric properties of the titania–alumina composites were studied by use of impedance spectroscopy and the Hakki–Coleman method in the radio-frequency and microwave regions, respectively. The temperature coefficient of the resonant frequency (s_f) was also studied. Dielectric permittivity (ϵ') was increased and the dielectric loss ($\tan \delta$) was improved by addition of titania, as a result of better sintering; addition of 10 wt.% titania resulted in $\epsilon' = 12.68$ and $\tan \delta = 8.23 \times 10^{-4}$ in the microwave region. Increasing the concentration of TiO_2 led to inversion of the s_f signal; values were positive when the concentration of TiO_2 was >7.5 wt.%. The ceramic composites were evaluated as antennas; for all samples the return loss (S_{11}) was <-10 dB and the gain was approximately 3 dBi. Addition of 7.5 wt.% titania to the Al_2O_3 improved antenna performance. In conclusion, addition of the TiO_2 to alumina improves its dielectric properties, resulting in the possibility of use of such composites as dielectric resonator antennas (DRA).

Key words: Alumina, titania, microwave, dielectric properties, DRA

INTRODUCTION

In recent decades dielectric ceramics have been important in the telecommunications industry (mobile telephones, satellite communications, global positioning systems, among others) because of their use in components operating in the microwave frequency region. Compared with the traditional materials used in telecommunications engineering, dielectric ceramics have a broad range of permittivity and low dielectric loss and high quality factor (Q) in the microwave region. These properties have enabled the miniaturization of devices and use of high-dielectric-constant materials as filters. The thermostability of these ceramics is also an attractive feature in several fields of engineering and science.^{1–4}

Ceramic resonators with temperature coefficients of the resonant frequency close to zero are the best materials for application as devices in telecommunications systems. Moreover, dielectric ceramics usually have s_f values >0 . The search for the ideal material, led to the study of composites which combined the characteristics of two or more materials, for instance, composites with near zero s_f . The properties of alumina ceramics, $\epsilon' = 9.8$, $\tan \delta = 1.0 \times 10^{-5}$ and $s_f = -60 \text{ ppm}^\circ\text{C}^{-1}$, have resulted in their widespread use in applications in the microwave region.¹ The high sintering temperature ($>1600^\circ\text{C}$) required to obtain dense alumina ceramics limits their use in applications in the microwave region. Titanium oxide, with $\epsilon' = 100$, and $s_f = 450 \text{ ppm}^\circ\text{C}^{-1}$, the engineering applications of which widely reported in the literature, is useful as a sintering agent.¹ Studies of mixtures of alumina and titania have reported formation of such secondary phases as Al_2TiO_5 .^{2,3}

In this work we studied $(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}(\text{TiO}_2)_x$ composites ($x = 2.5, 5, 7.5$, or 10%) to investigate possible use of sintering temperatures $<1600^\circ\text{C}$. Structural analysis (x-ray diffraction (XRD), pycnometry) and a dielectric study (impedance spectroscopy (IS) and the Hakki–Coleman method) were conducted to verify the formation of these secondary phases and the effect of addition of TiO_2 on the dielectric properties of alumina. s_f was measured by the Silva–Fernandes–Sombra (SFS) method⁵ and the performance of the composites as dielectric resonator antennas was also studied.

EXPERIMENTAL

Samples were prepared with oxides Al_2O_3 (Alcoa) and TiO_2 (Vetec), milled in stoichiometric quantities in a planetary mill for 1 h for homogenization and reduction of particle size. Poly(vinyl alcohol) (PVA) was added and the mixtures were pressed under a uniaxial constant pressure of 220 kPa in a metal mold to obtain ceramic cylinders and pellets. These were sintered for 4 h in an oven at 1350°C . X-ray

was performed for The structures of the final products were characterized by x-ray powder diffraction (Rigaku diffractometer with Cu radiation $K\alpha$ ($k = 0.15406 \text{ \AA}$)). To study dielectric properties in the radiofrequency and microwaves ranges, IS and the Hakki–Coleman technique were used. The temperature coefficient of the resonant frequency was measured by use of the SFS method.⁵ For the data acquisition we used an impedance analyzer (Agilent model 4294a) and a network analyzer (Agilent models N5230a and 8719ET).

RESULTS AND DISCUSSION

X-ray Diffraction

X-ray diffraction was used to study the crystalline phases present in the composite after sintering. According to the literature,^{2–4,6} sintering of a mixture of alumina and titania results in formation of a secondary phase, Al_2TiO_5 . However, the diffractograms in Fig. 1 confirm the presence of Al_2O_3 (Inorganic Crystal Structures Database (ICSD): 85137) with space group R-3 c H and TiO_2 (ICDS 39172) with space group P 42/mnm only; there is no evidence of a reaction between alumina and titania, i.e. Al_2TiO_5 was not detected.

The Rietveld refinement,⁷ performed by use of DBWS tools,⁸ an interface for DBWS 9807 software, was used for phase confirmation. The R -factor weighted profile (R_{wp}) values obtained ranged from 15.85 (composite containing 10 wt.% TiO_2) to 20.35 (7.5 wt.% TiO_2) (see Table I) were in the range of acceptable values proposed by Pascoal⁹ and were indicative of good refinement, confirming that only alumina and titania were detected in our samples and Al_2TiO_5 was not present. Inclusion of possible presence of Al_2TiO_5 in the data-refinement process resulted in no improvement in the results from

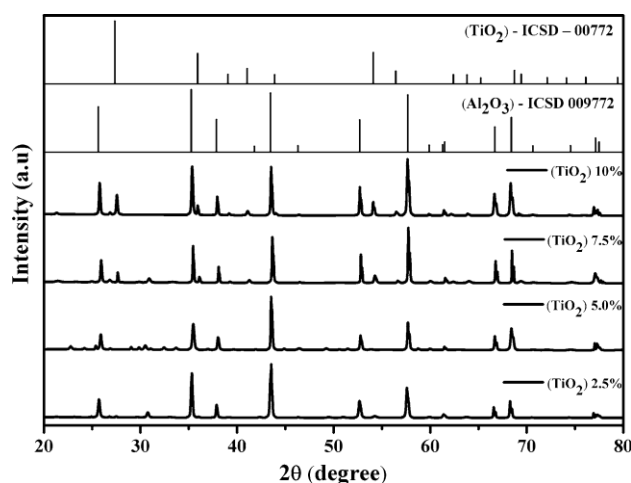


Fig. 1. Comparison of the ICSD patterns of alumina and titania with the diffractograms obtained from composites containing 2.5, 5.0, 7.5, and 10 wt.% TiO_2 .

Table I. R_{wp} values obtained from the diffractograms of all the samples

wt.% TiO_2	R_{wp}	q (g cm^{-23})
2.5	16.62	3.98 4.19
5.0	17.38	3.98 3.80
7.5	20.35	3.98 4.17
10.0	15.85	3.98 4.16

R_{wp} R-factor weighted profile, q density(g cm^{-3}).

Rietveld refinement. The absence of this phase is because the experimental procedure in this work was used solely for homogenization of powders. The Al_2TiO_5 phase has been reported in the literature after use of experimental procedures designed to produce nanometric products by use of long milling times and a liquid medium.^{2,3}

Density

The ceramics were sintered at 1350°C , lower than the temperature used for sintering of alumina ($>1600^\circ\text{C}$). The densities of the samples were measured to determine the porosity of the ceramics, the efficiency of the sintering process, the efficiency of titania as a sintering agent, and to confirm the x-ray diffraction results by comparison of experimental and theoretical density. The densities of all the samples were compared with the theoretical density calculated by use of Eq. 1, in which the monocrystal density of the crystalline phases found by use of the Rietveld refinement was used.

Table II. Measured apparent, theoretical, and relative density and porosity for all samples

wt. % TiO ₂	q_{appare}	$q_{\text{theoretic}}$	q_{relativ}	Porosit
2.5	3.56	3.98	0.89	0.10
5.0	3.60	3.97	0.90	0.09
7.5	3.62	3.99	0.90	0.09
10.0	3.66	4.00	0.91	0.08

q density (g cm⁻³).

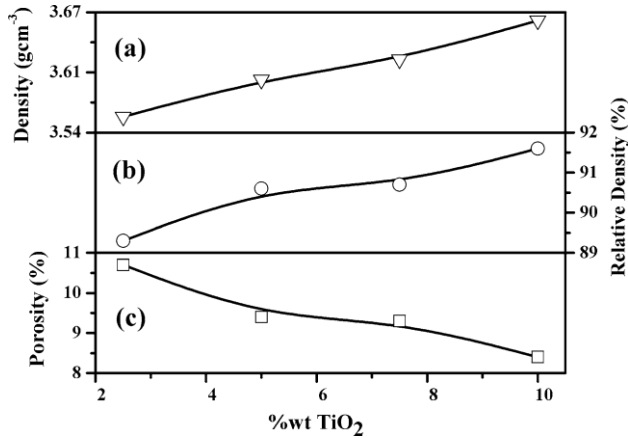


Fig. 2. Pycnometry results for (Al₂O₃)_{1-x}–(TiO₂)_x composites: (a) absolute density as a function of wt.% TiO₂; (b) relative density as a function of wt.% TiO₂; (c) porosity as a function of wt.% TiO₂.

$$q_{\text{composite}} = \frac{100}{\frac{\% \text{phase1}}{q_{\text{phase1}}} + \frac{\% \text{phase2}}{q_{\text{phase2}}} + \frac{\% \text{phase}_n}{q_{\text{phase}_n}}} \quad (1)$$

Table II and Fig. 2 show the pycnometric results obtained. These results are indicative of increasing density of the composites, with a consequent decrease of porosity, with increasing TiO₂ content, indicating that the sintering process was effective and confirming the activity of titania as a sintering aid.^{1,5,10} The pycnometric results also confirmed that Al₂TiO₅ was not present in the composite, because of the observed increase in density in the 2.5–10 wt% range. In the literature, analysis of the density of samples containing Al₂TiO₅ revealed decrease of density with increasing TiO₂ concentration.³

Dielectric Properties

The dielectric properties of composites were measured by use of IS and the Hakki–Coleman method and the dielectric performance under a temperature gradient in the microwave region was measured by use of the SFS method.

RF Range

Measurements in the RF range were performed by IS. The dielectric properties of composites were

determined by the measurement of the capacitance of ceramic pellets. The faces of the pellets were metallized to form a parallel-plate capacitor. Equation 2 was used to calculate dielectric permittivity by use of measured capacitance (C_p):

$$\epsilon_r = \frac{C_p m h}{\epsilon_0 m A} \quad (2)$$

where ϵ_r is the relative dielectric permittivity, C_p the capacitance (Farad), h the height of the pellets (m), A the circular area of the electrodes (m²), and ϵ_0 the dielectric permittivity in a vacuum (Farad m⁻¹).

Figures 3a and 4 show the dielectric permittivity behavior from 1 kHz to 1 GHz, in which range the dielectric permittivity decreases with increasing frequency, because of deactivation of electric dipoles, then becomes constant values for frequencies >1 MHz. At 10 MHz, dielectric permittivity increased with increasing TiO₂ concentration, with values ranging from 9.5–13 for samples containing 2.5–10 wt.% TiO₂. This increase is expected, because titania has a higher dielectric permittivity than alumina and the relative density is also greater (Fig. 2).

Figure 3b shows the dielectric loss of the composites in the 1 kHz–10 MHz range. Dielectric loss increases with addition of titania, because the higher dielectric loss is greater for titania than for alumina.

Microwave Region

Measurements of dielectric properties in the microwave region were studied by use of the Hakki–Coleman method.^{11,12} The frequency and bandwidth (BW) of the TE₀₁₁ mode is a function of sample diameter (D), height (L), dielectric permittivity, and dielectric loss.¹³ The dielectric permittivity and dielectric loss can be obtained from the diameters and heights of the cylinders and the resonant frequency of the TE₀₁₁ mode,¹⁴ by use of Eqs. 3 and 4.

$$\epsilon_r = \frac{1}{\left(\frac{D}{2L} \right)^2 - \left(\frac{a_1}{b_1} \right)^2} \quad (3)$$

$$\tan \delta = \frac{A}{Q_0} - B \quad (4)$$

More information about the terms a , b , A , B , and Q_0 in Eqs. 3 and 4 is available elsewhere.^{11,12}

Table III shows the values of the dielectric properties. The dielectric permittivity ranged from 9.19 to 12.68 and $\tan d$ ranged from 1.29×10^{-3} to 8.59×10^{-4} . Both dielectric permittivity and

dielectric loss were improved by increasing the concentration of TiO_2 (Fig. 5).

Both effects are associated with the presence of TiO_2 . The increase of the $\epsilon\epsilon$ value results from the dielectric properties of titania and improvement of the relative density of the composites. Dielectric loss also improves on addition of TiO_2 . This effect might be associated with relative density that improves on addition of titanium oxide. In the microwave region the dielectric loss for TiO_2 is approximately 19×10^{-4} .¹ The resonant frequency of the TE_{011} mode was between 9.0 GHz and 9.6 GHz.

Thermal stability was studied by use of SFS,⁵ in which the temperature coefficient of the resonant frequency is measured by displacement of the HE_{11d} mode frequency. According to the literature, values of s_f can be measured by use of Eq. 5, which gives the dimensions and dielectric properties as a function of temperature, or by use of Eq. 6, which gives the shift of the resonant frequency of the dielectric resonator as a function of temperature. However, the temperature coefficient of permittivity (s_e) is frequency-dependent, and is usually measured in the radiofrequency region. In the microwave region, the resonant technique is used for dielectric characterization. For a laterally fed cylindrical DRA, the frequency for the dominant mode (HE_{11d} mode) is defined by Eq. 7, which gives frequency as a function of geometry and on dielectric permittivity.

$$s_f \approx \frac{1}{f} \frac{df}{dT} \approx \frac{1}{f} \frac{1}{\epsilon} \frac{d\epsilon}{dT} \quad (5)$$

$$s_f \approx \frac{1}{f} \frac{df}{dT} \approx \frac{1}{f} \frac{1}{\epsilon} \frac{d\epsilon}{dT} \quad (6)$$

$$f_{\text{HE}_{11d}} \approx \frac{6.324c}{2pa} \sqrt{\frac{\epsilon}{\epsilon_0}} \quad (7)$$

s_f values available in the literature for alumina and TiO_2 are $-60 \text{ ppm}^\circ\text{C}^{-1}$ and $400 \text{ ppm}^\circ\text{C}^{-1}$, respectively. Figure 6a shows slight displacement of the frequency of the DRA analyzed (sample containing 5 wt.% TiO_2) and Fig. 6b shows the linear profile of the displacement of HE_{11d} mode. The observed effect of addition of titania was the change of signal for s_f (Fig. 6c and Table III). Addition of TiO_2 to the alumina promotes variation of the s_f value of the composites and modifies the signal of s_f result-

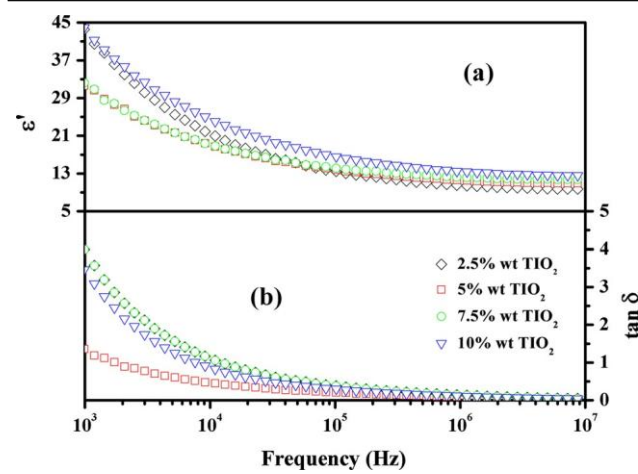


Fig. 3. Dielectric properties in the radiofrequency range 100 Hz–10 MHz: (a) $\epsilon\epsilon$ as a function of amount of TiO_2 added to Al_2O_3 ; (b) loss tangent as a function of amount of TiO_2 added to Al_2O_3 .

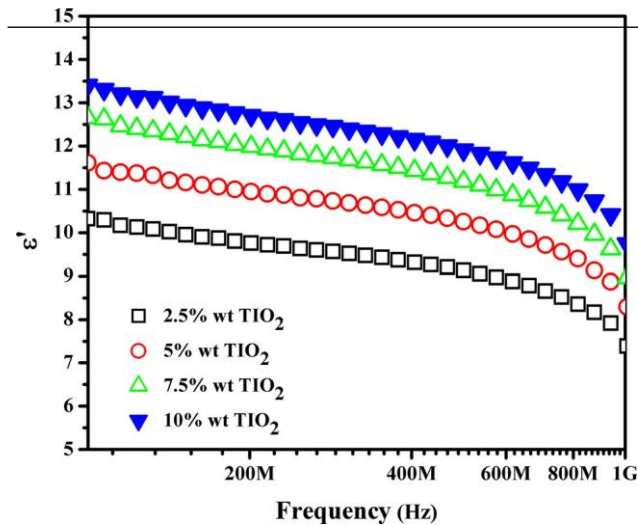


Fig. 4. Dielectric permittivity of Al_2O_3 in the radiofrequency range 10 MHz–1 GHz $\epsilon\epsilon$ as a function of both frequency and the amount of TiO_2 added.

Table III. Dielectric and geometric properties of dielectric resonators $(\text{Al}_2\text{O}_3)_{12x}(\text{TiO}_2)_x$ in the

microwave region

wt.% TiO_2	$\epsilon\epsilon$	$\tan d$	$f_{\text{TE}_{011}}$ (GHz)	s_f (ppm $^\circ\text{C}^{-1}$)	L (mm)	D (mm)
2.5	9.19	1.109×10^{-3}	9.53	-22.5	7.07	14.72
5.0	10.15	1.029×10^{-3}	9.38	-19.4	6.70	14.71
7.5	10.99	9.159×10^{-4}	9.10	16.0	6.56	14.86
10.0	12.68	8.239×10^{-4}	8.58	28.0	6.44	14.86

ing in positive values. This is a promising result considering that this property is very important for the development of temperature stable antennas.^{1,13}

Dielectric Resonator Antenna

The cylindrical resonators were excited by use of a vertical wire antenna (probe) mounted across the

conducting ground plane (copper), as shown in Fig. 7. This configuration results in the lowest frequency mode or dominant mode, known as the HE_{11d} mode. The experimental results were compared with numerical simulations performed by use of the High Frequency Structure Simulation (HFSS) to validate the experimental values (Table IV), whereas far field data for the DRA analyzed were obtained from simulated results. The effect of the position of the probe relative to that of the sample and the air gap between the sample and the ground plane account for the impedance matching and bandwidth of the antenna—widely reported in the literature. Thus, air gaps used for the simulated results were the closest to the experimental results for the far field data for the DRA analyzed.¹⁵

It is relevant to point out that the frequencies of all the DRA measured were in agreement with the empirical expression for HE_{11d} mode (Eq. 7).¹³ Narrowing of bandwidths is observed for all the DRA, because of the increase of dielectric permittivity resulting from addition of the TiO₂ (Eq. 8). For all the DRA analyzed the return loss was < −10 dB, indicative of good impedance matching.^{16,17}

$$Q_{HE_{11d}} = \frac{1}{\pi} \frac{a}{h} \frac{1}{\sqrt{\epsilon_r}} \left(\frac{1}{\delta} + \frac{1}{b} \right) \quad (8)$$

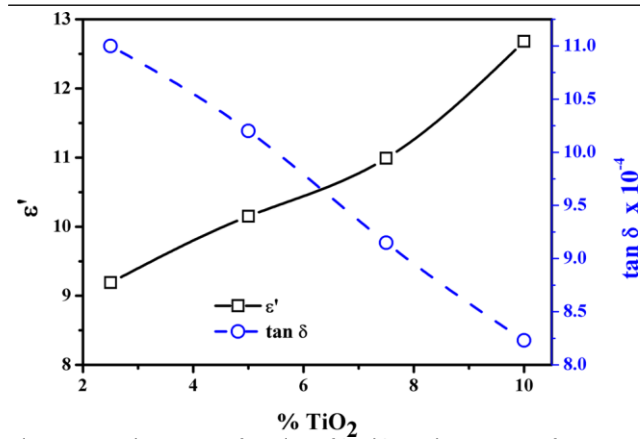


Fig. 5. ϵ' and $\tan \delta$ as a function of %TiO₂ at the resonant frequency of the TE₀₁₁ mode, obtained by use of the Haaki–Coleman method.

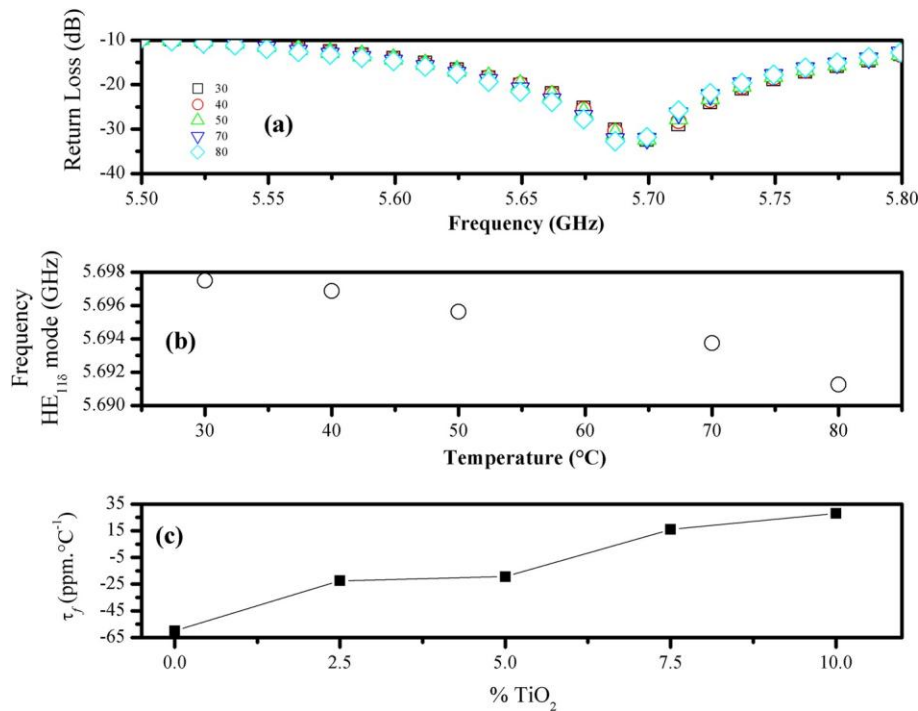


Fig. 6. (a) Return loss as a function of frequency and temperature for the sample containing 10 wt.% TiO₂. (b) Resonant frequency for the HE_{11d} mode for the sample containing 10 wt.% TiO₂. (c) τ_f values obtained for all samples.

Numerical simulations were performed for resonant frequency and return loss and the results were compared with the experimental results; good agreement was obtained (Table IV and Fig. 8). Values of S_{11} were acceptable for intended antenna application (i.e. < -10 dB), for all the amounts of titania added. Notice that the results ranged from -27.7 to -40 dB; -10 -dB bandwidth measurements ranged from 8.0 to 6.8% for all samples. Antenna efficiency was almost constant irrespective of the amount of titania added. Gain increased slightly with TiO_2 concentration up to 7.5 wt.% but decreased for 10.0 wt.% TiO_2 , in accordance with the increased permittivity in the 7.5 to 10.0 wt.% range (Fig. 5 and Table III), in which higher radiation confinement is possible because of the higher permittivity.¹⁸

Figure 9 (10 wt.% TiO_2) shows a comparison between experimental and simulated Z_t and Z_{tt} as a function of frequency; agreement between them is good. The experimental and simulated Smith charts (Fig. 10) also show agreement is good. The experimental and simulated resistance (X) of the samples in $f_{\text{HE}_{11d}}$ (Table IV) are also in good agreement. The simulated radiation pattern in the E_h plane ($h = 0$,

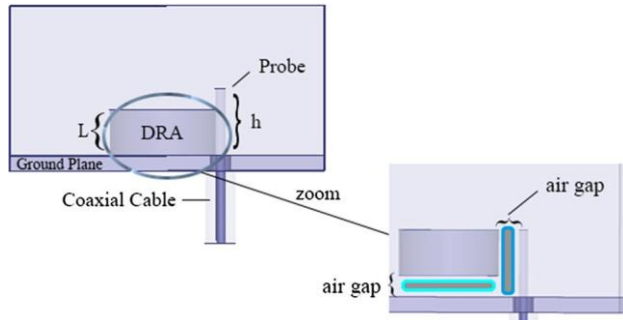


Fig. 7. Schematic diagram of a cylindrical DRA fed laterally.

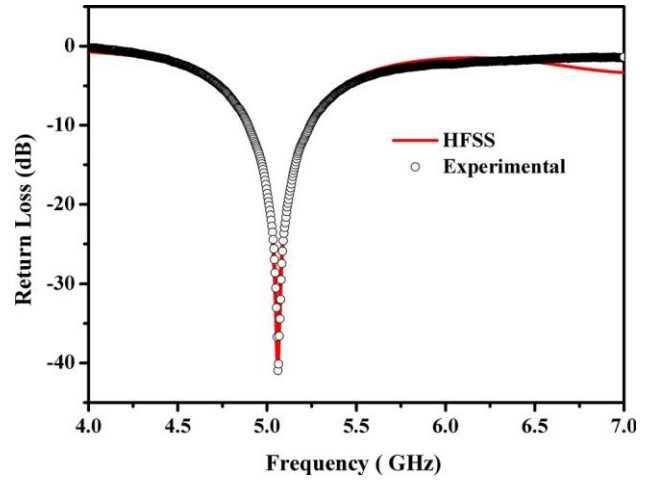


Fig. 8. Return loss obtained by HFSS computational simulation compared with the return loss obtained experimentally for the 10 wt.% TiO_2 sample.

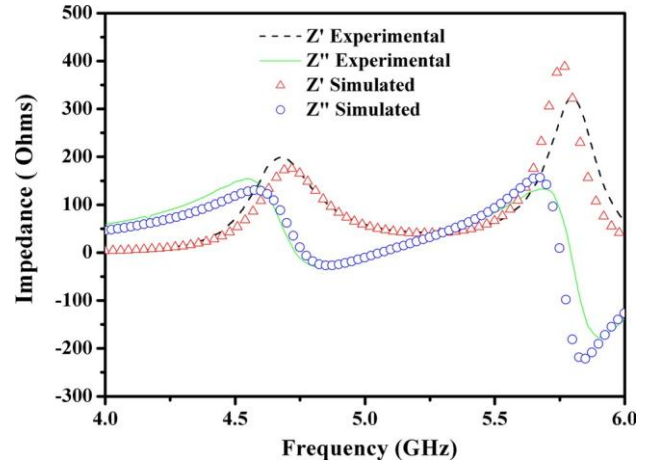


Fig. 9. Response frequency of the real and imaginary parts of the complex impedance. Results from HFSS simulation and experimental results for the sample containing 10 wt.% TiO_2 .

Table IV. Experimental and simulated antenna properties (gain, directivity, efficiency, bandwidth, return loss, input resistance, and peak resonant resistance) for all samples

	Sample											
	2.5% TiO_2			5.0% TiO_2			7.5% TiO_2			10.0% TiO_2		
	Ex	Sim	Error	Exp	Sim	Error	Exp	Sim	Error	Exp	Sim	
$f_{\text{HE}_{11d}}$	5.53	5.52	0.18	5.4	5.39	0.18	5.44	5.36	1.47	5.06	5.06	0
S_{11} (dB)	-27.7	-27.8	0.3	-34	-34.2	0.5	-38.8	-39.7	2.2	-41.3	-40.7	1.4
Peak resonant resistance (X)	197.63	186.78	5.8	175.79	186.05	2.2	179.79	196.21	43.5	324.21	392.97	17.4
Resistance (X)	35.7	36.04	0.94	57.4	69.7	17.6	74	50.1	47.7	83	73.5	12.9
BW (%)	8	7.6	5.2	8.3	7.8	6	7.9	7.6	3.9	6.8	6.6	2.9
Efficiency (%)		99.07			98.97			98.87			98.91	
Gain (dBi)		3.23			3.26			3.76			3.35	
Directivity (dBi)		3.26			3.29			3.8			3.39	

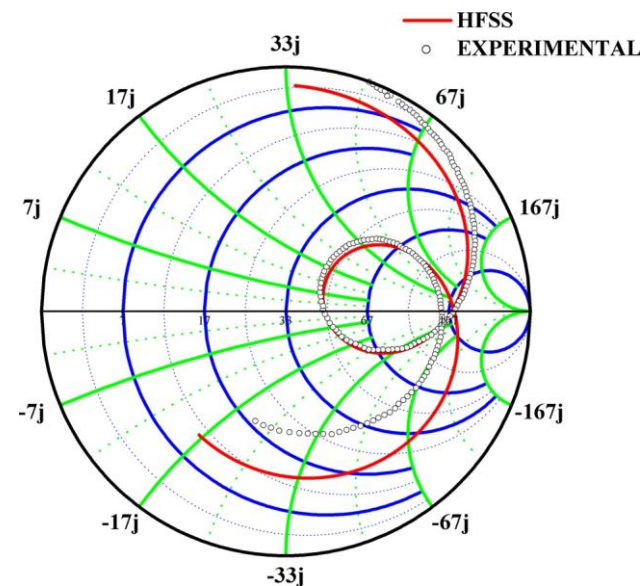


Fig. 10. Experimental and simulated Smith charts for the sample containing 10 wt.% TiO_2 .

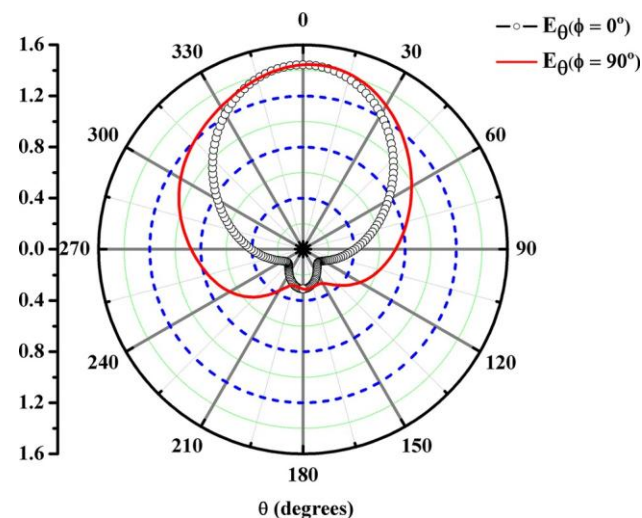


Fig. 11. Radiation pattern obtained from simulation of the DRA for the sample containing 10 wt.% TiO_2 .

$h = 90$) and the symmetry of the lobes are indicative of good coupling efficiency between the probe and the sample in the experiment¹⁹ (Fig. 11 for 10 wt.% TiO_2). Similar results were obtained for the other samples.

CONCLUSIONS

The dielectric properties of alumina– TiO_2 composites in the RF and microwave regions were better than those of pure alumina. Addition of 10 wt.% TiO_2 to alumina resulted in greater dielectric permittivity and lower dielectric loss. Addition of TiO_2 to the alumina as a sintering agent reduced the sintering temperature from 1700°C , resulting in cost and time reductions in preparation of the composites. No spurious phases were observed. Good agreement between experimental and simulated results revealed that alumina– TiO_2 composites could be used as a DRA with good gain and efficiency.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was partly sponsored by the CNPq and CAPES (Brazilian Research Agencies) and the US Air Force Office of Scientific Research (AFOSR) (FA9550-11-1-0095).

REFERENCES

1. M.T. Sebastian, *Dielectric Materials for Wireless Communication* (Amsterdam: Elsevier Science, 2010).
2. M.T. Sebastian, I.N. Jawahar, and P. Mohanan, *Mater. Sci. Eng. B* 97, 258 (2003).
3. C.L. Huang, J.J. Wang, and C.Y. Huang, *J. Am. Ceram. Soc.* 90, 1487 (2007).
4. C.L. Huang, J.J. Wang, F.S. Yen, and C.Y. Huang, *Mater. Res. Bull.* 43, 1463 (2008).
5. M.A.S. Silva, T.S.M. Fernandes, and A.S.B. Sombra, *J. Appl. Phys.* 112, 074106 (2012).
6. C.L. Huang, J.J. Wang, and C.Y. Huang, *Mater. Lett.* 59, 3746 (2005).
7. H.M. Rietveld, *J. Appl. Crystallogr.* 2, 65 (1969).
8. L. Bleicher, J.M. Sasaki, and C.O. Paiva, Santos, *J. Appl. Crystallogr.* 33, 1189 (2000).
9. C. Pascoal, R. Machado, and V.C. Pandolfelli, *Cerâmica* 48, 61 (2002).
10. S.J. Penn, N.M. Alford, A. Templeton, X. Wang, M. Xu, M. Reece, and K. Schrapel, *J. Am. Ceram. Soc.* 80, 1885 (2005).
11. B.W. Hakki, P.D. Coleman, and I.E.E.E. Trans, *Microw. Theory Tech.* 8, 402 (1960).
12. W.E. Courtney and I.E.E.E. Trans, *Microw. Theory Tech.* 18, 476 (1970).
13. A. Petosa, *Dielectric Resonator Antenna Handbook*, chaps. 1 and 2 (Norwood, MA: Artech House, 2007), pp. 1–46.
14. Y. Kobayashi, M. Katoh, and I.E.E.E. Trans, *Microw. Theory Tech.* 33, 586 (1985).
15. P.B.A. Fechine, H.H.B. Rocha, R.S.T. Moretzsohn, J.C. Denardin, R. Lavín, A.S.B. Sombra, and I.E.T. *Microwaves, Antennas Propag.* 3, 1191 (2009).
16. C.A. Balanis, *Antenna Theory: Analysis and Design*, chap. 2 (New York: Wiley, 2012), pp. 27–132.
17. D.M. Pozar, *Microwave Engineering*, chap. 2 (India: Wiley, 2012), pp. 48–94.
18. D. Kajfez and P. Guillon, *Dielectric Resonators*, chaps. 2 and 3 (Dedham, MA: Noble Publishing Corporation, 1998), pp. 9–110.
19. G.N. Rocha, L.F.L. Melo, M.A.S. da Silva, P.V.S. Silva, A.S.B. Sombra, and P.B.A. Fechine, *Microw. Opt. Technol. Lett.* 54, 18 (2012).