



**Programa de Pós-graduação em
Engenharia de Telecomunicações
PPGET - IFCE**

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

LUIZ NONATO LOPES DE OLIVEIRA

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES ELÉTRICAS DA MATRIZ CERÂMICA Al_2O_3 -
 Nb_2O_5 E SEU USO COMO ANTENA RESSOADORA DIELÉTRICA**

FORTALEZA

2015

LUIZ NONATO LOPES DE OLIVEIRA

ESTUDO DAS PROPRIEDADES ELÉTRICAS DA MATRIZ CERÂMICA $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Nb}_2\text{O}_5$ E SEU USO COMO ANTENA RESSOADORA DIELÉTRICA

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.

Orientador: Prof. Dr. Antônio Sérgio Bezerra Sombra.

Co-orientador: Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia

FORTALEZA

2015

Catálogo na fonte: Biblioteca Waldyr Diogo de Siqueira

O48e Oliveira, Luiz Nonato Lopes de.

Estudo das propriedades elétricas da matriz cerâmica $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Nb}_2\text{O}_5$ e seu uso como antena ressoadora dielétrica /. Luiz Nonato Lopes de Oliveira - Fortaleza: IFCE, 2015.

107p.

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

1. TELECOMUNICAÇÕES - DISSERTAÇÃO. 2. ANTENA
RESSOADORA DIELETRICA. 3. ÓXIDO DE NÍOBIO. 4. ALUMINA.
I.Título.

CDD 621.38

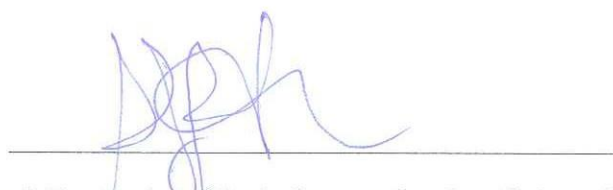
LUIZ NONATO LOPES DE OLIVEIRA

ESTUDO DAS PROPRIEDADES ELÉTRICAS DA MATRIZ CERÂMICA $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Nb}_2\text{O}_5$ E SEU USO COMO ANTENA RESSOADORA DIELETRICA

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.

Aprovada em: 20/08/2015.

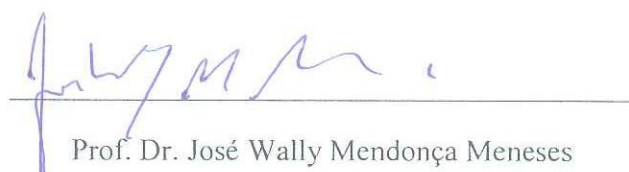
BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Antônio Sérgio Bezerra Sombra (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)



Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia (Co-orientador)
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE)

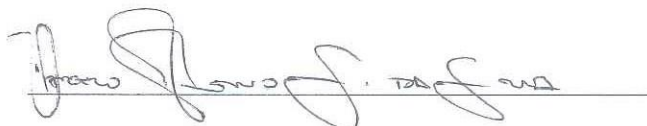


Prof. Dr. José Wally Mendonça Meneses
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE)

A handwritten signature in dark ink, reading "Mairton Cavalcante Romeu", written over a horizontal line.

Prof. Dr. Mairton Cavalcante Romeu

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

A handwritten signature in dark ink, reading "Marcelo Antônio Santos Da Silva", written over a horizontal line.

Dr. Marcelo Antônio Santos Da Silva

Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dedico este trabalho a minha mãe, Maria Josina Lopes de Oliveira; aos meus irmãos, a todos os familiares e amigos que acreditaram e me apoiaram nesse projeto.

Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus, pelo benefício da vida e o privilégio da sabedoria. Agradeço a minha mãe, Maria Josina Lopes de Oliveira, pelo exemplo de pessoa, pela dedicação a família e pelo amor sem medida dado a mim e aos meus irmãos.

Agradeço aos meus irmãos, Judith Lopes de Oliveira, Gilcirlei Lopes de Oliveira, Germano Leitão de Oliveira Junior, Jorgeth Lopes de Oliveira, Gilciene Lopes de Oliveira, Gilson Lopes de Oliveira e Maria Josina Lopes de Oliveira Filha, ao meu tio Manoel Alves Araújo e a minha namorada, Roberta Alves Mota por acreditarem em meu potencial e por fazerem parte daquilo que sou.

Ao Prof. Dr. Antônio Sérgio Bezerra Sombra, meu Orientador, pelo acompanhamento durante a realização deste trabalho e pelo exemplo profissional inspirador.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Telecomunicações (PPGET) por ter me acolhido enquanto estudante de mestrado e proporcionado excelentes condições para o desenvolvimento deste trabalho, ao Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE), Coordenador do Programa de Pós-Graduação, pelos conselhos, direcionamentos, pelo exemplo de professor e pesquisador.

Ao Prof. Dr. José Wally Mendonça Meneses do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE), pelo incentivo e pelo exemplo profissional.

Aos professores Me. Rômulo Augusto Nascimento de Oliveira e Dr. Johelden Campos Bezerra do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará (IFPA) por acreditarem em meu potencial e pelo exemplo profissional.

Aos colegas de mestrado que fizeram parte dessa jornada e que compartilharam conhecimentos e ideias; aos colegas do Laboratório de Telecomunicações e Ciência e Engenharia de Materiais (LOCEM/UFC): Raphael Barros Campos, Caio Leite, Bruno Fontenele e Dário Assunção pelas ideias compartilhadas.

Ao Dr. Marcelo Antônio Silva Santos pelo exemplo profissional, pelos conselhos e ideias compartilhadas.

À Fundação Cearense de Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico (FUNCAP) pelo suporte financeiro e concessão parcial da bolsa de Mestrado.

“Há uma qualidade de que não podemos nos eximir para vencer: a clareza de propósitos, o conhecimento do que queremos e um desejo ardente de obtê-lo”. –
NAPOLEON HILL

RESUMO

O cenário atual das telecomunicações tem impulsionado o desenvolvimento de novos materiais que operam na região de microondas e radiofrequências. Amparados nesse contexto, o presente trabalho apresenta estudos de óxido de alumina-nióbio e mostra as propriedades dielétricas nas faixas de microondas e radiofrequência, principalmente na sua utilização como uma ARD (antena ressoadora dielétrica). A caracterização do material cerâmico foi desenvolvida a partir da análise da estrutura de alumina (Al_2O_3) e do fundente adicionado, o óxido de nióbio (Nb_2O_5). O óxido de nióbio foi adicionado nas proporções (2,5% a 10%) de modo a favorecer a diminuição da temperatura de sinterização e melhorar a densificação. As alterações nas propriedades dos materiais, tais como o coeficiente de temperatura de frequência ressonante (τ_f), bem como as análises das alterações nas propriedades dielétricas com óxido de nióbio foram verificadas.

A caracterização das amostras foi realizada por difração de raios-X (DRX). A influência de Nb_2O_5 na densificação e porosidade do composto foi observada pelo Método de Arquimedes (Picnometria). As propriedades dielétricas foram investigadas pelo método Hakki-Coleman, as características e os parâmetros experimentais, tais como perda de retorno, largura de banda e impedância de entrada são apresentados e comparados com simulações computacionais. Também foi observado o comportamento da matriz cerâmica Al_2O_3 - Nb_2O_5 na faixa de frequências de 100 Hz a 1 MHz, à temperatura ambiente (25 °C) e com variação de temperatura (de 30 °C a 350 °C) no intervalo de 1 Hz a 1 MHz. Por fim os resultados dos dados e das propriedades obtidas demonstram que a utilização do material desenvolvido é favorável a sua aplicação como uma antena ressoadora dielétrica, assim como para outros dispositivos de interesse para a indústria de telecomunicações.

Palavras-chave: Antena Ressoadora Dielétrica, Alumina, Óxido de Nióbio.

ABSTRACT

The current scenario of telecommunications has driven the development of new materials that operate in the microwave and radio frequency region. Supported in this context, this work presents alumina-niobium oxide studies and shows the dielectric properties in the microwave and radio frequency bands, mainly in its use as an DRA (dielectric resonator antenna). The characterization of ceramic material has been developed from the analysis of the structure of alumina (Al_2O_3) and a flux added, niobium oxide (Nb_2O_5). The niobium oxide was added in proportions (2.5% to 10%) to promote the reduction of the sintering temperature and improve densification. Changes in material properties such as the resonant frequency temperature coefficient (τ_f) and the analysis of changes in dielectric properties with niobium oxide were observed.

The characterization of the samples was performed by X-ray diffraction (XRD). The influence of Nb_2O_3 on the densification and porosity of the composite was observed by the Archimedes method (Measurement by pycnometer). The dielectric properties were investigated by the Hakki-Coleman method, the characteristics and experimental parameters, such as return loss, bandwidth and input impedance are presented and compared with computer simulations. We also observed the behavior of the ceramic matrix Al_2O_3 - Nb_2O_3 in the range of 100 Hz frequencies at 1 MHz at room temperature (25 °C) and temperature range (30 °C to 350 °C) in the range of 1 Hz 1 MHz. Finally the results of the data and the properties obtained show that using the developed material is favorable to its use as an antenna dielectric ressoadora, as well as other devices of interest for the telecommunication industry.

Keywords: Dielectric resonator antenna, Alumina, Niobium Oxide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Antena como um dispositivo de transição	23
Figura 2.2 - Espectro eletromagnético	24
Figura 2.3 - Esquemas de alguns tipos de antenas	25
Figura 2.4 - Diferentes geometrias para os DRs, com as formas cilíndrica, retangular, hemisférica, esférica e as de baixo perfil: discos circulares e triangulares	29
Figura 2.5 - Esboço das configurações do campo de uma ARD cilíndrica	30
Figura 2.6 - Tipos de excitação mais utilizados e seus respectivos campos	31
Figura 2.7 - Excitação de uma ARD cilíndrica através de sonda	32
Figura 2.8 - Geometria de uma DRA cilíndrica	33
Figura 2.9 - Sistema para análise da amostra como uma RD	35
Figura 2.10 - Perda de retorno em função da frequência para uma DRA genérica	36
Figura 4.1 - Esquema do sistema de medição da amostra	40
Figura 4.2 - Sistema de medição do τ_f com forno acoplado	42
Figura 5.1 - Fluxograma das etapas utilizadas na metodologia experimental do trabalho	47
Figura 5.2 - Ilustração do Picnômetro utilizado na análise das amostras	51
Figura 6.1 - Padrões difratométricos das amostras com o respectivo refinamento Rietveld....	53
Figura 6.2 - Variação da densidade aparente das amostras em função da adição de Nb_2O_5	56
Figura 6.3 - Variação da permissividade relativa da matriz cerâmica Al_2O_3 em função da adição de Nb_2O_5	58
Figura 6.4 - Variação da perda dielétrica da matriz cerâmica Al_2O_3 em função da adição de Nb_2O_5	58
Figura 6.5 - Valores de τ_f em função da adição de Nb_2O_5	59
Figura 6.6 - Perda de Retorno (experimental e simulada) de todas amostras com adição de Nb_2O_5	60
Figura 6.7 - Perda de Retorno (experimental e simulada) da amostra com adição de Nb_2O_5 (2,5%)	62
Figura 6.8 - Perda de Retorno (experimental e simulada) da amostra com adição de Nb_2O_5 (5,0%)	63
Figura 6.9 - Perda de Retorno (experimental e simulada) da amostra com adição de Nb_2O_5 (7,5%)	63

Figura 6.10 - Perda de Retorno (experimental e simulada) da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (10%)	64
Figura 6.11 - Impedância real (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (2,5%)	65
Figura 6.12 - Impedância real (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (5,0%)	65
Figura 6.13 - Impedância real (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (7,5%)	66
Figura 6.14 - Impedância real (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (10%)	66
Figura 6.15 - Impedância imaginária (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (2,5%)	67
Figura 6.16 - Impedância imaginária (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (5,0%)	67
Figura 6.17 - Impedância imaginária (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (7,5%)	68
Figura 6.18 - Impedância imaginária (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (10%)	68
Figura 6.19 - Cartas de Smith com impedância de entrada (Dados experimentais e simulados): da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (2,5%)	69
Figura 6.20 - Cartas de Smith com impedância de entrada (Dados experimentais e simulados): da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (5,0%)	70
Figura 6.21 - Cartas de Smith com impedância de entrada (Dados experimentais e simulados): da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (7,5%)	70
Figura 6.22 - Cartas de Smith com impedância de entrada (Dados experimentais e simulados): da amostra com adição de Nb ₂ O ₅ (10%)	71
Figura 6.23 - Diagrama de radiação da amostra com maior percentagem de Óxido de Nióbio (Nb 2,5%)	72
Figura 6.24 - Diagrama de radiação da amostra com maior percentagem de Óxido de Nióbio (Nb 5,0%)	72
Figura 6.25 - Diagrama de radiação da amostra com maior percentagem de Óxido de Nióbio (Nb 7,5%)	73
Figura 6.26 - Diagrama de radiação da amostra com maior percentagem de Óxido de Nióbio (Nb 10%)	73

Figura 6.27 - Permissividade dielétrica (ϵ_r') em função da frequência em temperatura ambiente das amostras de Nb_2O_5 com adições de 2,5 a 10 % sintetizadas a 1350°C.....	74
Figura 6.28 - Tangente de perdas ($\tan \delta$) em função da frequência em temperatura ambiente das amostras de Nb_2O_5 sintetizadas a 1350°C	75
Figura 6.29 - Variação da Permissividade dielétrica em função da frequência para a amostra de Nb_2O_5 (2,5%)	76
Figura 6.30 - Variação da Permissividade dielétrica em função da frequência para a amostra de Nb_2O_5 (5,0%)	76
Figura 6.31 - Variação da Permissividade dielétrica em função da frequência para a amostra de Nb_2O_5 (7,5%)	77
Figura 6.32 - Variação da Permissividade dielétrica em função da frequência para a amostra de Nb_2O_5 (10%)	77
Figura 6.33 - Variação da condutividade AC em função da frequência para a amostra com adição de 2,5% de Nb_2O_5	79
Figura 6.34 - Variação da condutividade AC em função da frequência para a amostra com adição de 5,0% de Nb_2O_5	79
Figura 6.35 - Variação da condutividade AC em função da frequência para a amostra com adição de 7,5% de Nb_2O_5	80
Figura 6.36 - Variação da condutividade AC em função da frequência para a amostra com adição de 10% de Nb_2O_5	80
Figura 6.37 - Variação da impedância real em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (2,5%), sintetizadas a 1350°C	81
Figura 6.38 - Variação da impedância real em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (5,0%), sintetizadas a 1350°C	82
Figura 6.39 - Variação da impedância real em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (7,5%), sintetizadas a 1350°C	82
Figura 6.40 - Variação da impedância real em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (10%), sintetizadas a 1350°C	83
Figura 6.41 - Variação da impedância imaginária em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (2,5%), sintetizadas a 1350°C	84
Figura 6.42 - Variação da impedância imaginária em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (5,0%), sintetizadas a 1350°C	84
Figura 6.43 - Variação da impedância imaginária em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (7,5%), sintetizadas a 1350°C	85

Figura 6.44 - Variação da impedância imaginária em função da frequência para as amostras Nb ₂ O ₅ (10%), sintetizadas a 1350°C	85
Figura 6. 45 - Variação de Z'' vs. Z' em diferentes temperaturas para as amostras Nb ₂ O ₅ (2,5%), sintetizadas a 1350°C	86
Figura 6. 46 - Variação de Z'' vs. Z' em diferentes temperaturas para as amostras Nb ₂ O ₅ (5,0%), sintetizadas a 1350°C	86
Figura 6. 47 - Variação de Z'' vs. Z' em diferentes temperaturas para as amostras Nb ₂ O ₅ (7,5%), sintetizadas a 1350°C	87
Figura 6. 48 - Variação de Z'' vs. Z' em diferentes temperaturas para as amostras Nb ₂ O ₅ (10%), sintetizadas a 1350°C	87
Figura 6.49 - Variação do módulo dielétrico real em função da frequência para as amostras de Nb ₂ O ₅ (2,5%,), sintetizadas a 1350°C	88
Figura 6.50 - Variação do módulo dielétrico real em função da frequência para as amostras de Nb ₂ O ₅ (5,0%,), sintetizadas a 1350°C	89
Figura 6.51 - Variação do módulo dielétrico real em função da frequência para as amostras de Nb ₂ O ₅ (7,5%,), sintetizadas a 1350°C	89
Figura 6.52 - Variação do módulo dielétrico real em função da frequência para as amostras de Nb ₂ O ₅ (10%,), sintetizadas a 1350°C	90
Figura 6.53 - Variação do módulo dielétrico imaginário em função da frequência para as amostras de Nb ₂ O ₅ (2,5%), sintetizadas a 1350°C	91
Figura 6.54 - Variação do módulo dielétrico imaginário em função da frequência para as amostras de Nb ₂ O ₅ (5,0%), sintetizadas a 1350°C	91
Figura 6.55 - Variação do módulo dielétrico imaginário em função da frequência para as amostras de Nb ₂ O ₅ (7,5%), sintetizadas a 1350°C	92
Figura 6.56 - Variação do módulo dielétrico imaginário em função da frequência para as amostras de Nb ₂ O ₅ (10%), sintetizadas a 1350°C	92
Figura 6.57 - Variação de σ_{DC} vs. $1/T$ (K ⁻¹) e f_{max} vs. para a amostra de 2,5% de Nb ₂ O ₅	94
Figura 6.58 - Variação de σ_{DC} vs. $1/T$ (K ⁻¹) e f_{max} vs. para as amostras de 5,0% de Nb ₂ O ₅	94
Figura 6.59 - Variação de σ_{DC} vs. $1/T$ (K ⁻¹) e f_{max} vs. para as amostras de 7,5% de Nb ₂ O ₅	95
Figura 6.60 - Variação de σ_{DC} vs. $1/T$ (K ⁻¹) e f_{max} vs. para as amostras de 10% de Nb ₂ O ₅	95
Figura 6.61 - Variação da capacitância com a temperatura (TCC)	97

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Designação das faixas de frequência (GHz) em microondas do IEEE	26
Tabela 6.1 - Dados numéricos do refinamento pelo método de Rietveld	54
Tabela 6.2 - Resultados da picnometria e densidade dos compósitos de Al_2O_3 com adição de Nb_2O_5 , temos a densidade aparente, densidade teórica, a densidade relativa e resultados de porosidade	55
Tabela 6.3 - Medidas de microondas obtidas pelo método Hakki-Coleman onde ϵ_r é a constante dielétrica, D é o diâmetro da amostra, H é a altura da amostra, $\text{tg } \delta$ de perda dielétrica e f_r é a frequência de ressonância do modo TE_{011}	57
Tabela 6.4 - Valores de τ_f obtidos para todas as amostras com adição de Nb_2O_5	59
Tabela 6.5 - Parâmetros utilizados na simulação para as amostras	61
Tabela 6.6 - Permissividade dielétrica (ϵ'_r) e fator de dissipação ($\tan \delta$) das amostras produzidas	78
Tabela 6.7 - Valores da Energia de Ativação	96
Tabela 6.8 - Valores de TCC das amostras	96

LISTA DE SÍMBOLOS

h	Altura do Ressorador
H	Campo magnético
τ_f	Coeficiente de temperatura da frequência de ressonância
C_{T1}	Capacitância medida na temperatura T1 (28°C)
C_{T2}	Capacitância medida na temperatura T2 (100°C)
λ	Comprimento de onda
σ_{ac}	Condutividade AC
σ_{DC}	Condutividade DC
σ	Condutividade do material
k	Constante de Boltzmann (eV/K)
D	Densidade de fluxo elétrico ou deslocamento elétrico
D_0	Densidade de fluxo elétrico no vácuo
B	Densidade de fluxo magnético ou indução magnética
J	Densidade de corrente elétrica
ρ	Densidade de carga livre (grandeza escalar)
E_0	Energia de ativação
Q	Fator de qualidade
f_0	Frequência de ressonância
f (Hz)	Frequência da onda eletromagnética.
F	Força
Z	Impedância
Z''	Impedância (parte imaginária)
Z'	Impedância (parte real)
Δf_0	Largura de banda

S_{11}	Perda de Retorno
ε_0	Permissividade elétrica absoluta
μ	Permeabilidade
ε	Permissividade
μ_0	Permeabilidade do espaço livre
ε_0	Permissividade do espaço livre
μ_r	Permeabilidade relativa
ε_r	Permissividade relativa (ou simplesmente constante dielétrica)
a	Raio do Ressorador
ρ	Resistividade
$tg\delta$	Tangente de perda dielétrica
T	Temperatura
T	Temperatura em Kelvin (K)
E	Vetor campo elétrico
c	Velocidade da luz no vácuo
s	VSWR na entrada da DRA

LISTA DE SIGLAS

ARD	Antena Ressoradora Dielétrica (Dielectric Resonator Antenna)
BW	Largura de Banda (Bandwidth)
DC	Corrente contínua (direct current)
DRX	Difração de Raios-X
HEM	Modo Elétrico Híbrido
IEEE	Instituto de Engenheiros Eletricistas e Eletrônicos
MW	Micro-ondas
PVA	Álcool Polivinílico
RD	Ressorador Dielétrico (Dielectric Resonator)
RF	Radiofrequência (Radio frequency)
Rwp	Erro residual ponderado (weighted residual error)
S	Fator de qualidade do ajuste
L	Comprimento
TE	Modo transversal elétrico
TM	Modo transversal magnético
UHF	Frequência Ultra Alta (Ultra High Frequency)

SUMÁRIO

1	Introdução	16
1.1	Motivação	16
1.2	Objetivos	17
1.2.1	Objetivo geral	17
1.2.2	Objetivo específico	17
1.3	Organização	18
2	Fundamentos Teóricos	19
2.1	Propriedades Eletromagnéticas dos Materiais	19
2.2	Materiais Cerâmicos e Dielétricos	20
2.3	Alumina e Óxido de Nióbio	22
2.4	Antenas	23
2.5	Antenas Ressoradoras Dielétricas (ARD)	26
2.5.1	Análise da ARD cilíndrica	29
2.5.2	Formas de excitação da ARD cilíndrica	30
2.5.3	Frequências de ressonância e fator Q de radiação dos modos fundamentais	32
2.5.4	Configuração da Antena Ressoradora Dielétrica	34
3	Materiais Cerâmicos e Métodos	37
3.1	Processamento Cerâmico	37
3.1.1	Preparação do pó: Mistura e Moagem	37
3.1.2	Conformação do Pó	38
3.1.3	Sinterização	39
3.1.4	Qualidade final dos materiais Cerâmicos	39
4	Análise em Microondas e RF	40
4.1	Medidas de Microondas	40
4.2	Coefficiente de Temperatura da Frequência Ressonante	41
4.3	Medidas de Radiofrequência (RF)	43
4.3.1	RF a Temperatura Ambiente	43
4.3.2	RF com variação de Temperatura	43
4.3.3	Coefficiente de Temperatura da Capacitância (TCC)	43
4.4	Simulação computacional	45
5	Materiais e Métodos	46
5.1	Materiais e Equipamentos	46

5.2 Metodologia	47
5.3 Caracterização Estrutural	48
5.3.1 Raios-X	48
5.3.2 Refinamento de Rietveld	49
5.3.3 Picnometria	50
6 Resultados e Discussões	52
6.1 Amostras produzidas	52
6.2 Caracterização Estrutural	52
6.2.1 Raios-X	53
6.2.2 Picnometria	55
6.3 Análise em Micro-ondas	57
6.4 Coeficiente de temperatura da frequência ressonante (τ_f)	59
6.5 Medições experimentais e simulação numérica das Antenas Ressonadoras Dielétricas (ARDs)	60
6.6 Medidas de radiofrequência	74
6.6.1 RF a Temperatura Ambiente	74
6.6.2 RF com Variação de Temperatura	75
7 Conclusões e Perspectivas	98
7.1 Conclusões	98
7.2 Perspectivas	101
7.3 Publicações Gerais e Decorrentes do Trabalho	102
7.3.1 Trabalhos apresentados em congressos	102
7.3.2 Trabalhos Submetidos	102
Referências Bibliográficas	103

CAPÍTULO 1

1 Introdução

Neste Capítulo são apresentados a motivação, os objetivos gerais e específicos e a organização deste trabalho.

1.1 Motivação

O setor de telecomunicações vem passando por inúmeras transformações, em especial o campo da comunicação sem fio. Esse cenário tem impulsionado a pesquisa e o desenvolvimento de materiais dielétricos que operem na região de microondas e que garantam a miniaturização de componentes e dispositivos, tais como: filtros, osciladores, telefones celulares, transmissores e receptores com alto desempenho e redes sem fio [OHSATO, 2005; HUANG, 2006; REANEY; IDDLES, 2006; COSTA, 2007; LUK; LEUNG, 2003; FERNANDES, 2012].

É essencial que neste segmento os componentes desenvolvidos sejam de pequeno tamanho, que apresentem baixas perdas dielétricas e boa estabilidade térmica [LEE *et al.*, 2005; PETOSA, 2007; COSTA, 2007].

A digitalização da informação, a convergência de plataformas de redes de telecomunicações e os recentes avanços tecnológicos da microeletrônica e da comunicação sem fio, com destaque para a telefonia móvel celular, tem configurado um novo padrão de consumo, exigindo dispositivos que apresentem características como: portabilidade, leveza e alto desempenho, daí a necessidade de evolução continua nos processos de fabricação de dispositivos, assim como na miniaturização de componentes e neste contexto destacam-se os ressoadores dielétricos para modelagem de novas antenas.

A utilização de ressoadores dielétricos para aplicações como antenas tem se tornado comum, em boa parte as vantagens que ele apresenta, que são: baixo custo, baixo peso, pequenas dimensões, elevada eficiência de radiação ($> 90\%$), grande largura de banda e boa capacidade de ser utilizado em circuitos integrados de microondas [PENG; WANG; YAO, 2004; SEBASTIAN, 2008; COSTA, 2007; FERNANDES, 2012].

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste trabalho é desenvolver um material de grande utilidade para aplicações em comunicação sem fio (radiofrequência e microondas), especialmente como uma antena ressoadora dielétrica (ARD). Para isto, adotamos a estratégia de analisar as modificações na propriedade da Alumina (Al_2O_3) resultantes da adição do óxido de nióbio (Nb_2O_5) como fundente, uma vez que, a utilização deste fundente tem como propósito aumentar a densidade relativa e melhorar as propriedades dielétricas da Alumina (Al_2O_3).

1.2.2 Objetivo específico

Os objetivos específicos podem ser vistos a seguir divididos em etapas:

- Adicionar óxido de nióbio (Nb_2O_5) na cerâmica de Alumina (Al_2O_3), para diminuir a temperatura de sinterização e obter uma melhor densificação do material;
- Determinar a densidade relativa do material através da Picnometria, utilizando o método de Arquimedes;
- Caracterizar o material obtido da síntese da Alumina (Al_2O_3) utilizando a técnica de difração de Raios-X em conjunto da análise numérica do método Rietveld;
- Estudar as propriedades dielétricas (permissividade relativa e perda dielétrica) na região de radiofrequência (40 Hz a 110 MHz) e micro-ondas (0,3 a 20 GHz);
- Estudar as propriedades elétricas com variação de temperatura na região de radiofrequência (1 Hz a 1 MHz);
- Avaliar as características da ARD utilizando os analisadores de rede, determinando as perdas de reflexão, transmissão e propagação;
- Obter, através de simulação computacional (HFSS), eficiência, ganho e diagrama de radiação das ARDs fabricadas.

1.3 Organização

Este trabalho está organizado em 7 capítulos, onde:

- Capítulo 1: No primeiro capítulo temos a Introdução com a motivação e os objetivos;
- Capítulo 2: No segundo capítulo temos uma revisão a respeito dos Fundamentos Teóricos, com uma breve descrição dos seus aspectos básicos;
- Capítulo 3: No terceiro capítulo tratamos dos Materiais Cerâmicos e Métodos;
- Capítulo 4: O quarto capítulo trata dos aspectos da Análise em Microondas e RF;
- Capítulo 5: No quinto capítulo é realizada uma abordagem sobre Materiais e Métodos utilizados no desenvolvimento do trabalho;
- Capítulo 6: O sexto capítulo trata dos Resultados e as Discussões;
- Capítulo 7: Finalmente no sétimo capítulo são apresentadas as considerações finais e as perspectivas deste trabalho.

CAPÍTULO 2

2 Fundamentos Teóricos

Neste capítulo abordamos o embasamento teórico para o desenvolvimento deste trabalho, são apresentadas as propriedades eletromagnéticas dos materiais, as características dos materiais cerâmicos avançados, fundamentos de antenas e antenas ressoadoras dielétricas.

2.1 Propriedades Eletromagnéticas dos Materiais

Em 1873, James Clerk Maxwell (1831-1879) sintetizou de forma brilhante os conhecimentos teóricos da eletricidade e do magnetismo em um conjunto de quatro equações, denominadas de equações de Maxwell do Eletromagnetismo. Para entendermos como acontecem as interações entre um material e os campos eletromagnéticos é fundamental que conheçamos as equações de Maxwell. As quatro equações de Maxwell na forma diferencial podem ser representadas pelas equações 2.1 a 2.4.

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{J} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} \text{ (Lei de Ampère)} \quad (2.1)$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \text{ (Lei de Faraday)} \quad (2.2)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0 \text{ (Lei de Gauss para o magnetismo)} \quad (2.3)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{D} = \rho \text{ (Lei de Gauss)} \quad (2.4)$$

Nestas equações os parâmetros $\mathbf{E}$, $\mathbf{D}$, $\mathbf{H}$, $\mathbf{B}$, $\mathbf{J}$ e ρ são respectivamente os vetores campo elétrico, densidade de fluxo elétrico ou deslocamento elétrico, campo magnético, densidade de fluxo magnético ou indução magnética, densidade de corrente elétrica e ρ a densidade de carga livre (grandeza escalar).

Estas quatro equações (2.1 a 2.4) juntamente com a equação de força (equação 2.5) resumem a eletrodinâmica clássica [GRIFFITHS, 1999].

$$\mathbf{F} = q(\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B}) \quad (2.5)$$

A relação entre $\mathbf{B}$ e $\mathbf{H}$, $\mathbf{D}$ e $\mathbf{E}$, e finalmente $\mathbf{J}$ com $\mathbf{E}$, são dados pelas equações

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{H} \quad (2.6)$$

$$\mathbf{D} = \epsilon \mathbf{E} \quad (2.7)$$

$$\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E} \quad (2.8)$$

Nestas equações μ , ϵ , e σ são respectivamente a permeabilidade, permissividade e a condutividade do material. As propriedades físicas dos materiais podem ser estudadas por meio da estrutura atômica a partir dos parâmetros: μ , ϵ e σ , dos quais podemos adquirir informações sobre o comportamento do material a campos externos. Podemos representar os valores relativos de μ e ϵ de acordo com as equações 2.9 e 2.10.

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \quad (2.9)$$

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (2.10)$$

μ_r e ϵ_r são respectivamente chamados de permeabilidade relativa e permissividade relativa (ou simplesmente constante dielétrica) e os valores $\mu_0 = 1,257 \times 10^{-6} \text{ H.m}^{-1}$ e $\epsilon_0 = 8,854 \times 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$, representam respectivamente a permeabilidade e permissividade do espaço livre.

2.2 Materiais Cerâmicos e Dielétricos

Do grego keramos, a palavra cerâmica significa objeto ou mercadoria queimada, feita a partir de barro ou argila. Quimicamente, uma cerâmica pode ser definida como um composto sólido formado pela ação de calor ou de calor e pressão, tendo em sua estrutura a presença de pelo menos dois elementos químicos diferentes. Sendo que um destes elementos é um não metal e o outro, pode ser um metal ou mesmo não metal. São exemplos de materiais cerâmicos o Al_2O_3 , SiO_2 , ZnS , dentre outros [BARSOUM, 2003; MOULSON, 2003].

Uma das grandes vantagens da utilização de cerâmicas está no fato de ser possível realizar modificações em sua estrutura a fim de desenvolver materiais com propriedades distintas de acordo com a necessidade e a aplicação desejada. Ou seja, é possível através de modificações estruturais fazer com que o material passe a apresentar propriedades que antes não possuía, como por exemplo, magnetismo, luminescência, etc. Logo, é possível desenvolver cerâmicas para satisfazer necessidades particulares, como maior resistência à temperatura, boas propriedades mecânicas, propriedades elétricas especiais, maior estabilidade química, dentre outras [RAHAMAN, M.N., 2003; CALLISTER, 2008; SHACKELFORD, 2008].

O surgimento das cerâmicas dielétricas favoreceu o desenvolvimento de soluções para o desenvolvimento de dispositivos que operem na faixa de ondas milimétricas por apresentarem perdas dielétricas muito baixas em comparação com materiais metálicos, além de apresentarem uma boa estabilidade química frente às intempéries ambientais (umidade, calor, poluição, etc), são mais duras e mais resistentes a alterações químicas e assim não sofrem degradação. Este tipo de material é usualmente isolante. Em temperaturas elevadas, em virtude da maior energia térmica, conduzem a eletricidade, porém de forma muito menos intensa que os metais.

As cerâmicas dielétricas também ganharam uma grande importância na indústria de telecomunicações por permitir a miniaturização de componentes eletroeletrônicos devido terem altas permissividades dielétricas. O que permitiu um rápido crescimento no desenvolvimento dos sistemas de comunicação em micro-ondas, sendo as cerâmicas dielétricas muito atrativas para o uso como dispositivos eletroeletrônicos [SEBASTIAN, 2008].

Em geral, os materiais cerâmicos podem possuir as mais diversas propriedades, sendo que para muitas de suas aplicações as propriedades mais interessantes são permissividade dielétrica, tangente de perda dielétrica, fator de qualidade e coeficiente de temperatura da frequência de ressonância para a região de micro-ondas. A permissividade dielétrica (ϵ) é uma grandeza que está relacionada com a capacidade do material em armazenar carga, ou seja, atuar como capacitor. É um dos principais fatores a ser analisado quando se quer verificar a possibilidade de miniaturização de determinado material como componente de um circuito, sendo que dependendo da aplicação desejada o material deverá possuir um valor mínimo de permissividade.

A tangente de perda dielétrica ($\tan \delta$) se refere à dissipação de energia que o material apresenta quando submetido a um campo elétrico. Por isso na grande maioria das aplicações é interessante que os materiais apresentem o menor valor possível dessa propriedade, sendo que em muitas aplicações é desejável que os materiais apresentem valores abaixo de 10^{-3} . Relacionado à tangente de perda está o fator de qualidade (Q), que é definido como sendo o inverso desta. Alguns autores utilizam esse fator Q multiplicado pela frequência de operação (f) para obter o fator denominado Qxf, sendo que em muitos casos é requerido que o valor de Qxf seja acima de 50.000 GHz para que o material possa ser empregado na área de telecomunicações.

Vale ressaltar a grande importância do coeficiente de temperatura da frequência de ressonância para a região de micro-ondas (τ_f), pois esta propriedade está associada a mudança da frequência de operação do material quando este é submetido a variação de temperatura. Visto que na grande maioria das aplicações é requerido que os dispositivos não apresentem flutuações em sua frequência de operação, os materiais que constituem os dispositivos devem possuir valor desse coeficiente o mais próximo de zero. No geral, são considerados valores de τ_f adequados na faixa entre -10 e +10 ppm/°C. Devido à necessidade de um valor tão baixo e pelo fato de que muitos materiais apresentarem valores de τ_f bem acima dessa faixa, muitas pesquisas são realizadas a fim de obter materiais que apresentem valor de τ_f adequado. Essas pesquisas envolvem tanto a modificação de materiais já conhecidos, a obtenção de novos materiais, bem como a união de dois ou mais materiais a fim de obter compósitos cerâmicos.

2.3 Alumina e Óxido de Níbio

Alumina (Al_2O_3) é um material cerâmico importante, e tem atraído muita atenção por causa de suas amplas aplicações em campos industriais, tais como a eletrônica, a ótica, e a engenharia mecânica [TEODOSSIEV, 2012; HADDOUR, L., 2009]. O óxido de alumínio (Al_2O_3) desperta interesse devido as suas propriedades dielétricas como ϵ_r (9,8) e $\tan \delta$ na ordem de 10^{-5} [KHANNA, 1984; MARQUES, 2008]. A alumina é utilizada como um material de substrato de cerâmica, devido à sua elevada condutividade térmica, adequada constante dielétrica, e baixa perda de dielétrica. No entanto, tem um grande valor τ_f negativo (~ -60 ppm / ° C) [PALANIANDY, 2008; SHIVARAM, 2013]. Essa desvantagem, gera à necessidade de combiná-la com outros materiais (fundentes), que apresentem características dielétricas específicas, e que ao resultar em um novo compósito favoreçam uma melhora significativa no valor do τ_f .

Óxidos de níbio (Nb_2O_5) são conhecidos por exibir uma vasta gama de propriedades dielétricas, e, por conseguinte, os estudos sistemáticos podem revelar materiais potencialmente úteis, bem como as informações necessárias para o desenvolvimento das correlações estrutura – propriedades [TALANTIKITE, D., TAÏBI-BENZIADA, L., 2009; WONG, Y. J., 2013]

2.4 Antenas

Uma antena é um componente que converte a propagação de ondas em uma linha de transmissão para o espaço livre (transmissão), ou vice-versa (recepção) [BALANIS, 2009; POZAR, 2012]. Por atuarem em uma região de transição (Figura 2.1) as antenas podem ser definidas como transdutores. No caso das antenas transmissoras, entre as ondas guiadas que se propagam em linhas de transmissão e as ondas radiadas no espaço. Para as antenas receptoras, entre as ondas radiadas no espaço, por outra antena, em ondas a serem propagadas em linhas de transmissão.

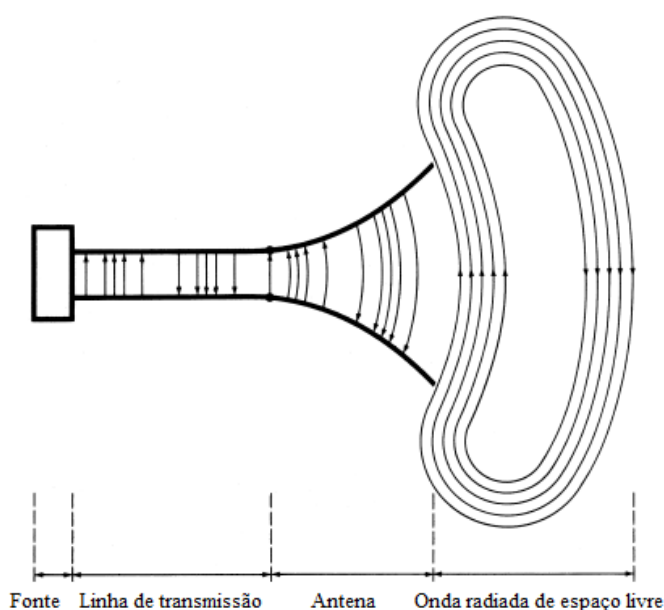


Figura 2.1 - Antena como um dispositivo de transição

Fonte: [Adaptado de BALANIS, 2009].

Especificamente, uma antena é uma estrutura geométrica constituída de um material que permite o movimento de cargas elétricas que, ao ser submetido a uma excitação (tensão ou corrente elétricas) produz campos eletromagnéticos. A intensidade e direção desses campos e principalmente a maneira como interagem entre si, vai depender basicamente de quatro fatores: da forma de variação com o tempo das cargas elétricas (excitação), da forma da variação das cargas elétricas no espaço, que depende da geometria da antena, do material de que é constituída a antena e do meio físico no qual a antena está inserida [BALANIS, 2009].

Uma antena é um dispositivo que permite a radiação e a recepção de ondas eletromagnéticas na faixa de frequência de rádio, ou RF, que corresponde a uma faixa de operação com frequências até 1.012 Hz, acima da qual estão os raios infravermelhos. As ondas de rádio propriamente ditas possuem uma faixa de frequências que vão de 104 Hz a 108 Hz, com grandes comprimentos de ondas, o que permite que sejam refletidas pelas camadas ionizadas da atmosfera superior (ionosfera) [BALANIS, 2009].

A Figura 2.2 mostra um diagrama do espectro eletromagnético, apresentando o comprimento de onda, λ (m), e a frequência, f (Hz), da onda eletromagnética.

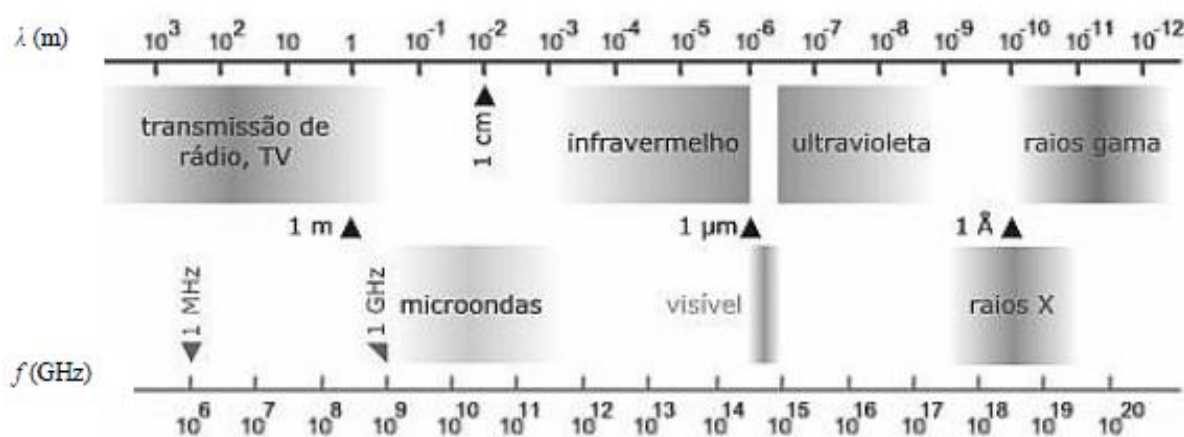


Figura 2.2: Espectro eletromagnético.

Fonte: www.mspc.eng.br

Inicialmente, uma grande diversidade de antenas foi projetada e construídas com o objetivo de cobrir várias faixas de frequências, sempre com a tecnologia voltada para elementos radiantes construídos com fios e operando na faixa de UHF (faixa de operação com frequências de 300 MHz até 3 GHz). As antenas filamentosas podem ter a forma de fio reto, helicoidal, de espiras (loop), também denominadas “antenas de quadros”. Para as “antenas de quadro” as formas geralmente são retangulares, quadradas ou circulares [BALANIS, 2009].

Com a Segunda Guerra Mundial, na década de 40, novos tipos de elementos radiantes foram introduzidos, tais como: guias de ondas com aberturas, refletores, cornetas, antenas independentes da frequência, antenas-lente, antenas de micro fita, arranjo de antenas, antenas inteligentes, antenas e sistemas de antenas reconfiguráveis e de múltiplas funções [BALANIS, 2009].

O desenvolvimento da tecnologia dos computadores, ocorrido especialmente durante o período de 1960 até 1990, influenciaram o avanço da moderna tecnologia usada na fabricação de antenas. Alguns esquemas típicos de antenas são apresentados na Figura 2.3.

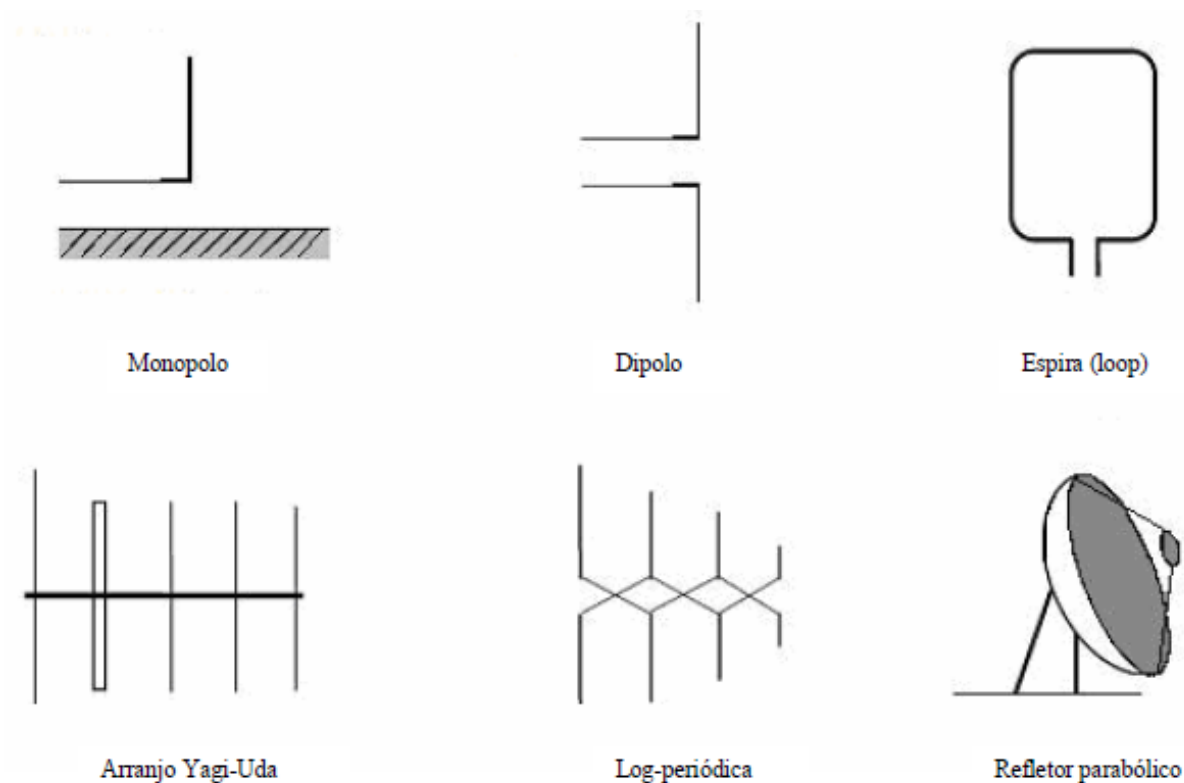


Figura 2.3: Esquemas de alguns tipos de antenas.

Fonte: [BALANIS, 2009].

O projeto de uma antena no século XXI pode ser considerado uma arte de Engenharia, pois os métodos de análises e projetos são altamente sofisticados, não se parecendo em nada com os métodos utilizados na primeira metade do século XX, que podem ser classificados como métodos de “tentativas e erros” [BALANIS, 2009].

Com um grande número de aplicações da tecnologia de antenas, a região de baixas frequências do espectro eletromagnético ficou saturada, de maneira que os novos projetos dedicam-se a usar as frequências elevadas, dentre estas a faixa de frequências de microondas e de ondas milimétricas [WENTWORTH, 2006]. A faixa de frequência denominada microondas corresponde ao intervalo entre 300 MHz e 300 GHz.

A grande vantagem da utilização de antenas que operam em alta frequência em sistemas de comunicações sem fio, consiste em que estas antenas podem transmitir e receber

em uma larga banda de frequências, sem as atenuações que ocorrem nas nuvens quando se usa, por exemplo, a faixa de frequência ótica (infravermelho ao ultravioleta) [WENTWORTH,2006].

A Tabela 2.1 apresenta a designação das faixas de frequência (em GHz) em microondas de maior interesse em aplicações, de acordo com o IEEE [WENTWORTH, 2006].

Tabela 2.1: Designação das faixas de frequência (GHz) em microondas do IEEE.

Banda	Frequência (GHz)	Aplicações
L	1,0 – 2,0	Comunicação Pessoal e GPS
S	2,0 – 4,0	Comunicação pessoal e forno de microondas
C	4,0 – 8,0	Comunicação via satellite
X	8,0 – 12,0	Radar terrestre para navegação aérea
Ku	12,0 – 18,0	Radar e rádio ponto a ponto
K	18,0 – 26,5	Radar e rádio ponto a ponto
Ka	26,4 – 40,0	Radar e rádio ponto a ponto

Fonte: IEEE.

2.5 Antenas Ressonadoras Dielétricas (ARD)

Os serviços de comunicação modernos tendem a ser móveis e personalizados, deste modo, é importante o projeto de equipamentos de comunicação compactos e portáteis. Portanto, tamanho pequeno e operação em alta frequência são propriedades indispensáveis às antenas modernas [MING et al., 2006]. Com o rápido desenvolvimento da comunicação de microondas nos últimos anos, houve um aumento na necessidade de dispositivos de microondas de alta qualidade [GANGWAR et al., 2011].

Em virtude das características inovadoras que apresentam duas classes de antenas tem se tornado cada vez mais objeto de pesquisa e citadas com frequência na literatura, essas

classes são a das antenas microstrip (antena de microlinha) e as antenas ressoadoras dielétricas. Ambas amplamente adequadas para o desenvolvimento do cenário atual das telecomunicações sem fio (wireless). O uso de um ressoador dielétrico como antena ressonante foi proposto pelo professor S. A. Long e aceito em 1983 através da publicação do estudo de antenas ressoadoras cilíndricas [LONG; MCALLISTER; SHEN, 1983]. O grande diferencial desse tipo de antena comparada as tradicionais antenas metálicas é fato de não possuírem perdas por condução elétrica. Na prática as pequenas perdas que apresentam estão relacionadas a imperfeições nos materiais dielétricos dos quais as antenas são fabricadas. Assim, as antenas ressoadoras dielétricas apresentam elevada eficiência de radiação por ocorrer poucas perdas em virtude da ausência de metais, tornando possível a utilização das ARDs em aplicações na faixa de microondas e ondas milimétricas, onde as perdas por condução se tornam muito grandes quando se utilizam antenas metálicas [LUK; LEUNG, 2003].

Nos últimos anos, a aplicação de Ressonadores Dielétricos como antenas de microondas tem sido extensivamente estudada, devido a vantagens tais como baixo peso, baixo custo, pequeno tamanho, baixo perfil, alta eficiência de radiação, ampla largura de banda e facilidade de integração com outros componentes de circuitos integrados de microondas (MIC), ativos ou passivos [PENG et al., 2004].

Para um projeto de antena ressoadora dielétrica, é fundamental que o material desenvolvido atenda pelo menos três propriedades que são: permissividade relativa alta, um alto fator Q, e um coeficiente de temperatura da frequência ressonante próximo de zero [CHEN et al., 2009].

Para um material ser usado como um ressoador dielétrico, ele precisa ter um valor de $\tau_f \leq \pm 10 \text{ ppm } ^\circ\text{C}^{-1}$, e com isso suas características não sejam modificadas com a variação da temperatura, resultando em um mau funcionamento do dispositivo [VENKATESH; MURTHY, 1999].

Uma das principais vantagens da ARD é seu alto grau de flexibilidade e versatilidade, permitindo o desenvolvimento de modelos que atendam uma ampla gama de aplicações [PETOSA, 2007]. Por conta disso ela apresenta novas possibilidades para o ramo das comunicações sem fio.

As ARD são potencialmente adequadas para aplicações em especial por apresentarem certas características que são [LUK ; LEUNG, 2003; PETOSA, 2007]:

- Possuírem geometria simples: cilíndrica, esférica, retangular, as quais são fáceis de fabricação e apresentam baixo custo;
- Muito compactas em alta frequência, com alto valor de permissividade (30 a 100). E possuem dimensão proporcional a $(\lambda_0 / \sqrt{\epsilon_r})$, onde (λ_0) é o comprimento de onda no espaço livre na frequência de ressonância (f_r) da ARD. Esse fator de miniaturização é seguido para todos os dispositivos que possam ser utilizados em microondas ou rádio frequência, ou seja, quanto maior o valor da permissividade dielétrica (ϵ_r), menor o tamanho da antena.
- Têm grande eficiência de radiação por não apresentar perdas por condução.
- Possuem mecanismo de excitação simples, são flexíveis e fáceis de controlar.
- Diferentes padrões de radiação de campo distante são permitidos. Para uma dada geometria do ressoador, o padrão de radiação pode ser alterado simplesmente por meio da mudança do modo de ressonância excitado.
- Dimensões na ordem de $c/(f_r \sqrt{\epsilon_r})$ velocidade da luz no vácuo, f_r é a frequência de ressonância e ϵ_r é a constante dielétrica do material que é feito a ARD;
- Constantes dielétricas ϵ_r maiores do que 10, permitindo a miniaturização e o controle das larguras de banda;
- Materiais de baixa perda dielétrica, fornecendo altos fatores de qualidade;
- Coeficientes de temperatura próximos de zero, permitindo uma operação mais estável do dispositivo.

Das geometrias estudadas a cilíndrica oferece grande flexibilidade de configurações, onde a razão raio/altura controla a frequência de ressonância (f_0) e o fator de qualidade [LUK; LEUNG, 2003].

As ARDs podem ser fabricadas de várias formas e com diferentes materiais. As principais formas geométricas são cilíndrica, retangular e hemisférica. Algumas destas formas das ARDs estão representadas na figura 2.4 [LUK; LEUNG, 2003].



Figura 2.4 - Diferentes geometrias para os RDs, com as formas cilíndrica, retangular, hemisférica, esférica e as de baixo perfil: discos circulares e triangulares.

Fonte: [LUK; LEUNG, 2003]

Por muitos anos os ressoadores dielétricos foram usados principalmente em dispositivos de microondas, tais como osciladores e filtros. Os ressoadores dielétricos geralmente são construídos com materiais que apresentam alta permissividade dielétrica, isto é, constante dielétrica $\epsilon_r > 20$ [KAFJEZ ; GUILLON, 1986] e fator de qualidade com valores da ordem de 10.000. Em virtude dessas aplicações os RDs eram qualificados como dispositivos capazes de armazenar energia e radiadores.

2.5.1 Análise da ARD cilíndrica

A ARD cilíndrica oferece grande flexibilidade durante a especificação, possibilitando o controle de características como frequência de ressonância e fator de qualidade através da razão entre o raio **a** e a altura **h** do ressoador. Além disto, este ressoador é amplamente utilizado pela sua facilidade de construção, sendo muito mais simples fabricar uma ARD cilíndrica do que uma hemisférica.

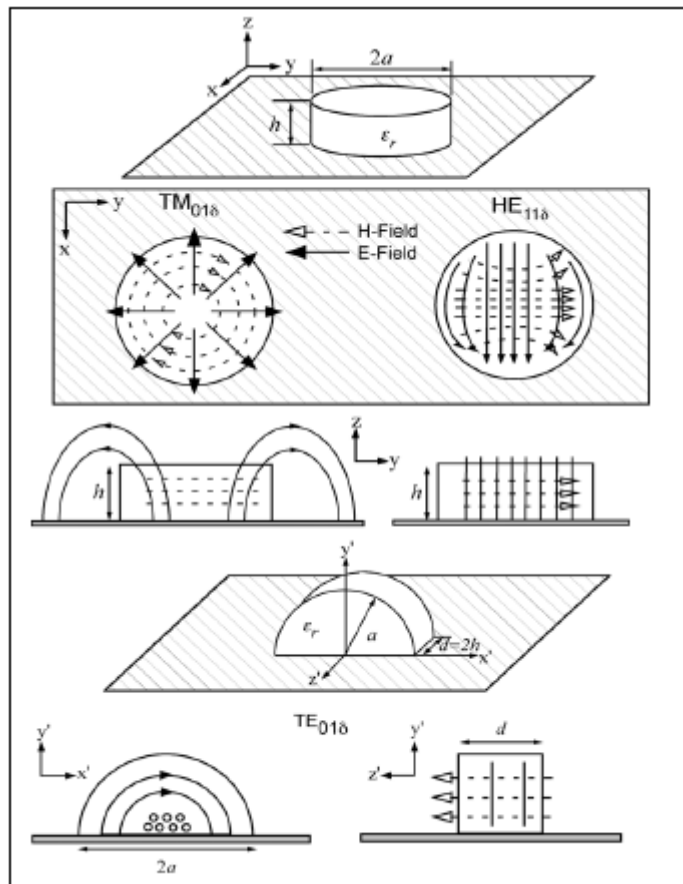


Figura 2.5 - Esboço das configurações do campo de uma ARD cilíndrica.

Fonte: [PETOSA, 2007]

2.5.2 Formas de excitação da ARD cilíndrica

A seleção da excitação é fundamental para determinar quais modos são excitados. Elas são responsáveis por determinar as características de impedância de entrada, fator Q e modos de radiação [PETOSA, 2007].

As ARDs têm a capacidade de obter diferentes padrões de radiação através de diferentes modos de excitação com diversos mecanismos de alimentação [RAJPUT et al., 2011]. Os modos de excitação mais conhecidos são: abertura, microlinha, sonda coaxial, coplanar, dentre outras. Os três tipos de excitação mais utilizados para o acoplamento de energia em uma ARD podem ser vistos na Figura 2.6.

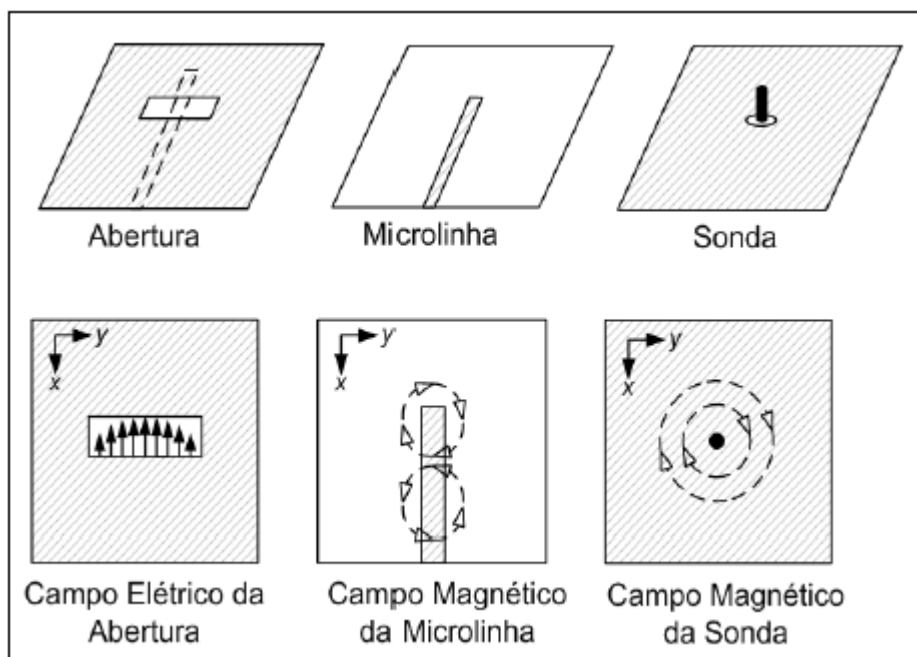


Figura 2.6. Tipos de excitação mais utilizados e seus respectivos campos.

Fonte: [adaptado de PETOSA, 2007].

A excitação do tipo abertura é aplicável em qualquer forma de ARD. Este mecanismo de acoplamento tem a vantagem de ter a rede de alimentação localizada abaixo do plano de terra, evitando assim, a radiação indesejada [LUK; LEUNG, 2003].

ARDs que exigem ampla largura de banda necessitam de permissividade com valores menores, sendo geralmente bastante reduzido o seu acoplamento. Assim, a fim de ter uma eficiência de radiação aceitável, um conjunto de ARDs é necessário. Linhas microfita podem ser usadas como uma alimentação em série para um conjunto linear de ARDs, desde que um número suficiente de elementos seja usado [PETOSA, 2007].

Na excitação com sonda coaxial, a sonda pode estar localizada ao lado da ARD ou pode ficar embutida dentro dela. As sondas são úteis em frequências mais baixas, onde o acoplamento de abertura não pode ser usado, pois seria necessária uma grande abertura de tamanho [LUK; LEUNG, 2003, PETOSA, 2007].

Diferentes modos de ressonância podem ser excitados, como ilustrado na Figura 2.7, isto irá depender da posição da sonda. Se o excitador for colocado no centro (embutido) da ARD, o modo $TM_{01\delta}$ será excitado. Agora, se for colocado lateralmente, ocorrerá à

excitação do modo $HE_{11\delta}$. Esta última é bastante utilizada, pois evita que a ARD seja perfurada [PETOSA, 2007].

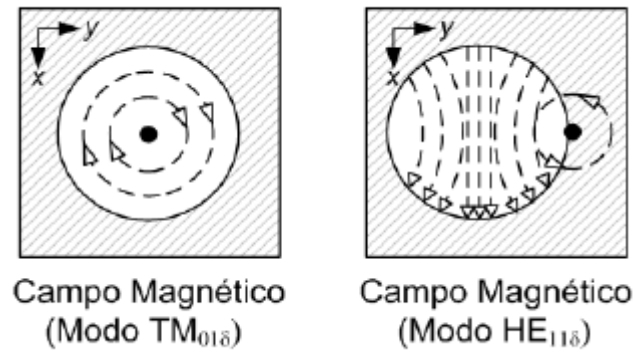


Figura 2.7. Excitação de uma ARD cilíndrica através de sonda.

Fonte: [adaptado de PETOSA, 2007].

Para fazer o acoplamento da ARD com o uso de uma sonda coaxial, basta colocá-la em diferentes posições até se obter uma boa resposta. Contudo, deve-se ter cuidado com a existência de gaps de ar entre a sonda e a ARD, o que varia a permissividade efetiva da ARD, o que pode modificar bastante as características de operação da ARD [LUK; LEUNG, 2003].

2.5.3 Frequências de ressonância e fator Q de radiação dos modos fundamentais

O modelo de cavidade ressonante pode ser utilizado para realizar uma análise simples de uma ARD cilíndrica, onde neste modelo, a ARD é considerada uniforme, com superfícies condutoras magnéticas perfeitas e com a sonda de alimentação temporariamente ignorada. Desta forma, uma solução aproximada para os campos dentro da ARD pode ser obtida e, consequentemente uma boa aproximação para determinação da frequência de ressonância e do fator Q [LUK; LEUNG, 2003; PETOSA, 2007].

Uma ARD cilíndrica com raio a e altura h pode ser vista na Figura 2.8. Esta geometria permite a propagação de três tipos de modos: $TE_{01\delta}$ e $TM_{01\delta}$ (em relação à z), e o modo $HE_{11\delta}$ (dependente de ϕ) [PETOSA, 2007].

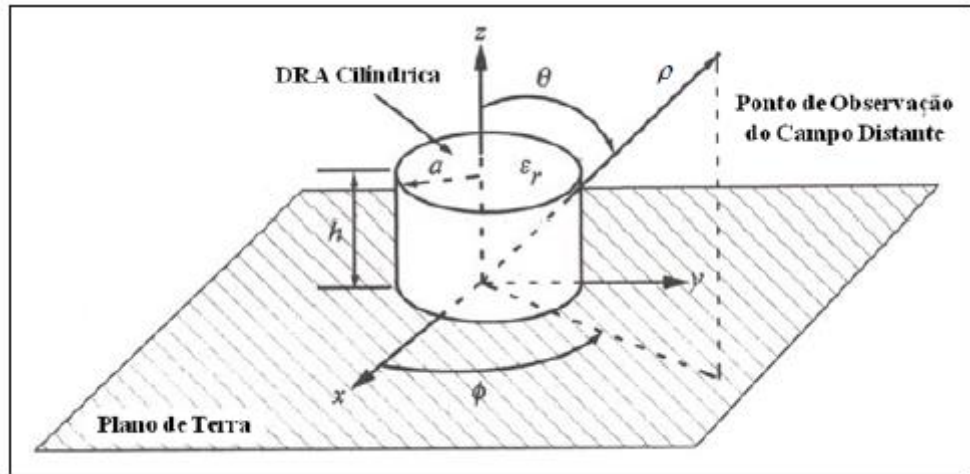


Figura 2.8. Geometria de uma DRA cilíndrica.

Fonte: [PETOSA, 2007].

A frequência de ressonância e o fator Q para os primeiros modos do ressoador cilíndrico são dados através das Equações (2.11) a (2.16) [PETOSA, 2007]:

$$f_{TE_{01\delta}} = \frac{2,327c}{2\pi a\sqrt{\epsilon_r + 1}} \left[1 + 0,2123\left(\frac{a}{h}\right) - 0,008982\left(\frac{a}{h}\right)^2 \right] \quad (2.11)$$

$$f_{HE_{11\delta}} = \frac{6,324c}{2\pi a\sqrt{\epsilon_r + 2}} \left[0,27 + 0,36\left(\frac{a}{h}\right) - 0,02\left(\frac{a}{2h}\right)^2 \right] \quad (2.12)$$

$$f_{TM_{11\delta}} = \frac{c}{2\pi a\sqrt{\epsilon_r + 2}} \left[\sqrt{(3,83)^2 + \left(\frac{\pi a}{2h}\right)^2} \right] \quad (2.13)$$

$$Q_{TE_{01\delta}} = 0,078192\epsilon_r^{1,27} \left[1 + 17,31\left(\frac{h}{a}\right) - 21,57\left(\frac{h}{a}\right)^2 + 10,86\left(\frac{h}{a}\right)^3 - 1,98\left(\frac{h}{a}\right)^4 \right] \quad (2.14)$$

$$Q_{HE_{11\delta}} = 0,01007\epsilon_r^{1,3} \frac{a}{h} \left[1 + 100e^{-2,05} \left[\frac{a}{2h} - \frac{1}{80}\left(\frac{a}{h}\right)^2 \right] \right] \quad (2.15)$$

$$Q_{TM_{11\delta}} = 0,008721 \epsilon_r^{0,888413} e^{0,0397475 \epsilon_r} \left[1 - \left(0,3 - 0,2 \frac{a}{h} \right) \left(\frac{38 - \epsilon_r}{28} \right) \right] \times \left[9,498186 \frac{a}{h} + 2058,33 \left(\frac{a}{h} \right)^{4,322261} e^{-3,50099 \left(\frac{a}{h} \right)} \right] \quad (2.16)$$

Em aplicações práticas, o modo que tem a frequência de ressonância mais baixa é o que interessa, denominado modo fundamental ou dominante [LONG; MACALLISTER; SHEN, 1983; LUK, LEUNG, 2003]. Para valores extremos de a/h , como por exemplo, a/h 1, as equações para o fator Q se tornam menos precisas [PETOSA, 2007].

2.5.4 Configuração da Antena Ressoradora Dielétrica

A configuração para análise de uma antena ressoadora dielétrica pode ser vista na Figura 2.9, onde uma sonda de alimentação (sonda coaxial) é dirigida através de um plano de terra em um cilindro dielétrico. O ressoador é colocado sobre um plano de terra feito de cobre com dimensões iguais a 35,5 cm x 30 cm x 2,14 mm. Este é excitado por um cabo coaxial com comprimento (L) de 9 mm. A sonda é ligada ao plano de terra através de um conector SMA. A DRA possui raio a , altura h e permissividade relativa ϵ_r . Onde o alimentador está localizado ao longo do eixo z , no centro dos planos x e y com $\phi = 0$.

Esta configuração da DRA cilíndrica opera no modo $HE_{11\delta}$. Os parâmetros experimentais de impedância e perda de retorno são adquiridos para cada amostra. A perda de retorno é definida como [ALMEIDA et al., 2008; SANTOS et al., 2008; PEREIRA et al., 2010]:

$$S_{11} = \frac{z-1}{z+1} \quad (2.17)$$

Onde $z = Z/R_c$, sendo Z a impedância de entrada e R_c é a impedância característica da sonda. A Equação (2.17) mostra claramente que S_{11} depende da R_c , por exemplo, ao usar um alimentador com uma $R_c = 50$, a transmissão de energia para a antena é elevada ($S_{11} \neq 0$) na frequência ressonante da DRA.

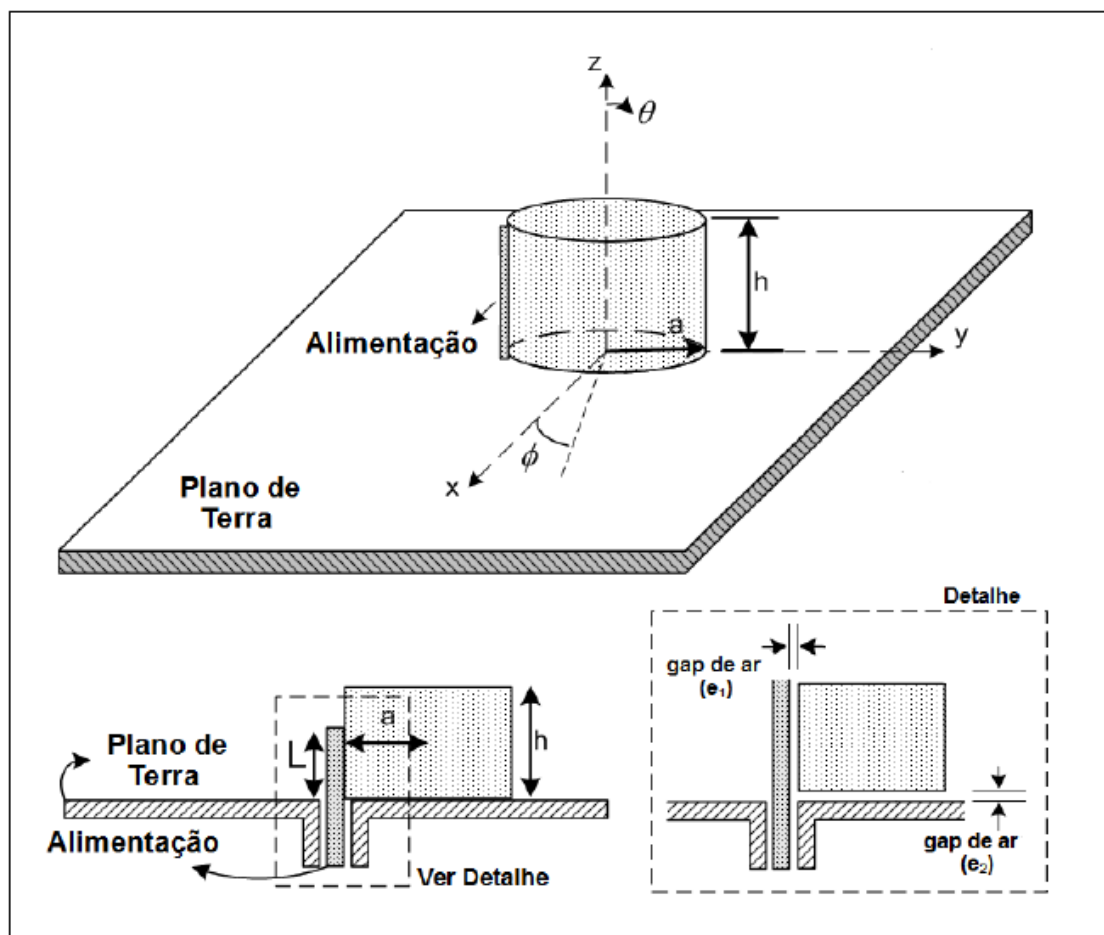


Figura 2.9- Sistema para análise da amostra como uma ARD.

Fonte: [adaptado de PETOSA, 2007].

Os valores de perda de retorno são importantes, pois indicam a razão do quanto de energia fornecida para o ressoador é devolvida para o analisador de rede. Por exemplo, quando os valores de perda de retorno estão próximos de 0 dB indicam que toda energia é devolvida a fonte. No entanto, a energia não é retornada pela DRA à medida que o valor vai diminuindo.

O valor de frequência em que a perda de retorno é mínima é denominado frequência de ressonância do ressoador na antena (f_0), que pode ser visualizada na Figura 2.10.

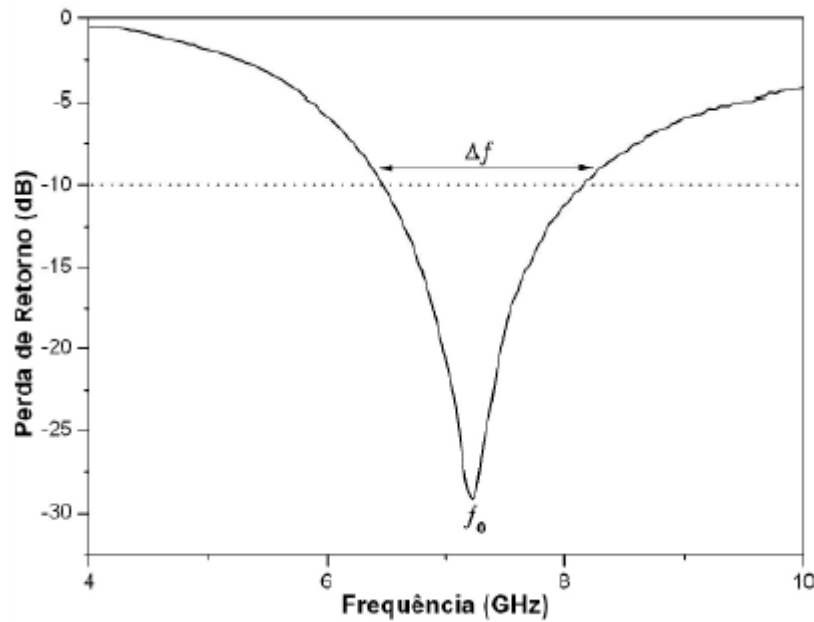


Figura 2.10 – Perda de retorno em função da frequência para uma DRA genérica.

Fonte: [adaptado de PETOSA, 2007].

A largura de banda da ARD foi relacionada com o fator de qualidade Q através da equação:

$$BW = \frac{\Delta f}{f_0} = \frac{s-1}{\sqrt{sQ}} \quad (2.18)$$

em que, Δf é a variação da frequência em -10 dB e s é o VSWR desejado na entrada da ARD.

A frequência de ressonância do ressoador na antena ($f_r = f_0$) é o valor de frequência em que a perda de retorno foi mínima. Os valores de perda de retorno indicam a razão do quanto de energia fornecida para o ressoador é devolvida ao analisador de rede. Valores de perda de retorno próximos de 0 (zero) dB indicam que toda energia é devolvida à fonte [BALANIS, 2009; KAJFEZ; GUILLON, 1986; LUCK; LEUNG, 2003].

CAPÍTULO 3

3 Materiais Cerâmicos e Métodos

Este capítulo trata de aspectos relativos ao processamento cerâmico, tais como preparação do pó (mistura e moagem), conformação, sinterização e qualidade dos materiais cerâmicos.

3.1 Processamento Cerâmico

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

A fabricação de uma cerâmica tem como objetivos a produção de um material com propriedades específicas; com forma desejada e tamanho dentro das tolerâncias dimensionais especificadas e que seja um componente requerido a um custo acessível.

As propriedades do material são basicamente controladas pela composição, mas podem ser afetadas pelo tamanho de grão e porosidade da cerâmica sinterizada, bem como pelo método de fabricação. Desta forma, as etapas chave para fabricação de cerâmicas são a calcinação e sinterização, que estão algumas vezes combinadas [MOULSON; HERBERT, 2003].

A reação do estado sólido, ou mistura de óxidos, é um método que tem sido muito empregado no preparo de cerâmicas. Nesta reação é feita a mistura dos materiais, geralmente óxidos metálicos ou carbonatos, e depois a moagem dos mesmos. Após a cominuição (trituração do pó), a mistura moída dos pós segue para o processo de calcinação [SEGAL, 1989; SMALLMAN, 1999; RAHAMAN, 2003].

3.1.1 Preparação do pó: Mistura e Moagem

Para a preparação do pó, mistura e moagem, inicialmente é efetuada a pesagem do material, em seguida realiza-se a mistura. Após a mistura ser homogeneizada ela é colocada dentro de reatores contendo esferas (zircônia, alumina, etc.) de modo que o pó seja moído. Na moagem ocorre a eliminação de agregados e/ou redução do tamanho da partícula. Além do que, ela diminui a energia de ativação, contribuindo para que a energia exigida na reação

completa da mistura dos pós na etapa de calcinação seja menor [MOULSON; HERBERT, 2003; RAHAMAN, 2003].

Os modelos Pulverisette da fabricante Fritsch GmbH (Alemanha) são um dos moinhos mais conhecidos. O termo moinhos planetários possuem essa denominação em virtude dos movimentos de rotação e translação dos recipientes de moagem, semelhantes aos de um sistema planetário. O recipiente de moagem é arranjado e montado sobre um disco suporte móvel, fazendo com que gire em torno de seu próprio eixo. A força centrífuga produzida pelo recipiente girando em torno de seu próprio eixo aliada à força gerada pela rotação do disco suporte atuam nas esferas e no pó contido no recipiente. Como o recipiente e o disco suporte giram em sentidos opostos, as forças centrífugas atuam alternadamente em direções opostas, fazendo as esferas se chocarem alternadamente entre as extremidades dos recipientes e causando o efeito de impacto no pó [SURYANARAYANA, 2001].

3.1.2 Conformação do Pó

Na metalurgia do pó a forma mais utilizada na conformação é prensagem uniaxial, devido a sua simplicidade, possibilidade de automação, o que pode resultar na produção em larga escala. Nessa forma é utilizada uma prensa e um molde, denominado matriz, sendo a matriz composta por uma cavidade e um pistão. Ambos possuem formas apropriadas, relacionadas à forma da peça. O pó é colocado dentro do molde e o pistão é pressionado, pela prensa, contra o pó. Depois que a pressão é retirada, a peça é removida da cavidade na forma desejada [THÜMLER, 1993; CALLISTER, 2010; RETHWISCH, 2010].

Para a conformação do pó, é comum a utilização de um fluido orgânico como aglutinante, como exemplo temos a glicerina e o PVA (álcool polivinílico). A finalidade do ligante é umedecer a peça (o pellet) para dar resistência durante o manuseio nas etapas de prensagem e sinterização. Para ser utilizado um ligante deve atender alguns requisitos, dentre estes é que o mesmo seja eliminado durante o processo de sinterização sem causar nenhum dano à peça [MOULSON; HERBERT, 2003; RICE, 2003].

3.1.3 Sinterização

Sinterização é uma técnica de processamento utilizada para produzir materiais com densidade controlada e componentes de metal e/ou pós-cerâmicos através da aplicação de energia térmica [KANG, 2005].

Durante o processo de sinterização, a peça formada experimenta uma redução da porosidade e uma melhoria na sua integridade mecânica. Estas mudanças ocorrem através da coalescência das partículas do pó em uma massa mais densa.

Durante o estágio inicial de sinterização, pescoços se formam ao longo das regiões de contato entre as partículas adjacentes, além disso, é formado um contorno de grão dentro de cada pescoço, e todos os interstícios entre as partículas tornam-se um poro. Com o avanço da sinterização, os poros se tornam menores e mais esféricos [CALLISTER, 2010; RETHWISCH, 2010].

Após a sinterização a peça está mais densificada, homogênea e com menor quantidade de poros [LALENA, 2005]. A microestrutura do material de um corpo cerâmico é um fator determinante das propriedades físicas, químicas, elétrica, óticas, magnéticas e mecânicas, e ela depende das condições de sinterização [FREITAS, 2005].

3.1.4 Qualidade final dos materiais Cerâmicos

Existe uma grande necessidade de que as peças sinterizadas tenham um acabamento, geralmente os procedimentos utilizados são o polimento ou metalização. É natural que as peças sofram um desgaste durante a prensagem e variações de contração durante a sinterização, colaborando para uma oscilação de 1 a 2% das dimensões das peças que saem do forno. A diminuição das dimensões para as condições adequadas para a análise é feita com o uso de polimento abrasivo, como por exemplo: a utilização de lixas de carboneto de silício, uma vez que em algumas técnicas experimentais uma determinada relação altura/diâmetro é requerida para que as propriedades dielétricas do material sejam obtidas [MOULSON; HERBERT, 2003].

A metalização pode ser necessária a fim de proporcionar um contato elétrico de uma peça metálica a uma cerâmica. Os metais em contato com a cerâmica condutora ou semicondutora devem ser escolhidos de forma que eles não introduzam barreiras indesejáveis ao movimento de portadores de corrente [MOULSON; HERBERT, 2003].

CAPÍTULO 4

4 Análise em Microondas e RF

Neste capítulo são apresentados aspectos correspondentes as medidas de micro-ondas, ao coeficiente de temperatura de frequência ressonante, medidas de radiofrequência em temperatura ambiente e com variação de temperatura, assim como do coeficiente de temperatura da capacitância e a simulação computacional.

4.1 Medidas de Microondas

Em 1960 os pesquisadores B. W. Hakki e P. D. Coleman [HAKKI, B. W., C. P. D., 1960] desenvolveram uma metodologia para medir as propriedades dielétricas de um material na região de micro-ondas, baseados no conceito de ressoadores. A ideia consistia na utilização de um ressonador dielétrico em formato cilíndrico com duas placas condutoras nas faces superior e inferior do cilindro. Para enviar um sinal de RF para duas sondas localizadas próximas à amostra e em posições opostas entre si foi utilizado um analisador de rede. Na Figura 4.1 pode ser visto um esquema do sistema de medição da amostra.

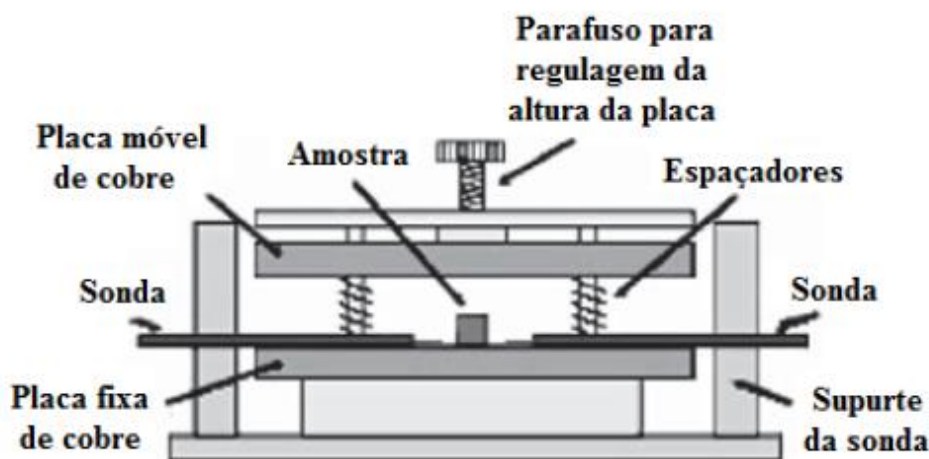


Figura 4.1 - Esquema do sistema de medição da amostra.

Fonte: [adaptado de SEBASTIAN, 2008].

O modelo teórico para esta configuração assume que as duas placas paralelas são infinitamente largas. Esta configuração permite a propagação de vários modos TE, TM, EH e HE, porém o modo TE_{011} é amplamente usado na caracterização das propriedades dos

materiais, já que as propriedades ressoantes deste modo permanecem inalteradas caso haja gaps de ar entre o dielétrico e as placas condutoras [CHEN; ONG; NEO; VARADAN; VARADAN, 2004]. O efeito dos gaps de ar entre o dielétrico e as placas condutoras torna-se insignificante uma vez que os campos elétricos tendem a zero com o este modo. Os campos fora do dielétrico decaem muito rapidamente e, portanto, a utilização de placas de condução de dimensões finitas ainda fornece uma boa aproximação para o modelo teórico [COURTNEY, 1970].

4.2 Coeficiente de Temperatura da Frequência Ressonante

A estabilidade térmica de um ressonador ou ARD pode ser identificada por um parâmetro denominado coeficiente de temperatura da frequência ressonante (τ_f). Por este parâmetro pode-se identificar o quanto a frequência de ressonância varia com a mudança de temperatura. Quando mais próximo o possível de zero o τ_f pode melhorar o rendimento de dispositivos eletrônicos, tais como os ressoadores de microondas [SEBASTIAN, 2008; REANEY; IDDLES, 2006; FERNANDES, 2012].

Uma pequena variação de temperatura do material pode gerar um τ_f com grande módulo, causando uma grande variação da frequência ressonante da ARD. Assim, esta variação pode causar uma modificação no comportamento da antena, e conseqüentemente fazer com que as características do projeto da antena como largura de banda de impedância (BW) e frequência de operação (f_{op}) sejam alteradas. Deste modo, uma antena projetada com um material caracterizado a 30°C pode não possuir a mesma eficiência de uma projetada a 20°C [COSTA, 2007; FERNANDES, 2012]. Com as mudanças na temperatura de operação é bem difícil manter a frequência de ressonância, um material com um τ_f grande não é útil em um circuito de micro-ondas, portanto, o valor de τ_f deve ser próximo de zero para a estabilidade térmica do dispositivo. Os valores de τ_f das amostras estão relacionados principalmente com a composição do material e com o composto indesejado, se houver, como por exemplo, fases secundárias em um material cerâmico. A partir da medida resultante da frequência de ressonância em relação à temperatura, é possível obter o valor do coeficiente de temperatura da frequência de ressonância (τ_f) [RAJPUT, 2011; FERNANDES, 2012]. O coeficiente de temperatura da frequência de ressonância (τ_f) pode ser calculado pela equação (4.1) [SEBASTIAN, 2008; SILVA, 2012]:

$$\tau_f = \frac{1}{f_i} \cdot \frac{\Delta f}{\Delta T} \cdot 10^6 \quad (4.1)$$

onde:

Δf = variação da frequência ressonante (GHz);

ΔT = variação de temperatura;

f_i = frequência inicial

Por apresentarem certas limitações o método de Courtney e/ou método não perturbativo da cavidade, se mostram impossibilitadas na medição do τ_f , quando as amostras possuem valores de tangente de perda dielétrica na ordem de 1×10^{-2} , devido a difícil identificação do modo TE_{011} , uma vez que a largura de banda é larga e com isso ocorre a deformação do modo TE_{011} [CHEN; ONG; NEO; VARADAN; VARADAN, 2004; FERNANDES, 2012].

Na Figura 4.2 temos a ilustração de um sistema com forno acoplado semelhante ao que foi utilizado para realizar as medidas τ_f , nesse método a amostra deve atuar como uma antena ressoadora dielétrica (ARD). Esse sistema apresentado na Figura 4.2 consiste de uma placa metálica para servir de plano de terra para a ARD e uma sonda de alimentação. A utilização do forno acoplado para fazer o aquecimento da ARD, tem o intuito de possibilitar o acompanhamento do deslocamento da frequência do modo $HE_{11\delta}$ com o aumento da temperatura e devido a medida da ARD ser feita no espaço livre [COSTA, 2007; FERNANDES, 2012].

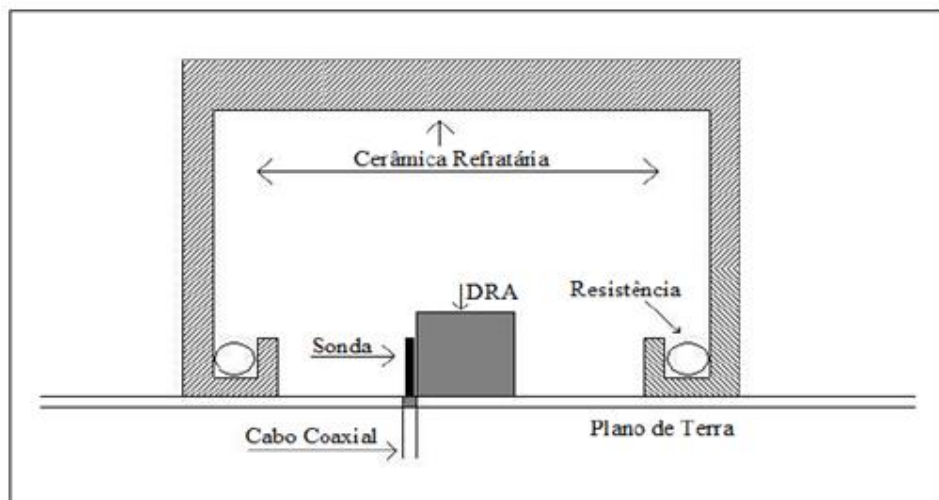


Figura 4.2 - Sistema de medição do τ_f com forno acoplado.

Fonte: [SILVA, 2013]

4.3 Medidas de Radiofrequência (RF)

4.3.1 RF a Temperatura Ambiente

As amostras utilizadas no processo de caracterização dielétrica em baixa frequência foram conformadas como discos (capacitores de placas planas e paralelas), com diâmetros e espessuras em torno de 15 mm e 2 mm, e tiveram suas superfícies cobertas por tinta condutora. As medidas foram realizadas em um Impedancímetro Agilent 4294A (40 Hz – 110 MHz), interligado a um microcomputador (PC), via cabo GPIB (General Purpose Interface Bus).

A capacitância e a tangente de perda dielétrica foram medidas simultaneamente para o estudo das propriedades dielétricas, onde na capacitância foi considerado o modelo de um circuito equivalente RC paralelo. O calculado do valor da permissividade relativa foi realizado a partir da capacitância medida e do fator geométrico da amostra, que neste caso são a razão entre a área do eletrodo, ou seja, faces do disco cerâmico e a sua espessura. Após a sua normalização pela permissividade do vácuo, é obtida a permissividade relativa, sendo que foram desprezados os efeitos de distorção do campo elétrico nas bordas das peças. As medidas foram realizadas na faixa de operação do equipamento no intervalo que se estende desde 40 Hz a 110 MHz.

4.3.2 RF com variação de Temperatura

A caracterização elétrica com variação de temperatura foi realizada em um Impedancímetro da marca Solartron SI1260, que estava conectado a um forno para variações de temperaturas de 30° a 350 °C, e interligado a um microcomputador (PC), via cabo GPIB. Para operação do Impedancímetro e aquisição de dados foi utilizado o programa Impedbeta, da Solartron. As medidas foram feitas na faixa de intervalo que se estende de 1 Hz a 1 MHz, cuja variação de temperatura foi de 30°C a 350°C para todas as amostras.

Através da análise dos dados obtidos para as amostras medidas com variação de temperatura, foi possível obter os valores de energia de ativação a partir da construção do gráfico de Arrhenius para cada amostra, sendo utilizada a seguinte equação [ATKINS; PAULA, 2008]:

$$A = A_0 \exp \left[\frac{-E_a}{kT} \right] \quad (4.2)$$

Onde:

A_0 = fator pré-exponencial;

E_a = energia de ativação (eV);

k = constante de Boltzmann (eV/K);

T = temperatura em Kelvin (K).

Os valores de energia de ativação, para cada amostra, foram obtidos tanto em função da frequência máxima do módulo imaginário ($f_{\max}$) quanto pela condutividade AC (σ_{ac}), onde foi necessário fazer somente a substituição do termo A por σ ou $f_{\max}$.

4.3.3 Coeficiente de Temperatura da Capacitância (TCC)

O Coeficiente de temperatura da capacitância (TCC) é essencial para verificar uma provável aplicação do material em rádio frequência, pois a partir dele podemos verificar a estabilidade térmica do material com a variação de temperatura, onde os valores ideais são os próximos de zero [MOULSON; HERBERT, 2003].

A expressão para cálculo do coeficiente de variação da capacitância com a temperatura pode ser vista em (4.3)

$$TCC = \frac{(C_{T2} - C_{T1})}{C_{T1}(T_2 - T_1)} \times 10^{-6} \quad (4.3)$$

onde:

C_{T1} = capacitância medida na temperatura T_1 (28°C)

C_{T2} = capacitância medida na temperatura T_2 (100°C).

As medidas das amostras com variação de temperatura foram inicialmente medidas entre valores de 28°C a 100°C, para que fosse possível determinar o TCC de cada uma das amostras.

4.4 Simulação computacional

A validação numérica dos resultados experimentais é efetuada com o auxílio do Software HFSS (Ansoft's High Frequency Structure Simulator) desenvolvido pela ANSYS, Inc.. Este programa permite estimar parâmetros importantes, como por exemplo, diagramas de radiação, ganho, diretividade, dentre outros [BALANIS, 2009].

Através do programa HFSS pode ser feito o cálculo dos parâmetros S de estruturas passivas e a distribuição tridimensional dos campos dentro das estruturas. Os parâmetros S são relações entre ondas que entram e saem nos portos do dispositivo a ser caracterizado. O S_{11} é o coeficiente de reflexão de entrada, também conhecido como perda de retorno. O S_{12} é o coeficiente de transmissão, O S_{21} é o coeficiente de transmissão inverso e o S_{22} é o coeficiente de reflexão da saída.

O HFSS utiliza como base os métodos de elementos finitos (MEF). Este divide os objetos presentes no modelo em um grande número de pequenas regiões (elementos). Através do HFSS é possível estimar parâmetros importantes da antena, como diagramas de radiação, diretividade, ganho, dentre outros [ALMEIDA, 2011].

Para simulação no programa HFSS, além da medida de monopólo, são necessários os dados da permissividade relativa e da tangente de perda dielétrica que são obtidos através do método de Hakki – Coleman, bem como a geometria da amostra (raio e altura). Após a inserção desses dados no programa, inicia-se a variação dos valores dos gaps de ar, tentando achar a melhor combinação que se aproxime dos dados experimentais. Os gaps de ar são: vertical (e_1) e horizontal (e_2) [COSTA, 2007; FECHINE, 2007; FERNANDES, 2012].

CAPÍTULO 5

5 Materiais e Métodos

Neste Capítulo são apresentados os procedimentos experimentais realizados no desenvolvimento deste trabalho. São descritos os materiais, os equipamentos e os métodos empregados para o processamento dos materiais cerâmicos estudados, bem como a metodologia de preparação das amostras para cada tipo de medição, e as respectivas técnicas de medição empregadas para caracterização e simulação das amostras produzidas.

5.1 Materiais e Equipamentos

Para a composição das cerâmicas foram utilizados a Alumina (Al_2O_3 – Aldrich 99,99%) e o Óxido de Nióbio (Nb_2O_5 – Aldrich 99,99%).

Os materiais, programas e equipamentos utilizados neste trabalho são listados abaixo, e são:

- Balança digital com precisão de 0,1 mg;
- Reatores para moagem;
- Esferas de zircônia;
- Moinho planetário de bolas de alta energia;
- Cadinho, almofariz e pistilo de porcelana;
- Ligante orgânico PVA (álcool polivinílico);
- Prensa hidráulica;
- Fornos resistivos;
- Lixas de carboneto de silício para acabamento final das amostras;
- Impedancímetros: Solartron 1260 e Agilent 4294A (40 Hz – 110 MHz);
- Analisadores de Rede: PNA N5230A (10 MHz – 20 GHz) e PNA 8719ET (50 MHz – 13 GHz);
- *DBWSTool2.3.exe* e o ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*);
- Programa HFSS (*High Frequency Structure Simulator*).

5.2 Metodologia

O Fluxograma de etapas do procedimento experimental para produção, caracterização e verificação do desempenho do material dielétrico e aplicação em RF, MW e ARD pode ser observado na Figura 5.1

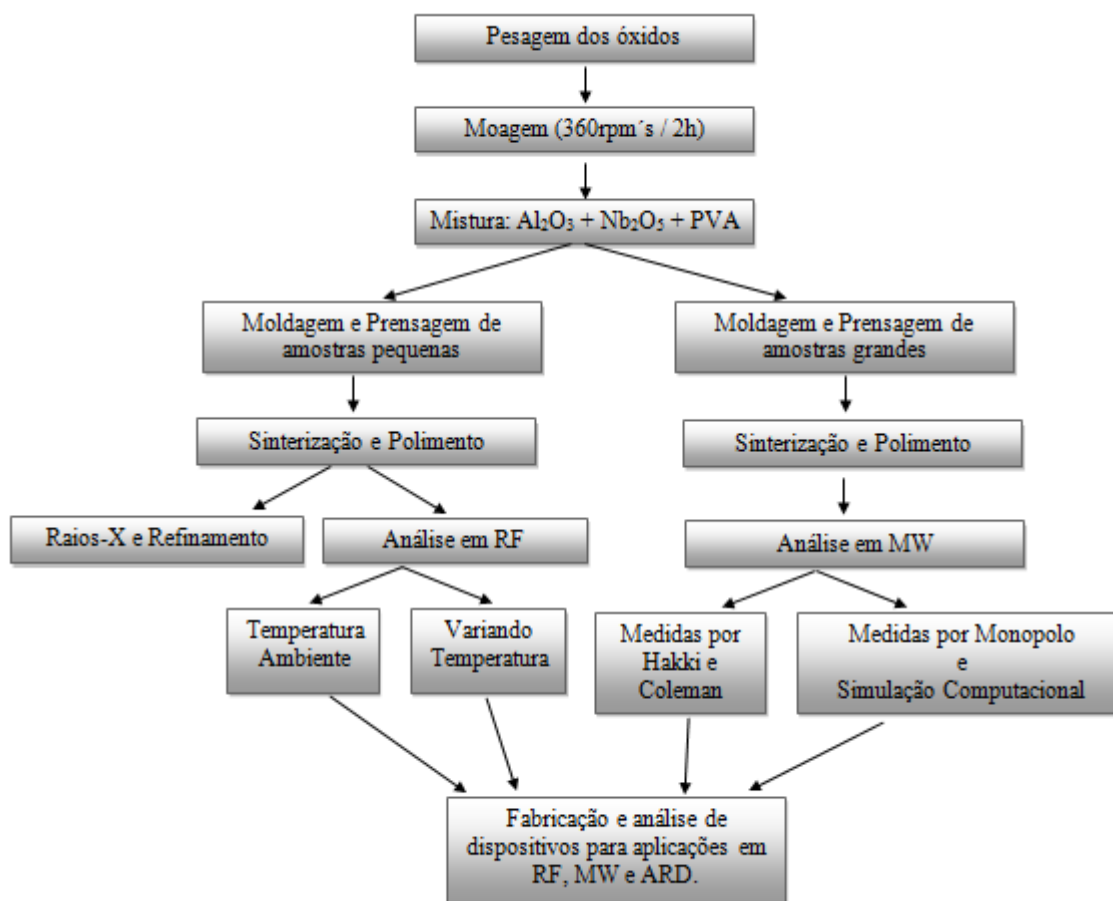


Figura 5.1 – Fluxograma das etapas utilizadas na metodologia experimental do trabalho.

Fonte: Próprio autor.

O processamento cerâmico deste trabalho envolveu basicamente a seleção e homogeneização dos reagentes: Óxido de Nióbio (Nb_2O_5) e Alumina (Al_2O_3). As amostras foram preparadas por mistura de óxido de alumínio com óxido de nióbio nas proporções em peso (2,5; 5,0; 7,5 e 10%).

A homogeneização dos reagentes foi realizada através de maceração e posteriormente efetuada uma moagem.

Um moinho planetário de bolas de alta energia (Fritsch Pulverisette 5), com velocidade de 360 RPM, foi utilizado durante 2 horas para efetuar a moagem mecânica das matérias-primas selecionadas. Esse procedimento resultou na mistura dos reagentes selecionados e na redução de seu tamanho. No moinho, a mistura e homogeneização do material ocorreram dentro de um reator contendo uma quantidade específica de esferas de zircônia. Finalizado o processo de moagem, o pó fino moído foi transferido para cadinhos de porcelana. Posteriormente, foi adicionado o equivalente a 5% peso por peso (p/p) dos produtos ligante orgânico PVA (álcool polivinílico), e assim, foi possível a mistura ser mecanicamente conformada em uma prensa através de compressão uniaxial (220KPa) a frio, para produção das peças cerâmicas cilíndricas. A sinterização das peças deu seguimento ao processo, divididas em amostras padrão com 2,5%; 5,0%; 7,5% e 10% de Nb_2O_5 a 1.350°C durante 5 horas.

Depois da etapa de sinterização foi realizado o polimento das peças através do uso de lixas de carboneto de silício para dar um melhor acabamento às peças confeccionadas.

5.3 Caracterização Estrutural

Para a caracterização estrutural do material desenvolvido foram realizadas as metodologias da análise de Raios-X, Refinamento de Rietveld e Picnometria.

5.3.1 Raios-X

A técnica de difração de Raios-X é baseada no espalhamento de um feixe de raios-X pelos planos dos átomos ou íons que constituem a rede cristalina dos materiais. As posições e intensidades relativas dos picos de Bragg permitem identificar a estrutura, quantificar a(s) fase(s) cristalina(s) presente(s) e a composição [SILVA, 2006; FERNANDES, 2012].

Um difratômetro para amostras policristalinas modelo XPert Pro MPD – Panalytical foi utilizado para obtenção dos perfis de difração de Raios-X das amostras padrões em pó sinterizadas a 1.350°C/5h. Para realização desta etapa foi necessário a utilização de uma pasta de silício para auxiliar na fixação das amostras em pó em uma placa de silício. Com o auxílio de um tubo de Raios-X de radiação $\text{Co-K}\alpha$, operado a 40 kV e 30 mA, os padrões de difração foram recolhidos à temperatura do laboratório (cerca de 21°C), com cinco segundos para cada passo do tempo de contagem ao longo do intervalo angular de 20-80 (2 θ).

5.3.2 Refinamento de Rietveld

Atualmente o método de refinamento de estrutura de maior relevância é o desenvolvido por Rietveld. O método de refinamento de estruturas cristalinas ou método de Rietveld realiza as análises através da difração do pó. O refinamento é efetuado através do método de mínimos quadros, onde um difratograma teórico, calculado pelo programa, realiza a máxima aproximação possível do difratograma experimental, quando isso ocorre, diz-se que os valores obtidos para o conjunto dos parâmetros refinados representam a melhor solução para o refinamento, aproximando-se o máximo possível da estrutura real [MENEZES, 2007; MEDEIROS, 2007; ALMEIDA, 2007; FERNANDES, 2012].

A minimização realizada no método de mínimos quadros é efetuada a partir dos parâmetros de confiabilidade como os fatores de confiança **Rwp**, que é o erro residual dos pesos (weighted residual error), e o fator de qualidade de ajuste **S** (quality factor goodness of fit) [MENEZES, 2007; MEDEIROS, 2007; ALMEIDA, 2007; COSTA, 2007; FERNANDES, 2012].

No decorrer do refinamento também pode ser analisado o parâmetro **Rp**, que é o fator de perfil, ele indica a qualidade dos parâmetros estruturais refinados, enquanto que o **Rwp** é considerado o fator estatisticamente mais significativo entre todos, uma vez que ele reflete de forma melhor o progresso do refinamento, pois nele é usada a técnica de minimização da soma de quadrados [NETTO, 2001; MENEZES, 2007; COSTA, 2007; FERNANDES, 2012].

O parâmetro **S** compara o valor de **Rwp** obtido no refinamento com o esperado **Re**, e assim, um índice **S** igual a 1,0 (um) indica que o refinamento está estatisticamente completo, uma vez que o índice **Rwp** já atingiu o valor esperado. Assim, a cada passo do refinamento o fator **S** tende a um valor próximo de 1. O **Re** é o valor esperado do refinamento adequado, ou seja, o valor estatisticamente esperado para o **Rwp**, que indica através do perfil do padrão o limite mínimo que o refinamento pode atingir, ou seja, o limite mínimo em que o **Rwp** pode atingir [RIETVELD, 1967; MENEZES, 2007; ALMEIDA, 2007]. O **Rwp** é a característica mais importante, pois do ponto de vista matemático, ele minimiza o erro residual [YOUNG, 1995; MENEZES, 2007].

Para a confirmação das fases foram utilizados o programa o DBWSTool2.3.exe e o ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) [YOUNG; LARSON; PAIVA-SANTOS, 2000; FERNANDES, 2012].

5.3.3 Picnometria

A picnometria é um método usado para medida de densidade, também conhecido como método de Arquimedes. Tal procedimento foi utilizado neste trabalho para determinar a densidade das cerâmicas sinterizadas e para comparar suas densificações com os resultados teóricos.

A densidade é dada pela massa dividida pelo volume:

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (5.1)$$

Ao utilizar o princípio de Arquimedes na picnometria tem-se que o volume do sólido é igual ao volume da água deslocada com a adição do sólido.

$$v_s = v'_a \quad (5.2)$$

A massa da água se deslocada será:

$$m'_a = m_a + m_s - m_{p(a+s)} \quad (5.3)$$

E finalmente teremos a equação para o cálculo da densidade da amostra:

$$\rho_s = \frac{m_s \cdot \rho_a}{m_a + (m_s - m_{p(a+s)})} \quad (5.4)$$

onde:

ρ_a = densidade 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 (cm^3);

v_s = volume do sólido(cm^3);

v'_a = volume de água deslocada com adição do sólido no picnômetro (cm^3).

A massa do sólido foi determinada utilizando uma balança analítica de precisão, bem como a massa do picnômetro vazio e do mesmo contendo água destilada e então transferiu-se o sólido para um picnômetro, parcialmente cheio com água destilada, onde foi feita uma nova pesagem [FERNANDES, 2012].

O picnômetro consiste de um pequeno frasco de vidro construído criteriosamente para que contendo um certo volume de fluido permaneça invariável. Na figura 5.2 temos a ilustração de um picnômetro utilizado para a análise das amostras, podemos observar que ele possui uma abertura suficientemente larga e tampa muito bem esmerilhada perfurada na forma de um tubo fino longitudinal.

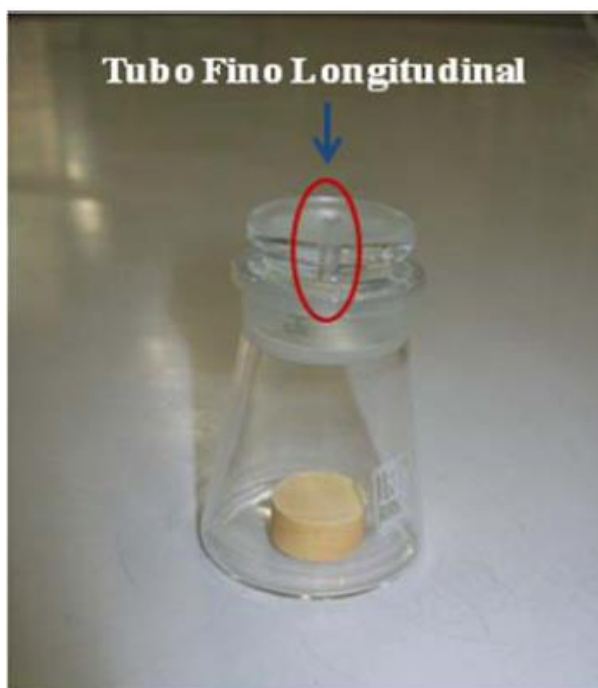


Figura 5.2 - Ilustração do Picnômetro utilizado na análise das amostras

Fonte: [FERNANDES, 2012].

CAPÍTULO 6

6 Resultados e Discussões

Os resultados obtidos durante o desenvolvimento deste trabalho são apresentados neste capítulo. Inicialmente são descritos os resultados da caracterização estrutural, em seguida os pré-resultados de refinamento dos picos de difração de Raios-X são exibidos.

6.1 Amostras produzidas

As amostras foram preparadas inicialmente a partir do pó, em seguida foi efetuada a conformação para obtenção das peças (pellets) com alturas diferentes, visto que, cada análise requer um determinado tipo de amostra. Para as medidas de Raios-X foi separada uma pequena parte das amostras em forma de pó. Foi necessário produzir amostras com tamanhos adequados para realizar as medições das características elétricas e dielétricas em radiofrequência, de micro-ondas, para o τ_f e para a análise da cerâmica como uma antena ressoadora dielétrica. Após o processo de sinterização é possível que tenha ocorrido uma leve contração nas dimensões das peças, o que pode ser esperado devido as características intrínsecas de cada material, tais como: reagentes presentes, densidade e fases obtidas.

6.2 Caracterização Estrutural

De modo geral a uma sequência a ser obedecida para o processamento de materiais cerâmicos, onde temos:

- Seleção e pesagem estequiométrica dos reagentes;
- Homogeneização manual ou por meio de moagem mecânica;
- Conformação do material através de prensagem;
- Sinterização ou queima;
- Por fim, acabamento das peças produzidas.

6.2.1 Raios-X

A difração de raios-X foi uma das metodologias utilizadas para caracterizar estruturalmente os materiais desenvolvidos. Os padrões de difração obtidos foram comparados com um banco de dados, o ICSD - Base de Dados de Estrutura Cristalina Inorgânica (Inorganic Crystal Structure Database).

As identificações das fases cristalinas presentes na cerâmica foram realizadas por análise dos padrões de difração. Os picos de difração mostrados nos diagramas de raios -X são exibidos na Figura 6.1

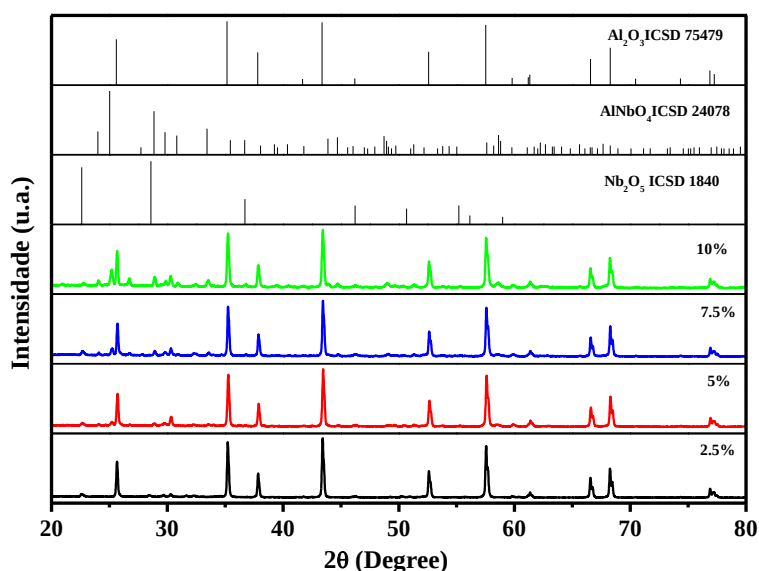


Figura 6.1 - Padrões difratométricos das amostras com o respectivo refinamento Rietveld.

Fonte: Próprio autor.

Para confirmar as fases propostas foi utilizado o refinamento de Rietveld. O refinamento foi realizado com Al_2O_3 (ICSD: 75479), AlNbO_4 (ICSD: 24078) e Nb_2O_5 (ICSD: 1840). Os principais parâmetros observados nesta fase foram os picos de difração de cada estrutura de cristal, os parâmetros R_{WP} , S e D_{Bragg} do refinamento Rietveld para monitorar o refinamento das estruturas propostas. As propostas destes parâmetros devem ser em um intervalo que é aceitável para a resultados de difração de raios-X de amostras policristalinas. Os valores aceitáveis para R_{WP} deve ser inferior a 20%, o parâmetro S deve ter valores que estão no intervalo de 1 a 1,5. O parâmetro D_{Bragg} devem ter valores que estão abaixo de 9% [PASCOAL, C *et al.*, 2002] no entanto, é necessário enfatizar que estes limites podem ser

ultrapassados, tendo em conta as condições experimentais em que os resultados de difração foram obtidos, podem coexistir parâmetros que excedem os valores-limites, com parâmetros que estão dentro dos limites propostos. Na Tabela 6.1, são apresentados os parâmetros que são usados para controlar a qualidade do refinamento, eles demonstram ser bastante consistentes com R_{wp} , ocorre uma valorização no $DBragg$, e o valor de S é próximo aos limites considerados satisfatórios. Além dos parâmetros obtidos por refinamento de Rietveld, pode-se observar outros parâmetros que podem reforçar a análise dos resultados, estes resultados são obtidos por meio de técnicas tais como a densidade do cristal único das estruturas cristalinas refinadas e percentagens de massa molar e se houver a possibilidade de ter duas ou mais estruturas no mesmo processo de refinamento de Rietveld.

Tabela 6.1 – Dados numéricos do refinamento pelo método de Rietveld.

Amostra	R_{wp}	Fases	R_{Bragg}	(%) Em peso	ρ (g.cm⁻³)
Nb 2,5%	11,76	Al ₂ O ₃	5,28	97,1	3,98
		AlNbO ₄	12,65	1,2	4,38
		Nb ₂ O ₅	8,94	1,7	5,24
Nb 5,0%	12,59	Al ₂ O ₃	6,55	94,8	3,98
		AlNbO ₄	10,25	2,6	4,38
		Nb ₂ O ₅	14,86	2,5	5,24
Nb 7,5%	11,83	Al ₂ O ₃	7,21	88,7	3,98
		AlNbO ₄	6,94	4,0	4,38
		Nb ₂ O ₅	9,44	7,3	5,24
Nb 10,0%	12,96	Al ₂ O ₃	5,79	86,8	3,98
		AlNbO ₄	8,03	9,3	4,38
		Nb ₂ O ₅	13,16	3,9	5,24

Fonte: Próprio autor.

6.2.2 Picnometria

O método de Arquimedes ou picnometria foi utilizado para medir o valor da densidade de cada amostra. A densidade teórica dos compósitos é obtida através de uma relação matemática dos valores de densidade dos monocristais das fases utilizadas no refinamento Rietveld. A densidade relativa corresponde a relação entre os valores experimentais e teóricos. Na Tabela 6.2 pode ser visto os valores das densidades para todas as amostras produzidas. Para a densidade aparente o maior valor encontrado foi para a amostra com adição de 10% de Nb_2O_5 ($3,76 \text{ g/cm}^3$) sinterizadas a 1.350°C , enquanto que o menor valor ($3,50 \text{ g/cm}^3$) foi para as amostras com adição de 2,5% de Nb_2O_5 sinterizadas a 1.350°C . Na Tabela 6.2 pode ser visto todos os resultados obtidos da picnometria.

Tabela 6.2 - Resultados da picnometria, densidade dos compósitos de Al_2O_3 com adição de Nb_2O_5 , temos: a densidade aparente, densidade teórica, a densidade relativa e resultados de porosidade.

Amostra	Densidade Aparente	Densidade Teórica	Densidade relativa	Porosidade
Nb 2,5 %	3,50	4,00	0,87	0,11
Nb 5,0%	3,75	4,01	0,93	0,04
Nb 7,5%	3,71	4,07	0,91	0,08
Nb 10,0%	3,76	4,05	0,92	0,03

Fonte: Próprio autor.

Para uma melhor visualização e comparação dos valores encontrados, na figura 6.2, temos os valores das densidades aparentes como uma função da quantidade de Nb_2O_5 adicionado.

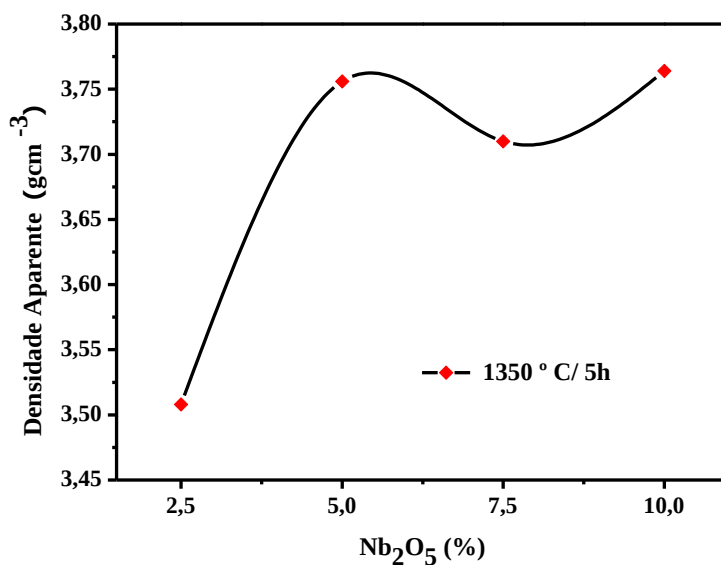


Figura 6.2-Variação da densidade aparente das amostras em função da adição de Nb₂O₅.

(Guia para o Olho)

Fonte: Próprio autor.

Notamos que as amostras seguem um comportamento crescente com a adição de Nb₂O₅, ocorrendo uma pequena queda no valor da densidade da amostra de 7,5% de Nb₂O₅, comparado aos valores das amostras adjacentes 5,0% e 10% de Nb₂O₅.

Fazendo uma comparação dos resultados da picnometria e os resultados da difração de raios-X, observamos que há um grau de consistência entre as densidades apresentadas no refinamento e nas densidades medidas. Para o cálculo da densidade teórica foi utilizada a densidade de monocristal obtido pelo refinamento de Rietveld por fases (Tabela 6.2), com base na equação 6.1 [MOULSON; HERBERT, 2003; CALLISTER, 2008].

$$\rho_{\text{compósito}} = \frac{100}{\frac{\% \text{fase1}}{\rho_{\text{fase1}}} + \frac{\% \text{fase2}}{\rho_{\text{fase2}}} + \dots + \frac{\% \text{fasen}}{\rho_{\text{fasen}}}} \quad (6.1)$$

6.3 Análise em Microondas

O método desenvolvido por Hakki e Coleman (1960), foi utilizado para a análise na região de microondas. As peças medidas obedeceram a proporção 2:1 em suas dimensões. Para ser possível a identificação do modo TE_{011} o valor do diâmetro correspondeu ao dobro da altura [MOULSON; HERBERT, 2003]. A fabricação das peças nessa proporção favorece a identificação do modo TE_{011} , influenciando no fator de qualidade das amostras, contribuindo para que os modos fiquem mais afastados [PETOSA, 2007]. Na Tabela 6.3 são apresentadas as propriedades medidas na região de microondas das amostras.

Tabela 6.3 – Medidas de microondas obtidas pelo método Hakki-Coleman onde ϵ_r é a constante dielétrica, **D** é o diâmetro da amostra, **H** é a altura da amostra, **tg δ** de perda dielétrica e **f_r** é a frequência de ressonância do modo TE_{011} .

Amostra	ϵ_r	D (mm)	H (mm)	tgδ (10⁻³)	f_r (GHz)
Nb 2,5%	9,40	15,01	6,61	5,09	9,75
Nb 5,0%	9,97	14,98	5,95	3,77	10,15
Nb 7,5%	10,39	14,81	6,21	7,14	9,71
Nb 10%	10,13	14,88	6,14	3,66	9,89

Fonte: Próprio autor.

O mesmo comportamento observado na região de radiofrequência foi observado na região de micro-ondas, ou seja, a permissividade dielétrica cresce com o aumento de Nb_2O_5 no compósito, enquanto a perda dielétrica decrescente.

Além dos altos valores de permissividade podemos citar as perdas dielétricas das amostras que estão entre $3,66 \times 10^{-3}$ e $7,14 \times 10^{-3}$. Verifica-se que quanto maior a adição de Nb_2O_5 mais densa e com isso apresenta maiores valores de permissividade.

Nas figuras 6.3. e 6.4 reforçamos o crescimento no valor da permissividade e a diminuição na perda dielétrica da matriz cerâmica Al_2O_3 em função da adição de Nb_2O_5 , percebe-se que quanto maior a adição de Nb_2O_5 menor será a perda dielétrica, com exceção - da amostra com adição de 7,5% de Nb_2O_5 que apresenta uma perda dielétrica maior que as demais (6.3).

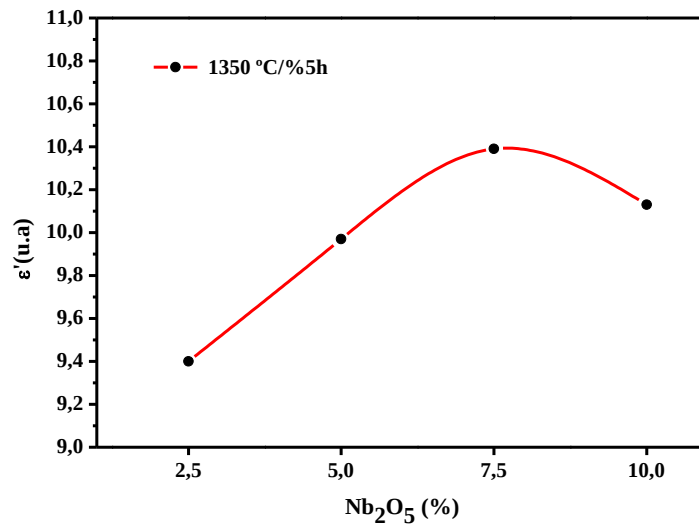


Figura 6.3. - Variação da permissividade relativa da matriz cerâmica Al_2O_3 em função da adição de Nb_2O_5 .

(Guia para o Olho)

Fonte: Próprio autor.

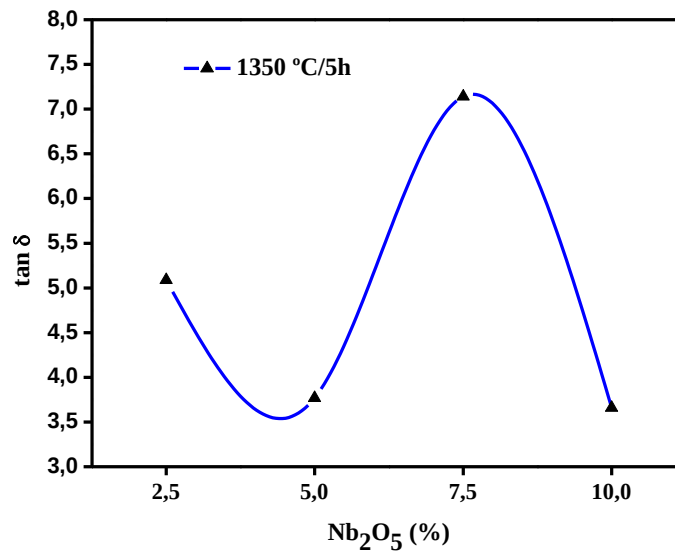


Figura 6.4 - Variação da perda dielétrica da matriz cerâmica Al_2O_3 em função da adição de Nb_2O_5 .

(Guia para o Olho)

Fonte: Próprio autor.

6.4 Coeficiente de temperatura da frequência ressonante (τ_f)

Os valores obtidos do τ_f podem ser vistos na Tabela 6.4, podemos notar que todos os valores são negativos e relativamente baixos, sendo que o valor da amostra com adição de 2,5 % de óxido de nióbio apresentou o valor mais próximo de zero (-32,59 ppm.°C⁻¹), isto revela que o material apresenta boa estabilidade térmica.

Tabela 6.4 – Valores de τ_f obtidos para todas as amostras com adição de Nb₂O₅.

Amostras	τ_f (ppm.°C⁻¹)
Nb 2,5%	-32,59
Nb 5,0%	- 47,54
Nb 7,5%	- 61,30
Nb 10%	-75,88

Fonte: Próprio autor.

Normalmente, na literatura é apresentado para alumina pura um τ_f em torno de ($\sim$ - 60 ppm.C⁻¹), e podem variar em função do processo de sinterização. Os resultados para as amostras em geral mostraram um comportamento satisfatório. Na figura 6.5 podemos analisar os resultados para todas as amostras.

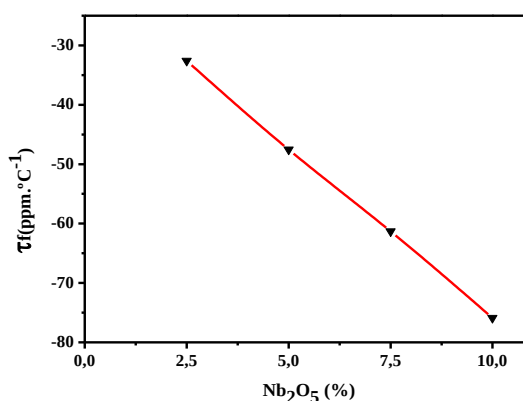


Figura 6.5 - Valores de τ_f em função da adição de Nb₂O₅.

(Guia para o Olho)

Fonte: Próprio autor.

6.5 Medidas experimentais e simulação computacional das Antenas Ressonadoras Dielétricas (ARDs)

Os resultados do experimento com a antena monopólo e a respectiva simulação computacional com o auxílio do software HFSS são apresentados neste tópico.

As medidas das perdas de retorno em função da frequência e a impedância de entrada, em torno do primeiro modo $HE_{11\delta}$ foram obtidas através de um analisador de rede HP8716ET.

O ressonador dielétrico fabricado foi testado como ARD, para este experimento, os compósitos fabricados com adição de Nb_2O_5 (2,5% a 10%) foram colocados sobre um plano de terra e excitados por uma sonda coaxial. Nessas condições o ensaio da amostra funciona no modo $HE_{11\delta}$. Na primeira análise constatou-se que todas as ARD testados apresentaram perda de retorno abaixo de -10 dB. Na Figura 6.6 observamos que todas as ARD apresentam perda de retorno menor do que -20 dB (Ver Tabela 6.5), confirmando sua utilização como antena.

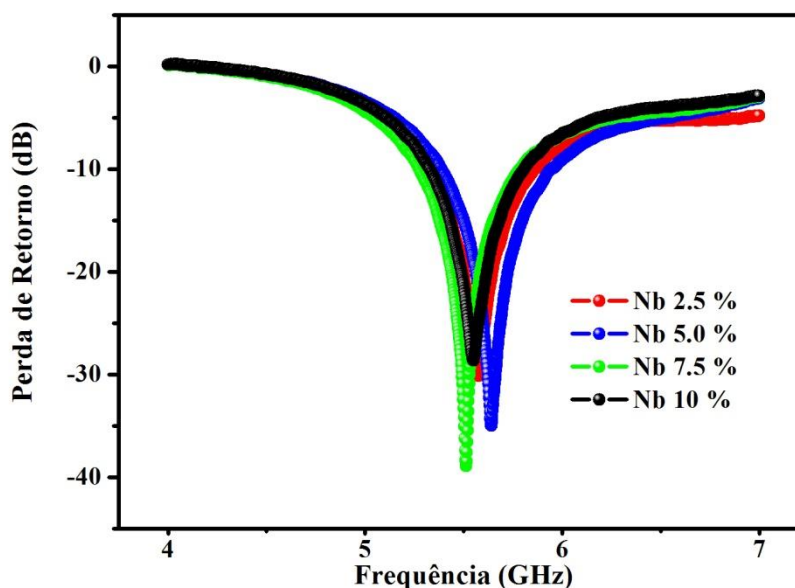


Figura 6.6 - Perda de Retorno (experimental e simulada) de todas as amostras com adição de Nb_2O_5 .

Fonte: Próprio autor.

A análise da ARD exige que os parâmetros de campos distantes (ganho, eficiência, diretividade, diagrama de radiação, etc.) sejam medidos [LUK; LEUNG, 2003, PETOSA, 2007]. A aquisição dos parâmetros de campos distantes foi realizada por simulação computacional com o auxílio do HFSS®, para uma melhor aproximação dos dados de simulação com gaps de ar dos dados experimentais foi inserido o modelo para o acoplamento feito de ARD.

A validação dos resultados da simulação se confirma quando os erros apresentam o menor valor possível para as frequências de ressonância, perdas de retorno, impedância máxima de entrada, comparado aos dados experimentais (Ver Tabela 6.5).

Tabela 6.5 - Parâmetros utilizados na simulação para as amostras

	Nb (2,5%)			Nb (5,0%)			Nb (7,5%)			Nb (10%)		
	Experim.	Simul.	Error	Experim.	Simul.	Erro	Experim.	Simul.	Erro	Experim.	Simul.	Erro
$f_{\text{HEM11}\delta}$	5,57	5,56	0,053	5,64	5,64	0,07	5,51	5,49	0,34	5,55	5,54	0,16
Perda de retorno (dB)	-30,12	-29,87	0,82	-34,96	-34,82	0,39	-38,91	-38,03	2,25	-28,61	-28,81	0,68
Pico de Impedância (Ω)	217,15	182,95	15,74	253,32	238,90	5,69	227,59	212,03	6,83	264,39	230,63	12,76
Impedância de entrada (Ω)	53,27	46,87	12,00	48,24	48,17	0,14	48,94	48,62	0,65	53,71	46,64	13,16
Largura de Banda (%)	9,91	9,57	3,43	9,13	9,80	7,33	9,22	8,74	5,20	8,84	8,63	2,37
Eficiência (%)	96,29			97,08			94,21			96,87		
Ganho (dBi)	3,15			3,12			3,10			3,21		

Fonte: Próprio autor.

Analisando os dados da Tabela 6.5, a princípio pode ser observado que os resultados apresentados são consistentes em comparação com os resultados experimentais, nos quais o erro da frequência de ressonância de todas as amostras é inferior a 1,5%, e adequados para o projeto.

Quanto aos resultados do parâmetro perda de retorno (S_{11}) também é satisfatória, quando comparada com os resultados experimentais, em que os erros são inferiores a 1%, exceto para a amostra Nb_2O_5 (7,5%) apresentando um erro em torno de 2,258 (Ver Figuras 6.7 a 6.10).

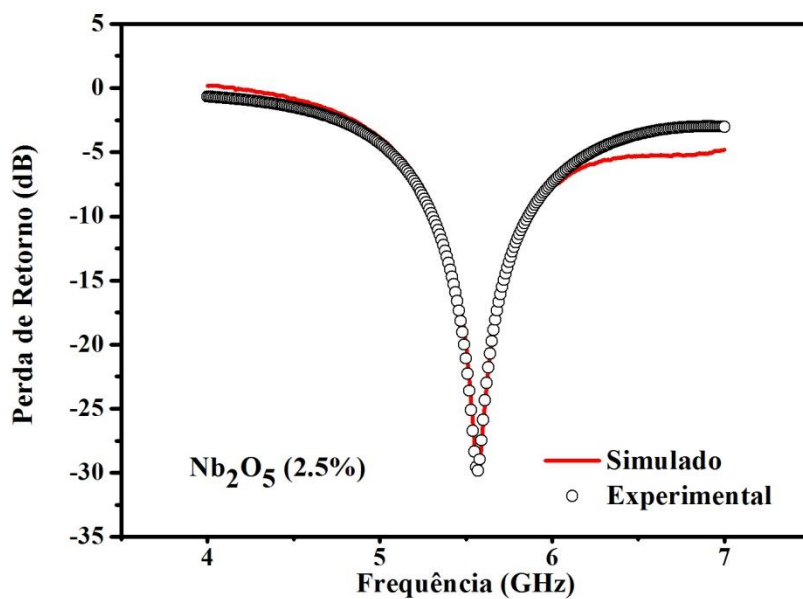


Figura 6.7 - Perda de Retorno (experimental e simulada) da amostra com adição de Nb_2O_5 (2,5%).

Fonte: Próprio autor.

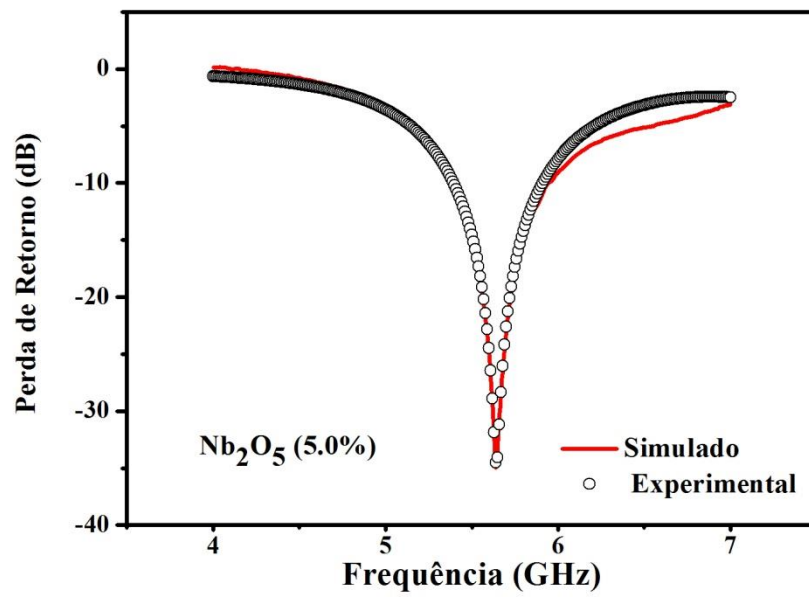


Figura 6.8 - Perda de Retorno (experimental e simulada) da amostra com adição de Nb₂O₅ (5,0%).

Fonte: Próprio autor.

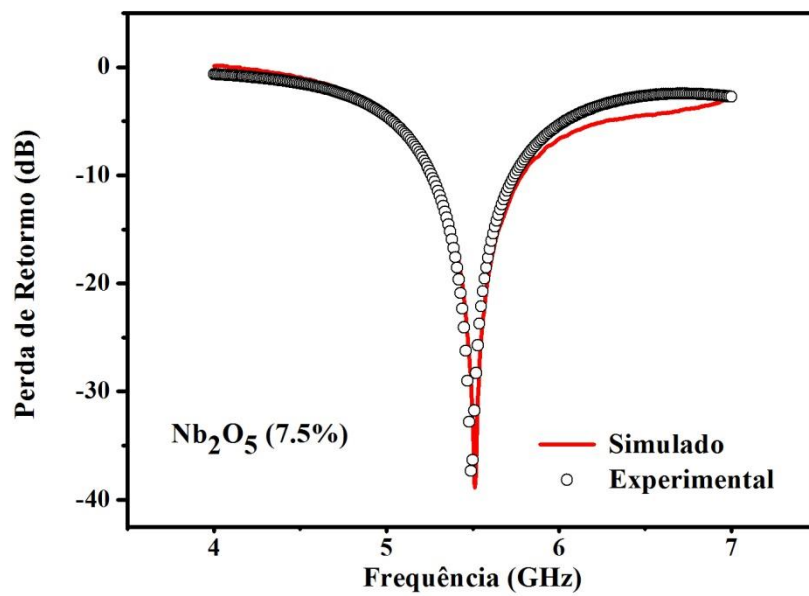


Figura 6.9 - Perda de Retorno (experimental e simulada) da amostra com adição de Nb₂O₅ (7,5%).

Fonte: Próprio autor.

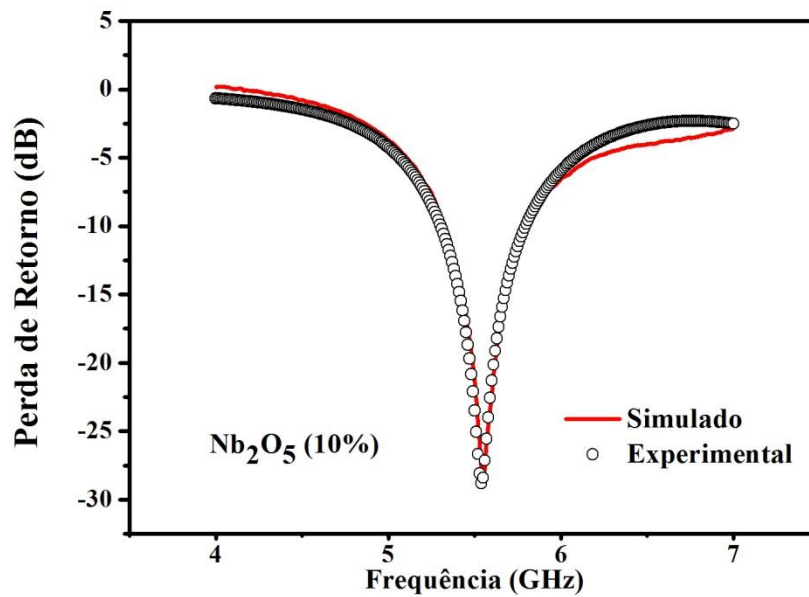


Figura 6.10 - Perda de Retorno (experimental e simulada) da amostra com adição de Nb_2O_5 (10%).

Fonte: Próprio autor.

Comparando os resultados apresentados nas figuras 6.11 a 6.18, bem como os resultados apresentados na Tabela 6.5, pode ser visto que a impedância está de acordo com a frequência de ressonância e o parâmetro S_{11} . Mesmo com erros com valores mais elevados, no entanto aceitáveis devido às imperfeições do modelo de ARD utilizada. Na Tabela 6.5, temos ainda os valores de largura de banda que são satisfatórios, comparando os resultados de ensaios experimentais e simulados.

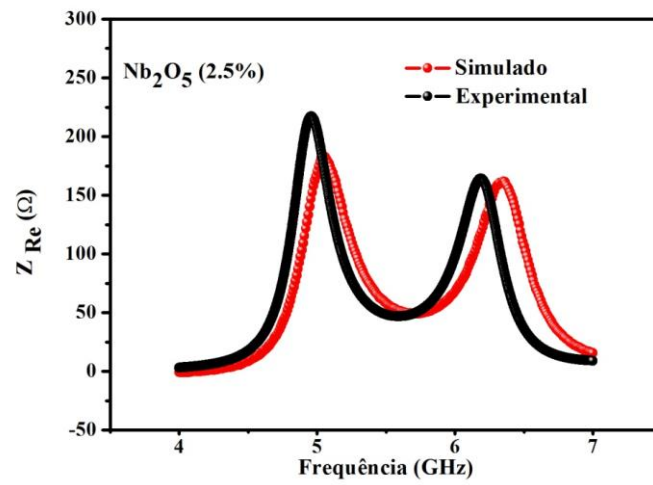


Figura 6.11 - Impedância real (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb_2O_5 (2,5%).

Fonte: Próprio autor.

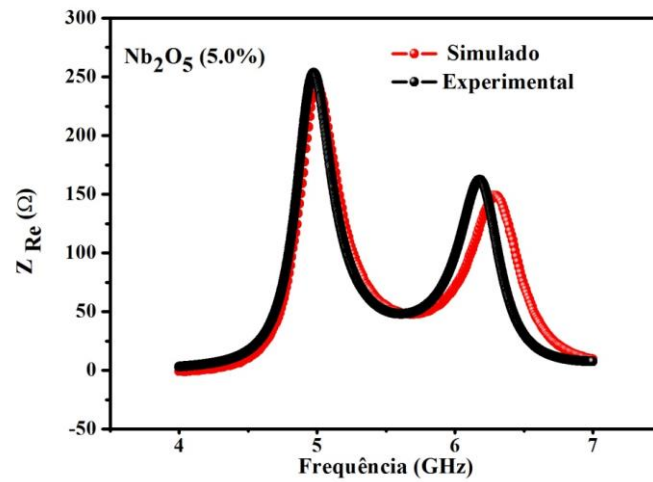


Figura 6.12 - Impedância real (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb_2O_5 (5,0%).

Fonte: Próprio autor.

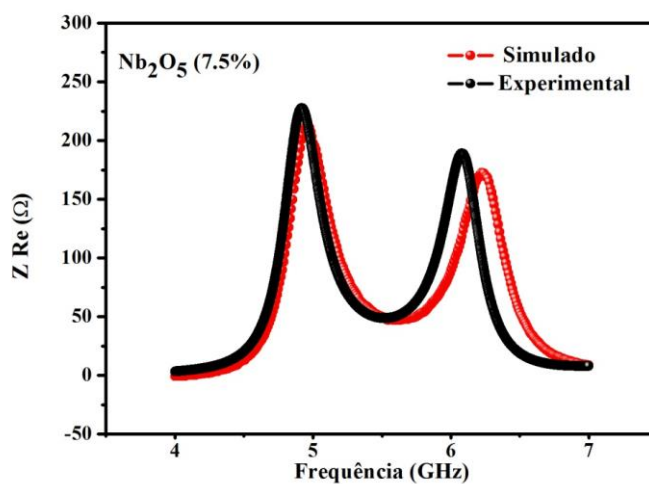


Figura 6.13 - Impedância real (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb_2O_5 (7,5%).

Fonte: Próprio autor.

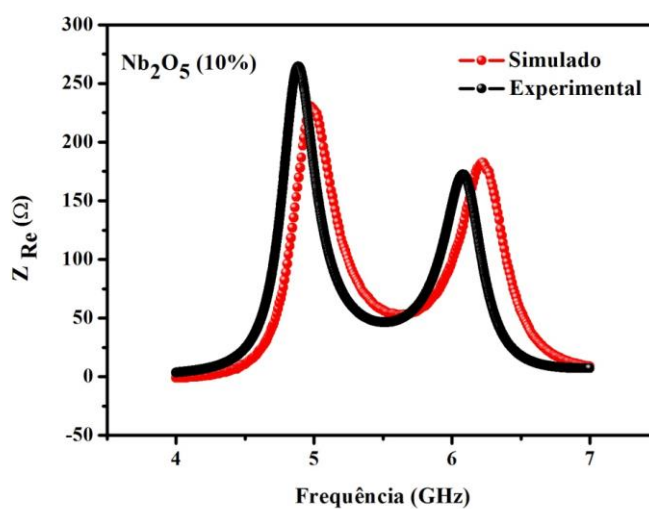


Figura 6.14 - Impedância real (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb_2O_5 (10%).

Fonte: Próprio autor.

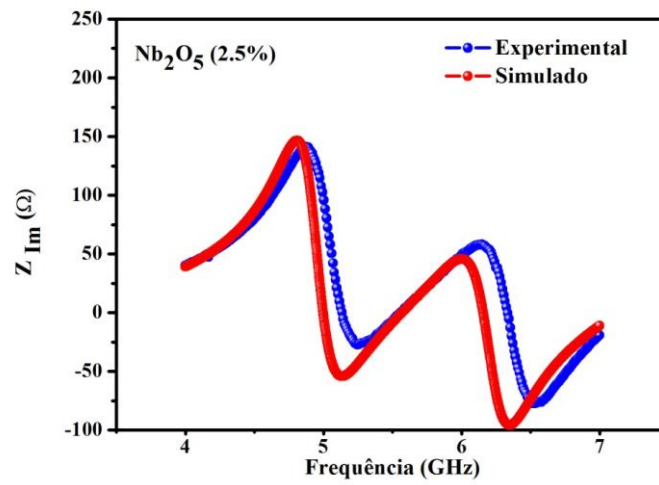


Figura 6.15 - Impedância imaginária (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb_2O_5 (2,5%).

Fonte: Próprio autor.

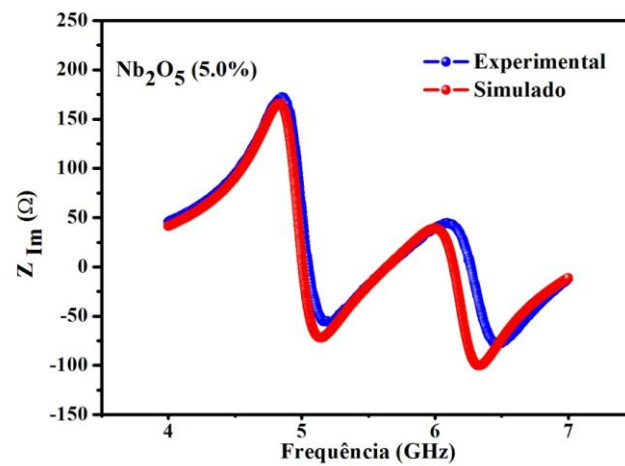


Figura 6.16 - Impedância imaginária (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb_2O_5 (5,0%).

Fonte: Próprio autor.

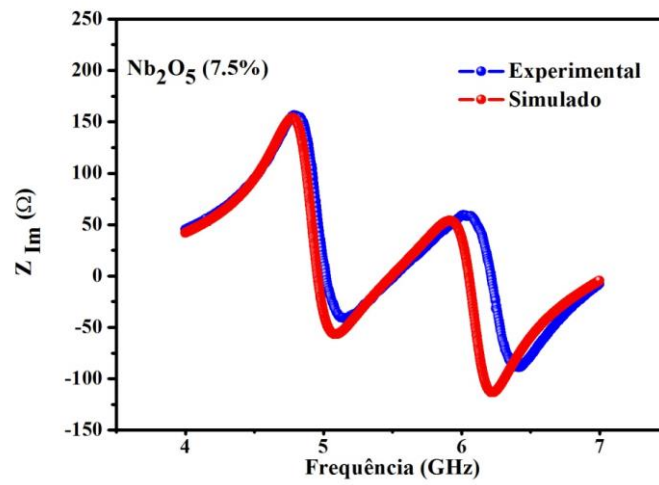


Figura 6.17 - Impedância imaginária (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb_2O_5 (7,5%).

Fonte: Próprio autor.

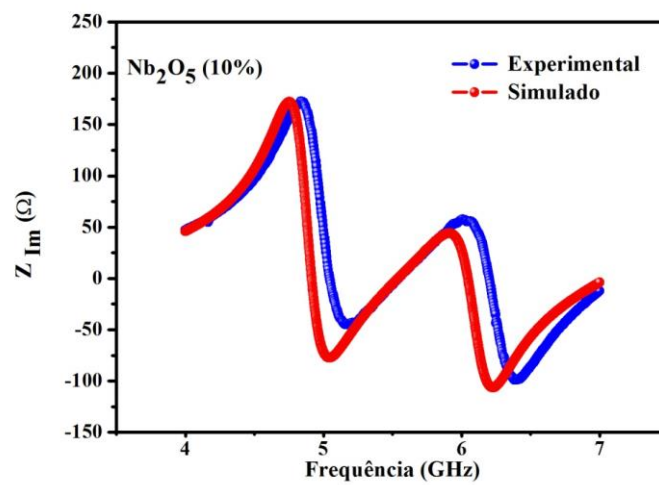


Figura 6.18 - Impedância imaginária (experimental e simulada) dos ressoadores dielétricos da amostra com adição de Nb_2O_5 (10%).

Fonte: Próprio autor.

A carta de Smith permite relacionar coeficientes de reflexão complexos com impedâncias complexas, e pode ser utilizada para a determinação de impedâncias, para a determinação do coeficiente de reflexão e de onda estacionária. Na carta de Smith estão desenhadas circunferências de resistência e reatância constantes em número suficiente para permitir uma precisão razoável na leitura de impedâncias e reatância. Para os valores positivos, as reatâncias são indutivas e correspondem às curvas localizadas acima do eixo real e para os valores negativos, reatâncias são capacitivas e correspondem às curvas localizadas abaixo do eixo real. As resistências são sempre positivas. Todas as amostras testadas com a adição de Nb_2O_5 tendem mais para reatâncias indutivas, esses resultados na Carta de Smith com a impedância de entrada podem ser vistos nas Figuras 6.19 a 6. 22.

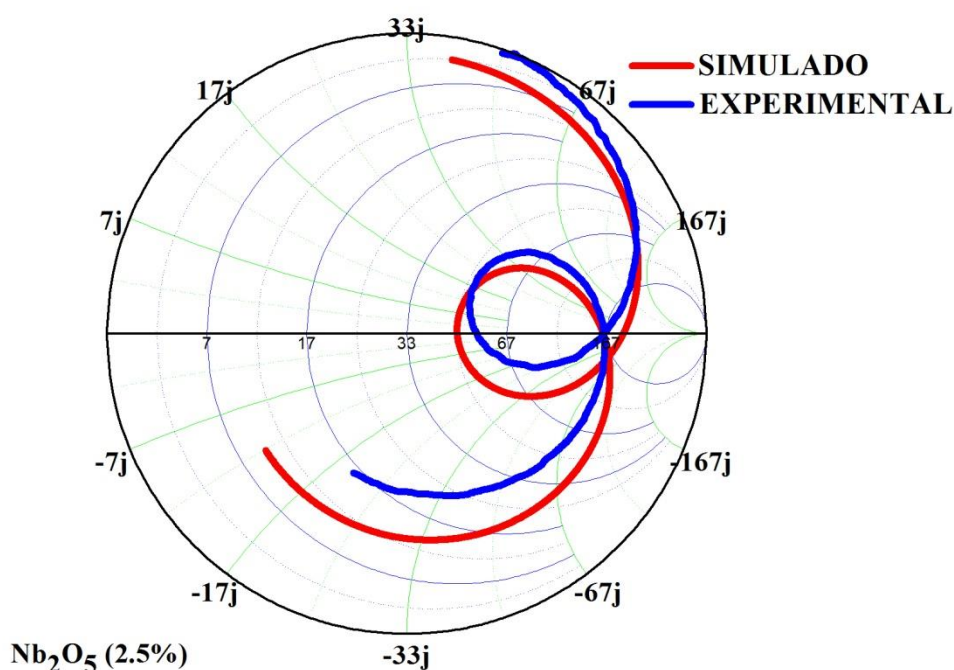


Figura 6.19 - Carta de Smith com impedância de entrada (Dados experimentais e simulados): da amostra com adição de Nb_2O_5 (2,5%).

Fonte: Próprio autor.

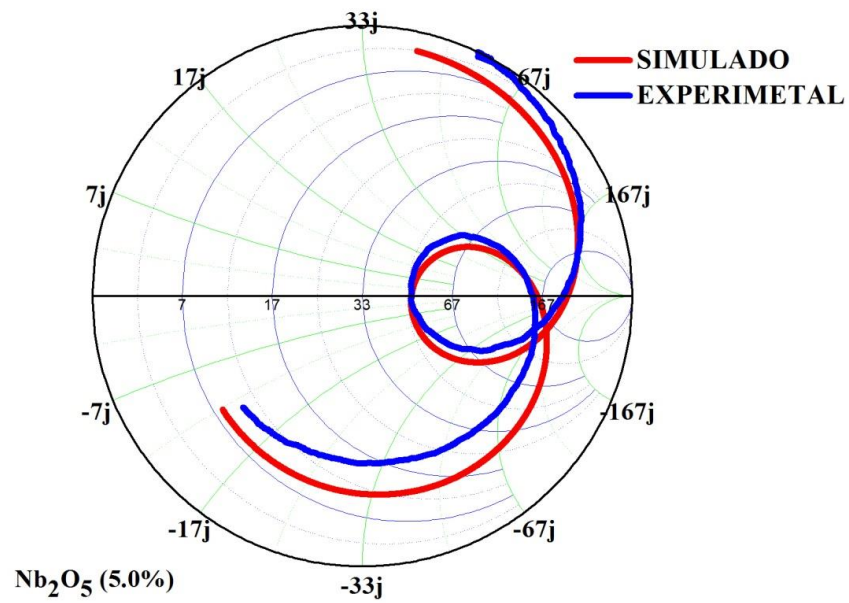


Figura 6.20 - Carta de Smith com impedância de entrada (Dados experimentais e simulados): da amostra com adição de Nb_2O_5 (5,0%).

Fonte: Próprio autor.

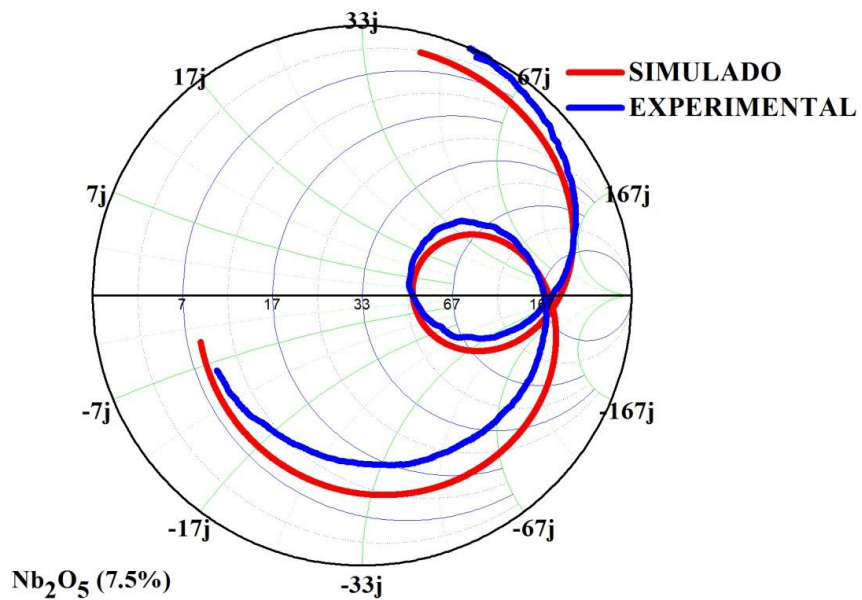


Figura 6.21 - Carta de Smith com impedância de entrada (Dados experimentais e simulados): da amostra com adição de Nb_2O_5 (7,5%).

Fonte: Próprio autor.

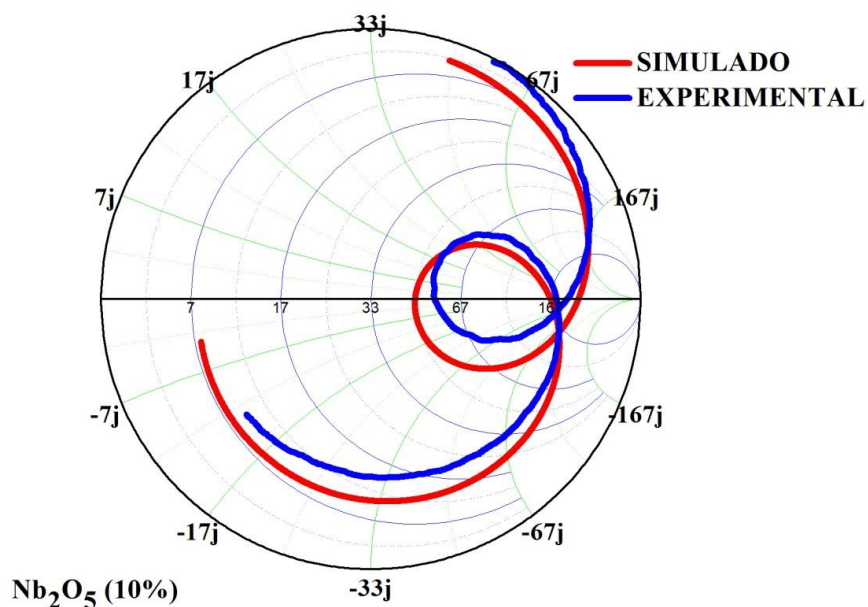


Figura 6.22 - Carta de Smith com impedância de entrada (Dados experimentais e simulados); da amostra com adição de Nb₂O₅ (10%).

Fonte: Próprio autor.

Nos parâmetros de campos distante mostrados na Tabela 6.5, pode-se observar que a adição de Nb₂O₅ pouco influenciou estes parâmetros, com ganhos variando de 3,10 dBi a 3,21 dBi e com eficiência acima de 90%. Nas figuras de 6.23 a 6.26 temos a representação do diagrama de radiação das amostras, pode ser observado que todas seguem um padrão muito similar no caso do Diagrama de radiação. O Diagrama de Radiação nos permite calcular os valores de ganho e eficiência da antena, o resultado desses valores pode ser confirmado na Tabela 6.5.

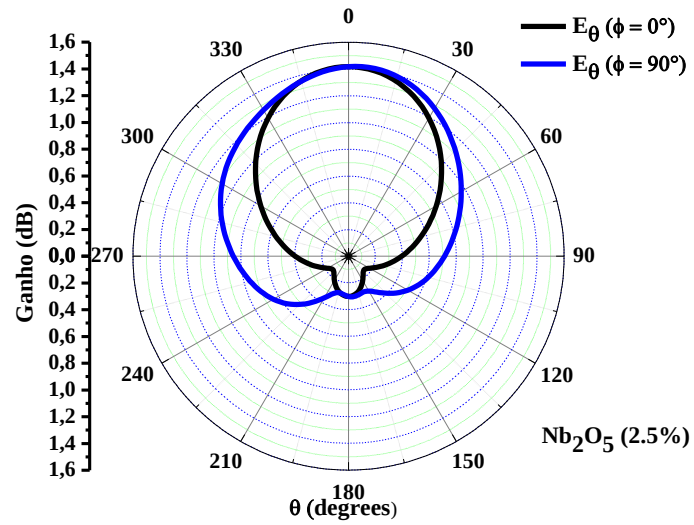


Figura 6.23 - Diagrama de radiação da amostra com maior percentagem de Óxido de Nióbio (Nb 2,5%).

Fonte: Próprio autor.

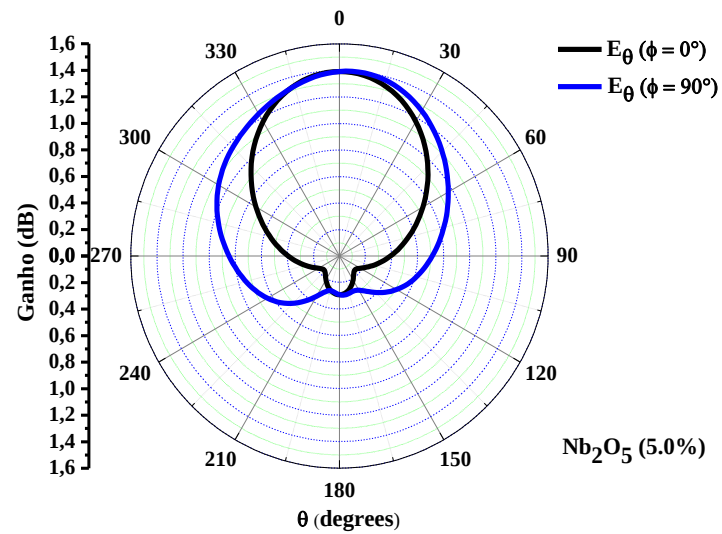


Figura 6.24 - Diagrama de radiação da amostra com maior percentagem de Óxido de Nióbio (Nb 5,0%).

Fonte: Próprio autor.

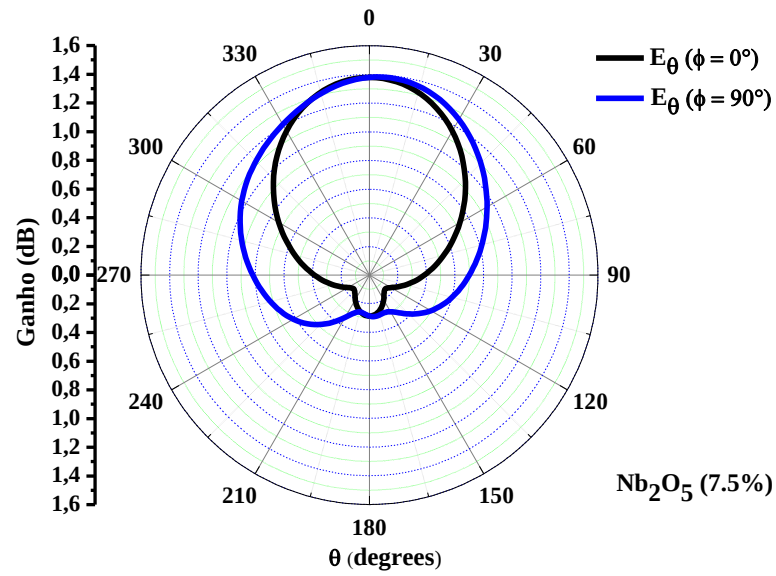


Figura 6.25 - Diagrama de radiação da amostra com maior percentagem de Óxido de Nióbio (Nb 7,5%).

Fonte: Próprio autor.

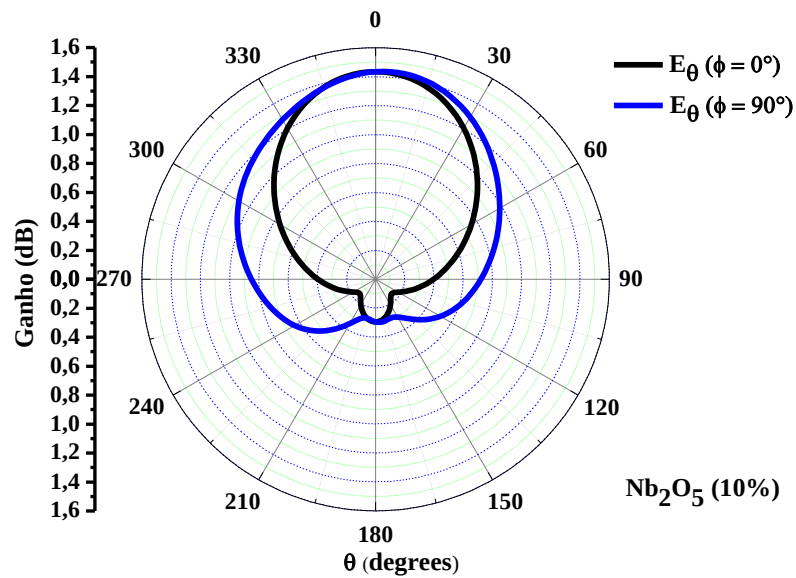


Figura 6.26 - Diagrama de radiação da amostra com maior percentagem de Óxido de Nióbio (Nb 10%).

Fonte: Próprio autor.

6.6 Medidas de radiofrequência

Para a análise em radiofrequência foi realizado dois processos, no primeiro processo foi efetuada uma medida em temperatura ambiente na faixa de 100 Hz a 100 MHz, no segundo processo foi realizada uma medida com variação de temperatura na faixa de 1 Hz a 1 MHz. Todas as amostras foram submetidas aos procedimentos de medidas.

6.6.1 RF a Temperatura Ambiente

Na figura 6.27 podemos observar a permissividade relativa (ϵ_r) e na figura 6.28 a tangente de perda dielétrica ($\tan \delta$) de todas as mostras produzidas.

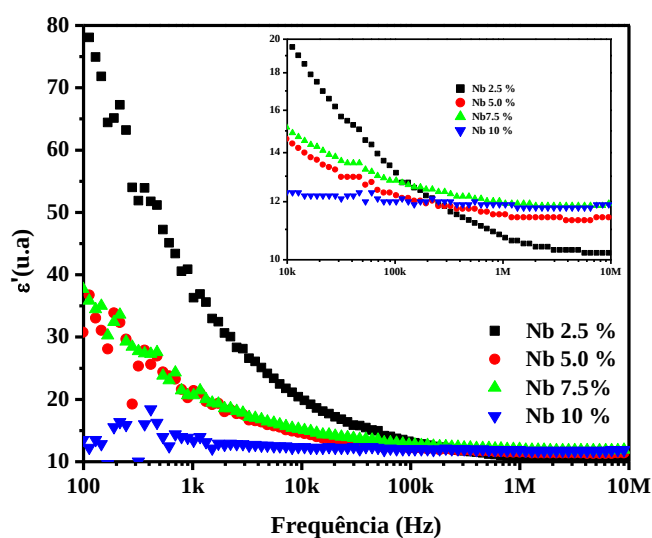


Figura 6.27 - Permissividade dielétrica (ϵ_r') em função da frequência em temperatura ambiente das amostras de Nb_2O_5 com adições de 2,5 a 10 % sintetizadas a 1350°C.

Fonte: Próprio autor.

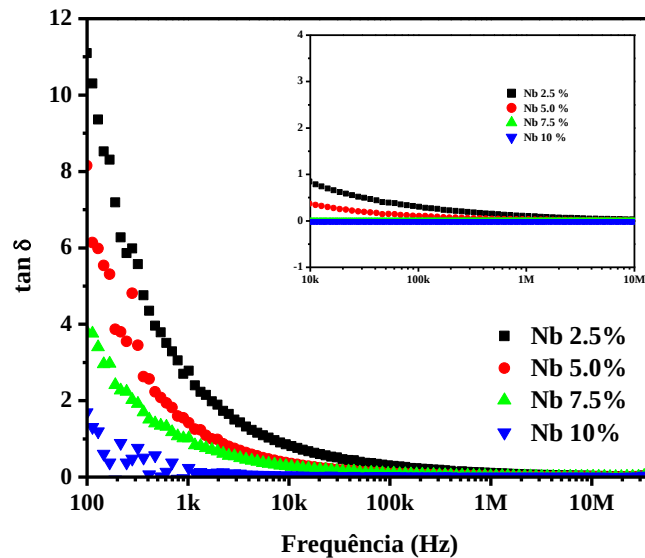


Figura 6.28 - Tangente de perdas ($\tan \delta$) em função da frequência em temperatura ambiente das amostras de Nb_2O_5 sintetizadas a 1.350°C .

Fonte: Próprio autor.

Analisando as curvas de ϵ_r e $\text{tg } \delta$ com o aumento da frequência para todas as amostras com adição de Nb_2O_3 , percebemos que o comportamento é o mesmo. Com a adição de Nb_2O_3 os valores de ϵ_r e $\text{tg } \delta$, exibidos nas Figuras 6.27 e 6.28, são praticamente constantes acima da frequência de 10KHz.

6.6.2 RF com Variação de Temperatura

As figuras de 6.29 a 6.32 apresentam as medidas de permissividade dielétrica das amostras com adição de Nb_2O_5 (2,5% a 10%), como função da frequência, sendo que a permissividade complexa ($\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$) foi estudada usando-se o formalismo complexo, $Z^* = 1/(j\omega C_0\epsilon^*)$. A faixa de frequências considerada vai de 40 Hz a 10 MHz. É observado, neste gráfico, que para todas as amostras, a constante dielétrica diminui à medida que cresce a frequência, o que é explicado pelo fenômeno da relaxação de dipolos, no qual em baixas frequências os dipolos seguem a frequência do campo aplicado [KUMAR et al., 2006].

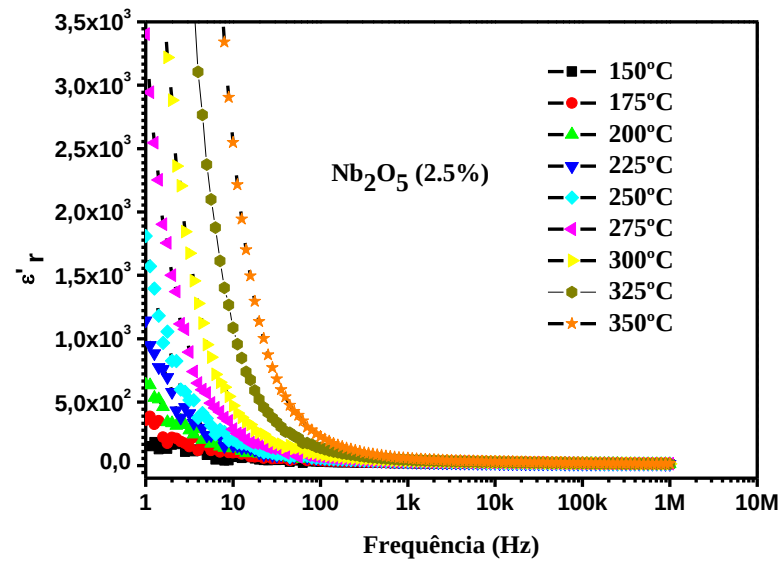


Figura 6.29 - Variação da Permissividade dielétrica em função da frequência para a amostra de Nb_2O_5 (2,5%)

Fonte: Próprio autor.

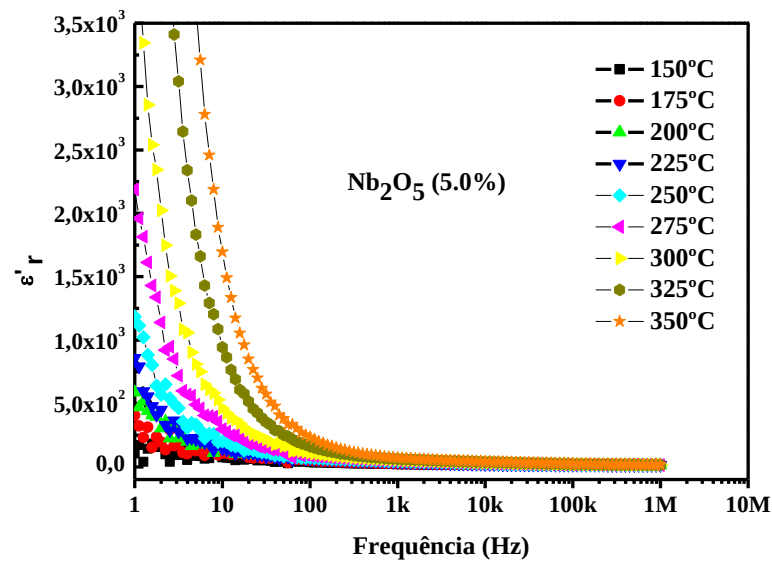


Figura 6.30 - Variação da Permissividade dielétrica em função da frequência para a amostra de Nb_2O_5 (5,0%)

Fonte: Próprio autor.

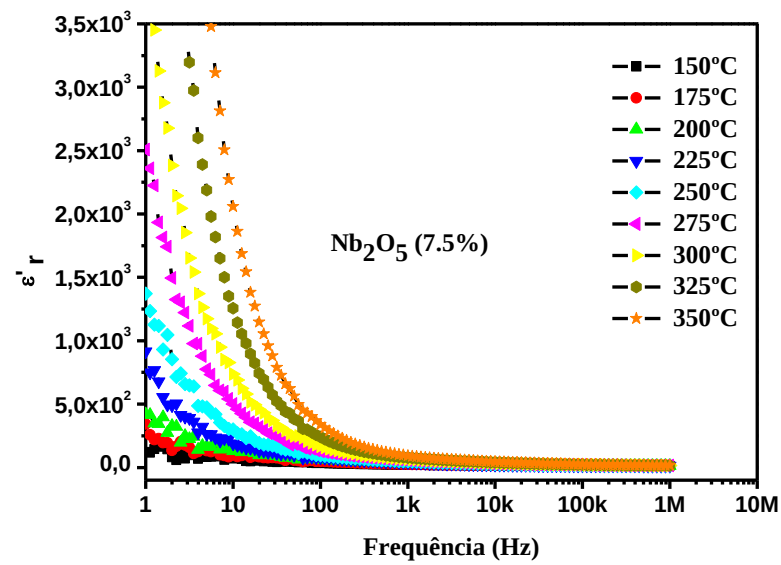


Figura 6.31 - Variação da Permissividade dielétrica em função da frequência para a amostra de Nb₂O₅ (7,5%)

Fonte: Próprio autor.

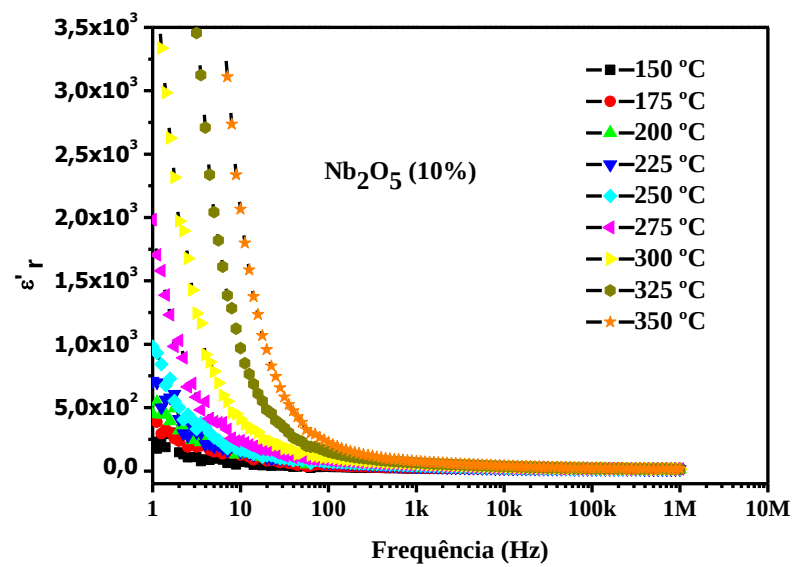


Figura 6.32 - Variação da Permissividade dielétrica em função da frequência para a amostra de Nb₂O₅ (10%)

Fonte: Próprio autor.

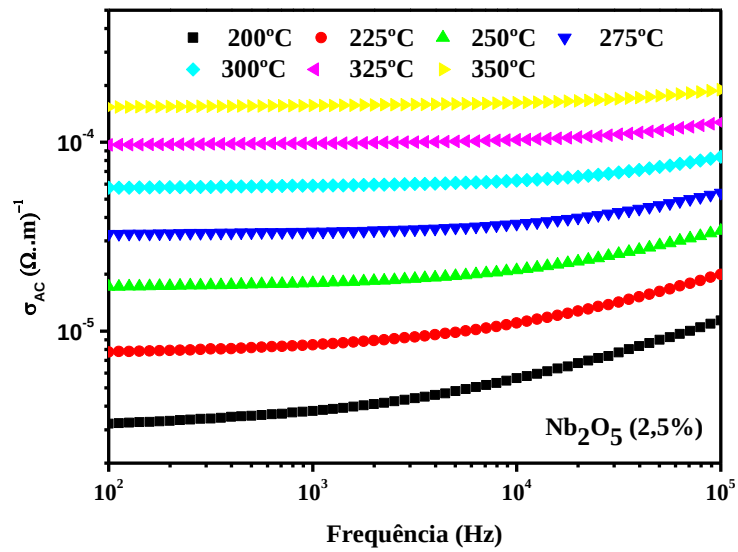
Mais detalhes acerca dos valores de ϵ'_r e $\text{tg } \delta$ em relação as frequências selecionadas estão incluídas na Tabela 6.6. Para frequências iguais a 1 kHz, 100 kHz e 1MHz, maior valor de ϵ'_r foi obtido para a amostra de 7,5 % de Nb_2O_5 (16,679 em 1KHz), os valores da $\text{tg } \delta$ acima de 1 MHz não foram obtidos.

Tabela 6.6 - Permissividade dielétrica (ϵ'_r) e fator de dissipação ($\text{tg } \delta$) das amostras produzidas.

Amostra	100 Hz		1 K Hz		10 KHz		100 KHz		1 MHz	
	ϵ'_r	$\text{tg } \delta$	ϵ'_r	$\text{tg } \delta$	ϵ'_r	$\text{tg } \delta$	ϵ'_r	$\text{tg } \delta$	ϵ'_r	$\text{tg } \delta$
2.5% Nb	24,796	0,443	15,467	0,220	12,431	0,094	11,450	0,033	11,275	-
5.0% Nb	14,246	0,115	12,8276	0,042	12,405	0,015	12,223	0,008	12,109	-
7.5% NB	22,424	0,346	16,679	0,169	13,835	0,080	13,017	0,028	12,764	-
10% Nb	14,456	0,100	13,127	0,042	12,620	0,018	12,446	0,009	12,315	-

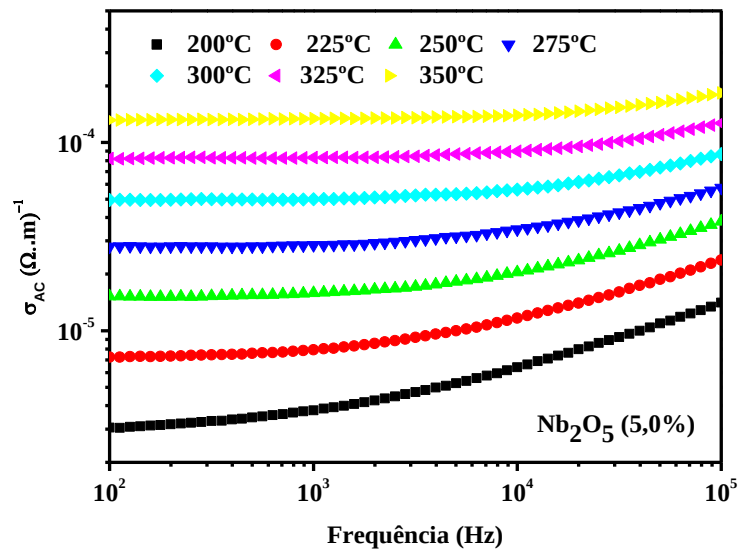
Fonte: Próprio autor.

Nas Figuras 6.33 a 6.36, podemos observar os resultados da condutividade AC em função da frequência e da temperatura para as amostras com adição de Nb_2O_5 (2,5% a 10%), com melhor resposta para as temperaturas de 200°C a 350°C. Na faixa de frequência considerada é perceptível a ocorrência de dispersões nos valores da condutividade com relação a frequência. Também podemos notar uma forte dependência da condutividade com relação a temperatura, uma vez que os processos de ativação térmica do material são provenientes da mudança na condutividade com a temperatura. É evidente o efeito da temperatura na condutividade do material, isso pode ser visto que com o aumento da temperatura maior é a condutividade da amostra. Nessa faixa de temperatura e frequências a condutividade DC não pode ser calculada.



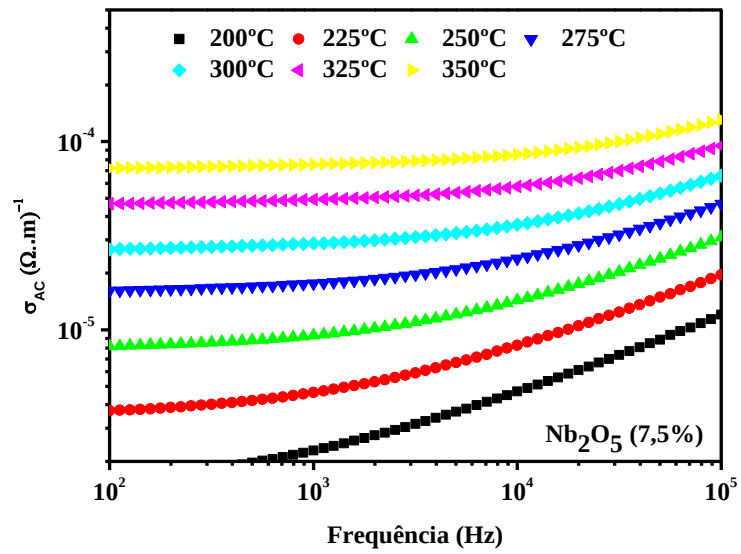
6.33 - Variação da condutividade AC em função da frequência para a amostra com adição de 2,5% de Nb_2O_5 .

Fonte: Próprio autor.



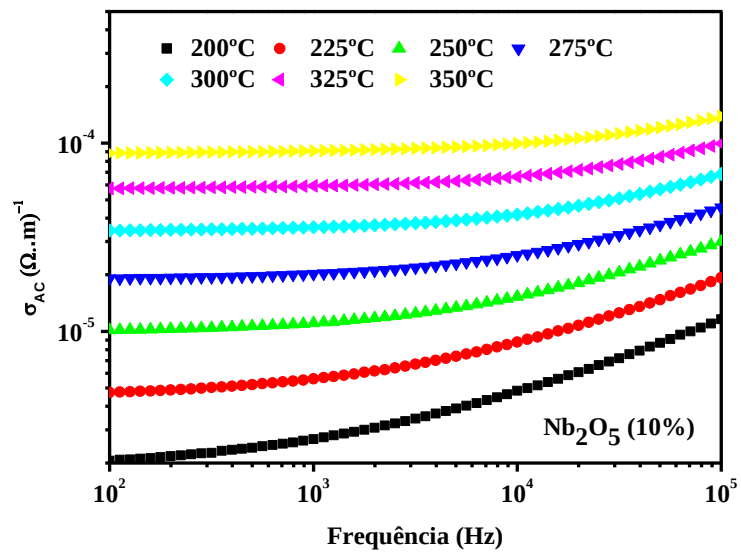
6.34 - Variação da condutividade AC em função da frequência para a amostra com adição de 5,0% de Nb_2O_5 .

Fonte: Próprio autor.



6.35 - Variação da condutividade AC em função da frequência para a amostra com adição de 7,5% de Nb_2O_5 .

Fonte: Próprio autor.



6.36 - Variação da condutividade AC em função da frequência para a amostra com adição de 10% de Nb_2O_5 .

Fonte: Próprio autor.

Através dos espectros de impedância podem ser compreendidos os processos de relaxação das amostras. Nas figuras 6.37 a 6.40 representados é exibida a variação da parte real da impedância em função da frequência e da temperatura para as amostras de Nb_2O_5 (2,5% a 10%). Notamos que há uma grande variação no valor da resistência elétrica para a faixa de temperatura considerada, pois é observado que a parte real da impedância ou resistência diminui com o aumento da temperatura em todas as amostras analisadas. Também notamos que a uma diminuição nos valores de impedância com o aumento da frequência. A impedância diminui com o aumento da temperatura, porque ocorre uma maior mobilidade aos portadores de carga no interior do material. Outro aspecto a ser considerado quanto a redução da impedância é o fato de que com o incremento da frequência promovida pelo campo elétrico a condutividade AC aumenta. A convergência dos valores da impedância real no domínio de alta frequência acontece devido à liberação de possíveis cargas espaciais, ou consequentemente a diminuição da barreira de energia de separação dos portadores de cargas nos materiais [PIRES JUNIOR, 2010; OLIVEIRA, 2012].

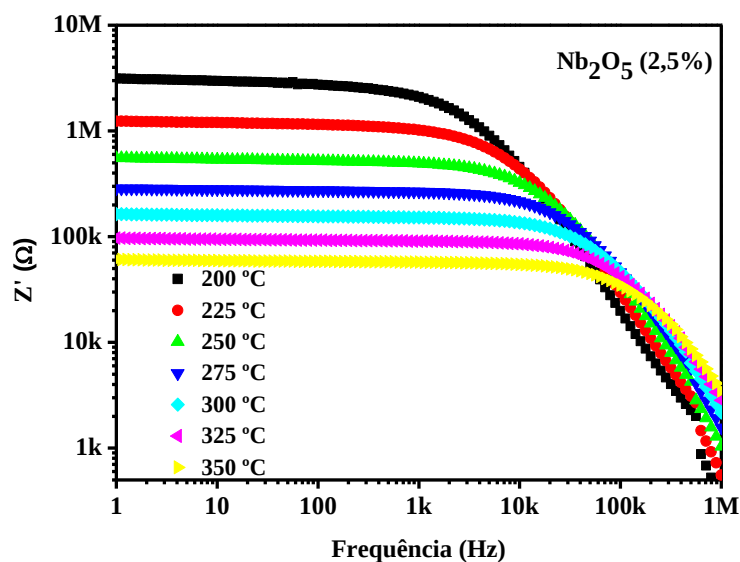


Figura 6.37 - Variação da impedância real em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (2,5%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

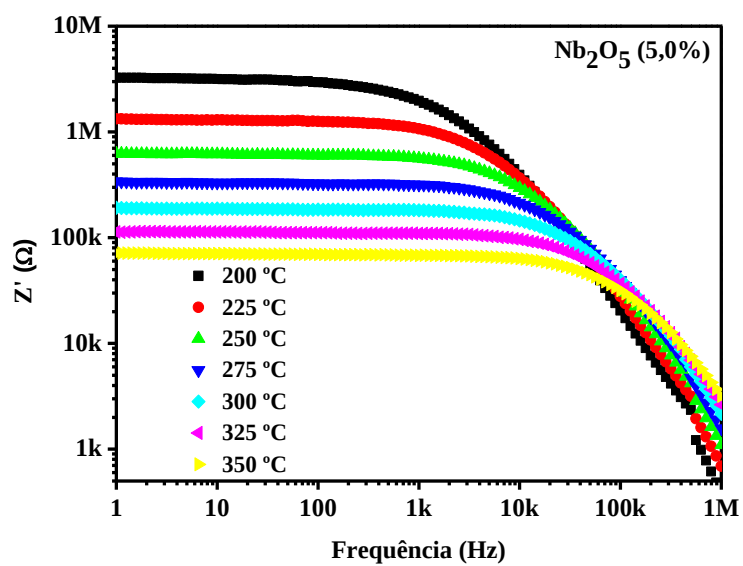


Figura 6.38 - Variação da impedância real em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (5,0%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

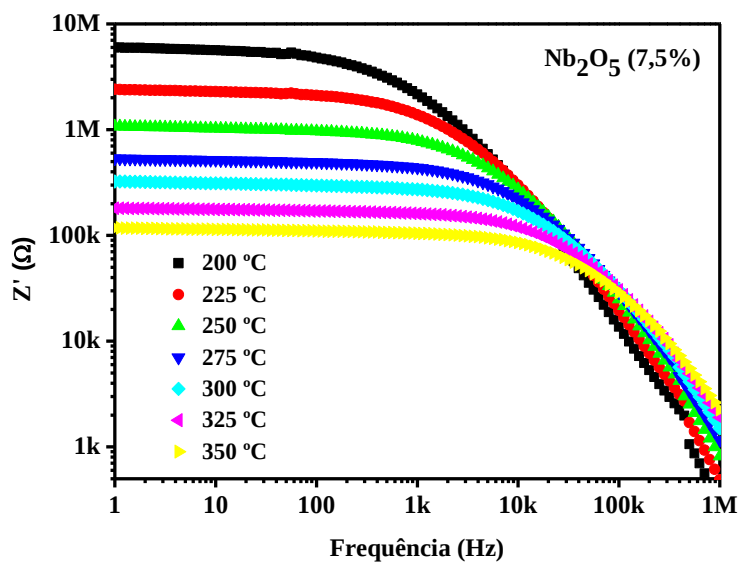


Figura 6.39 - Variação da impedância real em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (7,5%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

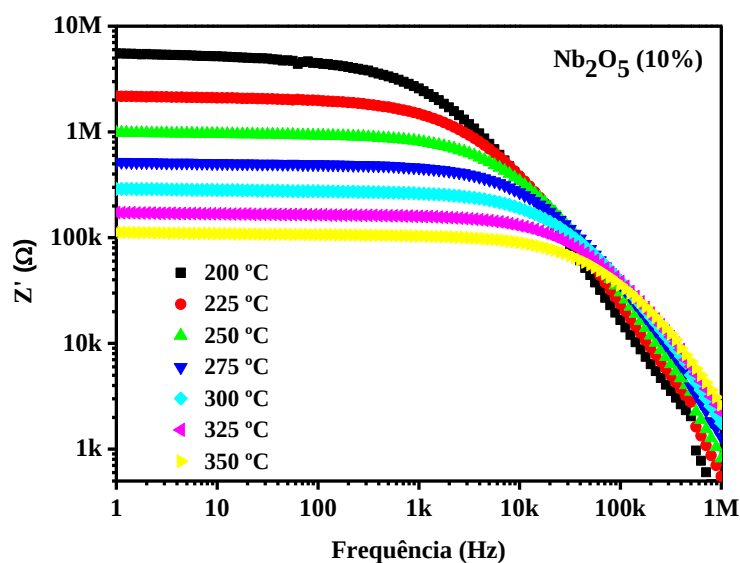


Figura 6.40 - Variação da impedância real em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (10%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

A variação da parte imaginária da impedância (Z'') em função da frequência e em diferentes temperaturas para todas as amostras pode ser visto na figura 6. 41 a 6.44. Através das figuras, podemos verificar os picos de relaxação e que em todas as amostras ocorre um deslocamento para frequências de maior valor de acordo com a temperatura e adição de Nb_2O_5 . Também podemos notar a diminuição dos valores de Z'' , tanto com o aumento de temperatura, como também com o aumento da adição de Nb_2O_5 . Outro aspecto que podemos verificar é que acima de 10 kHz ocorre uma convergência de todas as curvas, provavelmente, devido à liberação de cargas espaciais.

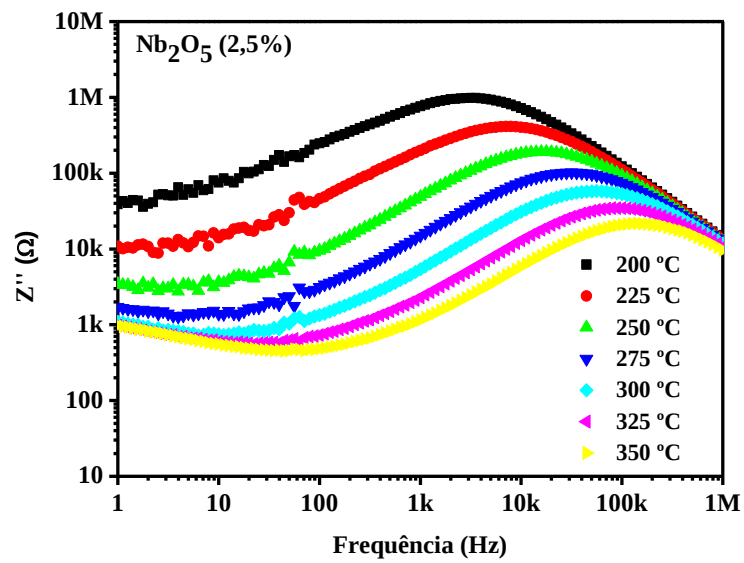


Figura 6.41 - Variação da impedância imaginária em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (2,5%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

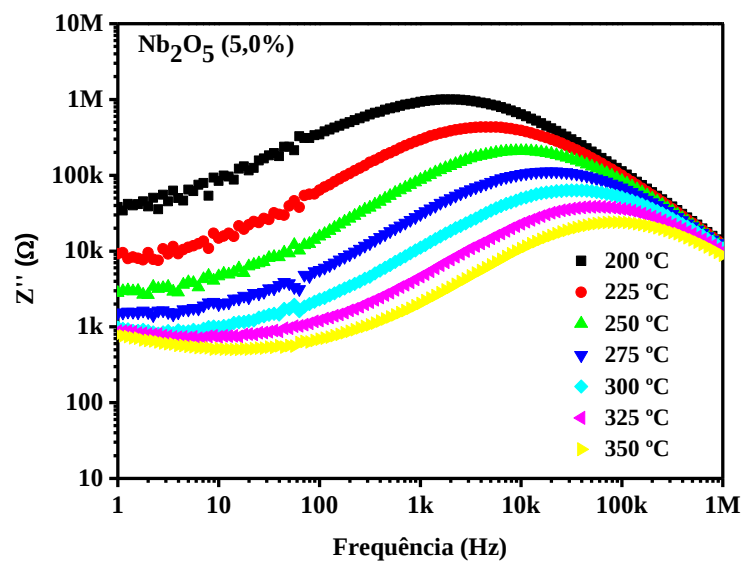


Figura 6.42 - Variação da impedância imaginária em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (5,0%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

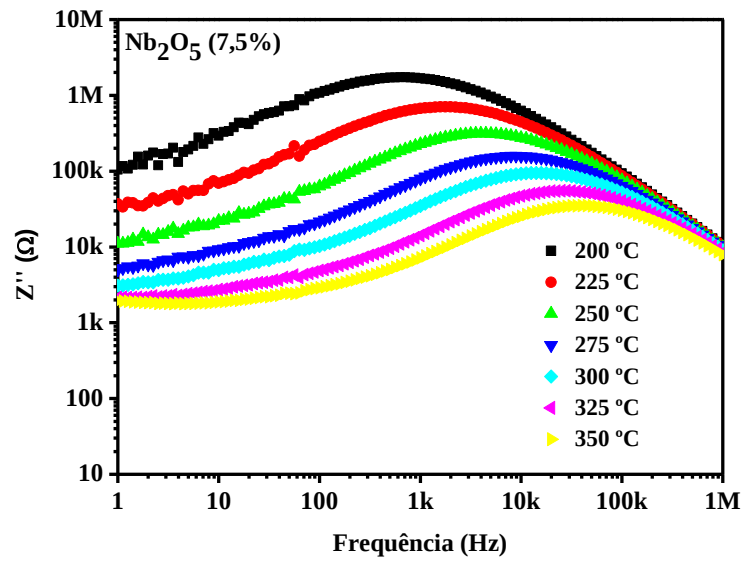


Figura 6.43 - Variação da impedância imaginária em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (7,5%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

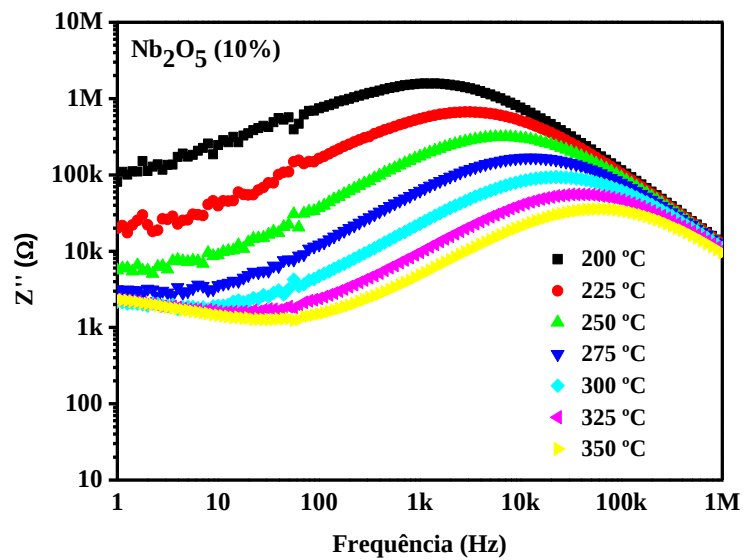


Figura 6.44 - Variação da impedância imaginária em função da frequência para as amostras Nb_2O_5 (10%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

Nas Figuras 6.45 a 6.48 temos a representação dos gráficos de Nyquist ($-Z''$ versus Z') das amostras Nb_2O_5 (2,5% a 10%), com variação de temperatura entre 150° C a 350° C. Podemos perceber que com o aumento da temperatura ocorre uma diminuição nos valores das partes real e imaginária da impedância. Também pode ser notado que com a adição de Nb_2O_5 (2,5% a 10%).

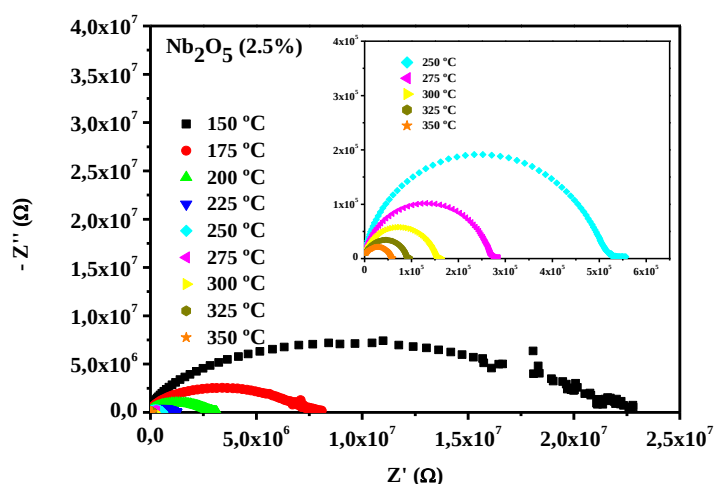


Figura 6. 45 - Variação de Z'' vs. Z' em diferentes temperaturas para as amostras Nb_2O_5 (2,5%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

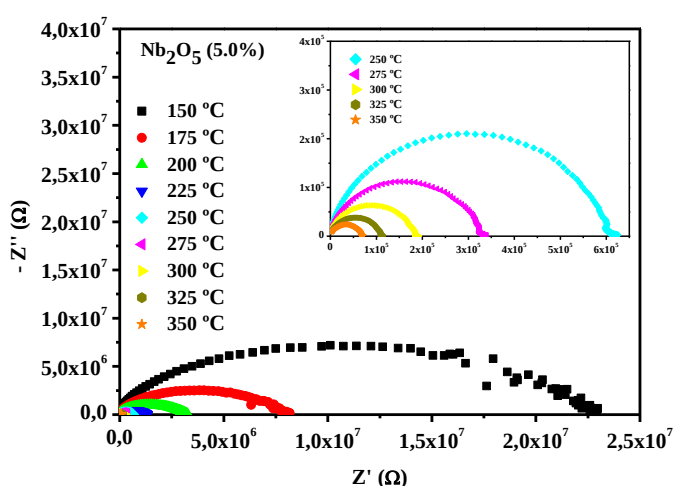


Figura 6. 46 - Variação de Z'' vs. Z' em diferentes temperaturas para as amostras Nb_2O_5 (5,0%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

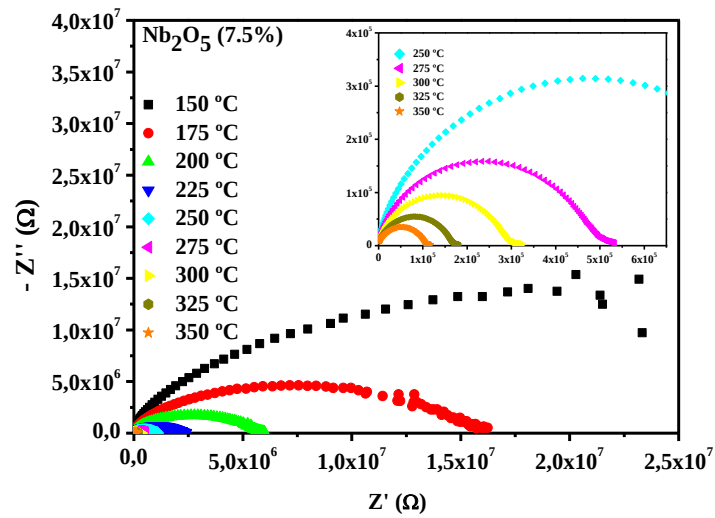


Figura 6. 47 - Variação de Z'' vs. Z' em diferentes temperaturas para as amostras Nb_2O_5 (7,5%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

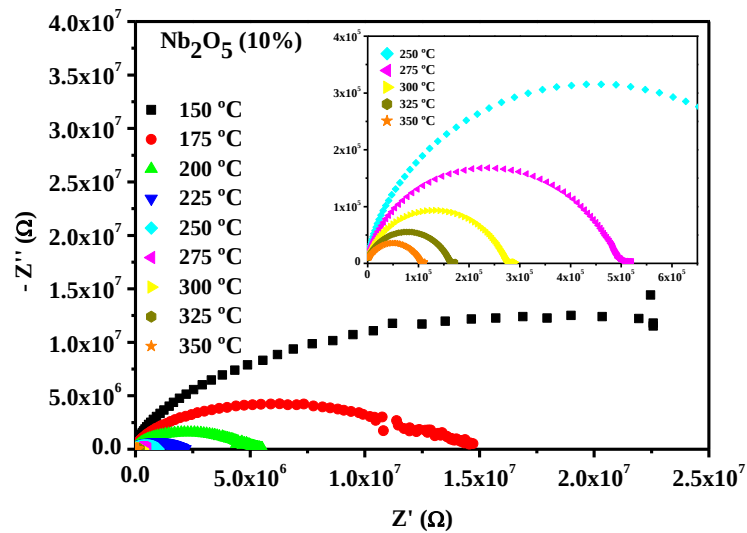


Figura 6. 48 - Variação de Z'' vs. Z' em diferentes temperaturas para as amostras Nb_2O_5 (10%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

A variação da parte real do módulo dielétrico M' em função da frequência para as amostras com adição de Nb_2O_5 podem ser vistos nas Figuras 6.49 a 6.52 em diferentes temperaturas (150 °C a 350 °C). A compreensão do módulo elétrico complexo é essencial para entender aspectos que envolvem os processos de transporte elétrico nos materiais, tais como a condutividade e tempo de relaxação para os portadores de carga em sistemas cuja capacitância é pequena. Do ponto de vista físico, o módulo dielétrico está relacionado à relação do campo elétrico nos materiais no caso do deslocamento elétrico permanecer constante [PIRES JUNIOR, 2010; OLIVEIRA, 2012].

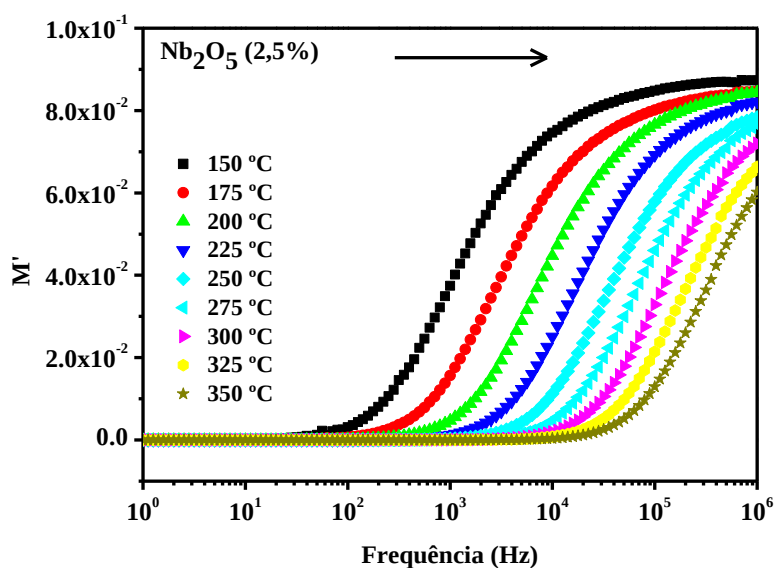


Figura 6.49 - Variação do módulo dielétrico real em função da frequência para as amostras de Nb_2O_5 (2,5%), sintetizadas a 1.350°C

Fonte: Próprio autor.

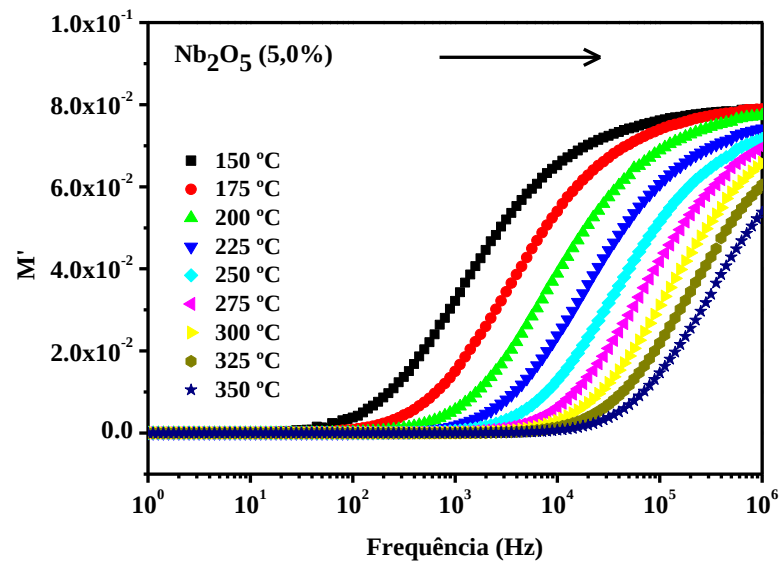


Figura 6.50 - Variação do módulo dielétrico real em função da frequência para as amostras de Nb_2O_5 (5,0%), sintetizadas a 1.350°C .

Fonte: Próprio autor.

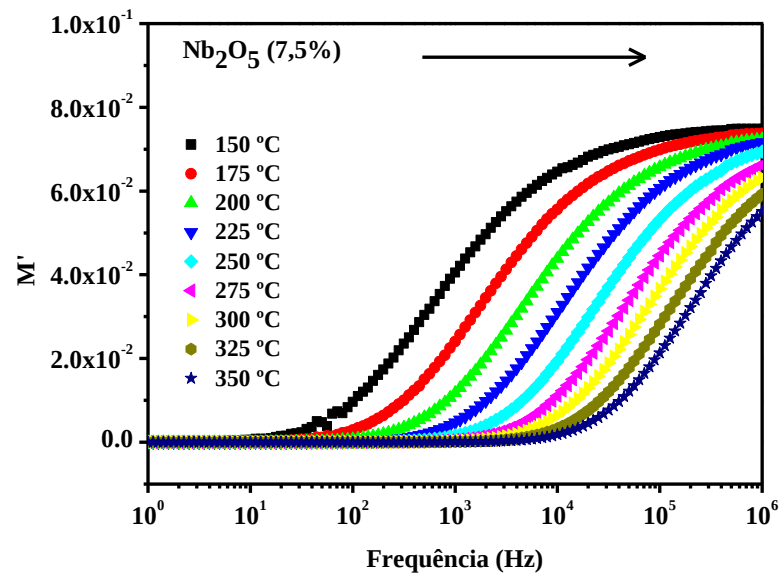


Figura 6.51 - Variação do módulo dielétrico real em função da frequência para as amostras de Nb_2O_5 (7,5%), sintetizadas a 1.350°C .

Fonte: Próprio autor.

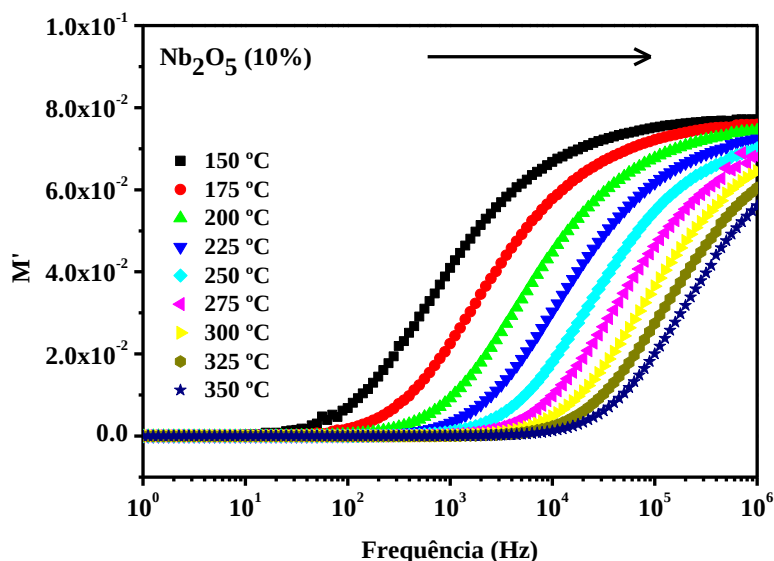


Figura 6.52 - Variação do módulo dielétrico real em função da frequência para as amostras de Nb_2O_5 (10%), sintetizadas a 1.350°C

Fonte: Próprio autor.

Podemos observar através dos gráficos das figuras 6.53 a 6.56 que o módulo dielétrico apresenta valores muito pequenos (próximos de zero) quando em baixas frequências para todas as faixas de temperaturas consideradas. Quando a influência da adição de Nb_2O_5 pode ser verificada no início da ressonância de cada curva, iniciando por volta de 102 Hz, isto, implica dizer que a adição de Nb_2O_5 (2,5% a 10%) promove um deslocamento das ressonâncias para região de maiores frequências. Ainda dentro desse contexto pode-se notar que com a adição Nb_2O_5 (2,5% a 10%), a uma diminuição nos valores de pico de todas as curvas. Este efeito sugere a ausência de força restauradora governando a mobilidade dos portadores de carga sob a ação de um campo elétrico induzido. Essas características podem indicar que fenômenos relativos à polarização de eletrodos podem ser negligenciados no material [CHOWDARI; GOPALKRISHNNAN, 1987]. Esse tipo de comportamento reforça os fenômenos condutivos devido ao longo tempo de mobilidade dos portadores de carga [PADMASREE; KANCHAN; KULKAMI, 2006].

As variações da parte imaginária dos módulos dielétricos M'' para as amostras Nb_2O_5 (2,5% a 10%) na faixa de temperaturas considerada (150°C a 350°C) podem ser observadas nas figuras 6. 53 a 6.56.

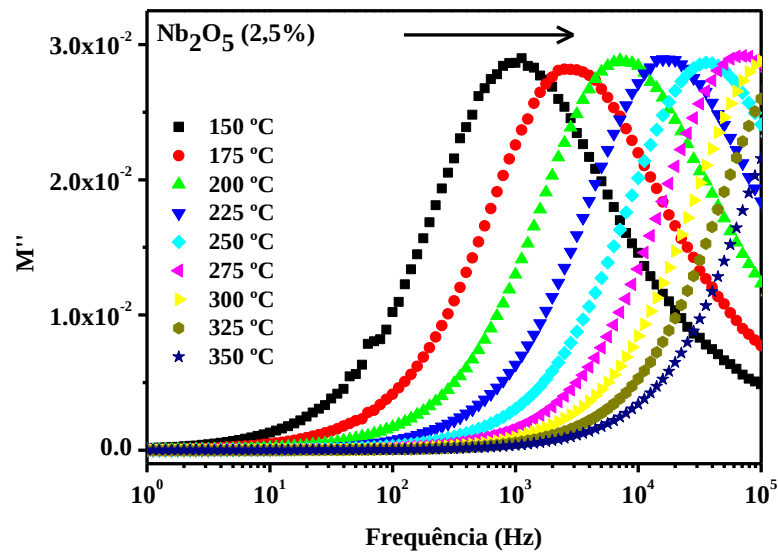


Figura 6.53 - Variação do módulo dielétrico imaginário em função da frequência para as amostras de Nb_2O_5 (2,5%), sintetizadas a 1350°C.

Fonte: Próprio autor.

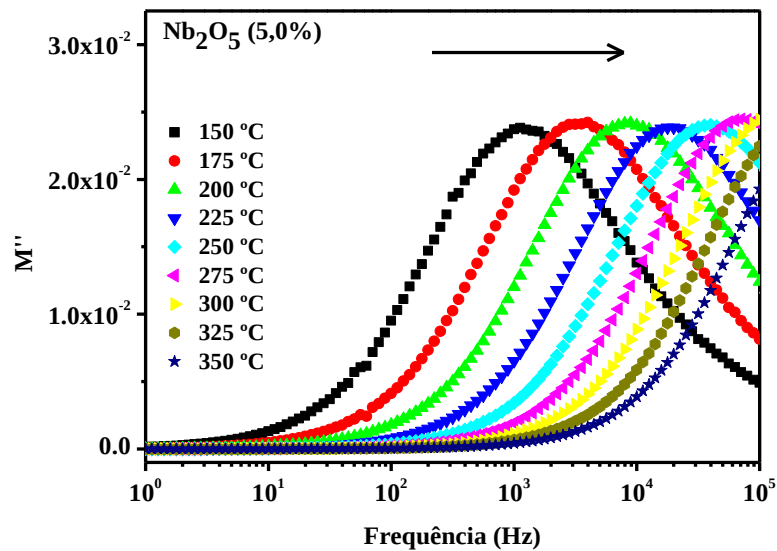


Figura 6.54 - Variação do módulo dielétrico imaginário em função da frequência para as amostras de Nb_2O_5 (5,0%), sintetizadas a 1350°C.

Fonte: Próprio autor.

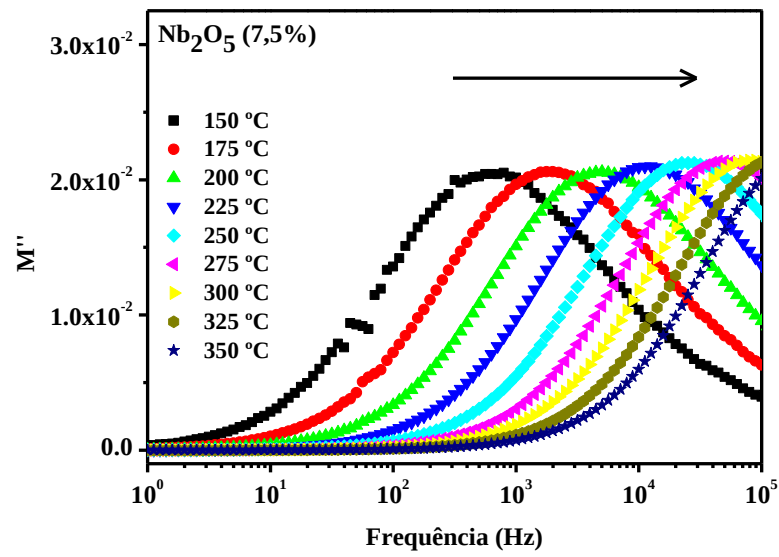


Figura 6.55 - Variação do módulo dielétrico imaginário em função da frequência para as amostras de Nb_2O_5 (7,5%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

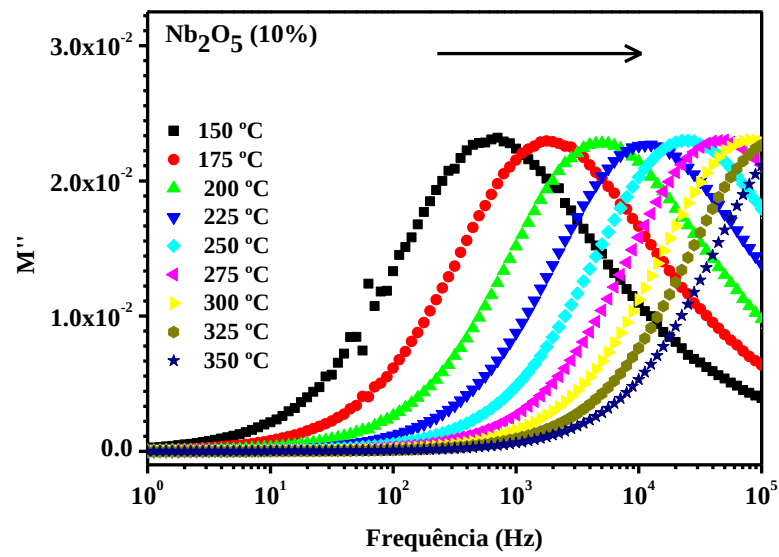


Figura 6.56 - Variação do módulo dielétrico imaginário em função da frequência para as amostras de Nb_2O_5 (10%), sintetizadas a 1.350°C.

Fonte: Próprio autor.

Os gráficos das Figuras 6.53 a 6.56 ilustram as variações das partes imaginárias dos módulos dielétricos M'' em função da frequência. Notamos que com o aumento da temperatura o valor das posições dos picos deslocam-se para valores maiores de frequência. Esse comportamento está relacionado com processos de condução elétrica, relaxação da condutividade, dinâmica de íons em função da frequência e temperatura. É possível dizer que, a região de frequências abaixo da frequência de pico, determina a faixa na qual os portadores de carga podem se mover por longas distâncias e a região de frequências acima da frequência de pico, corresponde à faixa em que os portadores de carga estão confinados em poços de potencial e podem se mover apenas em pequenas distâncias. Portanto, a região onde o pico aparece é indicado como sendo uma área de transição de faixa de mobilidade longa para curta. [DUTA et al., 2008; OLIVEIRA, 2012]. O deslocamento dos picos de ressonância para valores de maior frequência ocorre à medida que o valor da temperatura e porcentagem de adição aumenta. Também pode ser verificado que com o aumento da adição de Nb_2O_5 , analisando os gráficos da figura 6.53 a 6.56 ocorre uma diminuição na intensidade dos valores de M'' e aumentando a largura dos picos de ressonância. Esse aumento na largura de pico indica que a área de transição de faixa de mobilidade longa para curta é menor com o incremento da adição de Nb_2O_5 .

As Figuras de 6.57 a 6.60 apresentam σ_{DC} (1 Hz) vs. $1/T$ (K^{-1}) e a f_{max} (frequência de pico de M'') vs $1/T$ (K^{-1}), obedecendo a relação de Arrhenius $\sigma = \sigma_0 \exp[-E_0/KT]$ para condutividade e $f_{\text{max}} = f_0 \exp[-E_0/KT]$ para frequência de pico de M'' , onde σ_0 e f_0 são fatores pré-exponenciais. E_0 é a energia de ativação; K é a constante de Boltzmann e T é a temperatura absoluta.

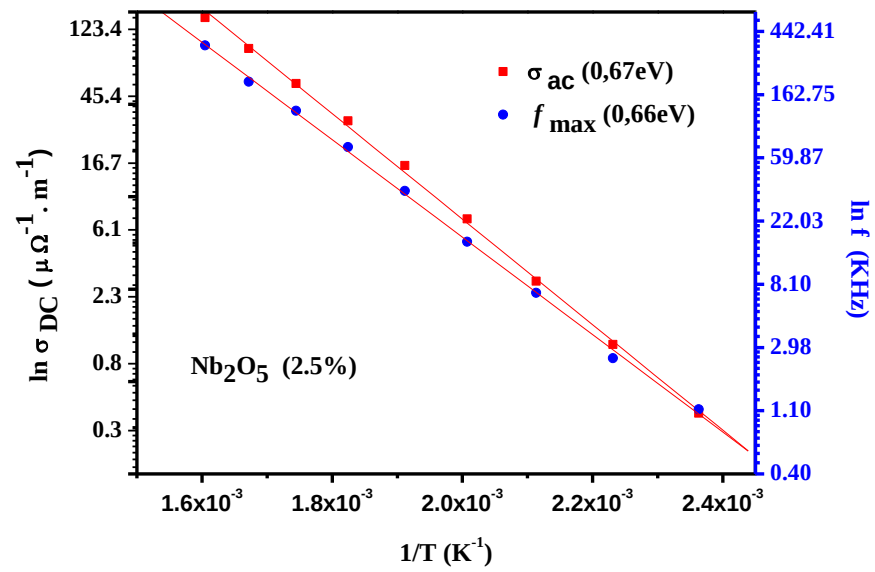


Figura 6.57 - Variação de σ_{DC} vs. $1/T$ (K^{-1}) e f_{max} vs. para a amostra de 2,5% de Nb_2O_5

Fonte: Próprio autor.

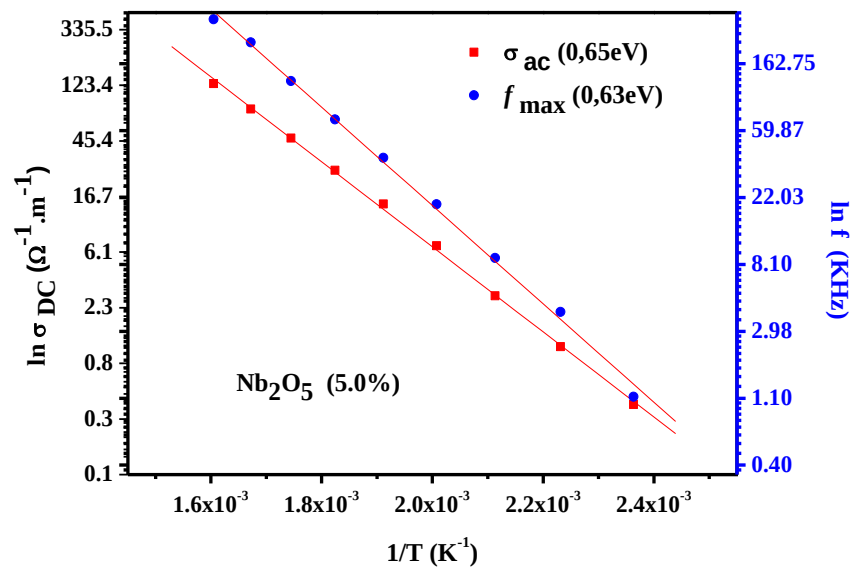


Figura 6.58 - Variação de σ_{DC} vs. $1/T$ (K^{-1}) e f_{max} vs. para as amostras de 5,0% de Nb_2O_5

Fonte: Próprio autor.

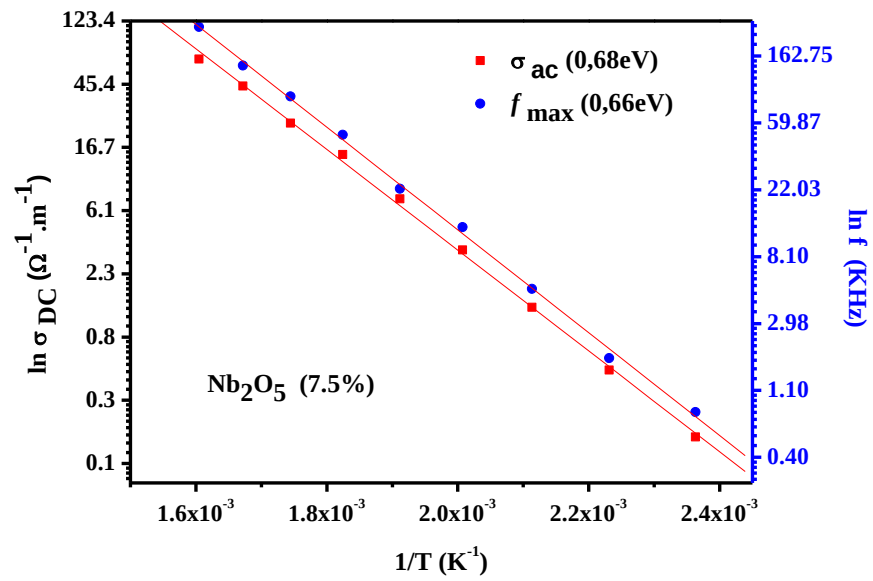


Figura 6.59 - Variação de σ_{DC} vs. $1/T$ (K^{-1}) e f_{max} vs. para as amostras de 7,5% de Nb_2O_5

Fonte: Próprio autor.

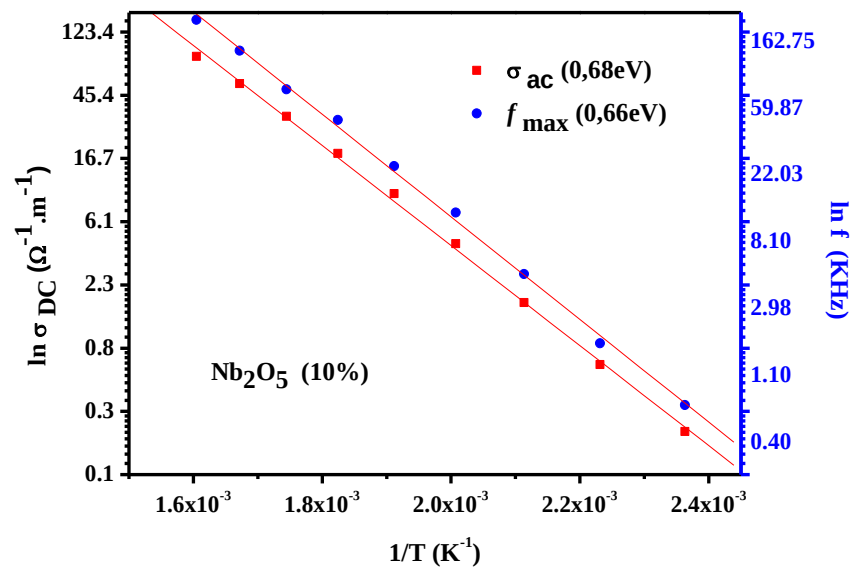


Figura 6.60 - Variação de σ_{DC} vs. $1/T$ (K^{-1}) e f_{max} vs. para as amostras de 10% de Nb_2O_5

Fonte: Próprio autor.

Para algumas frequências os valores de energia de ativação encontrados podem ser observados na Tabela 6.7.

Tabela 6.7 - Valores da Energia de Ativação

Concentração da Amostra (%)	Energia de Ativação (Condutividade)	Energia de Ativação M²
2,5	0,67eV	0,66eV
5,0	0,65eV	0,63eV
7,5	0,68eV	0,66eV
10	0,68eV	0,66eV

Fonte: Próprio autor.

A tabela 6.8 apresenta os valores calculados do coeficiente de variação da capacitância com a temperatura (TCC) das amostras nas frequências de 100 Hz a 1 MHz em um intervalo de 30° C até 100°C.

Tabela 6.8 - Valores de TCC das amostras.

Amostra	Nb 2.5 %	Nb 5.0 %	Nb 7.5 %	Nb 10 %
TCC (ppm/°C),	-2043,67	5693,66	1599,92	4546,65
TCC (ppm/°C),	-1081,72	2166,25	-1906,59	1359,50
TCC (ppm/°C),	-191,94	875,88	-645,29	607,49
TCC (ppm/°C),	154,18	449,03	72,15	338,74
TCC (ppm/°C),	255,72	437,95	327,64	296,87

Fonte: Próprio autor.

Em geral, foram encontrados valores de TCC negativos e positivos e relativamente altos. Quanto menor a frequência, mais susceptível às mudanças de temperatura ficam as capacitâncias das amostras avaliadas. Com o aumento da frequência, observa-se uma flutuação de TCC para algumas amostras.

O ideal é que o valor de TCC estivesse o mais próximo possível do valor nulo, minimizando os efeitos das variações de temperatura ambiental [FECHINE, 2008]. A redução da porosidade e a adição de outro material com $TCC < 0$, de modo a formar um compósito, são saídas possíveis para se obter $TCC \gg 0$. Por outro lado, grandes variações na capacitância podem ser interessantes para o projeto de sensores sensíveis a variações de temperatura. Na Figura 6.61 pode ser observado a Variação da capacitância com a temperatura (TCC) para as amostras com adição de Nb_2O_5 (2,5% a 10%) na faixa de frequência que vai de 100 Hz a 1 MHz.

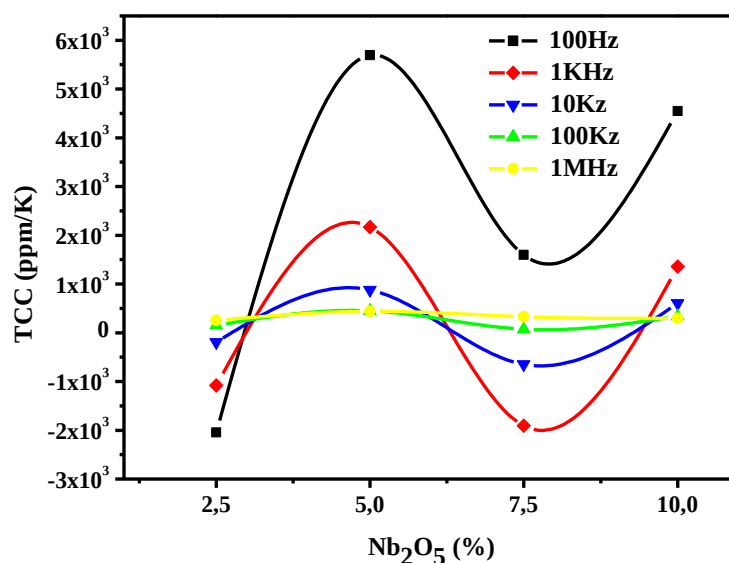


Figura 6.61 - Variação da capacitância com a temperatura (TCC)

(Guia para o olho)

Fonte: Próprio autor.

CAPÍTULO 7

7 Conclusões e Perspectivas

7.1 Conclusões

Neste trabalho foi realizado o estudo da influência da adição do óxido de nióbio na matriz cerâmica de alumina para aplicação como antena ressoadora dielétrica. A sinterização para todas as amostras foi obtida em 1.350 °C, representando uma melhoria, uma vez que esta sinterização normalmente se dá em torno de 1.600 °C. A adição de óxido de nióbio na cerâmica de alumina demonstrou um aumento da densidade do compósito (Al_2O_3 - Nb_2O_5) com a concentração de Nb_2O_5 , isto é confirmado pelo elevado grau de densidade obtido após a sinterização, sendo o maior valor para a amostra com adição de 10% de Nb_2O_5 ($3,76 \text{ g/cm}^3$). Já o menor valor ($3,50 \text{ g/cm}^3$) foi obtido para a amostra com adição de 2,5% de Nb_2O_5 . Após a sinterização todas as amostras sofreram uma leve contração nas dimensões das peças, algo já esperado devido as características intrínsecas do material.

A caracterização estrutural do material demonstrou resultados satisfatórios, uma vez que os resultados das medidas de Raios-X, os resultados dos refinamentos obtidos pelo método de Rietveld, e os resultados de Picnometria apresentaram coerência quando comparados os parâmetros medidos com outros já apresentados na literatura. Foi também observada a formação de uma fase secundária o AlNbO_4 no processo de sinterização. A confirmação das fases propostos pelo refinamento de Rietveld foi efetuada com o auxílio de um banco de dados, denominado ICSD - Base de Dados de Estrutura Cristalina Inorgânica, onde foi constatado as estruturas em questão: Al_2O_3 (ICSD: 75479), AlNbO_4 (ICSD: 24078) e Nb_2O_5 (ICSD: 1840). No caso do refinamento de Rietveld alguns parâmetros ainda foram analisados e mostraram-se aceitáveis e dentro dos limites permitidos, destes temos que o parâmetro R_{WP} mostrou-se inferior a 20%, o parâmetro S apresentou valores dentro do intervalo de 1 a 1,5 e o parâmetro DBragg foi observado valores que estão abaixo de 9% e ou próximos, todos aceitáveis para essa análise.

Os resultados da densidade aparente das amostras demonstraram um comportamento crescente com a adição de Nb_2O_5 , ocorrendo uma pequena queda no valor da densidade da amostra de 7,5% de Nb_2O_5 .

Os resultados da picnometria e os resultados da difração de raios-X, apresentaram um grau de consistência entre as densidades apresentadas no refinamento e nas densidades medidas. As propriedades dielétricas apresentaram baixa variação com a concentração de Nb_2O_5 , isto devido à presença do Nb_2O_5 e o AlNbO_4 .

Os ressoadores dielétricos obtidos da mistura de alumina e de óxido de nióbio (fabricados em formato cilíndrico) foram testados como antenas ressoadoras dielétricas ARD e as medidas das perdas de retorno em função da frequência e a impedância de entrada, em torno do primeiro modo HE_{118} obtidas através do analisador de rede HP8716ET, já na primeira análise constatou-se que todas as ARDs testados apresentaram perda de retorno abaixo de -20 dB, confirmando sua utilização como antena, visto que na literatura valores de perda de retorno menor do que -10 dB já justifica a aplicação do material como antena ressoadora dielétrica.

A validação dos resultados do experimento com a antena monopólo foi realizada por simulação computacional com o auxílio do software HFSS, os resultados apresentados são consistentes, uma vez que ao serem comparados os dados experimentais e simulados apresentam erros dentro dos limites aceitáveis, a frequência de ressonância de todas as amostras apresentou erros inferiores a 1,5%, adequados para o projeto. O parâmetro perda de retorno (S_{11}) também apresentou resultados satisfatórios, os erros foram inferiores a 1%, exceto para a amostra Nb_2O_5 (7,5%) que apresentou um erro em torno de 2,25%. Temos ainda os valores de largura de banda com resultados dentro do esperado. Os parâmetros de antena, tais como eficiência e ganho, para todas as amostras das ARDs apresentaram eficiência superior a 90% e os valores de ganho superiores a 3 dBi, variando de 3,10 a 3,21 dBi. A frequência de ressonância das ARDs testadas operaram em torno de 5,5 GHz, faixa correspondente a Banda C de comunicação via Satélite, conforme o IEEE.

A permissividade dielétrica cresceu com o aumento de Nb_2O_5 no compósito, enquanto a perda dielétrica decresceu, este foi um comportamento semelhante tanto na região de micro-ondas, quanto na região de radiofrequência. Os valores obtidos das medidas do τ_f foram todos valores negativos e relativamente baixos, sendo que o da amostra com adição de 2,5 % de óxido de nióbio apresentou o valor mais próximo de zero (-32,59 ppm. $^{\circ}\text{C}^{-1}$). Quanto aos valores de TCC encontrados foram negativos e positivos, e relativamente altos.

Pelos resultados obtidos temos que as cerâmicas produzidas podem ser aplicadas com boa performance aos projetos de antena ressoadora dielétrica operando na região de micro-ondas e RF. Além, de ser possível a sua aplicação em outros dispositivos, como filtros e osciladores.

7.2 Perspectivas

- Realizar a análise dos dados da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- Aprofundar a análise dos resultados experimentais de RF;
- Procurar desenvolver um material com TCC próximo de zero a partir da adição em massa de NB_2O_5 para aplicação em circuitos de rádio frequência;
- Testar outras geometrias de ARD, como retangular, ou meio-cilindro;
- Comparar o desempenho das antenas produzidas neste trabalho com outros materiais;
- Comparar o desempenho das ARDs com antenas de microlinha, utilizando a mesma matriz cerâmica como substrato;
- Produzir compósitos para aproveitar as boas características dielétricas de outros materiais.

7.3 Publicações Gerais e Decorrentes do Trabalho

Como resultados do trabalho desenvolvido até o presente momento foram produzidos, apresentados e submetidos alguns resultados do estudo realizados em eventos nacionais.

7.3.1 Trabalhos apresentados em congressos

1. **Oliveira, L.N.L;** Assunção, D.D; D.X. Gouveia; M.A.S. Silva; A. S. B. Sombra. **STUDY DIELECTRIC OF ALUMINA ADDED OF NIOBIUM OXIDE IN MICROWAVE AND RADIOFREQUENCY RANGE.** XIII Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais (SBPMat), de 28 de setembro a 02 de outubro, João Pessoa (PB), 2014.

7.3.2 Trabalhos Submetidos

1. **Oliveira, L.N.L;** Assunção, D.D; D.X. Gouveia; M.A.S. Silva; A. S. B. Sombra. **DIELECTRIC STUDY OF Al_2O_3 WITH ADDITION OF Nb_2O_5 FOR APPLICATIONS IN RADIOFREQUENCY.** XIV Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais (SBPMat), de 27 de setembro e 01 de outubro de 2015. Rio de Janeiro (RJ).

2. **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 ÓXIDO DE NÍOBIO NAS PROPRIEDADES DE UMA MATRIZ CERÂMICA DE ALUMINA PARA APLICAÇÃO COMO ANTENA RESSOADORA DIELÉTRICA.** XXXIII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TELECOMUNICAÇÕES – SBt2015, 1-4 DE SETEMBRO DE 2015, JUIZ DE FORA, MG

3. 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 TiO_2 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).

4. 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 Al_2O_3 – TiO_2 Composite in the Microwave and RF Regions.** Journal of ELECTRONIC MATERIALS DOI: 10.1007/s11664-015-3958-3 2015 The Minerals, Metals & Materials Society

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALMEIDA, J. S. **Estudo dos efeitos da adição de chumbo e bismuto nas propriedades dielétricas da matriz cerâmica BiNbO_4 e suas aplicações em rádiofrequência e antenas.** Tese (Tese de Doutorado) – Universidade Federal do Ceará, 2011.
- ATKINS, P.; PAULA, J. **Físico-Química.** 8ª ed, LTC: Rio de Janeiro, 2008.
- AURIVILLIUS, B. **Mixed oxides with layer lattices.** III. Structure of $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$. Ark.
- BALANIS, C. A. **Teoria de Antenas: Análise e Síntese.** 3ª ed., v. 1 e 2, Rio de Janeiro: LTC, 2009.
- BARBOSA, V. C.; BREITSCHAFT, A. M. S. **Um aparato experimental para o estudo do princípio de Arquimedes.** *Revista Brasileira de Ensino de Física*, V. 28, n. 1, p. 115- 122, 2006.
- BARSOUM, M.V. **Fundamentals of Ceramics.** IOP Publishing Ltd., 2003.
- BELL, A. J.; MOULSON, A. J.; CROSS, L.E. **The effect of grain size on the permittivity of BaTiO_3 .** *Ferroelectrics*, 54 (1984), 147-150.
- CALLISTER Jr, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials Science and Engineering: An Introduction.** 8ª ed, John Wiley & Sons, Inc, 2010.
- CALLISTER, J. H. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução.** 7ª ed LTC, 2008.
- CARTER, C. B.; Norton, M. G. **Ceramic Materials: Science and Engineering.** Spring, Nova York, 2007.
- CASTELLAN, G. **Fundamentos de Físico-Química.** Livros Técnicos e Científicos Editora, 1986.
- CHEN, Y. C. *et al.* **Microwave dielectric properties of $0.95\text{MgTiO}_3\text{--}0.05\text{CaTiO}_3$ for application in dielectric resonator antenna.** *Journal of Alloys and Compounds*, p. 347-351, 2009.
- CHEN, Y. C.; ONG, C. K.; NEO, C. P.; VARADAN, V. V.; VARADAN, V. K. **Microwave Electronics: Measurement and Materials Characterization.** John Wiley & Sons, Inc., 2004.
- COSTA, A. D. S. B. **Estudo da estabilidade térmica e estrutural de matrizes de $\text{Ca}(\text{Nb}_{1/2}\text{Y}_{1/2})_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$ $\text{Y} = \text{Bi, Fe e Ca}$ $(\text{Nb}_{1/2}\text{Li}_{2/3})_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_{3-\delta}$ e seu uso em antenas dielétricas ressoadoras (DRAs) em microondas.** Tese (Tese de Doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Fevereiro de 2011a.

COSTA, M. M. *et al.* **Dielectric and impedance properties studies of the lead doped (PbO)- Co₂Y type hexaferrite (Ba₂Co₂Fe₁₂O₂₂ (Co₂Y)).** *Materials Chemistry and Physics*, v. 123, p. 35-39, 2010.

COSTA, M. M. *et al.* **Impedance and modulus studies of magnetic ceramic oxide Ba₂Co₂Fe₁₂O₂₂ (Co₂Y) doped with Bi₂O₃.** *Journal of Applied Physics*, v. 110, 034107, 2011b.

COSTA, R. C. de S. **Estudo Experimental e Numérico de uma Antena Ressonadora Dielétrica Baseada em CaTi_{1-x}(Nb_{1/2}Li_{2/3})_xO_{3-δ} (CNLTO) e CaTi_{1-x}(Nb_{1/2}Ln_{1/2})_xO₃ (Ln = Bi (CNBTO) e Fe (CNFTO)) para Aplicações em Bluetooth.** Dissertação (Dissertação de Mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Agosto de 2007.

COSTA, R. C. de S. *et al.* **Structural Properties of CaTi_{1-x}(Nb_{1/2}Li_{2/3})_xO_{3-δ},** *Physica B*, 2009.

COURTNEY, W. E. **Analysis and Evaluation of a Method of Measuring the Complex Permittivity and Permeability of Microwave Insulators.** *IEEE Transactions on Microwave*

FECHINE, P. B. A. **Estudo das propriedades estruturais e elétricas dos filmes espessos dos compostos (BaTiO₃)_x – (CaCu₃Ti₄O₁₂)_{1-x} e (BaTiO₃)_x – Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂)_{1-x} obtidos pela técnica de “screen printing”.** Dissertação (Mestrado em Química Inorgânica) – Universidade Federal do Ceará, 2004.

FECHINE, P. B. A. **Estudo das propriedades estruturais e elétricas das granadas ferrimagnéticas GdIGXYIG_{1-X} e suas aplicações em componentes de micro-ondas.** Tese (Doutorado em Química Inorgânica) – Universidade Federal do Ceará, 2008.

FERNANDES, T. S. M. **ESTUDO DA ESTABILIDADE TÉRMICA DA LIGA Ca(Nb_{1/2}Bi_{1/2})_xTi_{1-x}O₃:(B₂O₃)_y PARA USO EM ANTENA RESSOADORA DIELÉTRICA (DRA).** Dissertação (Dissertação de Mestrado) – Universidade Federal do Ceará, 2012.

FREITAS, M. R. de. **Preparação e Caracterização de Corpos Cerâmicos de Sr_{1-x}CaxTiO₃ (x = 0.01; 0.05 e 0.10).** Dissertação (Dissertação de Mestrado) – Universidade de São Paulo, 2005.

FURTADO, J. G. M. **Correlações entre fenômenos de grão e contornos de grão e o desempenho de cerâmicas varistoras.** Tese (Tese de Doutorado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2005.

HADDOUR, L., MESRATI, N., GOEURLOT, D., & TRÉHEUX, D. (2009). **Relationships between microstructure, mechanical and dielectric properties of different alumina**

- materials.** Journal of the European Ceramic Society, 29(13), 2747–2756. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2009.03.022
- HAKKI, B. W. . C. P. D. . **IRE Transactions on Microwave Theory and Techniques**, v. MTT-8, p. 402, 1960.
- HAKKI, B. W.; COLEMAN, P. D. **A dielectric resonator method of measuring inductive capacities in the millimeter range.** Microwave Theory Tech. 3, 402-410 (1960).
- KAJFEZ, D.; GUILLON, P. **Dielectric Resonators.** Artech House, Inc, 1986.
- KANG, S-. J. L. **Sintering (Densification, Grain Growth and Microstructure).** Elsevier Butterworth-Heinamann, 2005.
- KHANNA, V. K., & NAHAR, R. K. (1984). **Effect of moisture on the dielectric properties of porous alumina films.** Sensors and Actuators, 5(3), 187–198. doi:10.1016/0250-6874(84)80009-8
- KOBAYASHI, Y.; KATOH, M. **Microwave measurement of dielectric properties of low loss materials by the dielectric rod resonator method.** IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, v. 7, n. MTT-33, p. 586 – 592, 1985.
- KRAUS, J. D. **Electromagnetics. 4^a nd,** McGraw-Hill, 1991.
- LEUNG, K. W. **Complex resonance and radiation of hemispherical dielectric-resonator antenna with a concentric conductor.** IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, v. 49, n. 3, p. 524-531, 2001.
- LIU, P. *et al.* **Microwave dielectric properties of low-temperature sintered Ca[(Li1/3Nb2/3),Ti]O3- δ ceramics.** Journal of the European Ceramic Society, vol. 24 p. 1761–1764, 2004.
- LONG, S. A. *et al.* **The Resonant Cylindrical Dielectric Cavity Antenna.** IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 31, p. 406-412, 1983.
- LUK, K.-M.; LEUNG, K.-W. **Dielectric Resonator Antennas.** Hertfordshire, England: Research Studies Press LTD, 2003.
- MARQUES, V. S., CAVALCANTE, L. S., SCZANCOSKI, J. C., VOLANTI, D. P., ESPINOSA, J. W. M., JOYA, M. R., ... LONGO, E. (2008). **Influence of microwave energy on structural and photoluminescent behavior of CaTiO3 powders.** Solid State Sciences, 10(8), 1056–1061. doi:10.1016/j.solidstatesciences.2007.11.004
- MEDEIROS, A. M. L. **Síntese e caracterização de nanopartículas de Cr2O3 através do método sol-gel protéico.** Dissertação (Dissertação de mestrado), Universidade Federal do Ceará, 2007.

- MENEZES, C. T. **Estudo da cristalização de nanopartículas de NiO por difração e absorção de raios-X**. Tese (Tese de Doutorado) – Universidade Federal do Ceará, 2007.
- MOULSON, A. J.; HERBERT, J. M. **Electroceramics (Materials-Properties-Applications)**. 2^a ed, England: John Wiley & Sons Ltd, 2003.
- PALANIANDY, S., & JAMIL, N. H. (2009). **Influence of milling conditions on the mechanochemical synthesis of CaTiO₃ nanoparticles**. *Journal of Alloys and Compounds*, 476(1-2), 894–902. doi:10.1016/j.jallcom.2008.09.133
- PENG, Z. *et al.* **Dielectric resonator antennas using high permittivity ceramics**. *Ceramics International*, p. 1211-1214, 2004.
- PETOSA, A. **Dielectric Resonator Antenna Handbook**. Norwood, MA: Artech House, ISBN 978-1-59693-206-7, 2007.
- PETOSA, A. *et al.* **Recent Advances in Dielectric Resonator Antenna Technology**. *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, v.40, n. 3, p. 35-48, 1998.
- POZAR, D. M. **Microwave Engineering**. 2^a ed, New York: John Wiley & Sons, Inc, 1998.
- POZAR, D. M. **Microwave Engineering**. Wiley India, 2012.
- RAHAMAN, M. N. **Ceramic Processing and Sintering**. 2^a ed, New York: Marcel Dekker, 2003.
- RAJPUT, S. S. *et al.* **Design of microwave dielectric resonator antenna using MZTO–CSTO composite**. *Ceramics International*, 2011.
- RIETVELD, H. M. **Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures**. *J. Appl. Crystallogr.* 2, 65 (1969).
- RIETVELD, H.M. **Line Profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement**. *Acta Crystallographica*, v. 22, n. 1, p. 151-152, 1967.
- ROCHA, M.S.J. *et al.* **High dielectric permittivity in the microwave region of SrBi₂Nb₂O₉ (SBN) added La₂O₃, PbO and Bi₂O₃, obtained by mechanical alloying**. *Phys. Scr.* 86 (2012) 025701 (9pp).
- SADIKU, M. N. O. **Elementos de Eletromagnetismo**. 3^a ed, Bookman, 2006.
- SANTOS, M. R. P. *et al.* **Electrical properties of the electroceramic composite in the microwave frequency range: Pb(Fe_{0.5}Nb_{0.5})O₃ (PFN)–Cr_{0.75}Fe_{1.25}O₃ (CRFO)** *Physica Scripta*, v.78, p. 65704-65709, 2008.
- SEBASTIAN, M. T. **Dielectric Materials for Wireless Communication**. San Diego – USA: Elsevier, 2008.

- SEGAL, D. **Chemical Synthesis of Advanced Ceramic Materials**. Chemistry of Solid State Materials, Cambridge University Press, 1989.
- SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos Materiais. 6a Edição**, Editora Prentice Hall Brasil, 2008.
- SHIVARAM, M., KRISHNA, R. H., NAGABHUSHANA, H., SHARMA, S. C., NAGABHUSHANA, B. M., RAVIKUMAR, B. S., ... CHAKRADHAR, R. P. S. (2013). **Synthesis, characterization, EPR and thermoluminescence properties of CaTiO₃ nanophosphor**. Materials Research Bulletin, 48(4), 1490–1498. doi:10.1016/j.materresbull.2012.12.065
- SILVA, M. A. S. *et al.* **Na alternative method for the measurement of the microwave temperature coefficient of resonant frequency (Tf)**. J. Appl. Phys. 112 (2012) 074106.
- SURYANARAYANA, C. **Mechanical alloying and milling**. Progress in Material Science, v.46, n. 1-2, p. 1-184, 2001.
- TAKAHASHI, M. *et al.*, **Estimation of ionic and hole conductivity in bismuth titanate polycrystals at high temperature**, Solid State Ionics, 172 (2004) 325-329
- TALANTIKITE, D., & TAÏBI-BENZIADA, L. (2009). **Phase transitions of CaTiO₃ ceramics sintered with the aid of NaF and MgF₂**. Solid State Sciences, 11(1), 151–155. doi:10.1016/j.solidstatesciences.2008.05.002
- TEODOSSIEV, D. K., PETKOV, V. P., VALOV, R. V, GEORGIEV, J. S., STEFANOV, S. G., & TZVETKOV, P. T. (2011). **Composite material on Al₂O₃ basis coated with vitreous carbon for medical needs** Powder Metallurgic Progress 11(3), 326–329.
- TEODOSSIEV, D., VALOV, R., PETKOV, V., PETROV, N., & TABAKOVA, B. (2012). **Bio compatible ceramic material (Al₂O₃, CaTiO₃) coated with vitreous carbon for medical applications**, 1(133), 100–103.
- WENTWORTH, S. M., **Fundamentos de Eletromagnetismo com Aplicações em Engenharia**, LTC, 2006.
- WONG, Y. J., HASSAN, J., & HASHIM, M. (2013). **Dielectric properties, impedance analysis and modulus behavior of CaTiO₃ ceramic prepared by solid state reaction**. Journal of Alloys and Compounds, 571, 138–144. doi:10.1016/j.jallcom.2013.03.123
- YOUNG, R. A.; LARSON, A. C.; PAIVA-SANTOS, C. O. **User's Guide to program DBWS-9807a for Rietveld Analysis of X-ray and Neutron Powder Diffraction Patterns**. 2000.