

# **Desenvolvimento de Material Ferrimagnético do tipo $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ para Aplicação em Sistemas de Comunicação de Micro-ondas**

**Isaac Barros Tavares da Silva**

Orientador: Prof. Dr. Adaildo Gomes D'Assunção

**Tese de Doutorado** apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e de Computação da Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN (área de concentração: Telecomunicações) como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Número de ordem PPgEEC: D264

Natal, RN, Dezembro de 2019

Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN  
Sistema de Bibliotecas - SISBI  
Catalogação de Publicação na Fonte. UFRN - Biblioteca Central Zila Mamede

Silva, Isaac Barros Tavares da.

Desenvolvimento de material ferrimagnético do tipo NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> para aplicação em sistemas de comunicação de micro-ondas / Isaac Barros Tavares da Silva. - 2019.

119 f.: il.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Centro de Tecnologia, Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e de Computação, Natal, RN, 2019.

Orientador: Prof. Dr. Adaildo Gomes D'Assunção.

1. Antenas de ressoadores ferrimagnéticos - Tese. 2. Antenas de ferrita - Tese. 3. Ferrita de níquel - Tese. 4. Dielétricos magnéticos - Tese. 5. Metalurgia do pó - Tese. I. D'Assunção, Adaildo Gomes. II. Título.

RN/UF/BCZM

CDU 621.396.67(043.2)

---

## Agradecimentos

---

Agradeço primeiramente ao professor Adaildo Gomes D'Assunção, orientador deste trabalho, pela orientação, paciência e compreensão diante de todos os passos que precisei seguir para execução das minhas atividades, tanto no doutorado quanto em atividades extracurriculares. Ao professor João Bosco Lucena de Oliveira pelo apoio e disponibilidade para sanar dúvidas a respeito nas diferentes áreas de pesquisa nas quais eu resolvi me envolver. Ao professor Sandro Gonçalves da Silva, meu orientador anterior ao professor Adaildo, por todo tempo que me foi dedicado, mesmo em sua condição debilitada de saúde. Deixo aqui meu sincero agradecimento e desejo de melhoras constantes.

À banca examinadora deste trabalho, além dos professores Adaildo e João Bosco, Laércio Martins de Mendonça, que esteve presente em minha qualificação e contribuiu com observações importantes para melhoria de meu trabalho. Ao professor Joabson Nogueira de Carvalho, por sua disponibilidade para execução de procedimentos experimentais essenciais ao desenvolvimento de minha pesquisa. Ao meu colega de trabalho e examinador professor Idalmir de Souza Queiroz Júnior, pelas discussões a respeito dos resultados, e aos professores Valdemir Praxedes da Silva Neto e Marcelo David Silva de Mesquita por participarem das importantes contribuições para este trabalho.

A todos os meus amigos que contribuíram diretamente e indiretamente para que eu conseguisse superar todas as dificuldades, tanto no âmbito pessoal quanto em relação a execução da pesquisa. Em especial agradeço à Viviane Grisa e Samantha Sória que, apesar da distância, me dão apoio para que eu continue fazendo o que gosto, mesmo em tempos difíceis.

À Julyanne Diogo, por sua paciência, apoio e compreensão diante de todas as atividades que preciso realizar no dia-a-dia, sejam elas no meio profissional ou pessoal. Sua presença constante me ajuda a enfrentar qualquer desafio que tenho que enfrentar.

À minha mãe, Rozangelis Barros, pelo constante incentivo e suporte para que eu cresça cada vez mais profissionalmente, como pessoa e como filho, muito obrigado por tudo.

---

# Sumário

---

<b>Lista de Figuras</b> .....	<b>6</b>
<b>Lista de Tabelas</b> .....	<b>8</b>
<b>Lista de Símbolos</b> .....	<b>9</b>
<b>Lista de Siglas e Acrônimos</b> .....	<b>11</b>
<b>1 - Introdução</b> .....	<b>14</b>
1.1 Objetivos Gerais.....	15
1.2 Objetivos Específicos.....	15
<b>2 – Ressonadores Dielétricos Ferrimagnéticos</b> .....	<b>17</b>
2.1 Alimentação por linha de microfita.....	19
2.2 Frequência de ressonância de uma DRA cilíndrica .....	21
2.3 Compostos de Ferrita .....	23
2.3.1 Estrutura Espinélio .....	23
2.3.2 Técnicas de produção .....	26
2.3.2.1 Técnica Sol-Gel.....	28
2.3.3 Ferrita de Níquel ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) .....	30
2.3.4 Ferrita de Zinco ( $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$ ) .....	31
2.3.5 Ferrita de Cobalto ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ).....	32
2.3.6 Ferrita de Níquel-Zinco ( $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ) .....	34
<b>3 – Metalurgia do pó</b> .....	<b>37</b>
3.1 Processo de calcinação .....	38
3.2 Caracterização morfológica do pó .....	39
3.2.1 Difração por Raios X (DRX) .....	39
3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	42
3.3 Compactação das amostras.....	43
3.4 Sinterização .....	44
3.5 Caracterização elétrica e magnética de materiais.....	47
<b>4 – Testes de concentrações na Sol-Gel modificada por RCI</b> .....	<b>50</b>
4.1 Metodologia do preparo da solução de quitosana e testes de proporção de nitratos.....	50
4.2 Resultados dos testes de proporções .....	55
<b>5 – Produção das pastilhas de <math>\text{NiFe}_2\text{O}_4</math></b> .....	<b>70</b>
5.1 Produção das pastilhas de ferrita encapsuladas em materiais de baixa permissividade.....	70

5.1.1 Resultados do encapsulamento das pastilhas .....	73
5.2 Processo de compactação do pó de $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ .....	78
5.2.1 Resultados da produção e caracterização das pastilhas compactadas .....	79
<b>6 – Aplicações das pastilhas de <math>\text{NiFe}_2\text{O}_4</math>.....</b>	<b>83</b>
6.1 Excitação da FRA por cabo coaxial .....	83
6.1.1 Resultados simulados e experimentais da FRA excitada por cabo coaxial.....	85
6.2 Excitação da FRA através de acoplamento por abertura.....	90
6.2.1 Resultados da FRA excitada através de acoplamento por abertura .....	91
6.3 Excitação da FRA por linha de microfita.....	94
6.3.1 Resultados da FRA excitada por linha de microfita.....	95
6.4 Procedimento experimental da aplicação do material em substrato de antenas de microfita de geometria retangular.....	99
6.4.1 Resultados das antenas de microfita de geometria retangular.....	100
6.5 Procedimento experimental da aplicação do material em substrato de antenas de microfita de geometria circular.....	104
6.5.1 Resultados simulados e experimentais da antena de geometria circular.....	105
<b>Conclusões.....</b>	<b>110</b>
<b>Sugestões para trabalhos futuros.....</b>	<b>112</b>
<b>Referências.....</b>	<b>113</b>

---

## Lista de Figuras

---

Figura 1: Formatos de DRA [10]. .....	17
Figura 2: Técnicas de Alimentação de DRA: (a) Alimentação coaxial, (b) acoplamento por abertura e (c) linhas de microfita [10]. .....	19
Figura 3: Alimentação por linha de microfita [10]. .....	20
Figura 4: Altura da DRA em função de sua permissividade relativa. ....	22
Figura 5: Representação da estrutura espinélio [24]. .....	24
Figura 6: Tamanho de partículas em função da temperatura de sinterização [32]. .....	26
Figura 7: Fluxograma da técnica sol-gel [43]. .....	28
Figura 8: Distribuição de cristalito obtido em [34]. .....	30
Figura 9: Deslocamento da frequência de ressonância com campo magnético externo [47]. .	31
Figura 10: Estrutura espinélio normal da ferrita de zinco [49]. .....	32
Figura 11: Representação da DRX [64]. .....	40
Figura 12: Modelo de um difratômetro de raios X [64]. .....	41
Figura 13: Difratoograma de raios X de ferrita de cobalto produzida em [54]. .....	41
Figura 14: MEV de grânulo de pó de nióbio [60]. .....	43
Figura 15: Representação do processo de prensagem uniaxial [67]. .....	44
Figura 16: Etapas do processo de sinterização (a) após a prensagem, (b) coalescimento do pó e formação de poros, (c) redução dos poros durante o processo [64]. .....	45
Figura 17: Medição de permissividade por sonda coaxial em (a) sólidos ou semissólidos e em (b) líquidos [70]. .....	47
Figura 18: Medição de permeabilidade através do método da indutância [70]. .....	48
Figura 19: Modelo de guia de ondas no método da linha de transmissão [70]. .....	49
Figura 20: Processo de agitação mecânica da quitosana. ....	51
Figura 21: Capela com exaustor. ....	52
Figura 22: Forno mufla utilizado na calcinação. ....	53
Figura 23: Equipamentos utilizados na caracterização das amostras: (a) MEV, (b) DRX e (c) EDS. ....	54
Figura 24: Fluxograma do processo de produção das ferritas. ....	55
Figura 25: Fluxograma resumido do processo produtivo. ....	56
Figura 26: DRX das amostras produzidas em comparação com DRX da ferrita de níquel. ....	57
Figura 27: Distribuição de partículas das amostras (a) A01, (b) A02 e (c) A03. ....	59
Figura 28: Distribuição de partículas separada por composto produzido na amostra A01. ....	60
Figura 29: Distribuição de partículas separada por composto produzido na amostra A02. ....	61
Figura 30: Distribuição de partículas separada por composto produzido na amostra A03. ....	62
Figura 31: MEV da amostra A01. Ampliação de (a) 10 kx e (b) 40 kx. ....	63
Figura 32: MEV da amostra A02. Ampliação de (a) 10 kx e (b) 40 kx. ....	64
Figura 33: MEV da amostra A03. Ampliação de (a) 10 kx e (b) 40 kx. ....	64
Figura 34: (a) Curvas de histerese das amostras produzidas. (b) Ampliação próxima a origem do sistema de coordenadas. ....	68
Figura 35: Madeiras utilizadas para produção das capsulas. ....	71
Figura 36: (a) Prototipadora PCB 2020B e (b) representação do recipiente. ....	72
Figura 37: Capsulas de madeira dispostas sobre plano de terra. ....	73

Figura 38: Permissividade relativa das madeiras. ....	73
Figura 39: Tangente de perdas das madeiras. ....	74
Figura 40: Ligação glicosídica em celulose. ....	75
Figura 41: Coeficiente de reflexão simulado das capsulas com pó de ferrita de níquel. ....	75
Figura 42: Comparativo entre resultados simulados e experimentais dos encapsulados de ferrita. ....	76
Figura 43: (a) Matriz utilizada na compactação do pó e sua (b) inserção na prensa uniaxial..	78
Figura 44: Fluxograma do processo produtivo das pastilhas. ....	79
Figura 45: Pastilha de ferrita após processo de sinterização: (a) face apenas com desnível e (b) face com pequenas fissuras. ....	80
Figura 46: Permissividade das pastilhas compactadas. ....	80
Figura 47: Tangente de perdas das pastilhas compactadas. ....	81
Figura 48: (a) Corte longitudinal da FRA no processo de medição. (b) Modelo da FRA no software HFSS. ....	84
Figura 49: <i>Setup</i> de medição da FRA. ....	85
Figura 50: Coeficiente de reflexão para diferentes permeabilidades magnéticas. ....	85
Figura 51: (a) Campos elétricos e (b) magnéticos das variações de permeabilidade. ....	87
Figura 52: Comparativo entre simulação e experimento da FRA. ....	88
Figura 53: (a) Dimensões da FRA excitada através de acoplamento por abertura e seu (b) <i>setup</i> de medição. ....	90
Figura 54: Coeficiente de reflexão simulado da FRA excitada através de acoplamento por abertura. ....	91
Figura 55: Comparação entre resultados simulados e experimentais da FRA excitada através de acoplamento por abertura. ....	92
Figura 56: (a) Dimensões da FRA alimentada por linha de microfita e (b) seu <i>setup</i> de medição. ....	95
Figura 57: Coeficiente de reflexão da FRA excitada por linha de microfita. ....	96
Figura 58: Vista superior e lateral da antena de microfita retangular. ....	99
Figura 59: (a) Antenas de microfita de geometria retangular e (b) seu <i>setup</i> de medição. ....	100
Figura 60: Antena de microfita de geometria retangular simulada no HFSS. ....	101
Figura 61: Diagrama de radiação da antena de microfita com geometria retangular. ....	101
Figura 62: Coeficiente de reflexão das antenas com geometria retangular: procedimento experimental. ....	102
Figura 63: Vista superior e lateral da antena de microfita circular. ....	104
Figura 64: (a) Antenas de geometria circular sobre substrato de ferrita e (b) seu <i>setup</i> de medição. ....	105
Figura 65: Coeficiente de reflexão simulado da antena de geometria circular. ....	106
Figura 66: Diagrama de radiação da antena circular. ....	106
Figura 67: Comparativo entre os campos elétricos das duas geometrias simuladas. ....	107
Figura 68: Coeficiente de reflexão das antenas com geometria circular: procedimento experimental. ....	107

---

## Lista de Tabelas

---

Tabela 1: Tamanho de partículas de acordo com o método de síntese [55].....	33
Tabela 2: Propriedades de condutividade dos cátions bivalentes $Zn^{2+}$ e $Ni^{2+}$ .....	35
Tabela 3: Concentrações de nitratos para verificação de eficiência.....	51
Tabela 4: EDS das três amostras produzidas. ....	65
Tabela 5: Rendimento das amostras de ferrita de níquel. ....	66
Tabela 6: Dados da histerese das três amostras.....	69
Tabela 7: Comparativo entre simulações e medições dos encapsulados. ....	77
Tabela 8: Valores de permeabilidade em frequências próximas a 5 GHz apresentadas por diferentes autores.....	84
Tabela 9: Resultados dos parâmetros observados na Figura 50.....	86
Tabela 10: Comparativo entre os parâmetros de reflexão da FRA com as simulações. ....	89
Tabela 11: Dimensões do dispositivo da FRA alimentada através de acoplamento por abertura .....	91
Tabela 12: Comparativo dos resultados simulados e experimentais da alimentação por acoplamento. ....	93
Tabela 13: Dimensões do dispositivo da FRA alimentada por linha de microfita.....	95
Tabela 14: Dados experimentais da excitação da FRA por linha de microfita. ....	97
Tabela 15: Comparativo entre excitação por linha de microfita, cabo coaxial e acoplamento.....	98
Tabela 16: Dimensões das antenas de microfita de geometria retangular. ....	101
Tabela 17: Parâmetros experimentais de reflexão das antenas retangulares: comparação com simulação.....	103
Tabela 18: Dimensões das antenas de microfita com geometria circular. ....	105
Tabela 19: Parâmetros experimentais de reflexão das antenas circulares: comparação com simulação.....	108

---

## Lista de Símbolos

---

$a$  – Raio da DRA

$\beta$  – Largura do feixe no ponto de meia intensidade

$c$  – Velocidade das ondas eletromagnéticas no espaço livre

$\bar{D}$  – Tamanho médio das partículas

$d$  – Distância interplanar

$\varepsilon$  – Permissividade elétrica

$\varepsilon_r, \varepsilon_{ref}$  – Permissividade elétrica relativa e efetiva

$\eta_{final}$  – Rendimento final do processo

$f$  – Frequência de operação

$f_{TE_{n\pi m}}, f_{TM_{n\pi m}}$  – Frequência de ressonância do modo TE e TM

$\gamma$  – Razão giromagnética

$h_{DRA}$  – Altura da DRA

$h_t$  – Altura da amostra em forma de toroide

$h, k, l$  – Índices de Miller

$H_0, H_s, H_c$  – Campo magnético estático, campo de saturação e campo coercivo

$J_n$  – Função de Bessel de primeira ordem

$k$  – Número de onda

$k_r$  – Número de onda na direção  $r$

$k_\rho, k_\phi, k_z$  – Números de onda em coordenadas cilíndricas

$L$  – Constante de Lorentz

$L_c, L_s$  – Indutância do sistema com e sem a amostra

$L_0$  – Comprimento da linha de microfita

$\Lambda$  – Concentrações

$\lambda_0$  – Comprimento de onda no espaço livre

$\lambda_{Cu}, \lambda_{Cr}, \lambda_{Fe}, \lambda_g$  – Comprimento de onda da radiação do Cobre, Cromo, Ferro e onda guiada

$M_s$  – Magnetização de saturação

$\mu$  – Permeabilidade magnética

$\mu_r$  – Permeabilidade magnética relativa

$\bar{\mu}_{H_x}, \bar{\mu}_{H_y}, \bar{\mu}_{H_z}$  – Tensor permeabilidade magnética devido a campo estático aplicado em coordenadas retangulares

$\psi_{EDS}$  – Rendimento proveniente da EDS

$\psi_{TE_{npm}}, \psi_{TM_{npm}}$  – Funções de onda do modo TE e TM

R – Raio do *patch* circular

$r$  – Componente da coordenada esférica

$\rho, \phi, z$  – Componentes da coordenada cilíndrica

$\sigma$  – Condutividade elétrica

$T$  – Temperatura do material

$t$  – Espessura do substrato

$T_c$  – Temperatura de Curie

$\tau$  – Rendimento proveniente da DRX

$\theta$  – Ângulo de Bragg

W – Largura do *patch* retangular

W<sub>o</sub> – Largura da linha de microfita

$x$  – Distância de acoplamento

$X_{np}$  – Raiz da função de Bessel

$\omega$  – Frequência angular

Z – Impedância da linha de microfita

---

## Lista de Siglas e Acrônimos

---

5G – Quinta geração

CNC – *Computer Numerical Control*

DRA – *Dielectric Resonator Antenna*

DRX – Difração por Raios-X

EDS – *Energy Dispersive X-Ray*

FEM – *Finite Element Method*

FRA – *Ferrimagnetic Resonator Antenna*

HFSS – *High Frequency Structure Simulator*

ICSD – *Inorganic Crystal Structure Database*

IEEE – *Institute of Electrical and Electronics Engineers*

IFPB – Instituto Federal da Paraíba

ISM – *Industrial, Scientific and Medical*

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

PAA – *Polyacrylic Acid*

RCI – Reação por Coordenação Iônica

TE – Transversal Elétrico

TM – Transversal Magnético

TLT – *Transmission Line Theory*

UFERSA – Universidade Federal Rural do Semi-Árido

VNA – *Vector Network Analyzer*

VSM – *Vibrating-Sample Magnetometer*

---

## Resumo

---

Devido a crescente necessidade de desenvolver novas tecnologias para as comunicações sem fio, as pesquisas envolvendo os dispositivos de comunicação têm se tornado intensas, principalmente nas características de miniaturização e reconfiguração dos dispositivos de irradiação. Neste contexto, este trabalho propõe o desenvolvimento de materiais ferrimagnéticos visando sua aplicação em dispositivos de comunicação sem fio. O projeto foi desenvolvido partindo da produção de ferrita de níquel ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) através da Técnica Sol-Gel modificada por RCI. O processo de calcinação foi aplicado para eliminação de compostos orgânicos provenientes da Sol-Gel, bem como para obtenção de partículas de diâmetro relativamente elevado, acima de 300 nm. A temperatura de calcinação foi de 1100 °C, durante dez horas, com rampa de 10 °C/min. O cristalito obtido foi caracterizado através da MEV, DRX e EDS. Comportamento magnético do cristalito também foi obtido através do levantamento de sua curva de histerese, bem como sua caracterização elétrica através da determinação da obtenção da permissividade complexa. Todas as caracterizações morfológicas foram aplicadas a um estudo envolvendo a eficiência do processo Sol-Gel utilizado de acordo com a variação da concentração de nitratos utilizados para produzir a ferrita de níquel. Esse estudo teve como objetivo principal a verificação de qual concentração de nitratos é mais eficiente para uma produção em grande quantidade, sendo possível constatar, entre os valores utilizados, que a concentração de 120 g/L promove uma produção mais eficiente e com mais qualidade. Posteriormente, um dos dispositivos desenvolvidos se deu a partir da utilização do cristalito caracterizado em protótipo de encapsulados de baixa permissividade, utilizando madeira de lei, para sua aplicação como FRA. As madeiras utilizadas foram caracterizadas eletricamente para análise de sua influência junto às partículas de ferrita. O parâmetro coeficiente de reflexão foi determinado e discutido, sendo possível observar o potencial do material produzido na aplicação em DRA. Em seguida, foram confeccionadas pastilhas através de compactação do pó de ferrita por prensa uniaxial a 15 toneladas com ligante propanona, seguidas por aquecimento antes da sinterização. Este processo foi realizado com os mesmos parâmetros de temperatura da produção dos pós, com objetivo de não alterar o tamanho dos grãos. A caracterização elétrica das pastilhas foi realizada para sua aplicação como substrato em antenas de microfita e FRA. A permeabilidade das pastilhas foi estimada com base em trabalhos de caracterização do pó de  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ . Com a caracterização elétrica, foram realizadas simulações das FRA, em três diferentes tipos de excitação, e antenas propostas no software HFSS, através do método FEM e medições do coeficiente de reflexão para fins de validação dos resultados simulados. Os resultados experimentais se mostraram condizentes com a caracterização e simulações realizadas, chegando a apresentar erro de apenas 0,82% em relação a frequência de ressonância das simulações. O potencial da ferrita de níquel nas aplicações de FRA e como substrato em antenas de microfita é bem evidenciado nas discussões dos resultados, sendo possível expandir sua possibilidade de aplicação a outras áreas da engenharia elétrica.

**Palavras-chave:** Antenas de ressoadores ferrimagnéticos, antenas de ferrita, ferrita de níquel, dielétricos magnéticos, metalurgia do pó.

---

## Abstract

---

Due the need to develop new wireless technologies, the researches involving communication devices has become intense, mainly in characteristics like device miniaturization and reconfigurability. With this objective, this work presents a proposal for the development of ferrimagnetic compounds aiming their application in wireless communication devices. The project was performed starting at the nickel ferrite ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) through Sol-Gel modified by ICR technique. A calcination process was applied to eliminate organic compounds from Sol-Gel, as the large particle size production, over 300 nm. The calcination was performed at 1100 °C, for ten hours, with 10 °C/min step. The obtained particles were characterized by SEM, XRD and EDS. Magnetic behavior (hysteresis loop) was also obtained, as complex electric permittivity parameter. All performed morphological characterization were applied in a study of Sol-Gel process efficiency, according to nitrate concentration on chitosan matrix. The nitrate concentration was modified to verify which concentration promote better process efficiency, so that 120 g/L concentration could be verified as the more suitable for a high-quality product. Posteriorly, one of the proposed devices was manufactured: ferrite powder encapsulated with low permittivity wood material, aiming FRA application. Electric characterization was performed in all four types of applied woods. Reflection coefficient was determined and discussed. Then, ferrite bulk materials were manufactured using a 15-ton uniaxial press with propanone binding agent, followed by heating process before sintering. This process was performed with same temperature parameters of the powder production, aiming to not change microscopical characteristics. Electric characterization of ferrite bulk was performed and its application as microstrip patch antenna substrate and FRA was verified. Magnetic permeability was estimated based on previous papers characterization of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  powder. With electric characterization, simulations of FRA, with three different types of excitation, and proposed antennas was performed by HFSS software, using FEM method and the reflection coefficient was experimentally determined to validate the simulations. The experimental results presented good agreement with all performed process of production and characterization, reaching a 0.82% error in resonance frequency based on simulated results. The nickel ferrite potential as FRA and microstrip patch antenna is evidenced along the results discussion, being possible to expand the applications possibilities in other electrical engineering fields.

**Keywords:** Ferrimagnetic resonator antennas, ferrite antennas, nickel ferrite, magnetic dielectrics, powder metallurgy.

---

# 1 - Introdução

---

O constante desenvolvimento dos dispositivos de comunicação promove uma demanda crescente por tecnologias que deem suporte a esse desenvolvimento. Uma das vertentes deste se dá a partir da redução das dimensões dos dispositivos, mantendo, ou aprimorando, sua capacidade de processamento, armazenamento e transferência de dados, onde esta pode estar ligada diretamente ao ressoador utilizado.

Os ressoadores, podem ser apresentados em diversos tipos, onde podem ser destacadas as antenas de microfita e as Antenas de Ressonadores Dielétricos (*Dielectric Resonator Antenna* - DRA) [1]-[5]. As antenas de microfita são largamente utilizadas devido a sua versatilidade ao projetar seus parâmetros de desempenho, como largura de banda, polarização, frequência de ressonância etc [6]. As características de modelagem e de acoplamento a superfícies e circuito impresso também fazem esse tipo de antena ter uma atenção especial em diferentes aplicações [7].

As aplicações envolvendo DRA também são bem difundidas devido ao desenvolvimento de diversos materiais com características específicas [8]-[10]. Cada material, de acordo com seu processo de produção, possui características únicas que influenciam diretamente em como a DRA irá desempenhar sua função de ressoar um determinado sinal. Materiais como Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [11] e Titanato de Bário ( $\text{BaTiO}_3$ ) [12] são amplamente utilizados nesta aplicação devido à alta permissividade elétrica que possuem.

No caso da utilização de ferritas [13]-[15], há diversas pesquisas envolvendo sua aplicação como DRA, ou Antenas de Ressonadores Ferrimagnéticos (*Ferrimagnetic Resonator Antenna* – FRA). Isso se dá pelo fato de sua versatilidade em termos de parâmetros eletromagnéticos, já que há diversos modos de produção, onde cada um influencia fortemente nas características elétricas e magnéticas. Através da alteração das variáveis de processo também é possível modificar o tipo de estrutura desejada, bem como suas características morfológicas. Todos esses fatores são essenciais para o entendimento dos parâmetros relacionados às grandezas de interesse da engenharia elétrica, como permissividade e condutividade.

Com esse embasamento, este trabalho se baseia na produção de compostos de ferrita para que, posteriormente, sejam desenvolvidos ressoadores dielétricos desses materiais, nos

quais poderão ser aplicados a sistemas de comunicação sem fio, além de se apresentarem como dispositivos reconfiguráveis devido as propriedades magnéticas das ferritas. Portanto, diferentes ressoadores serão produzidos utilizando compostos de ferrita de acordo com as propriedades elétricas e magnéticas de cada material.

A ferrita de níquel ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) foi escolhida para ser produzida, através de Reação por Coordenação Iônica (RCI) aplicada a técnica Sol-Gel. Foram realizadas as caracterizações morfológica e magnética dos cristalitos obtidos e produção das FRA através de prensagem uniaxial. A caracterização elétrica também foi realizada após a obtenção da FRA e, posteriormente, os resultados dos parâmetros da antena foram obtidos em laboratório.

Resultados experimentais das FRA foram comparados com simulações realizadas através do software *High Frequency Structure Simulator* (HFSS), no qual implementa o método dos elementos finitos (*Finite Element Method* – FEM). O procedimento computacional e experimental também foi realizado para aplicação das pastilhas de ferrita como substrato em antenas de microfita. A discussão dos resultados ocorreu de modo a explicar o motivo de cada parâmetro, evidenciando a importância do controle de todo processo produtivo.

## 1.1 Objetivos Gerais

Este trabalho visa desenvolver compostos ferrimagnéticos (ferritas) de níquel, relacionando suas características estruturais com suas propriedades elétricas e magnéticas, e suas aplicações na área de ressoadores ferrimagnéticos e substrato em antenas de microfita. As antenas serão desenvolvidas de modo a serem aplicadas em sistemas de comunicações móveis, além de ser possível sua inserção em outros serviços de telecomunicações, tais como protocolo IEEE 802.11 e sistemas UHF e SHF.

## 1.2 Objetivos Específicos

Para alcançar os Objetivos Gerais, os seguintes Objetivos Específicos foram propostos:

- Estudo de variações da técnica Sol-Gel modificada por RCI aplicada a produção de ferritas;

- Caracterizar morfológicamente o cristalito obtido para identificar fases e estimar a distribuição de tamanho dos cristais;
- Obter a curva de histerese do material;
- Aplicar variação da técnica de obtenção das ferritas com melhor desempenho para produção do cristalito que será utilizado nas FRA;
- Prensar o cristalito para obtenção das pastilhas a serem utilizadas como FRA;
- Realizar o processo de sinterização;
- Caracterizar eletricamente as pastilhas produzidas;
- Realizar simulações das FRA com os valores obtidos nas caracterizações;
- Efetuar as medições dos parâmetros das FRA e comparar com as simulações realizadas;
- Aplicar as pastilhas produzidas como substrato em antenas de microfita;
- Realizar simulações das antenas e comparar com seus valores experimentais, discutindo os resultados obtidos.

---

## 2 – Ressonadores Dielétricos Ferrimagnéticos

---

As Antenas de Ressonadores Dielétricos (*Dielectric Resonator Antenna - DRA*) são ressoadores que não trabalham com um condutor para que haja radiação de campo eletromagnético, ou seja, o material dielétrico é o próprio elemento radiante, o que proporciona uma redução nas perdas por condução em relação às antenas que utilizam elementos condutivos [10]. Há diversas estruturas de DRA que podem ser utilizadas para tal fim, como mostra a Figura 1 [10], bem como diferentes materiais.

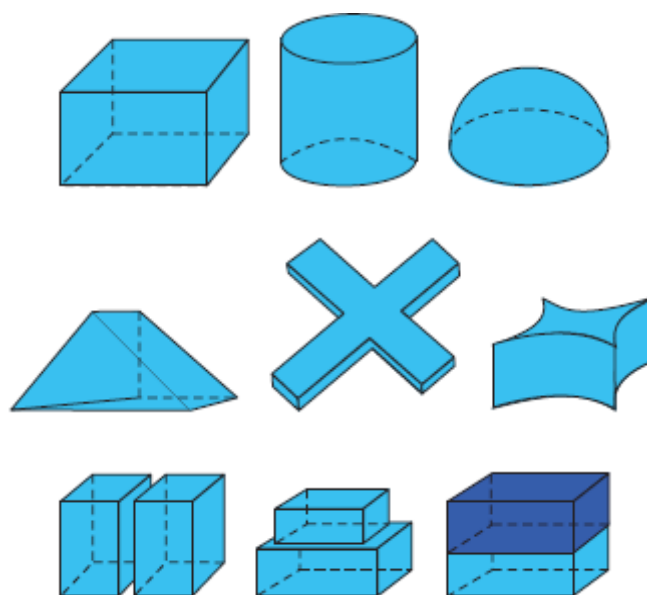


Figura 1: Formatos de DRA [10].

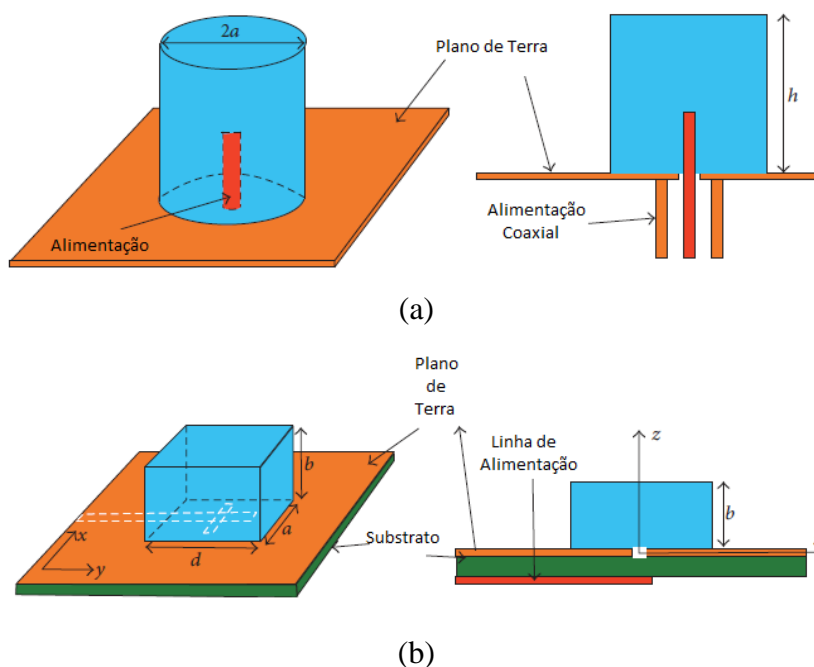
O primeiro trabalho que teorizou e mostrou matematicamente que materiais dielétricos são capazes de fazer com que ondas guiadas em seu interior sejam irradiadas foi apresentado em 1939, por Richtmyer [4], onde há a formulação matemática de potenciais gerados por uma esfera dielétrica e anel dielétrico circular. Este trabalho permitiu um crescimento nas possibilidades de utilização de ressoadores, principalmente quando o conceito proposto por Richtmyer [4] é aliado ao desenvolvimento de novos materiais.

Após o trabalho de Richtmyer [4], outros trabalhos de grande importância surgiram com DRA em aplicações de micro-ondas, como o artigo de D'Aiello e Prager [16]. Neste artigo foram propostas DRA de dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) e titanato de estrôncio ( $\text{SrTiO}_2$ ), em formato cilíndrico, e o experimento executado consistiu na excitação da DRA e, posteriormente, medição da frequência de ressonância obtida e atenuação do sinal em função da distância.

Também foi executado o cálculo teórico das frequências de ressonância e comparação com as medições efetuadas e, entre três DRAs de dióxido de titânio, apenas um dispositivo apresentou erro considerável entre o cálculo teórico e a medição. Os outros dispositivos de dióxido de titânio e titanato de estrôncio apresentaram resultados satisfatórios, comprovando o que havia sido proposto por Keyrouz e Caratelli [10].

No artigo de Fehine et al [15], foram investigadas as propriedades magnéticas das ferritas de ítrio ( $Y_3Fe_5O_{12}$ ) e gadolínio ( $Gd_3Fe_5O_{12}$ ), bem como suas aplicações como Antenas de Ressonadores Ferrimagnéticos (*Ferrimagnetic Resonator Antenna – FRA*). Assim como em Petosa et al [17], [18], foi realizado um experimento de reconfiguração da DRA através da aplicação de um campo magnético estático, onde o parâmetro investigado foi a frequência de ressonância do dispositivo. Esse experimento também ajuda a mostrar a versatilidade de utilizar compostos de ferrita como uma FRA, onde é possível mudar as configurações da antena de acordo com a aplicação de um campo magnético externo.

Apesar das diversas aplicações e técnicas empregadas nas DRA, o princípio básico de seu funcionamento permanece o mesmo, onde há a excitação do material por meio de uma alimentação externa. Essa alimentação pode ser apresentada de diferentes formas, e algumas delas podem ser observadas na Figura 2 [10].



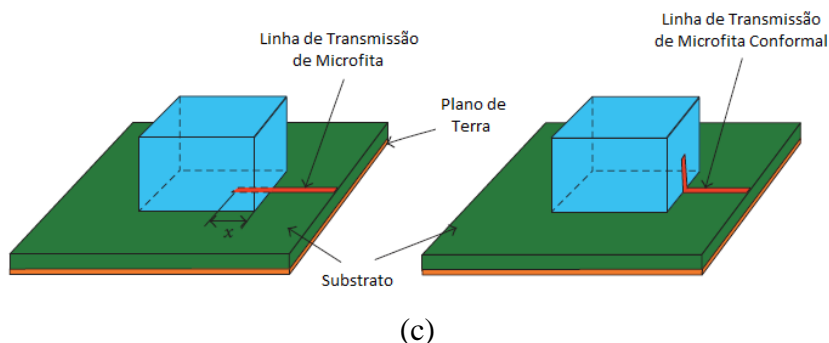


Figura 2: Técnicas de Alimentação de DRA: (a) Alimentação coaxial, (b) acoplamento por abertura e (c) linhas de microfita [10].

Cada tipo de alimentação possui suas vantagens em relação as características de acoplamento, facilidade de implementação e resultados. Em termos de aplicação quando se trabalha com a fabricação de novos materiais, as técnicas de acoplamento por abertura e linha de microfita são mais adequadas [8], pois a alimentação coaxial exige a perfuração do material em uma profundidade exatamente igual ao comprimento da alimentação. Outro problema da alimentação coaxial se dá pela possibilidade de o material não suportar o processo de perfuração e apresentar falhas adjacentes. O método de alimentação a ser utilizado no trabalho será por linha de microfita em uma das aplicações dos materiais produzidos, portanto este método será visto com mais detalhes a seguir.

## 2.1 Alimentação por linha de microfita

A alimentação por linha de microfita pode ser executada de duas formas, como já mostrada na Figura 2: linha de microfita e linha de microfita conformal. Um dos primeiros artigos envolvendo a alimentação por linha de microfita em uma DRA foi apresentado por Kranenburg e Long [19], no qual foi investigada a distância em que a DRA deve ser colocada em relação a linha de microfita para que haja um melhor acoplamento entre as estruturas. A variável analisada está disposta na Figura 3 [10] como distância  $x$ .

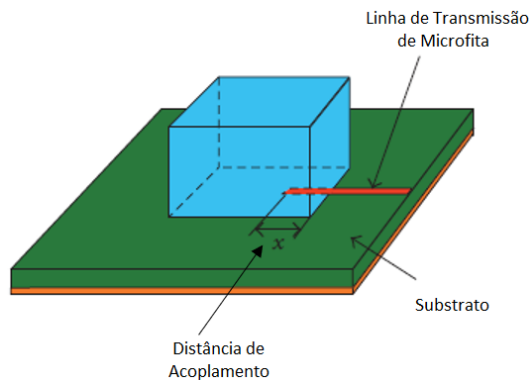


Figura 3: Alimentação por linha de microfita [10].

A distância  $x$ , ou distância de acoplamento, apresentada na Figura 3, com base em Kraneburg e Long [19], irá determinar o acoplamento entre a DRA e a linha de microfita e o modo particular de excitação. Como resultado, foi observado que o acoplamento é mais forte quando a distância de acoplamento possui comprimento um pouco menor do que um quarto do comprimento de onda guiada a partir da borda da DRA, como mostra Equação 1:

$$x \approx \frac{\lambda_0}{4\sqrt{\epsilon_{ref}}} \approx \frac{\lambda_g}{4} \quad (1)$$

Sendo  $\lambda_0$  o comprimento de onda no espaço livre e  $\epsilon_{ref}$  a permissividade efetiva do conjunto substrato/meio.

Para o projeto da linha de microfita que irá alimentar uma DRA, é necessário conhecer o substrato a ser utilizado, bem como sua permissividade, e a impedância desejada que, para circuitos de micro-ondas, são utilizados  $50 \Omega$  devido a impedância da linha de transmissão e conectores. A largura da linha de microfita pode ser projetada através de Balanis [7], utilizando a Teoria de Linha de Transmissão (TLT) de acordo com a Equação 2. Seu comprimento é projetado para um quarto do comprimento de onda da frequência de ressonância de projeto.

$$Z = \frac{120\pi}{\sqrt{\epsilon_{ref}} \left[ \frac{W}{t} + 1,393 + 0,677 \ln \left( \frac{W}{t} + 1,44 \right) \right]} \quad (2)$$

Sendo:

$W$  – Largura da linha de microfita;

$t$  – Espessura do substrato;

$Z$  – Impedância da linha de microfita;

$\epsilon_{ref}$  – Permissividade efetiva.

Um dos passos para projeto da estrutura completa do ressoador foi descrito através do projeto da linha de microfita, na qual realizará a alimentação da DRA. Porém, a posição da DRA em relação a linha de microfita também irá depender da frequência de ressonância do dispositivo. Portanto, no próximo tópico serão apresentados alguns conceitos para projeto de uma DRA com geometria cilíndrica de acordo com sua frequência de ressonância.

## 2.2 Frequência de ressonância de uma DRA cilíndrica

Para a obtenção da frequência de ressonância de uma DRA, primeiramente deve-se ter em mente qual tipo de estrutura será utilizada. Conforme foi visto na Figura 1, há diversas estruturas de DRA que podem ser utilizadas, bem como diversas análises a serem realizadas para cálculo da frequência de ressonância. Como pode ser visto em Yaduvanshi e Parthasarathy [21] e Al-Zoubi, Kishk e Glisson [22], para uma estrutura retangular de uma DRA há diversos métodos de análise que podem ser levados em consideração, como: método da expansão modal, excitação por tensão ou corrente, entre outros. Porém, como neste trabalho são utilizadas DRAs cilíndricas, nas quais serão descritas com um pouco mais de detalhes.

De acordo com Long, McAllister e Shen [23], baseado no estudo realizado por Yee [5], duas funções de onda podem ser postuladas a partir da consideração em que o cilindro é uniforme, com os campos elétricos nulos na superfície inferior do cilindro e com suas superfícies operando como condutores magnéticos perfeitos. As funções de onda TE e TM postuladas para o eixo z são:

$$\psi_{TE_{n\phi m}} = J_n\left(\frac{X_{np}}{a}\rho\right) \begin{bmatrix} \text{sen}(n\phi) \\ \cos(n\phi) \end{bmatrix} \text{sen}\left[\frac{(2m+1)\pi z}{2h}\right] \quad (3)$$

$$\psi_{TM_{n\phi m}} = J'_n\left(\frac{X'_{np}}{a}\rho\right) \begin{bmatrix} \text{sen}(n\phi) \\ \cos(n\phi) \end{bmatrix} \cos\left[\frac{(2m+1)\pi z}{2h}\right] \quad (4)$$

Com  $\phi$  dependendo da posição de alimentação e sendo  $J_n$  a função de Bessel de primeira ordem,  $X_{np}$  e  $X'_{np}$  são as raízes que satisfazem as funções, ou seja:

$$J_n(X_{np}) = 0 \quad (5)$$

$$J'_n(X'_{np}) = 0 \quad (6)$$

Os parâmetros  $\rho$  e  $a$  se referem a um ponto específico distanciado de  $\rho$  em relação a origem e o raio da DRA, respectivamente. A frequência de ressonância para os modos TE e TM é obtida a partir da Equação 7, em que os números de onda  $k_\rho$  e  $k_z$  são expressos através das Equações 8 e 9, respectivamente.

$$k_\rho^2 + k_z^2 = k^2 = \omega^2 \mu \epsilon \quad (7)$$

$$k_\rho = \frac{X_{np}}{a} \quad \text{ou} \quad k_\rho = \frac{X'_{np}}{a} \quad (8)$$

$$k_z = \frac{(2m + 1)\pi}{2h} \quad (9)$$

Isolando a frequência expressa na Equação 7, é possível obter as frequências de ressonância dos modos  $TE_{npm}$  e  $TM_{npm}$ , mostrados nas Equações 10 e 11, respectivamente:

$$f_{TE_{npm}} = \frac{c}{2\pi\sqrt{\epsilon_r\mu_r}} \sqrt{\left(\frac{X_{np}}{a}\right)^2 + \left[\frac{(2m + 1)\pi}{2h_{DRA}}\right]^2} \quad (10)$$

$$f_{TM_{npm}} = \frac{c}{2\pi\sqrt{\epsilon_r\mu_r}} \sqrt{\left(\frac{X'_{np}}{a}\right)^2 + \left[\frac{(2m + 1)\pi}{2h_{DRA}}\right]^2} \quad (11)$$

Tal que o parâmetro  $h_{DRA}$  é a altura, o parâmetro  $a$  é o raio da DRA e os índices  $npm$  se referem aos modos ressonantes da cavidade.

Portanto, caso se deseje uma DRA com frequência de ressonância igual a 2,45 GHz, diâmetro de 3 cm com base no modo dominante  $TM_{110}$ , sua altura iria variar, em função de sua permissividade, como mostra a Figura 4.

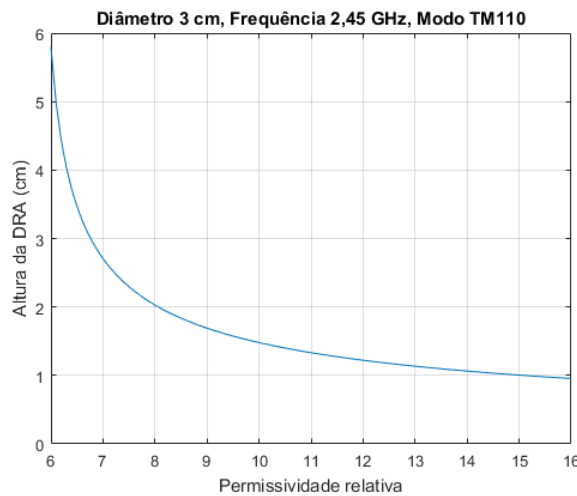


Figura 4: Altura da DRA em função de sua permissividade relativa.

Como pode ser observado na Figura 4, a altura da DRA, a medida que sua permissividade relativa aumenta, sofre um decréscimo e, portanto, isso implica em um dispositivo mais compacto para maiores valores de permissividade. Esses valores relativamente altos de permissividade podem ser obtidos através da utilização de ferritas, além desse tipo de material promover outras características desejáveis para aplicação em ressoadores. O próximo tópico tratará dos compostos de ferrita e suas aplicações em DRA.

## 2.3 Compostos de Ferrita

As ferritas são materiais cerâmicos magnéticos que possuem diversas aplicações tecnológicas e apresentam diferentes estruturas cristalinas, cada qual com sua particularidade e propriedades magnéticas [24] como, por exemplo a absorção de micro-ondas em diferentes faixas de frequência [25]. Essas estruturas das ferritas podem ser divididas entre: espinélio, granada, magnetoplumbita e perovskita [24]. Neste trabalho será analisada a estrutura espinélio devido a sua facilidade de obtenção no processo produtivo.

### 2.3.1 Estrutura Espinélio

A estrutura espinélio é caracterizada por um óxido ternário de fórmula  $AB_2O_4$ , onde A representa um cátion metálico bivalente e B representa um cátion metálico trivalente. No caso das ferritas, o termo B se refere ao Ferro (Fe) e o termo A pode ser modificado para produzir a ferrita desejada. Ou seja, o termo A pode assumir qualquer cátion metálico bivalente, ou mistura dos mesmos, como Magnésio (Mg), Zinco (Zn), Manganês (Mn), Cobalto (Co) entre outros [27]. Também há o arranjo das ferritas magnéticas, dentro da estrutura espinélio, de acordo com duas estruturas cristalinas: cúbica e hexagonal. Para a estrutura cúbica, também se classifica as ferritas como macias, onde há a exibição de um magnetismo permanente, chamado ferrimagnetismo [28].

Uma estrutura espinélio geral ( $AB_2O_4$ ) pode ser observada na Figura 5 [26], onde há a disposição dos átomos bi e trivalentes na estrutura cristalina, bem como a distribuição dos oxigênios. Os cátions bivalentes ocupam os sítios tetraédricos e os cátions trivalentes ocupam os sítios octaédricos [24].

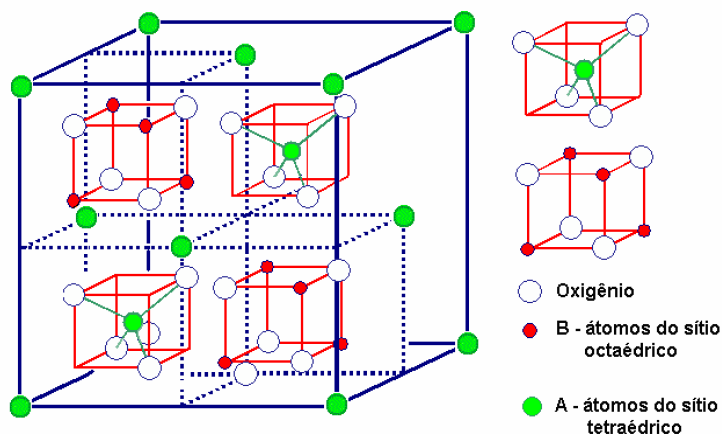


Figura 5: Representação da estrutura espinélio [24].

A posição dos cátions nos sítios pode variar estatisticamente de acordo com a distribuição de carga, o que promove uma mudança em suas propriedades físicas [26]. No caso das ferritas, suas estruturas são estáveis, e essa estabilidade promove características desejáveis, como: estabilidade termodinâmica, resistência a corrosão e baixa condutividade elétrica.

A estrutura espinélio também pode ser dividida entre dois tipos: espinélio normal e espinélio inverso. Na estrutura espinélio normal, os cátions bivalentes ocupam os sítios tetraédricos da estrutura e os cátions trivalentes ocupam os sítios octaédricos. No caso da estrutura espinélio inverso, os cátions bivalentes e metade dos cátions trivalentes se localizam nos sítios octaédricos e a outra metade dos cátions trivalentes se localizam nos sítios tetraédricos [29]. Dependendo do tipo de ferrita produzida, a estrutura espinélio normal ou espinélio inverso pode ser obtida, o que influenciará diretamente em suas propriedades.

As ferritas também possuem uma propriedade importante do ponto de vista de sua permeabilidade magnética, na qual pode ser expressa através de um tensor, denominado tensor de Polder. Este varia de acordo com a direção de aplicação de um campo magnético estático externo. Para um campo aplicado nas direções x, y e z, respectivamente, seguem as equações do tensor de Polder [30]:

$$\bar{\mu}_{H_x} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \mu_r & -jk_r \\ 0 & jk_r & \mu_r \end{bmatrix} \quad (12)$$

$$\bar{\mu}_{H_y} = \begin{bmatrix} \mu_r & 0 & -jk_r \\ 0 & 1 & 0 \\ jk_r & 0 & \mu_r \end{bmatrix} \quad (13)$$

$$\bar{\mu}_{H_z} = \begin{bmatrix} \mu_r & -jk_r & 0 \\ jk_r & \mu_r & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (14)$$

Em qualquer uma das três direções, os termos  $\mu_r$  e  $k_r$  são descritos por:

$$\mu_r = 1 - \frac{\gamma^2 H_0 4\pi M_s}{f^2 - (\gamma H_0)^2} \quad (15)$$

$$k_r = \frac{\gamma 4\pi M_s}{f^2 - (\gamma H_0)^2} \quad (16)$$

Sendo:

$\gamma$  – Razão giromagnética da ferrita (MHz/Oe);

$4\pi M_s$  – Magnetização de saturação do material;

$H_0$  – Campo magnético estático aplicado;

$f$  – Frequência de operação (GHz).

As Equações de 12 a 16 mostram que, para um mesmo composto de ferrita, suas propriedades de permeabilidade só irão variar de acordo com a direção de aplicação de um campo magnético estático. Portanto, dessa maneira, o dispositivo pode ter sua frequência de ressonância alterada, com base na Equação 11, já que o tensor permeabilidade será modificado.

Para modificação das propriedades magnéticas, além da utilização de campo magnético estático, também há a possibilidade de dopagem das ferritas de modo que haja uma interação entre átomos diferente na estrutura, modificando as propriedades de permissividade, permeabilidade e condutividade. Diversas técnicas vêm sendo utilizadas para a produção das ferritas, como coprecipitação [32], Sol-Gel [33], Sol-Gel autocombustão e combustão [31], ativação mecânica de Sol-Gel modificada [34], entre outras. Cada técnica influencia fortemente no resultado tanto em relação as propriedades elétricas e magnéticas da ferrita quanto em suas características morfológicas, como tamanho dos grãos [35]. Portanto, antes de ser explanadas informações importantes sobre alguns tipos de ferrita, serão descritas as técnicas de produção, seguidas pela técnica Sol-Gel.

### 2.3.2 Técnicas de produção

A produção dos compostos de ferrita pode ser realizada através de diversas técnicas, algumas já mencionadas anteriormente. Portanto, a importância da técnica correta para um objetivo final determinado é de grande importância para obtenção das características físicas e magnéticas desejadas.

Algumas das técnicas mais difundidas para produção de compostos de ferrita podem ser mostradas como: Sol-Gel [36], coprecipitação e combustão. Na produção por coprecipitação os resultados apresentam tamanho de partículas altamente controlado, com dispersão de 5% a 10%, o que elimina qualquer processo posterior a produção para controle do tamanho do cristalito [32]. Esse controle pouco disperso do cristalito pode ser observado por Maaz et al [32], através das temperaturas de sinterização utilizadas após a obtenção do material, conforme Figura 6, adaptada de Maaz et al [32]. A sinterização foi aplicada de modo a obter diferentes tamanhos de cristalito para a mesma produção de ferrita de níquel.

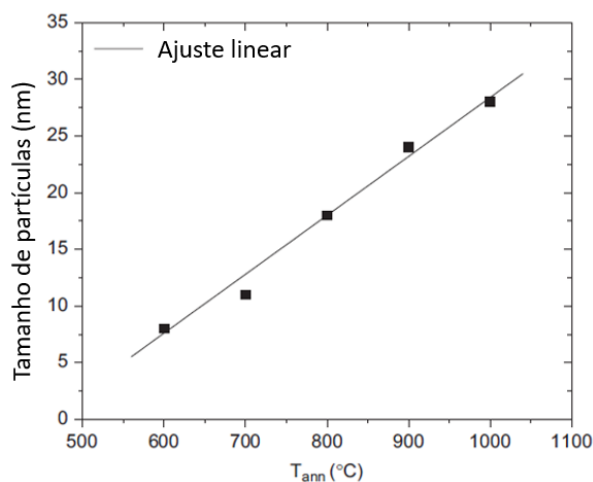


Figura 6: Tamanho de partículas em função da temperatura de sinterização [32].

A Figura 6 traz como resultado a homogeneidade da técnica de coprecipitação, pois a relação linear entre temperatura de sinterização e tamanho de partículas só é possível se cada processo de sinterização produzir um tamanho de partículas não-disperso. Portanto, a coprecipitação se destaca por este fator importante em diversas aplicações, como obtenção de partículas com características superparamagnéticas [37].

Quanto ao seu processo, esta técnica se baseia na preparação de soluções homogêneas com os cátions desejados e na precipitação desses cátions como hidróxidos, oxalatos em solução

[38]. No caso das ferritas, onde se deseja obter um produto homogêneo e com baixa dispersão de partículas, variáveis como pH, temperatura e concentração de reagentes têm que ser controladas constantemente. Porém, possui também a facilidade de remoção das impurezas antes do processo de calcinação.

A produção por coprecipitação possui diferentes procedimentos que podem se aliar à técnica. Um desses procedimentos é chamado de coprecipitação via oxalato [38], onde são preparadas soluções homogêneas a partir de nitratos e oxalatos dos cátions desejados. Outros dois procedimentos podem ser observados no artigo de Costa, Morelli e Kiminami [39], através da utilização de coprecipitação com aquecimento e com ultrassom.

Em relação a utilização da técnica de combustão, há uma grande utilização quando se trabalha com ferritas. Nos trabalhos de Costa, Morelli e Kiminami [39] e Simões et al [40], a combustão é utilizada para produção de ferritas de Níquel-Zinco, porém a diferença entre os dois trabalhos está em qual tipo de fonte de aquecimento é utilizada para realizar a combustão. Isso implica que também há variações no processo de combustão dependendo do produto desejado.

Em geral, a reação de combustão é caracterizada através da mistura dos precursores dos cátions desejados, podendo estes serem nitratos, com um combustível apropriado e um pouco de água para formar a solução. Uma fonte externa de calor deverá ser aplicada para que seja iniciada a reação de combustão [35]. Quanto a fonte externa de calor, geralmente são utilizados forno micro-ondas, chapa aquecedora ou forno mufla. Cada fonte produz um resultado diferente no cristalito [41], relacionado ao tempo de reação, temperatura de combustão [39] e gradiente de temperatura no ambiente.

Diferentes combustíveis podem ser utilizados para realizar a reação de combustão. Entre os mais utilizados, se destacam: ureia, hidrazina, maleica, tetraformol, carboidrazina e glicina [35]. Cada combustível possui uma temperatura de combustão diferente, e isso promove uma reação em temperaturas diferentes, dependendo do combustível utilizado. Essa variação na temperatura da reação, aliada ao tempo de duração da reação, influencia diretamente no tamanho do cristalito a ser obtido. Portanto, deve-se escolher bem o combustível para o resultado esperado seja obtido.

A técnica de produção por combustão também apresenta vantagens em relação ao tempo de reação, que é significativamente curto quando comparado aos métodos sol-gel e coprecipitação, e ao resultado do cristalito, no qual pode ser controlado através da quantidade

de combustível utilizado na reação. Em um trabalho produzido por Costa, Morelli e Kiminami [42], fica evidente esse controle, pois o trabalho mostra a influência do teor do combustível (ureia) nas características da ferrita de Níquel-Zinco produzida. Essa influência é observada a partir do excesso de ureia em 40%, 50%, 60%, 70% e 100% e, como resultado, à medida que o percentual do excesso de ureia era incrementado, o tamanho médio do aglomerado também crescia.

A técnica Sol-Gel será explorada com mais detalhes por ser o procedimento escolhido para o desenvolvimento deste trabalho. Portanto, o próximo tópico tratará apenas da técnica Sol-Gel e das suas particularidades no que se refere a RCI.

### 2.3.2.1 Técnica Sol-Gel

A técnica sol-gel foi proposta por Hench e West [36], em 1990, onde o termo sol foi utilizado para definir uma dispersão de partículas coloidais estável em um fluido; e o termo gel define o sistema formado pela estrutura rígida de partículas coloidais.

Seu processo físico-químico ocorre de modo que uma suspensão coloidal se transforma em gel através do estabelecimento de ligações entre partículas, formando uma rede tridimensional. Essa transformação ocorre através de três processos sucessivos: Hidrólise, aglutinação e condensação. A Figura 7 esquematiza todo o processo da técnica sol-gel juntamente com o tratamento térmico [43].

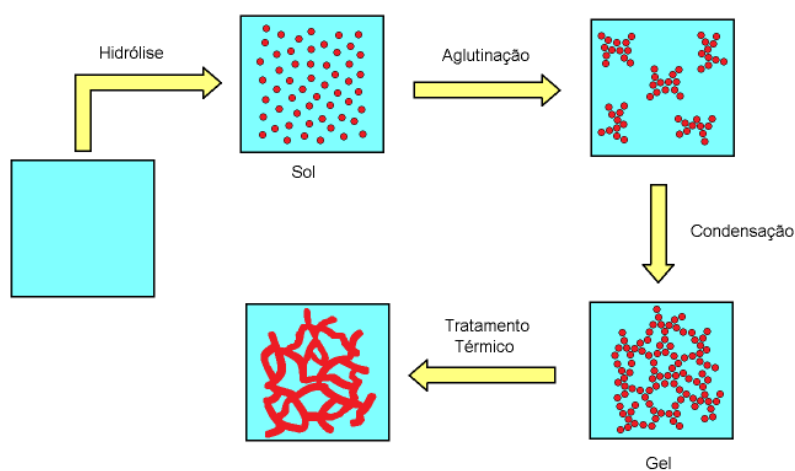


Figura 7: Fluxograma da técnica sol-gel [43].

Geralmente, na técnica sol-gel, são utilizadas soluções aquosas de sais inorgânicos, ou alcóxidos metálicos dissolvidos em solventes orgânicos [44]. Porém a versatilidade dessa técnica permite a combinação com diversas metodologias de produção de materiais, dependendo do resultado desejado, como a combinação com a técnica de combustão [31], utilizando ácido poliacrílico como agente quelante [33], ativação mecânica [34], modificação por Reação por Coordenação Iônica (RCI) [44,45], entre diversas outras técnicas para aprimoramento da Sol-Gel.

A RCI pode ser entendida como uma reação que realiza coordenação dos íons dispostos em solução em uma matriz polimérica. Ou seja, a reação utiliza polímeros para promover a ligação dos íons de maneira mais eficiente através de grupos ligantes capazes de complexar íons metálicos [44]. Essa ligação mais eficiente é obtida através dos grupos amina ( $R - NH_3^+$ ) da quitosana, nos quais capturam os íons presentes na solução e os coordenam em sua malha [46]. Para solubilizar o polímero aplicado a RCI, o meio deve estar com pH ácido e, após esse procedimento, a solução de íons é reticulada através da adição de um aldeído. De acordo com Silva [46], a adição do aldeído na solução de íons forma uma rede de ligações interconectadas entre as cadeias poliméricas e os íons.

No trabalho de Gurgel [44], a ferrita de cobalto ( $CoFe_2O_4$ ) foi produzida através da utilização da Sol-Gel modificada por RCI acrescida de mais uma etapa, onde um surfactante é adicionado antes do reticulante, e a influência desse surfactante é analisada na produção das nanopartículas de ferrita. Foi possível observar que a utilização da etapa de surfactante não possui grande influência no tamanho médio das partículas quando adicionado em baixa concentração, o que não afeta de forma significativa a curva de histerese do material. Em altas concentrações, o surfactante incrementa a magnetização de saturação, bem como promove um aumento do diâmetro médio das partículas.

Tendo sido realizada a explanação acerca das técnicas de obtenção das ferritas, será abordada agora suas aplicações nas DRA, e justificando a utilização desse material ferrimagnético, também serão apresentadas algumas características de ferritas para um apanhado teórico mais completo.

### 2.3.3 Ferrita de Níquel ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ )

A ferrita de níquel vem sendo bastante estudada devido a suas propriedades magnéticas e facilidade de produção. Possui uma estrutura espinélio inverso [31], que significa a metade de seus cátions trivalentes se localizando no sítio tetraédrico, enquanto a outra metade se localiza, juntamente com os cátions bivalentes, no sítio octaédrico.

Esses estudos partem basicamente da escolha do processo de produção e, posteriormente, caracterização do resultado obtido. No artigo de Chen e He [33], a ferrita de níquel foi produzida a partir do método sol-gel, principalmente devido a estreita distribuição de cristalito, na qual pode ser observada ilustrativamente através da Figura 8 [34], que essa técnica permite obter, com objetivo de analisar o efeito da quantidade do agente quelante ácido poliacrílico (PAA) e temperatura de calcinação na estrutura e propriedades magnéticas da ferrita de níquel.

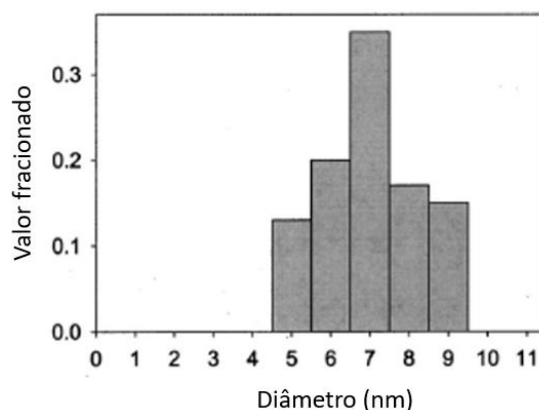


Figura 8: Distribuição de cristalito obtido em [34].

Como o tamanho do cristalito pode ser controlado, a variação de PAA promoveu esse controle, onde foi possível obter partículas entre 20~30 nm, 15~25 nm e 7~10 nm para as concentrações de PAA iguais a 1, 1,5 e 2,0; respectivamente. E, esse controle do tamanho de partículas influencia diretamente nas características magnéticas da ferrita, pois para menores tamanhos de partículas, menor será o campo coercitivo obtido nos parâmetros de magnetização, o que pode levar a uma característica de superparamagnetismo nas amostras obtidas [33]. Porém, na engenharia de micro-ondas a aplicação de ferrita se dá, principalmente, por causa de suas características magnéticas, o que torna o superparamagnetismo irrelevante para aplicações com esse tipo de material.

Geralmente, quando se trabalha com ferrita de níquel para aplicações em micro-ondas, a dopagem é utilizada em grande parte dos trabalhos, sendo possível observar dopagens com zinco [13] e cobalto [26]. No entanto, em Silva Neto et al [47], é possível observar a produção, caracterização e aplicação da ferrita de níquel, sinterizada a 900 °C, para uma FRA.

Neste mesmo trabalho a ferrita foi produzida através do método dos precursores poliméricos, ou método Pechini [48], e apresentou uma distribuição de cristalito em torno de 45 nm. Um campo magnético foi aplicado perpendicularmente ao plano de terra da FRA para avaliar o comportamento do dispositivo, o que levou a um deslocamento da frequência de ressonância da antena a medida que o campo magnético era incrementado, como pode ser observado na Figura 9.

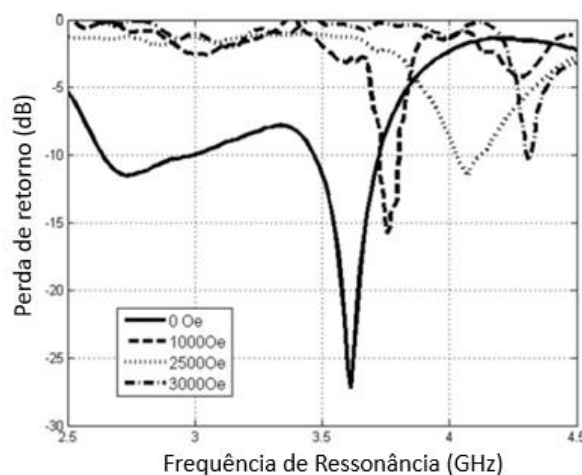


Figura 9: Deslocamento da frequência de ressonância com campo magnético externo [47].

Portanto, a utilização da ferrita de níquel como FRA, mostrada em Silva Neto et al [47], exemplifica a versatilidade desse material, através de aplicação de um campo externo, para aplicação na engenharia de micro-ondas e comprova a importância do estudo das propriedades elétricas e magnéticas para a realização do projeto da FRA.

#### 2.3.4 Ferrita de Zinco ( $ZnFe_2O_4$ )

A ferrita de zinco é tradicionalmente obtida com sua estrutura espinélio normal, Figura 10 [49], onde os íons  $Zn^{2+}$ , representados pelas esferas em laranja, ocupam o sítio tetraédrico enquanto os íons  $Fe^{3+}$ , esferas verdes, ocupam os sítios octaédricos. As esferas piramidais da

Figura 10 representam os íons  $O^{2-}$ . No entanto, esse tipo de estrutura pode ser modificado a partir do método de síntese e adição de outros íons (dopagem) [49].

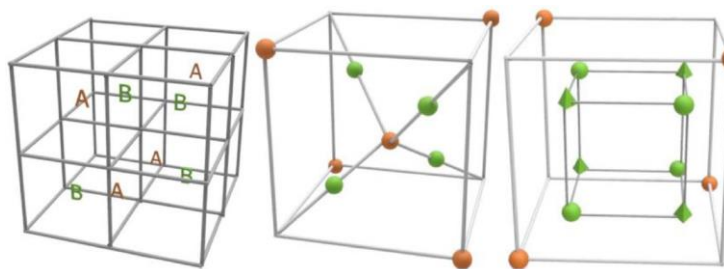


Figura 10: Estrutura espinélio normal da ferrita de zinco [49].

Essa modificação da estrutura a partir do método de síntese ou dopagem influencia fortemente nas propriedades elétricas e magnéticas do material [49], o que permite uma quantidade considerável de aplicações.

As pesquisas mais recentes acerca da ferrita de zinco trazem informações acerca de sua propriedade como fotocatalisador em processos que envolvem absorção de luz visível com alta eficiência [50]. Neste mesmo trabalho foi utilizada a técnica de combustão avançada utilizando glicina e nitrato de amônia, onde foi possível obter tamanho de cristalito em torno de 52 nm, mas com menos cristalinidade do que se fosse preparada apenas com glicina. Outras modificações puderam ser obtidas, como maior magnetização de saturação e campo coercitivo em relação ao mesmo processo utilizando somente glicina. Esse trabalho mostra a versatilidade da ferrita de zinco e a influência da escolha dos combustíveis nas propriedades morfológicas e magnéticas desse material.

Nas aplicações envolvendo FRA, a ferrita de zinco é utilizada apenas com outros materiais, como níquel [13], níquel e cobre [51], níquel e cobalto [52] entre outros processos de dopagem. Por este motivo, o próximo tópico também trará uma abordagem superficial acerca da ferrita de cobalto, já que esta também é utilizada com outros elementos quando aplicada a FRA.

### 2.3.5 Ferrita de Cobalto ( $CoFe_2O_4$ )

Assim como a ferrita de zinco, a ferrita de cobalto também só é utilizada em FRA juntamente com outros elementos, como níquel [52] e titanato de magnésio [53]. Sua estrutura é geralmente encontrada como espinélio inversa, onde os íons bivalentes ( $Co^{2+}$ ) ocupam os

sítios octaédricos, metade dos íons trivalentes ( $\text{Fe}^{3+}$ ) ocupam os sítios octaédricos e o restante ocupa os sítios tetraédricos.

As características magnéticas da ferrita de cobalto, como alto campo coercitivo e magnetização de saturação moderada [54], fazem com que este material possua diversas aplicações industriais relacionadas a componentes eletrônicos e gravação de dados. A possibilidade de aplicação de diferentes técnicas de produção permite um controle considerável das propriedades elétricas e magnéticas desse tipo de ferrita.

No trabalho de Houshiar et al [55], um estudo sobre o método de preparo da ferrita de cobalto foi aplicado, no qual foram utilizadas as técnicas de combustão, coprecipitação e precipitação, visando analisar as propriedades estruturais e magnéticas para cada metodologia. Assim como em Naseri et al [54], também foi observada uma diferença no tamanho do cristalito, mas neste caso foram obtidas partículas de tamanhos diferentes utilizando técnicas de produção diferentes. A Tabela 1, adaptada de Houshiar et al [55], mostra o resultado da aplicação das técnicas utilizadas no tamanho das partículas.

Tabela 1: Tamanho de partículas de acordo com o método de síntese [55].

Método	Tamanho do cristalito (nm)
Combustão	69,5
Coprecipitação	49,5
Precipitação	34,7

Como é possível observar na Tabela 1, há uma forte influência do método de síntese no tamanho das partículas da ferrita de cobalto, o que pode ser utilizado para um controle do tamanho médio das partículas. Houshiar et al [55] também pôde confirmar as informações apresentadas por Naseri et al [54], onde há maiores valores de magnetização de saturação e magnetização remanescente à medida que há um aumento no tamanho das partículas.

No tópico a seguir serão apresentadas informações acerca da ferrita de níquel-zinco ( $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ), suas características, propriedades e aplicações na área de FRA.

### 2.3.6 Ferrita de Níquel-Zinco ( $Ni_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ )

Como a ferrita de níquel possui estrutura espinélio inverso e a ferrita de zinco possui estrutura espinélio normal, estudos foram realizados para determinar como se dá a distribuição dos íons quando há a utilização dos dois materiais na produção da ferrita. De acordo com Manova et al [56], o zinco tem forte preferência a ocupar os sítios tetraédricos, enquanto o níquel ocupa os sítios octaédricos.

De acordo com Assis [57], as propriedades magnéticas e morfológicas da ferrita de níquel-zinco são ligadas diretamente a fatores extrínsecos, o que significa uma dependência das condições de processamento do material. Isso implica em um aperfeiçoamento nas técnicas de produção para um alto controle das propriedades de interesse desse tipo de ferrita.

Em Naughton, Majewski e Clarke [58] foi produzido um toroide de níquel-zinco com fórmula  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ , partindo da afirmação que a dopagem de 0,5 proporciona uma maior magnetização de saturação. Neste mesmo artigo foi utilizado o método de precipitação aquosa e, quando os resultados são comparados com Assis [57], é possível observar que há uma maior magnetização na ferrita  $Ni_{0,75}Zn_{0,25}Fe_2O_4$  calcinada a 650 °C por 30 minutos (um pouco maior que 100 emu/g) do que na ferrita  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  em qualquer temperatura de calcinação.

Essa comparação de resultados entre Assis [57] e Naughton, Majewski e Clarke [58] reforçam o fato de que as características magnéticas da ferrita de níquel-zinco dependem fortemente do processo de produção, já que a ferrita  $Ni_{0,75}Zn_{0,25}Fe_2O_4$  apresentou magnetização de saturação cerca de 40% maior que a ferrita  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  através da alteração do método de síntese, temperatura e tempo de calcinação. O processo de dopagem é justificado através das propriedades individuais de cada elemento, bem como a distribuição dos íons de níquel e zinco na estrutura cristalina. A Temperatura de Curie ( $T_c$ ), temperatura na qual o material perde suas propriedades de magnetização permanente, é diretamente afetada pela proporção Ni-Zn, onde pode ser observada uma redução de  $T_c = 517$  °C para  $T_c = 500$  °C quando comparados os resultados das ferritas entre Nabiyouni et al [59] e Naughton, Majewski e Clarke [58], respectivamente.

A condutividade elétrica do material também pode ser controlada através dessa proporção, o que influencia fortemente nas perdas por condução e, conseqüentemente, altera a curva de histerese da ferrita. Condutividade térmica também é outro parâmetro importante

quando se trabalha com circuitos de micro-ondas e/ou ambientes de elevada temperatura, pois é desejável que o material possua a menor condutividade térmica possível. Valores desses parâmetros podem ser observados na Tabela 2, além da relação entre condutividade térmica e elétrica apresentada na Equação 17, conhecida como Lei de Wiedemann-Franz.

Tabela 2: Propriedades de condutividade dos cátions bivalentes  $Zn^{2+}$  e  $Ni^{2+}$ .

Elemento	Condutividade térmica (W/m.K)	Condutividade elétrica (S.m/mm <sup>2</sup> )
Zinco	116	17,8
Níquel	90,754	10,41

$$\frac{k}{\sigma} = LT \quad (17)$$

Tal que:

$k$  – Condutividade térmica;

$\sigma$  – Condutividade elétrica;

$L$  – Constante de Lorentz (diferente para cada material);

$T$  – Temperatura do material.

No campo das FRA, há o trabalho publicado por Oliveira et al [13], onde é apresentado um ressonador dielétrico de ferrita de níquel-zinco  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ , produzida pelo método de combustão, sinterizado a 400 °C com taxa de 10 °C/min. Neste trabalho a alimentação da FRA foi realizada através de acoplamento por abertura, abaixo de um substrato FR4 com permissividade relativa igual a 4,4. O ressonador produzido apresentou erro de, apenas, 5,3% em sua frequência de ressonância em relação a simulação realizada, com valor 8,35 GHz na medição.

Com a explanação acerca de algumas propriedades das DRAs/FRAs e de alguns compostos de ferrita concluída, foi possível analisar a importância do estudo das propriedades dos materiais a serem desenvolvidos, assim como as técnicas de produção para o tipo de síntese desejada. O controle dos parâmetros de processo é algo importante, pois influencia diretamente na qualidade do material, nas suas características físicas e morfológicas.

No capítulo seguinte serão abordados os conceitos referentes à metalurgia do pó, sendo exibidos os processos de caracterização e a descrição das principais etapas desse tipo de técnica de produção de materiais.

---

## 3 – Metalurgia do pó

---

Na produção de materiais os mais uniformes possíveis, a técnica mais conhecida para esta obtenção é a fundição, onde os materiais são aquecidos acima do seu ponto de fusão para que a peça uniforme seja moldada e fabricada. Porém, como a fundição em altas temperaturas demanda muita energia e equipamentos adequados para o processo, a técnica da metalurgia do pó é utilizada como alternativa para obter um resultado aproximado, ou até melhor, ao processo de fundição [60].

Para obtenção de um produto de qualidade, o processo produtivo do pó é de grande importância, pois há uma forte dependência do resultado do processo metalúrgico do pó com a qualidade da matéria prima utilizada [61]. Essa matéria prima é o pó, ou cristalito, produzido através de diversas técnicas, como algumas mostradas anteriormente. A qualidade desse cristalito está ligada diretamente aos seguintes fatores [61]:

- Tamanho da partícula;
- Forma da partícula;
- Porosidade da partícula;
- Microestrutura da partícula.

Outros fatores que também influenciam na qualidade do cristalito podem ser descritos como densidades, compressibilidade, capacidade de escoamento do material. Os processos ligados a metalurgia do pó são basicamente os mesmos, independentemente das técnicas utilizadas, portanto, abaixo seguem os procedimentos que são referentes a produção do cristalito, já discutida anteriormente.

- Tratamento, ou síntese;
- Calcinação;
- Caracterização;
- Compactação;
- Sinterização.

Cada processo será discutido de forma separada, ou em conjunto caso seja necessário. No que segue a obtenção do cristalito, o tratamento é aplicado de modo a obter um produto com as características desejadas após os processos de compactação e sinterização. Diferentes tratamentos podem ser aplicados no cristalito, isso dependerá do objetivo desejado. De forma simplificada, o tratamento pode constar em lavagem para remoção de óxidos [60], também inclusão dos mesmos, misturas, adição de substâncias que auxiliam no processo de sinterização [62] e outras que auxiliam nas características finais do produto.

### 3.1 Processo de calcinação

A calcinação pode ser definida como um processo para remoção dos compostos orgânicos provenientes do método de obtenção dos materiais. Dependendo do ponto de vista, também pode ser entendida como processo de coalescimento de grãos muito parecido com a sinterização, porém não possui o objetivo de formar um sólido com propriedades equivalentes ao processo de fundição.

Diversos estudos trazem a calcinação como objeto principal da pesquisa, onde diferentes temperaturas são aplicadas ao resultado de um processo para verificar os efeitos que estão associados nessa etapa. Outros trabalhos trazem a calcinação apenas como uma etapa do estudo, pois outros parâmetros são mais importantes em termos de análise. Como pode ser observado em Sivakumar *et al* [31], uma temperatura de 120 °C foi aplicada para o processo de calcinação durante 10 horas e, como a temperatura não estava acima de 600 °C para que houvesse a eliminação de compostos orgânicos, os resultados obtidos ainda apresentavam polivinilpirrolidona, utilizada no método Sol-Gel aplicado. Ainda como efeito da baixa temperatura de calcinação, o cristalito obtido possuía menos de 5 nm de diâmetro, o que implicada na característica de superparamagnetismo da ferrita.

Já no trabalho de Chen e He [33], a calcinação da ferrita de níquel ocorreu a 300 °C durante duas horas. Como resultado, pequenos picos de ácido poliacrílico, utilizado como agente quelante, puderam ser observados na difratometria por raios-X. Porém, como a temperatura de calcinação foi maior do que em Sivakumar *et al* [31], o tamanho das partículas também apresentou valores mais elevados, estando entre 7 nm e 30 nm.

Outros trabalhos como Vieira *et al* [41], Gurgel [44] e Silva [45] também fazem uso do processo de calcinação, cada um com suas respectivas especificações de temperatura e taxa de aquecimento. O que todos esses trabalhos têm em comum é a presença de um agente quelante orgânico no processo de produção de ferritas, demonstrando a importância dessa etapa para obtenção de um produto de qualidade, com baixo teor de impurezas.

### 3.2 Caracterização morfológica do pó

A caracterização é uma etapa de fundamental importância para o controle dos processos que envolvem a metalurgia do pó. O processo de produção do cristalito influencia diretamente nas características finais do material, estas por sua vez determinam o comportamento do pó durante o processo de compactação e sinterização [62], mostrando a importância das técnicas de caracterização. Geralmente, para fins de produção de pastilhas aplicadas a substrato de antenas, DRA ou FRA, as seguintes características estruturais são importantes a serem determinadas após a produção do cristalito: Parâmetros cristalográficos, distribuição do tamanho das partículas e morfologia. Essa importância se dá através das modificações que os parâmetros eletromagnéticos utilizados nos projetos de ressoadores (permissividade, permeabilidade e condutividade) dependem da estrutura do material utilizado nesses dispositivos.

A técnica mais utilizada para determinação dos parâmetros cristalográficos e, conseqüentemente, a distribuição do tamanho das partículas é a Difração por Raios X (DRX), a qual será descrita a seguir.

#### 3.2.1 Difração por Raios X (DRX)

A técnica de Difração por Raios X (DRX) se baseia nas descobertas de Wilhelm Conrad Röntgen, físico alemão, sobre a produção e detecção de raios X [63]. Esse tipo de radiação possui comprimento de onda na ordem de  $1 \text{ \AA}$  ( $10^{-10} \text{ m}$ ), que é gerada a partir do processo de desaceleração de uma partícula cinética de alta energia [26], na qual ocorre através da colisão dessa partícula em um anteparo metálico.

Geralmente, o anteparo metálico utilizado para desacelerar a partícula e gerar os raios X é feito de cobre, no qual possui comprimento de onda  $\lambda_{Cu} = 1,5402 \text{ \AA}$ . Porém, essa radiação apresenta baixo contraste quando interage com elementos que estão próximos entre si na Tabela Periódica, como Níquel, Cobalto e Ferro [26]. O baixo contraste entre a radiação de cobre e os elementos a serem analisados promove uma baixa intensidade nos difratogramas de raios X, portanto anteparos diferentes, que apresentam diferentes contrastes com os elementos a serem analisados, são de alta relevância para se obter resultados mais precisos; como radiação de cromo ( $\lambda_{Cr} = 2,2896 \text{ \AA}$ ) ou ferro ( $\lambda_{Fe} = 1,7446 \text{ \AA}$ ) [26].

Todos os resultados gerados pela DRX têm como base a lei de Bragg, na qual consiste na relação entre o comprimento de onda dos raios-X, espaçamento entre os átomos e o ângulo de difração para interferência construtiva, como representado na Figura 11 [64] e através da Equação 18.

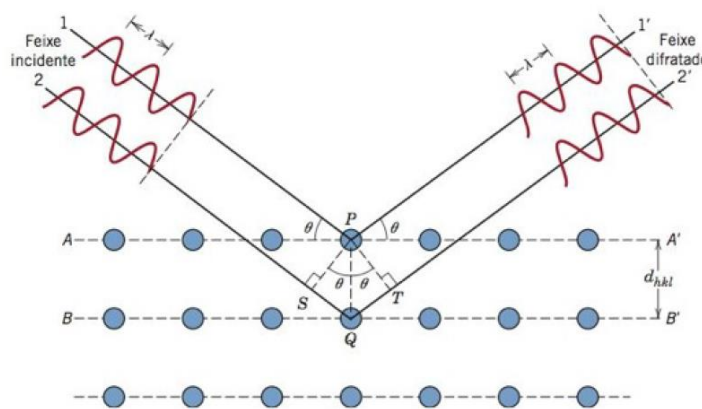


Figura 11: Representação da DRX [64].

$$n\lambda = 2d_{hkl}\text{sen}(\theta) \quad (18)$$

Sendo  $n$  a ordem da reflexão (qualquer número inteiro) e  $d_{hkl}$  o espaçamento interplanar, no qual depende do tipo de estrutura a ser analisada. Para uma estrutura cristalina com simetria cúbica, a Equação 19 descreve o valor de  $d_{hkl}$ , em que  $a$  é o comprimento da aresta da célula unitária. Os termos  $h$ ,  $k$  e  $l$  são conhecidos como índices de Miller, e definem as famílias de planos em uma rede de Bravais [63].

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (19)$$

O difratômetro de raios X utiliza o conceito da lei de Bragg para reconhecimento dos ângulos de difração nas amostras que são inseridas no equipamento. Na Figura 12 é apresentada a representação do funcionamento de um difratômetro de raios X.

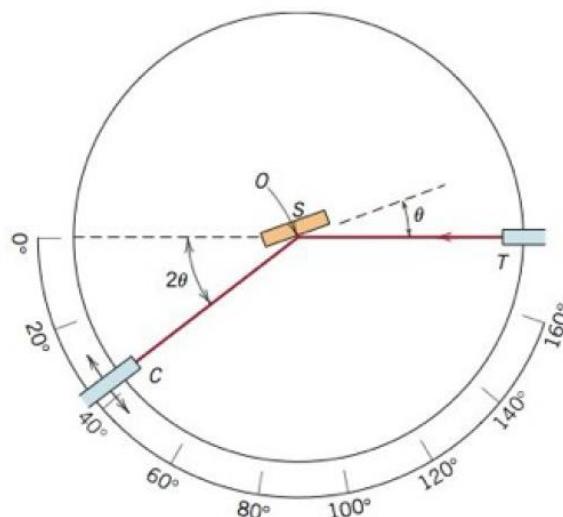


Figura 12: Modelo de um difratômetro de raios X [64].

Na Figura 12 há três elementos que são objetos de análise: O elemento T representa a fonte emissora de raios X, S representa a amostra a ser caracterizada e C detecta a difração produzida entre a interação da fonte com a amostra. Como pode ser observado, a fonte emissora permanece fixa enquanto a amostra e o detector são movimentados com uma relação para cada  $\theta$  movimentado na amostra, o detector se movimenta  $2\theta$ . Com isso, o equipamento detecta a intensidade de radiação difratada, exemplificada através da Figura 13, em função de  $2\theta$ .

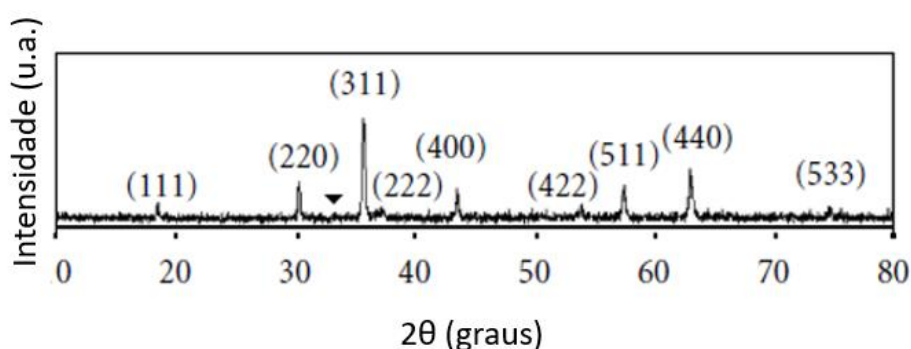


Figura 13: Difratograma de raios X de ferrita de cobalto produzida em [54].

Cada pico de intensidade detectado pelo equipamento corresponde a uma identificação de radiação proveniente da DRX na estrutura cristalina da amostra. Os números entre parênteses correspondem aos índices de Miller, representando os planos cristalográficos identificados. Além dessa aplicação para identificação da estrutura produzida, o resultado da difratometria

também pode ser aplicado a equação de Scherrer, Equação 20, para determinação do tamanho médio das partículas da amostra analisada [24].

$$\bar{D} = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (20)$$

Com os seguintes parâmetros:

$\bar{D}$  – Tamanho médio das partículas;

$\lambda$  – Comprimento de onda da radiação utilizada no equipamento;

$\beta$  – Largura do ponto de meia intensidade;

$k$  – Fator de forma (depende da estrutura das partículas).

Dependendo do tamanho das partículas da amostra, a DRX pode não apresentar resultados nítidos, como apresentado na Figura 13. Resultados como os da Figura 13 ocorrem com frequência quando se trabalha com caracterização de materiais, tornando difícil a análise de parâmetros importantes, como indexação de fases cristalinas, refinamento de cela unitária, análise quantitativa de fases etc [26].

Esses problemas foram resolvidos por Rietveld [65] ao propor uma modelagem matemática para comparação entre os valores observados na DRX com os cálculos realizados pelo modelo. Então, a aplicação do método dos mínimos quadrados é feita de modo a minimizar a diferença entre os parâmetros observados e calculados. Essa técnica é amplamente empregada em diversos trabalhos, como Antonio [26], Holanda [43], Souza [60] e é vista como um procedimento essencial para estudo de distribuição de cátions em estruturas tipo espinélio, pois consegue determinar o fator de ocupação dos sítios tetraédricos e octaédricos dessas estruturas [26].

### 3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para poder observar a estrutura obtida após a produção de um material, a técnica da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é utilizada com frequência por apresentar resultados morfológicos nítidos das amostras. O funcionamento da MEV consiste na incidência de um feixe de elétrons na amostra, no qual realizará uma varredura de toda sua estrutura e, os

elétrons refletidos são coletados e os mesmos são refletidos em uma tela, de modo a gerar a imagem produzida através dessa reflexão [64], como exemplificado na Figura 14 [60].

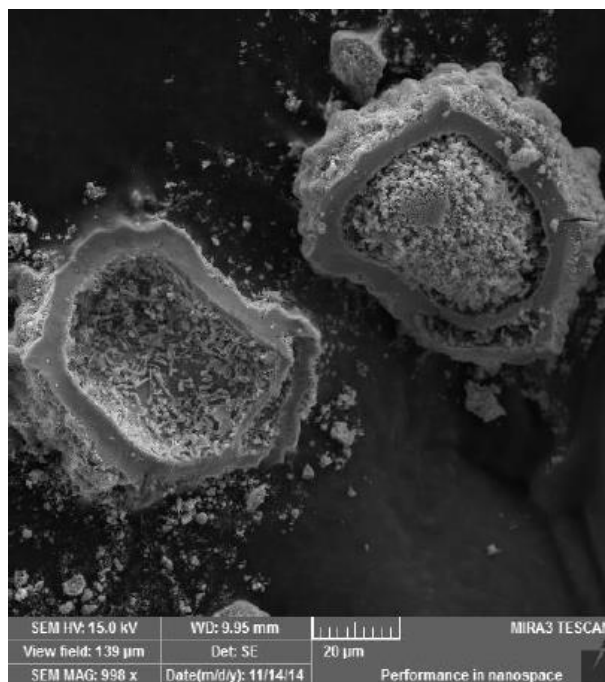


Figura 14: MEV de grânulo de pó de nióbio [60].

Como pode ser observado na Figura 14, diversos parâmetros também podem ser exibidos através da MEV, como escala para estimativa do tamanho das partículas obtidas, ampliação da imagem, tensão de aceleração, distância de trabalho. Esses parâmetros, juntamente com as imagens obtidas fazem a MEV uma técnica importante para caracterização de materiais.

### 3.3 Compactação das amostras

A compactação, ou compressão, das amostras consiste no processo de obtenção do produto em sua forma desejada. As formas simples de serem produzidas, se tratando de FRA, se resumem a pastilhas cilíndricas e retangulares, porém outras formas também podem ser utilizadas, com níveis de complexidade de produção um pouco mais elevados. Esse procedimento se baseia nas teorias de adesão de partículas, podendo ocorrer na forma de forças interatômicas, cimentos superficiais líquidos ou ligação mecânica [61].

Como material compactado é formado através da aplicação de pressão, esta é diretamente ligada ao fator de compactação da amostra. Ou seja, quão maior for a pressão

aplicada, menos poroso será o material obtido, porém a relação entre partículas maiores e partículas mais finas deve ser dosada de modo a otimizar o processo de compactação [64]. Dentre os processos de realização da compactação, a prensagem uniaxial é utilizada em diversos trabalhos por se tratar de um processo simples, rápido, e a matriz fabricada para esta técnica também é de fácil produção [66].

Como diz o próprio nome, a prensagem uniaxial consiste em compactar o material aplicando pressão em uma direção. Essa pressão é aplicada em uma matriz no formato desejado do material, o que limita a aplicação a geometrias simples de matrizes e, conseqüentemente, de produtos desejados. A Figura 15 exemplifica o processo de prensagem uniaxial, onde o pó é submetido a pressão até que seja obtida uma pastilha cilíndrica [67].

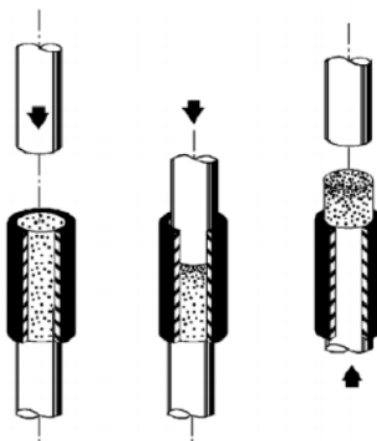


Figura 15: Representação do processo de prensagem uniaxial [67].

A compactação geralmente precede um outro processo chamado sinterização, no qual consiste no aquecimento do material compactado. Esse processo de sinterização será explicado no tópico seguinte.

### 3.4 Sinterização

A etapa final referente aos processos físicos envolvendo a produção de materiais através da metalurgia do pó é a sinterização. Como explanado anteriormente, a sinterização consiste no aquecimento do material compactado; e esse aquecimento tem objetivos específicos, como: finalização da compactação do pó, densificação e coalescimento dos grãos, redução da porosidade, entre outros [60,64,66]. De maneira geral, a densificação e coalescimento dos grãos se apresentam como os princípios básicos para a obtenção dos outros objetivos mencionados.

Esse processo consiste na união do cristalito, como mostra a Figura 16 [64], através do fornecimento de energia térmica e promove uma melhoria nas propriedades mecânicas do material.

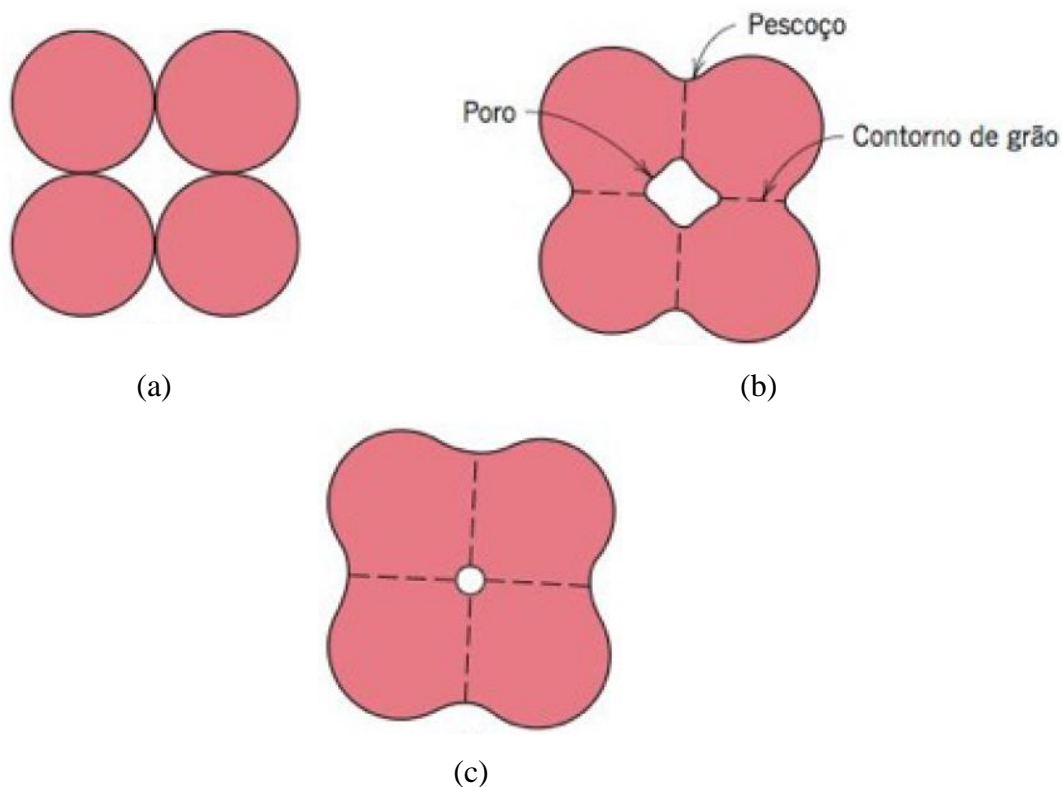


Figura 16: Etapas do processo de sinterização (a) após a prensagem, (b) coalescimento do pó e formação de poros, (c) redução dos poros durante o processo [64].

O processo descrito através da Figura 16 ocorre devido a redução da área superficial através do aquecimento. Os materiais que possuem mais tendência ao processo de sinterização possuem área superficial maiores [63], conseqüentemente uma maior energia interfacial. Basicamente há dois processos nos quais a sinterização pode ocorrer: por fase líquida e por fase sólida.

A sinterização por fase líquida ocorre quando há mais de um material na amostra a ser aquecida. Como há presença de materiais diferentes, pode haver mais de um ponto de fusão, o que leva a fusão do material com ponto de fusão mais baixo [67]. A vantagem da utilização de um material com baixo ponto de fusão é a rapidez no processo de sinterização, pois o líquido aproxima as partículas, promovendo uma rápida densificação. Apesar da vantagem da rapidez, a presença de fase líquida pode contribuir negativamente com as propriedades mecânicas da amostra, portanto deve-se ter sua composição e quantidade estudadas para uma produção eficiente [61].

Quando o processo ocorre por fase sólida, ou convencional, a densificação ocorre completamente de modo a formar um sólido. De todo modo, a sinterização deve ocorrer abaixo da temperatura de fusão da amostra, permitindo que o fenômeno de difusão atômica ocorra e promova o procedimento já mostrado na Figura 16 [61,66]. Para esse tipo de processo, em [68] é descrita uma equação para a variação da energia interfacial total Equação 21.

$$\Delta(\gamma A) = (\Delta\gamma)A + \gamma(\Delta A) \quad (21)$$

Sendo:

$\gamma$  – Energia total da interface;

$A$  – Área total da interface.

A variação da energia de interface  $\Delta(\gamma)$  se deve a densificação e variação da área devido ao processo de coalescimento. Na sinterização por estado sólido, essa variação da energia de interface ocorre devido a substituição das interfaces sólido/vapor (espaços preenchidos de fluido) por interfaces sólido/sólido [68]. Para controle dessa energia de interface, o entendimento sobre os tipos de variáveis envolvidas na sinterização é de grande importância. Essas variáveis se dividem em dois grupos: variáveis de materiais e variáveis de processo [60].

As variáveis de materiais se limitam, basicamente, às características do cristalito antes do processo de sinterização. Ou seja, são os parâmetros de composição química do pó compactado, sua morfologia, distribuição de partículas etc [60]. Essas variáveis, como já descritas anteriormente, são controladas em processos anteriores à sinterização. Já nas variáveis de processo, há um controle durante a sinterização. Estas podem ser elencadas em [68]:

- Tempo de sinterização;
- Taxas de aquecimento e resfriamento;
- Temperatura do processo;
- Atmosfera envolvida;
- Pressão.

O controle das variáveis de processo é objeto de estudo de diversos trabalhos, como em Souza [60] e Souza et al [69], onde diferentes pressões e temperaturas de sinterização foram

aplicadas a pentóxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) para estudo de propriedades elétricas das amostras produzidas.

Tendo em vista a importância da caracterização do cristalito obtido durante o processo de metalurgia do pó, um procedimento vital para aplicação de materiais na área da engenharia elétrica é a caracterização elétrica das amostras, bem como; em algumas aplicações, caracterização magnética. O tópico a seguir trata traz detalhes da importância desses tipos de caracterização e algumas técnicas empregadas para tais.

### 3.5 Caracterização elétrica e magnética de materiais

O processo de caracterização das propriedades elétricas e magnéticas dos materiais pode ser realizado através de diferentes formas. Os métodos de caracterização dependem do tipo de material a ser analisado (sólido, tipo de superfície, líquido etc.) e das propriedades desejadas. Os métodos mais aplicados para medição das grandezas eletromagnéticas são: sonda coaxial, linha de transmissão, espaço livre, cavidade ressonante, placas paralelas e por medição de indutância.

Cada método tem sua especificidade quanto a frequência de atuação, parâmetros de medição, propriedades do material a ser analisado entre outras exigências. No caso da utilização da sonda coaxial, somente a permissividade pode ser medida e a superfície de medição precisa ser a mais plana possível para evitar espaços vazios. Porém, sua vantagem está em sua aplicação na caracterização de semissólidos e líquidos, devido a maleabilidade dos mesmos a superfície da sonda, como mostra a Figura 17 [70].

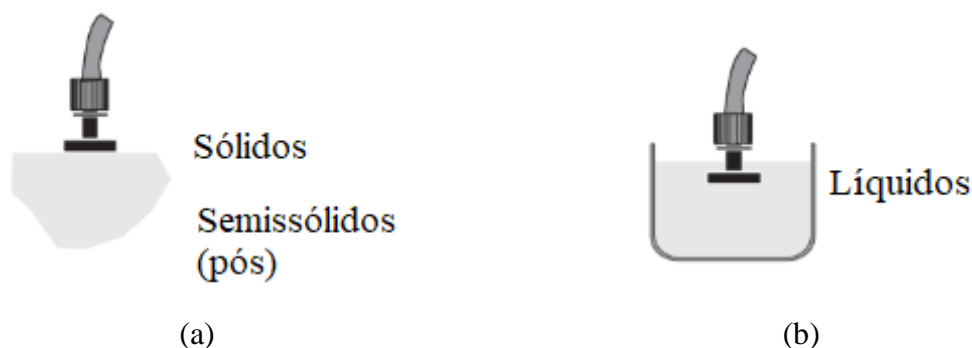


Figura 17: Medição de permissividade por sonda coaxial em (a) sólidos ou semissólidos e em (b) líquidos [70].

Para medição somente de permeabilidade, o método da indutância é utilizado juntamente com a amostra em sua forma toroidal, como mostra a Figura 18. Esse método se baseia na relação entre a indutância medida no sistema com e sem a amostra [70]. A dificuldade em aplicação deste método está na confecção de uma amostra toroidal, principalmente quando se trabalha com produção de novos materiais, pois nem sempre a amostra suporta o processo de compactação no formato de toroide.

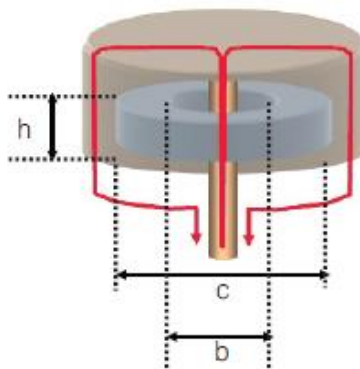


Figura 18: Medição de permeabilidade através do método da indutância [70].

A medição de permeabilidade depende das dimensões da amostra, da indutância do sistema de medição sem a amostra e da permeabilidade do espaço livre, como mostra a Equação 22.

$$\mu_r = \frac{L_s - L_c}{\mu_0} \frac{2\pi}{h_t \ln\left(\frac{c}{b}\right)} \quad (22)$$

Tal que:

$\mu_r$  – Permeabilidade relativa;

$L_s$  – Indutância do sistema sem a amostra;

$L_c$  – Indutância do sistema com a amostra;

$h_t$  – Altura da amostra;

$b$  – Raio interno da amostra;

$c$  – Raio externo da amostra.

Para medição dos parâmetros de permissividade e permeabilidade, dentre os métodos citados, o mais indicado é a utilização do método da linha de transmissão, aplicável para banda larga, materiais com altas e baixas perdas e ideal para sólidos usináveis [71]. O método consiste

em inserir a amostra em um guia de ondas, como mostrado na Figura 19, e posterior emissão de um sinal. A permissividade e permeabilidade são encontrados a partir da análise do sinal refletido e transmitido através do guia de ondas, com a amostra inserida no mesmo.

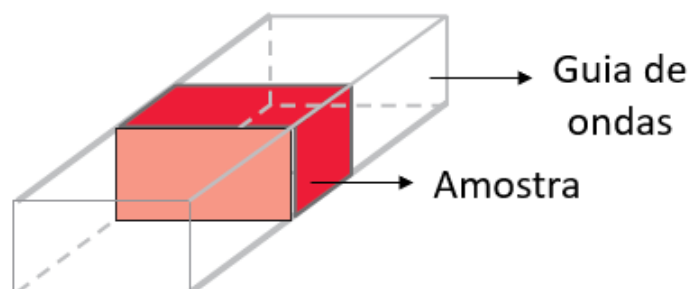


Figura 19: Modelo de guia de ondas no método da linha de transmissão [70].

A dificuldade associada a utilização de guias de ondas está diretamente ligada ao preenchimento do mesmo pela amostra a ser analisada. Ou seja, a amostra precisa preencher completamente o guia para que não haja erros nas medições. O ideal é que a amostra já seja fabricada nas dimensões do guia, para que as medidas de permissividade e permeabilidade sejam precisas.

Com a descrição dos procedimentos relativos a metalurgia do pó, em conjunto com o referencial teórico de alguns materiais no capítulo anterior, conclui-se que a obtenção de materiais e a técnica produtiva da metalurgia do pó possui uma relação muito próxima, já que esta utiliza dos conceitos dos processos de síntese de materiais para prosseguir com as outras etapas, como calcinação e compactação de cristalito.

As etapas de caracterização se mostram importantes para entender quais parâmetros da síntese do material estão influenciando nos resultados obtidos, sejam eles em termos de características morfológicas, ou físicas. Dessa forma, toda abordagem seguida neste capítulo se mostra essencial para o embasamento teórico e experimental deste trabalho.

No capítulo seguinte será iniciada a descrição das metodologias executadas e resultados obtidos a partir da aplicação destas. A metodologia inicial se dá através da produção da ferrita de níquel ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) e de um estudo preliminar acerca do processo de eficiência da técnica utilizada.

---

## 4 – Testes de concentrações na Sol-Gel modificada por RCI

---

Neste capítulo será mostrado como foram executados os procedimentos durante os testes relativos à produção da ferrita de níquel, bem como as técnicas e equipamentos utilizados para o desenvolvimento das etapas que envolvem os objetivos específicos referentes a essa etapa.

A proposta de trabalho foi iniciada a partir da escolha da ferrita de níquel devido a sua disponibilidade comercial, bem como suas características apresentadas no capítulo anterior. Após o levantamento bibliográfico e constatação de potencial aplicação em FRA, o método Sol-Gel foi escolhido para produção dos compostos. Esse método foi aplicado juntamente com a RCI, desenvolvida por Soares *et al* [45], para otimização na formação das ferritas propostas.

### 4.1 Metodologia do preparo da solução de quitosana e testes de proporção de nitratos

O processo Sol-Gel por RCI consistiu primeiramente no preparo de uma solução ácida a 5% utilizando ácido cítrico. Com a adição do ácido cítrico, a solução passou por agitação mecânica durante 20 minutos para dissolução na água destilada. Posteriormente, foi adicionada quitosana, responsável pela otimização do método Sol-Gel, formando uma solução de quitosana a 2%. A quitosana necessita de pH ácido para que seja dissolvida, o que justifica a utilização do ácido cítrico. Após a adição da quitosana, a solução foi deixada em agitação mecânica durante 24 horas (Figura 20) para garantir que fosse dissolvida completamente.



Figura 20: Processo de agitação mecânica da quitosana.

Tendo sido preparada a solução de quitosana, o passo seguinte se deu através da adição dos reagentes necessários para formação das ferritas. Como não havia informações acerca da quantidade de ligações que a quitosana seria capaz de fazer para formar as ferritas, três propostas de concentração foram aplicadas, com base no trabalho de Holanda [43], onde foi produzido óxido de zinco. Como o número de ligações para formar as ferritas é maior do que para formar apenas o óxido de zinco, as massas dos nitratos e volumes de quitosana utilizados dispostos na Tabela 3 foram analisados experimentalmente para verificação de seus respectivos rendimentos. Ou seja, três concentrações foram testadas, em diferentes volumes de quitosana, para avaliar a eficiência do processo.

Tabela 3: Concentrações de nitratos para verificação de eficiência.

Amostra	Massa total de nitratos (g)	Volume de quitosana (ml)	Concentração (g/L)
A01		50	30
A02	1,5	18,75	60
A03		12,5	120
A01		100	30
A02	3,0	37,5	60
A03		25	120
A01		200	30
A02	6,0	75	60
A03		50	120
A01		300	30
A02	9,0	150	60
A03		75	120

Como pode ser observado na Tabela 3, o trabalho de Holanda [43] tem como referência a concentração de nitratos igual a 60 g/L para produção do óxido de zinco. A mesma concentração foi experimentalmente testada para os nitratos das ferritas (A02), bem como sua metade (A01) e seu dobro (A03). Todas essas concentrações foram obtidas através de cálculos estequiométricos da reação de produção, assim como proporção de reagentes.

Sendo definidas as proporções dos nitratos juntamente com os volumes de quitosana, e após 24 horas de agitação, os nitratos foram adicionados a essa solução e passaram pelo mesmo processo de agitação mecânica por 20 minutos, a fim de serem solubilizados. Posteriormente, o agente quelante glutaraldeído foi adicionado, na proporção de 14%, para início do processo de aglutinação. A adição desse agente quelante realiza a junção dos íons de ferro e do cátion bivalente da ferrita desejada, que estão dissolvidos na solução de quitosana e esse processo é deixado em repouso durante 24 horas para garantir que o máximo de ligações dos íons dissolvidos possa ser realizado, formando a fase Gel do método.

Com 24 horas de descanso, a solução gelificada pelo processo Sol-Gel foi colocada para aquecimento em na chapa aquecedora Allerbest ALL-AMA10, a 110 °C, dentro de uma capela, Figura 21, para retirada de umidade e excesso de glutaraldeído durante, pelo menos, 8 horas, ou até que a amostra estivesse visivelmente seca. A capela é essencial para esse tipo de procedimento, pois o glutaraldeído é uma substância cancerígena e deve-se evitar inalar o vapor que é exalado, portanto, o procedimento de aquecimento se inicia com o exaustor da capela ligado. Em intervalo de tempos regulares se faz necessário ligar o exaustor para que o excesso de vapor que possa vir a sair da capela, para fora do laboratório.



Figura 21: Capela com exaustor.

Após a secagem, a amostra foi macerada para aumento da superfície de contato do produto obtido, pois o mesmo teve que ser levado ao forno para eliminação dos compostos orgânicos presentes devido ao processo produtivo. O forno tipo mufla Jung 07120 1200 °C e 2,4 kW (Figura 22) foi utilizado para queima do composto orgânico e, conseqüentemente, para processo de calcinação, sendo utilizada a temperatura de 1100 °C durante 10 horas, com rampa de 10 °C/min. A temperatura e tempo foram definidos com base no objetivo de queima total dos compostos orgânicos e objetivo de formar partículas relativamente grandes (maiores que 300 nm), as quais possuem forte característica magnética.



Figura 22: Forno mufla utilizado na calcinação.

O resultado da queima no forno mufla foi levado novamente para macerar e, posteriormente, caracterizado morfológicamente para verificação de qual composto foi formado. Ou seja, a amostra foi submetida a MEV, com objetivo de observar a morfologia do cristalito, DRX para cálculo do tamanho médio das partículas e estimativa de fases e Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X por Energia Dispersiva (*Energy Dispersive X-ray* – EDS), para conferência dos compostos formados e verificação de possíveis contaminações referentes ao forno, cadinho e compostos externos ao processo.

Na MEV foi utilizado o equipamento VEGA3, fabricante Tescan (Figura 23(a)), com tensão de 30 kV e diferentes aberturas, variando entre 5,00 mm e 5,80 mm. Três ampliações foram utilizadas: 10 kx, 40 kx e 60 kx. Já na DRX, foi utilizado o equipamento MiniFlex II (Figura 23(b)), fabricante Rigaku, com radiação de cobre (1,5402 Å), tensão 40 kV e corrente 30 mA, variando o ângulo de 10° a 80°, velocidade de 0,6 °/min e passo de 0,02°. O EDS Shimadzu EDX-7000, Figura 23(c), foi configurado para o vácuo, a fim de evitar a contabilização de elementos gasosos que não fazem parte dos elementos em análise.



(a)



(b)



(c)

Figura 23: Equipamentos utilizados na caracterização das amostras: (a) MEV, (b) DRX e (c) EDS.

Cada experimento disposto na Tabela 3 teve seu rendimento estimado de acordo com a produção teórica das ferritas e o quanto foi produzido. A sequência abaixo mostra o procedimento de cálculo para o rendimento de produção do material:

- Cálculo da quantidade teórica de Ni + Fe<sub>2</sub> presente na massa de nitrato utilizada;
- Pesagem da massa de ferrita produzida através do método Sol-Gel;
- Cálculo da quantidade de Ni + Fe<sub>2</sub> presente na amostra de ferrita produzida;
- Cálculo do rendimento ( $\eta$ ) através da razão entre a massa produzida e a massa teórica.

O objetivo desse experimento foi, além de verificar o rendimento de cada proporção de nitrato, analisar se o volume da produção influenciaria na quantidade de ferrita produzida. Ao final dos procedimentos descritos, também foram obtidas as curvas de histerese para cada uma das três amostras, através do magnetômetro de amostra vibrante (*Vibrating-Sample*

*Magnetometer* - VSM) 7400-S Lake Shore Cryotronics a 300 K. O fluxograma do processo pode ser visto na Figura 24.

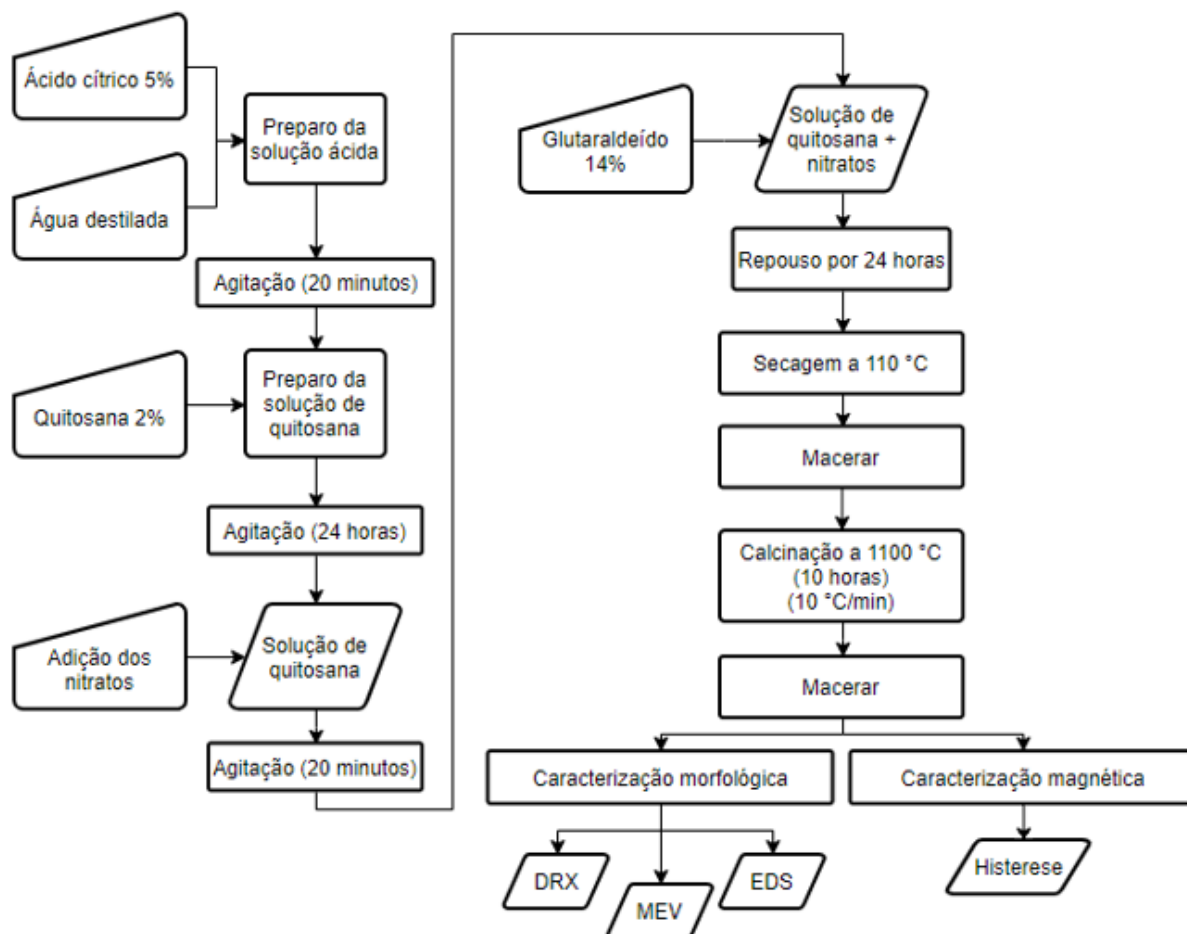


Figura 24: Fluxograma do processo de produção das ferritas.

O próximo item apresenta os resultados acerca dos testes envolvendo as concentrações de nitrato na solução de quitosana, com metodologia descrita no item 4.1 e, ao longo do texto, serão discutidos os resultados obtidos e suas relações com os parâmetros utilizados no processo.

#### 4.2 Resultados dos testes de proporções

Antes da análise da eficiência da técnica, é interessante a apresentação dos resultados dos passos descritos na Figura 24. Posteriormente, serão apresentadas as características morfológicas dos produtos, antes das análises referentes a eficiência do processo. Na Figura 25 é apresentado o fluxograma da Figura 24 de forma resumida com imagens dos principais passos seguidos durante os experimentos.

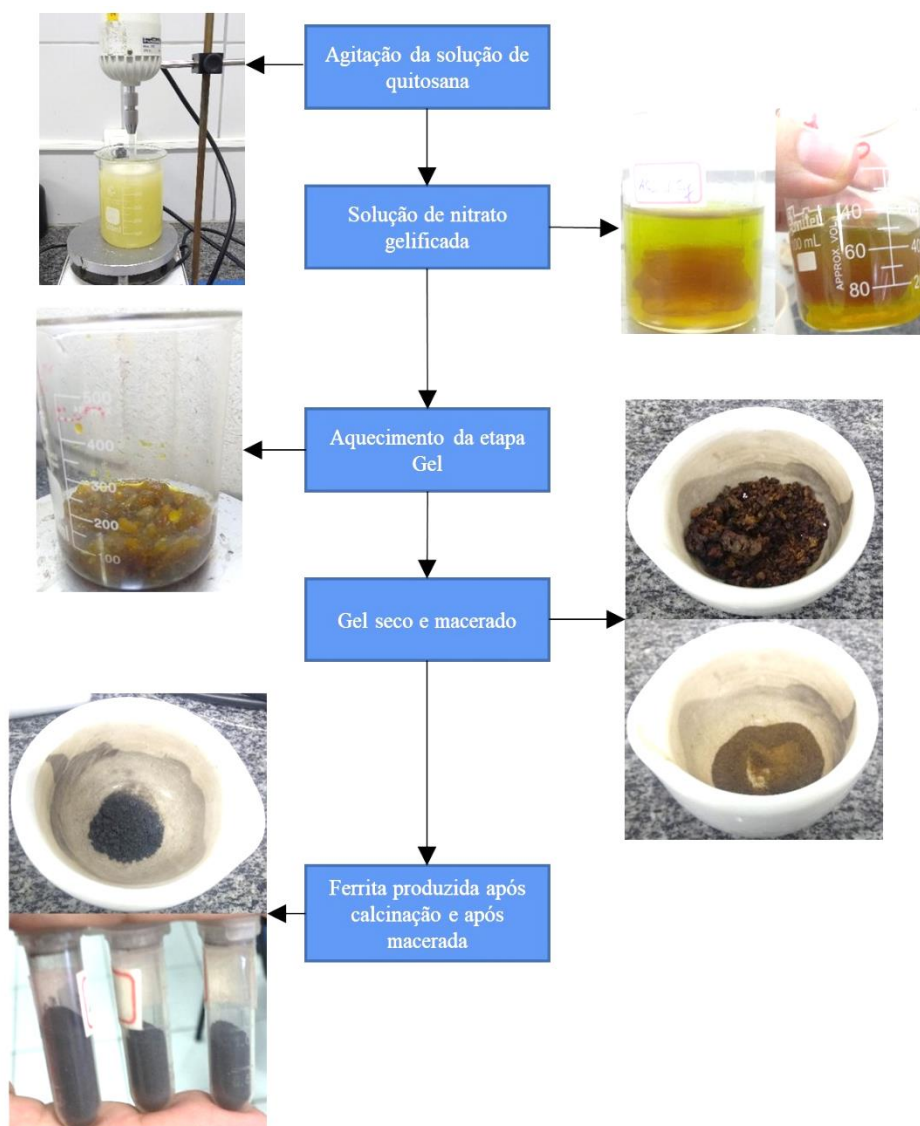


Figura 25: Fluxograma resumido do processo produtivo.

Como explicado no item 4.1, as ferritas foram submetidas a análise por DRX e MEV, além da utilização do EDS para verificação de possíveis contaminações no processo produtivo. Para todas as ferritas produzidas, a análise DRX foi aplicada nas três concentrações, verificando se há relação entre a concentração de nitratos e o tamanho dos grãos. Na Figura 26 são mostradas as difratometrias da carta padrão da ferrita de níquel (CIF  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) e das concentrações A01, A02 e A03, nas quais todas foram normalizadas através de seus valores máximos para uma análise mais precisa.

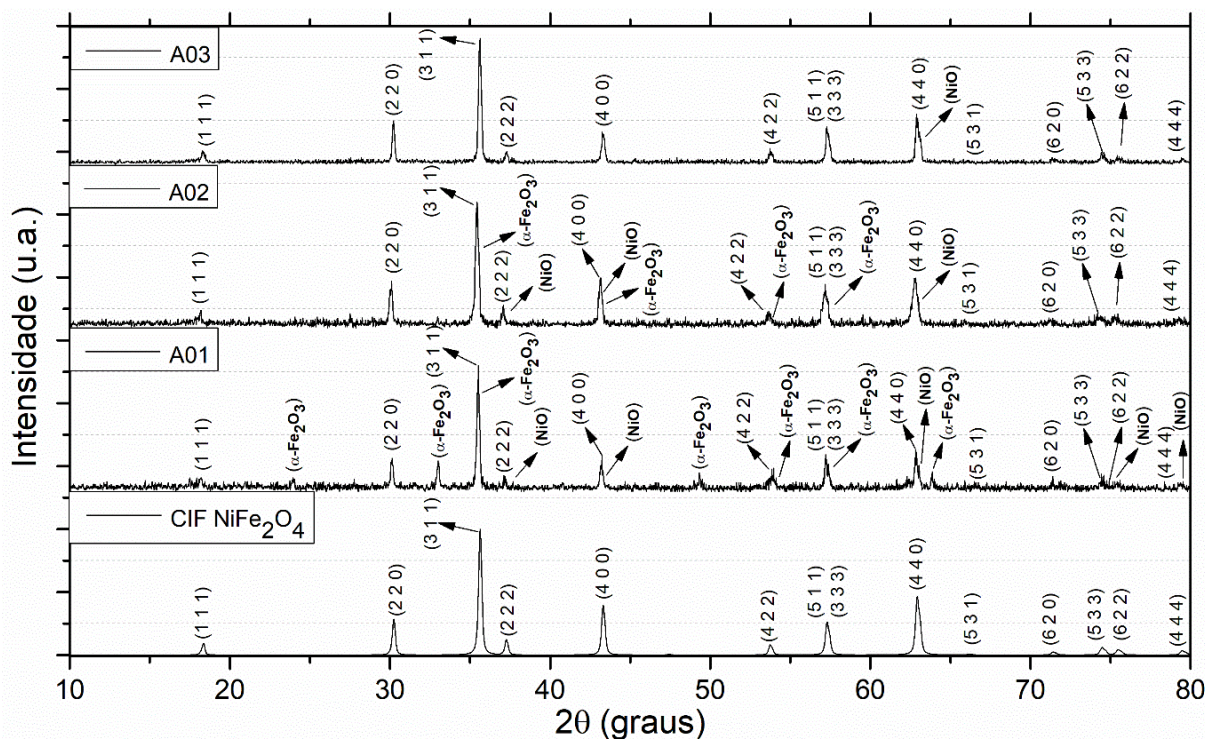


Figura 26: DRX das amostras produzidas em comparação com DRX da ferrita de níquel.

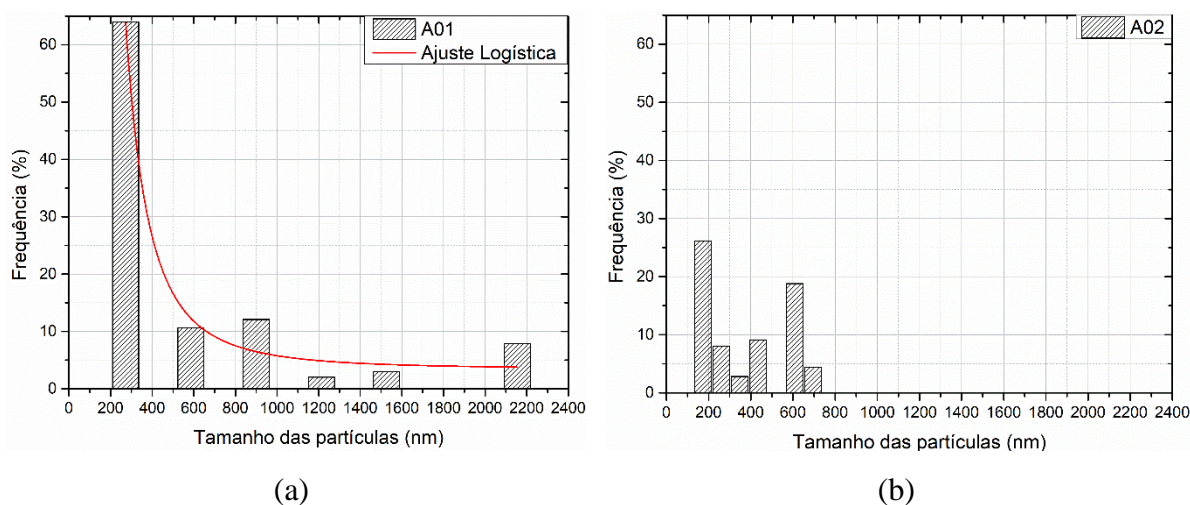
Como mostra a Figura 26, as três concentrações executadas possuem concordância com a análise DRX padrão da ferrita de níquel (CIF  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ), com todas as fases presentes. É possível observar a formação da fase  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  (ICSD 67846), de grupo espacial  $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$  com ângulos  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$  e arestas  $a = b \neq c$ , caracterizando um sistema tetragonal. Também foi possível identificar fases secundárias de hematita  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (ICSD 15840), de grupo espacial  $\text{R}\bar{3}\text{c}$ , e óxido de níquel  $\text{NiO}$  (ICSD 76669), de grupo espacial  $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$ .

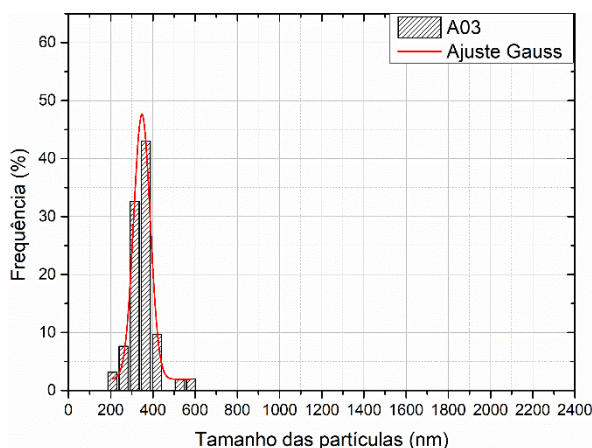
Os planos descritos na imagem também descrevem um tamanho de partículas uniforme, devido aos picos estreitos do difratograma. O ruído presente nas análises experimentais se deve a execução instrumental e não atrapalham na identificação das fases desejáveis, porém não auxilia na identificação de possíveis contaminações. Apesar disso, o refinamento não foi necessário, já que as regiões de interesse foram identificadas e a análise através do EDS promove a identificação de elementos que não deveriam estar presentes nas amostras.

No entanto, a amostra A01 apresenta mais ruído que as outras, bem como formação de óxido de níquel e fases secundárias de hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). À medida que a concentração de nitratos aumenta, é possível observar que o gráfico da análise é suavizado, indicando uma amostra mais cristalina, com menos presença de contaminantes e óxidos secundários.

Essa formação de óxidos está relacionada ao fato do envolvimento da quitosana no processo de produção. De acordo com o resultado comparativo entre as amostras, a baixa concentração de nitrato faz com que a quitosana envolva os íons de níquel e ferro de forma que estes fiquem espaçados dentro de sua matriz. Esse efeito leva à formação de óxidos, pois não há uma forte proximidade dos íons dentro da matriz de quitosana, o que favorece a ligação destes com átomos de oxigênio durante o processo de calcinação. Comparando A01 com A02 e A03, esta apresenta uma eliminação dos picos referentes a NiO e  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, indicando uma forte proximidade de íons de ferro e níquel dentro da quitosana, favorecendo a formação da ferrita desejada.

Utilizando a Equação de Scherrer, Equação 20, foi possível estimar o tamanho médio das partículas, bem como suas distribuições através da razão entre a intensidade de cada pico e a intensidade total identificada na DRX. Com isso, foi identificado um tamanho médio de partículas de  $\bar{D} = 898,72 \text{ nm}$  para a amostra A01,  $\bar{D} = 463,98 \text{ nm}$  para a amostra A02 e  $\bar{D} = 373,27 \text{ nm}$  para a amostra A03, em concordância com a metodologia aplicada para formação de cristalito de tamanho relativamente elevado. Porém, como o tamanho médio das partículas não é suficiente em termos de informação sobre a produção do material, a distribuição de tamanho das partículas das três amostras pode ser observada na Figura 27, na qual também foi elaborado um ajuste estatístico que mais se adequava a realidade de cada distribuição. Para amostra A01, a função utilizada foi a função estatística logística, na amostra A02 não foi possível realizar ajuste de curva para descrição da distribuição de partículas devido a seu padrão não-uniforme, e a amostra A03 foi descrita através da distribuição Normal, ou curva de Gauss. As equações de cada distribuição são descritas através das Equações 23 e 24.





(c)

Figura 27: Distribuição de partículas das amostras (a) A01, (b) A02 e (c) A03.

$$y_{Logística} = \frac{A}{1 + e^{-k(x-x_c)}} \quad (23)$$

$$y_{Gauss} = y_0 + \left( \frac{A}{w\sqrt{\pi/2}} \right) e^{-2\left(\frac{x-x_c}{w}\right)^2} \quad (24)$$

Sendo:

$A$  – Amplitude;

$k$  – Declividade da curva;

$y_0$  – Deslocamento da função;

$x_c$  – Centro da função;

$w$  – Largura da distribuição;

Como pode ser observado na Figura 27, as distribuições de partículas são relativamente estreitas, o que caracteriza poucas partículas distribuídas ao longo da escala abscissa dos gráficos. A amostra A01, no entanto, apresenta valores extremos de partículas próximas a  $2,4 \mu m$ , indicando falta de confiabilidade no parâmetro de concentração utilizado, inserido no contexto da Sol-Gel, o que leva a tendência de não utilizar esse valor de concentração de nitratos, aplicado à técnica, para obtenção de um produto de qualidade. A mesma amostra apresenta valor de pico da função logística em  $272,45 \text{ nm}$ , com 64% das partículas em torno deste valor, abaixo da média aritmética dos valores encontrados de cristalito. Já a amostra A02 não apresenta ajuste adequado, impossibilitando um comparativo entre a média do tamanho das partículas com outro parâmetro adequado. Porém, é possível observar uma tendência de estreitamento do tamanho das partículas com o aumento da concentração de A01 para A02. A

amostra A03 possui seu valor central em  $346,78 \text{ nm}$ , também em concordância com a metodologia proposta. A distribuição estreita das amostras A02 e A03 se deve ao processo produtivo ser extremamente controlado em relação a tempo e temperatura, além de concentrações propícias para esse resultado.

Outra análise que pode ser feita a partir da Figura 27 é que uma maior concentração de nitratos promove tamanho de partículas menor, para uma mesma temperatura de calcinação, assim como uma distribuição mais estreita. Também pode ser visto uma tendência das partículas estarem em processo de uniformização de tamanho à medida que a concentração de nitratos aumenta, fator que caracteriza um processo controlado. Comparando as distribuições com as médias calculadas, percebe-se que estas não são medidas adequadas para representação das amostras produzidas por Sol-Gel. Essa informação é observada de maneira mais evidente na amostra A01, que possui partículas na ordem de  $2,0 \mu\text{m}$ . Porém, nos casos em que há formação de NiO e  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , mesmo que em baixas quantidades, é interessante mostrar as distribuições separadamente para uma melhor clareza nos dados. Ou seja, construir uma distribuição para  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  e outra distribuição para os elementos secundários que foram produzidos. Na Figura 28 pode ser observada a distribuição de partículas separada entre a formação da ferrita, NiO e  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  para a amostra A01.

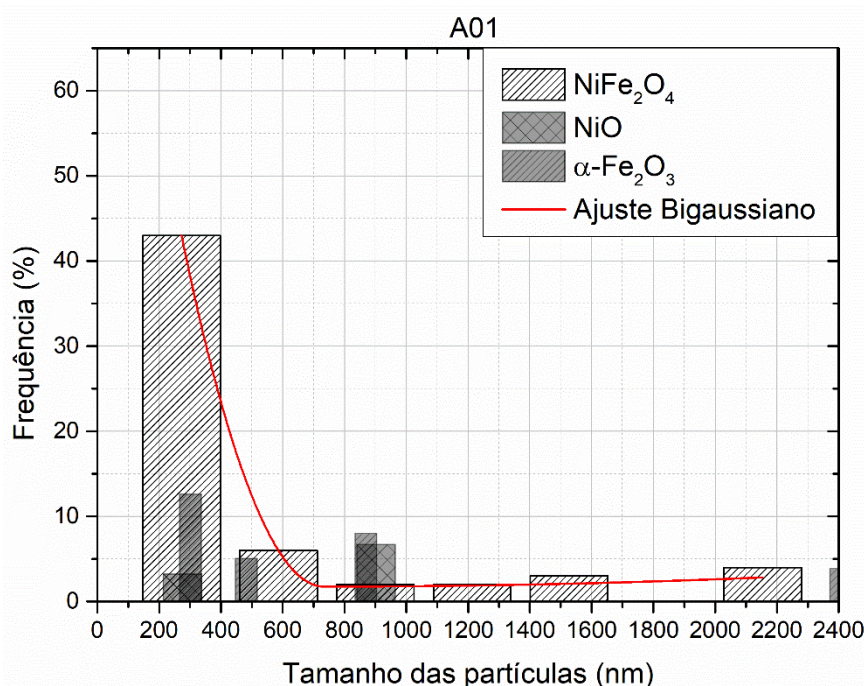


Figura 28: Distribuição de partículas separada por composto produzido na amostra A01.

Portanto, através da Figura 28, pode ser visto que a ocorrência de NiO na amostra A01 corresponde a 10% do material produzido, sem considerar as possíveis contaminações.

Também é possível observar a ocorrência de aproximadamente 30% de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , totalizando 40% de formação de óxidos. Esse valor é muito elevado quando se trabalha com a produção de materiais, principalmente por a obtenção desses elementos não ser objetivo da produção. Nesse caso, através da separação dos elementos  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{NiO}$  e  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , a média do tamanho das partículas se dão da seguinte forma:

$$\bar{D}_{\text{NiFe}_2\text{O}_4} = 903,31 \text{ nm}$$

$$\bar{D}_{\text{NiO}} = 702,14 \text{ nm}$$

$$\bar{D}_{\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3} = 1006,58 \text{ nm}$$

Devido a nova distribuição para  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ , um novo ajuste teve que ser feito para representação dos resultados, sendo descrito através da curva Bigaussiana (Equação 25). No entanto, observa-se que a própria ferrita de níquel é a principal responsável pela larga distribuição de partículas. A mesma metodologia foi aplicada as amostras A02 e A03, sendo mostrados os resultados na Figura 29 e Figura 30.

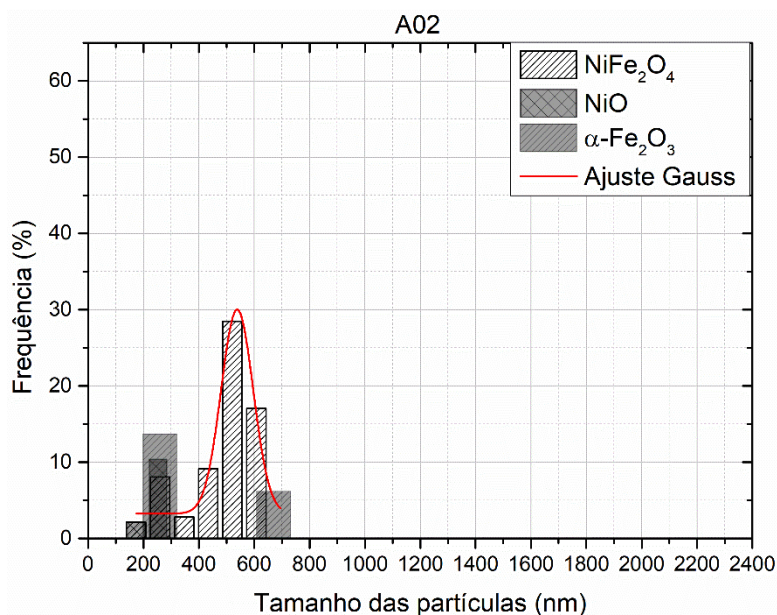


Figura 29: Distribuição de partículas separada por composto produzido na amostra A02.

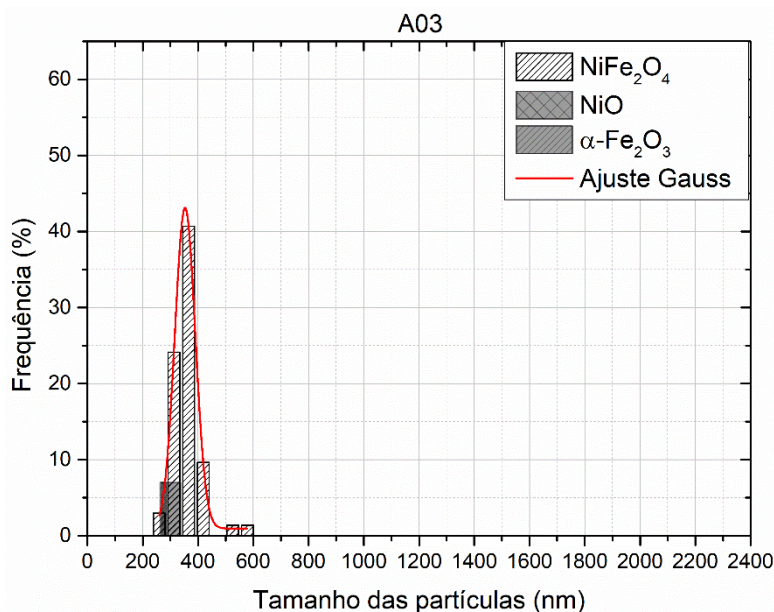


Figura 30: Distribuição de partículas separada por composto produzido na amostra A03.

$$y_{Bigaussian} = y_0 + Ae^{-0,5\left(\frac{x-x_c}{w_1}\right)^2}, \quad (x < x_c) \quad (25)$$

$$y_{Bigaussian} = y_0 + Ae^{-0,5\left(\frac{x-x_c}{w_2}\right)^2}, \quad (x > x_c)$$

Com  $x_c$  sendo o valor central do tamanho das partículas,  $w_1$  e  $w_2$  como as larguras de banda da função em relação à  $x_c$ ,  $y_0$  um valor de base e  $A$  o fator de amplitude da função. Na Figura 29, em que é mostrada a nova distribuição de partículas da amostra A02, foi possível executar um ajuste de curva adequado para sua representação, sendo utilizada a curva gaussiana. Esse resultado reforça o fato de uma análise detalhada da DRX, pois quando são separados os compostos identificados nas análises, é possível obter um entendimento mais preciso dos materiais que foram produzidos. Na amostra A02 a ocorrência de  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  é vista em torno de  $550 \text{ nm}$ , com uma distribuição estreita e uniforme, o que reforça a afirmação relativa ao aumento da concentração de nitrato e um material mais uniforme, como mostrado nas DRX. A formação de  $\text{NiO}$  e  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  consiste em 32% da produção, reduzindo em 8% a formação dos óxidos em relação ao percentual produzido na amostra A01, não sendo muito considerável em termos quantitativos, porém o estreitamento alcançado na distribuição de partículas é uma consequência importante no aumento da concentração de nitratos em relação a amostra A01.

Em relação a amostra A03, a Figura 30 apresenta os resultados da distribuição de partículas para os compostos formados. A análise desta leva à percepção de um maior estreitamento da distribuição de partículas, além da uniformidade do material produzido e

capacidade da concentração de nitrato utilizada, aliada a quitosana, de formar compostos mais homogêneos. A frequência de NiO e  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na amostra A03 foi reduzida para 15% do total de material produzido e a distribuição de partículas se estreitou ainda mais em relação a amostra A02. Um outro ponto interessante na análise da Figura 30 é a ocorrência dos óxidos em tamanhos menores do que os tamanhos de NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, promovendo um domínio das características magnéticas por parte da ferrita de níquel sobre os demais compostos. Os resultados da DRX e das distribuições de partículas podem ser comparados com as imagens geradas pela MEV, mostradas na Figura 31 a Figura 33, a fim de se confirmar os resultados anteriores.

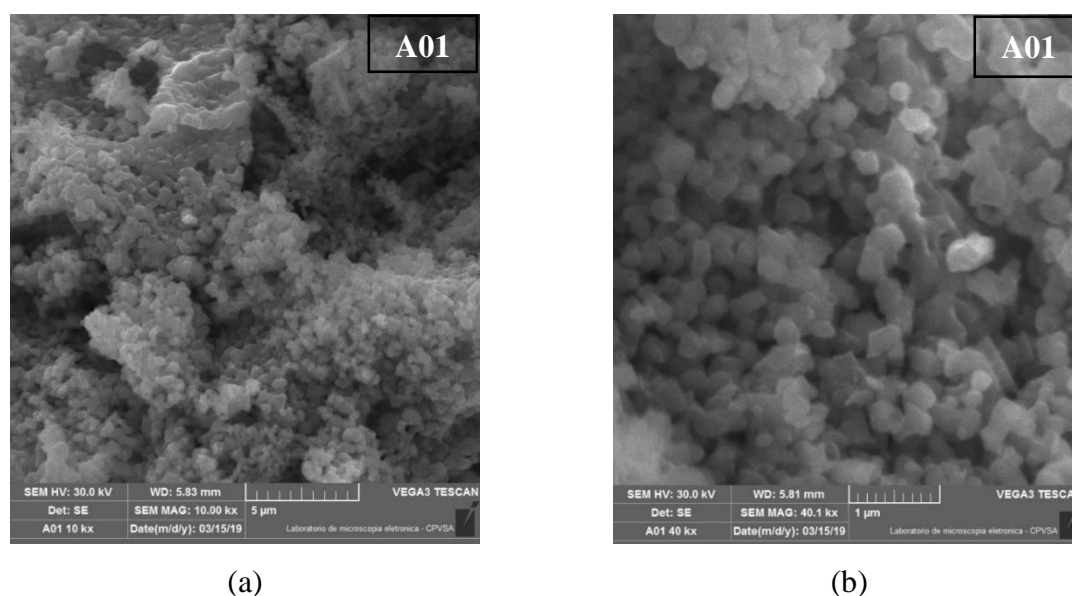


Figura 31: MEV da amostra A01. Ampliação de (a) 10 kx e (b) 40 kx.

Relacionando a Figura 31 com a distribuição de partículas da amostra A01, Figura 28, é possível comprovar o fator de forma 0,9 utilizado na Equação 20, que se refere a partículas quase esféricas, bem como os valores analisados na DRX para a distribuição de partículas ao redor de 500 nm com algumas partículas acima desse valor. As mesmas observações sobre os resultados da DRX podem ser ditas a respeito das amostras A02 e A03, como mostradas na Figura 32 e Figura 33.

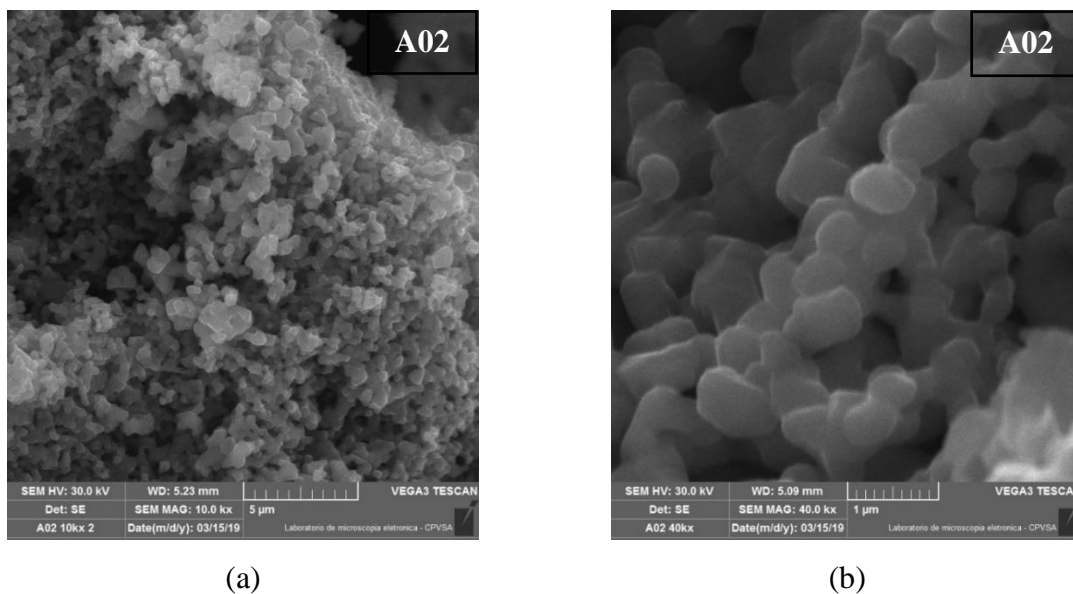


Figura 32: MEV da amostra A02. Ampliação de (a) 10 kx e (b) 40 kx.

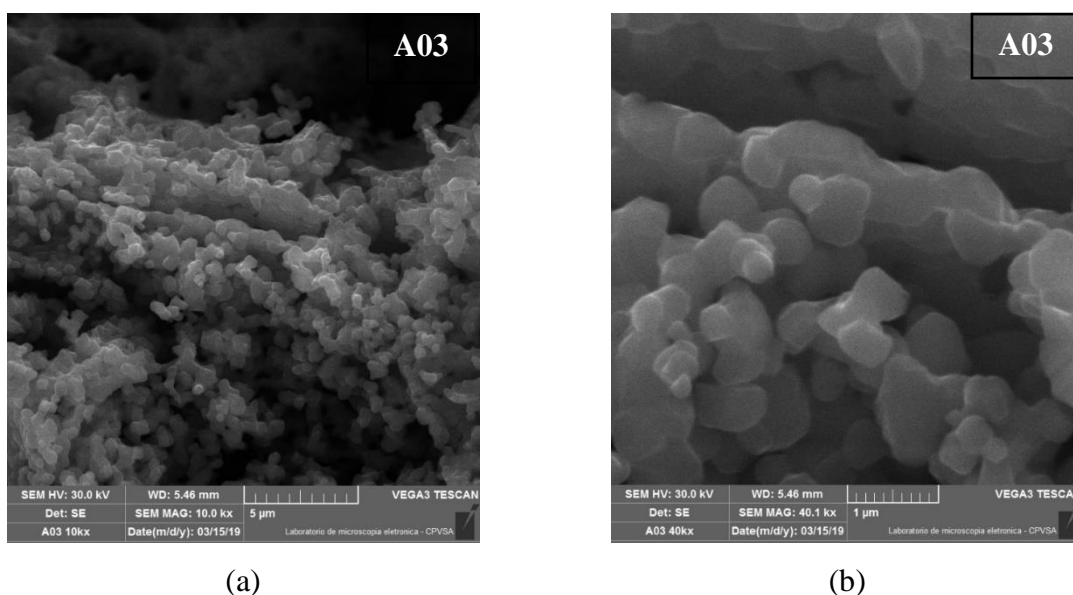


Figura 33: MEV da amostra A03. Ampliação de (a) 10 kx e (b) 40 kx.

Apesar da MEV da amostra A03 não mostrar de forma clara a confirmação dos cálculos realizados com base na DRX, sua padronização do tamanho das partículas, assim como morfologia são concordantes com a metodologia aplicada e interpretação dos resultados anteriores. A mesma afirmação sobre uniformidade pode ser feita para a amostra A02, na Figura 32, porém esta mostra melhor a concordância do tamanho das partículas com a DRX. O problema relativo a MEV da amostra A03 se deveu a dificuldade em capturar uma imagem mais adequada em relação às partículas mais presentes, pois a amostra não estava macerada o suficiente. Porém, nas partículas aparentemente maiores na MEV é possível observar que se trata de aglomerado de partículas menores. Esse problema no processo de macerar causa

aglomerados maiores no pó, onde as partículas menores estão dispostas de modo que não é possível verificar eficientemente sua morfologia.

Com as análises da DRX e MEV, é possível ter um entendimento mais completo acerca dos rendimentos dos experimentos realizados. Na Tabela 4 é possível observar a EDS em cada uma das amostras, onde constam as concentrações ( $\Lambda$ ) de cada elemento que está presente na análise, bem como os desvios padrões ( $\sigma$ ).

Tabela 4: EDS das três amostras produzidas.

Elemento	A01		A02		A03	
	$\Lambda$ (%)	$\sigma$	$\Lambda$ (%)	$\sigma$	$\Lambda$ (%)	$\sigma$
Ferro (Fe)	62,391	0,095	57,677	0,089	64,874	0,095
Níquel (Ni)	24,327	0,084	30,688	0,093	30,989	0,098
Silício (Si)	4,863	0,170	4,422	0,161	2,119	0,110
Cálcio (Ca)	3,070	0,038	2,806	0,037	0,508	0,391
Alumínio (Al)	2,565	0,428	2,519	0,434	1,481	0,014
Fósforo (P)	2,567	0,082	1,721	0,065	-	-
Outros elementos	< 1	< 0,016	< 1	< 0,016	< 0,03	0,002

Analisando os dados da Tabela 4, é possível observar que a proporção Ferro/Níquel está de acordo com a proporção padrão para produção da ferrita, entre 1,5 e 2,0. Os outros elementos presentes na EDS são apresentados em quantidades muito baixas, motivo pelo qual não aparecem na análise DRX. Esses elementos se devem a possíveis contaminações nos cadinhos, utilizados previamente em outros experimentos, contato do cadinho aberto com o interior do forno, que pode conter impurezas provenientes de outros experimentos, bem como pequenos resquícios do almofariz, já que o processo de macerar envolve fricção. Porém, apesar de diversos elementos contaminantes estarem presentes, seus percentuais são baixos para as amostras A02 e A03, sendo possível obter valores de purezas iguais a 88,36% e 95,86%, respectivamente. A amostra A01 obteve percentual baixo de pureza devido à grande quantidade de contaminantes e alto teor na formação de NiO, sendo obtido somente 74,58%.

Com esse resultado, é possível perceber que uma maior concentração de nitratos promove uma otimização do processo como um todo, com aumento da pureza do material obtido, bem como melhoria na qualidade desse material. Uma menor concentração de nitrato inibe a ação da quitosana em realizar os agrupamentos de íons, devido ao espaçamento dos mesmos dentro de sua matriz, acarretando em uma predisposição à formação de compostos secundários. Na EDS não foi possível estimar o percentual de oxigênio, pois os outros

elementos presentes na amostra também poderiam conter oxigênio, o que dificultaria a análise da quantidade desse elemento que está ligado ao ferro e níquel.

Com o valor de pureza proveniente da EDS, tem-se as ferramentas necessárias para estimar o rendimento de cada amostra. Como já apresentado na Tabela 3, as concentrações de 30 g/L, 60 g/L e 120 g/L foram utilizadas em diferentes volumes para avaliação do rendimento ( $\eta$ ) do processo de produção, de acordo com a massa final obtida. Em adição aos cálculos de rendimento, a pureza do material resultante da análise EDS ( $\psi_{EDS}$ ) foi agregada para uma estimativa mais próxima da realidade, assim como o percentual da produção de  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  ( $\tau_{DRX}$ ), relacionada com a quantidade de óxido, para determinação do rendimento final ( $\eta_{final}$ ). Todas as informações acerca desse procedimento estão resumidas na Tabela 5, onde o rendimento final é dado através da Equação 26:

$$\eta_{final}(\%) = \frac{\text{Massa Experimental}_{\text{Ni+Fe}_2}}{\text{Massa Teórica}_{\text{Ni+Fe}_2}} * \psi_{EDS} * \tau_{DRX} * 100\% \quad (26)$$

Tabela 5: Rendimento das amostras de ferrita de níquel.

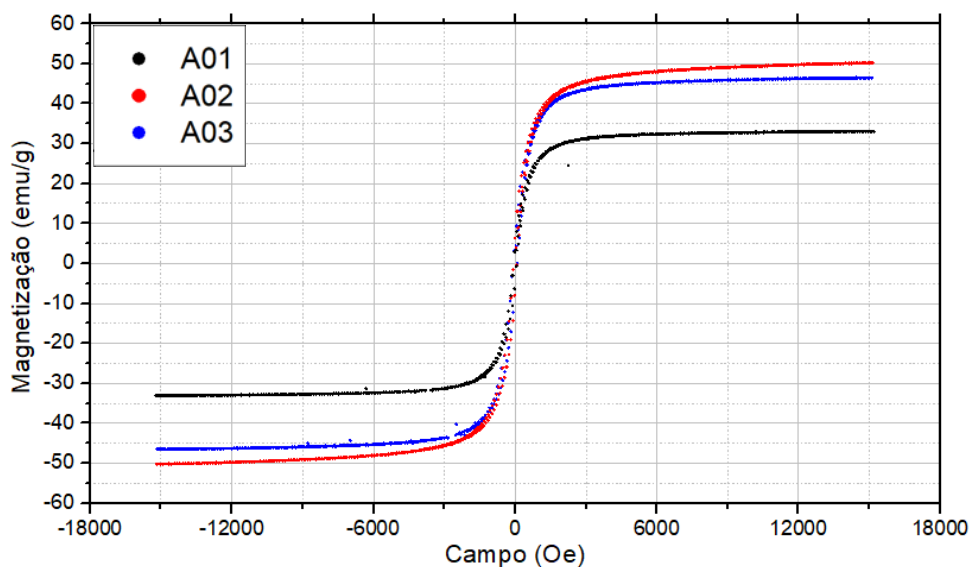
Amostra	Massa total de nitratos (g)	Volume de Quitosana (ml)	Concentração (g/L)	Massa teórica de Ni + Fe <sub>2</sub> (g)	Massa experimental de Ni + Fe <sub>2</sub> (g)	$\tau_{DRX}$	$\psi_{EDS}$	$\eta_{final}$ (%)
A01		50	30		0,1284	0,60	0,7458	24,71
A02	1,5	18,75	60	0,2326	0,0292	0,68	0,8837	7,54
A03		12,5	120		0,0589	0,85	0,9586	20,66
A01		100	30		0,3271	0,60	0,7458	22,91
A02	3,0	37,5	60	0,4652	0,294	0,68	0,8837	27,65
A03		25	120		0,2757	0,85	0,9586	35,16
A01		200	30		0,4163	0,60	0,7458	14,58
A02	6,0	75	60	0,9304	0,5543	0,68	0,8837	26,07
A03		50	120		0,9	0,85	0,9586	57,39
A01		300	30		0,6104	0,60	0,7458	14,25
A02	9,0	150	60	1,3952	0,4063	0,68	0,8837	12,74
A03		75	120		1,17245	0,85	0,9586	49,86

Como mostrado na Tabela 5, a amostra A01 possui menor eficiência, como esperado de acordo com os resultados anteriores, variando de 14,25% a 24,71%, de acordo com o decréscimo do volume da solução, ou seja, a eficiência de A01 é maior em pequenos volumes, o que não é interessante em nível de produção em grandes quantidades. Essa eficiência se dá

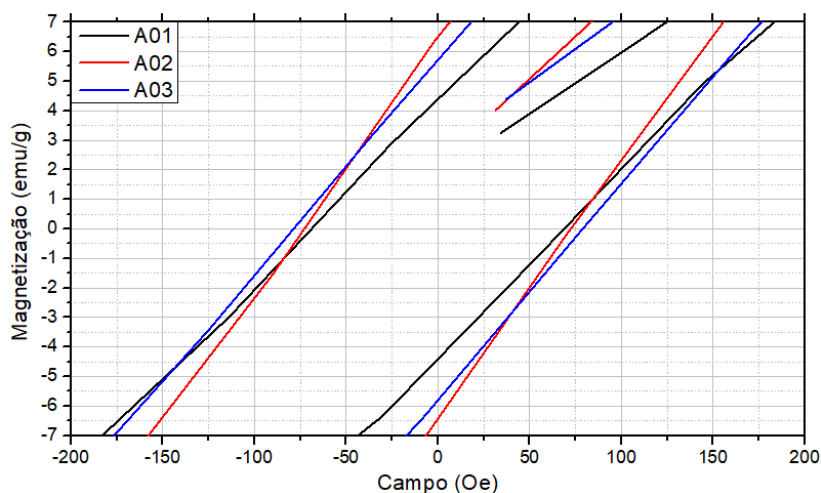
pelo fato de os íons estarem dispersos na matriz de quitosana, favorecendo a formação de NiO e outros compostos que não são desejáveis no processo.

As amostras A02 e A03 apresentaram resultados melhores, com eficiências variando de 7,54% e 20,66% a 27,65% e 57,39%, respectivamente. Elas se destacaram em relação a amostra A01 pelo fato de a concentração de nitratos ser maior, favorecendo o processo de formação de  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ . Apesar do experimento quatro, com 9 g de nitrato, ter apresentado baixo valor de eficiência para a amostra A03, o processo está dentro dos erros esperados para baixos volumes, sendo possível o aumento da eficiência para produções maiores. Portanto, para fins de produção em escala relativamente grande, a amostra A03 apresenta os melhores resultados de pureza, morfologia, distribuição do tamanho das partículas e eficiência, parâmetros desejados na produção de materiais.

Com as características morfológicas descritas e os resultados de eficiência explanados, serão mostradas em seguida curvas de histerese, na temperatura de 300 K, das três amostras produzidas. Essa temperatura foi escolhida devido ao objetivo de aplicação dos materiais, nos quais serão inseridos em circuitos eletrônicos. Isso significa que as metodologias padrões de levantamento de histerese a baixas temperaturas não se aplicam ao objetivo do trabalho. A Figura 34 mostra esses resultados, juntamente com uma ampliação da região próxima à origem para discussão dos parâmetros associados aos resultados.



(a)



(b)

Figura 34: (a) Curvas de histerese das amostras produzidas. (b) Ampliação próxima a origem do sistema de coordenadas.

Através da análise das curvas de histerese, observa-se que não houve alteração no campo de saturação ( $H_s$ ), com valor de 15 kOe para as três amostras. No entanto, houve um incremento na magnetização de saturação ( $M_s$ ) de A01 para A03 e, posteriormente para A02, com valores respectivos de 33,04 emu/g, 46,45 emu/g e 50,19 emu/g. A variação da magnetização de saturação se dá devido a quantidade de cada óxido presente em cada uma das amostras. A01 contém 10% de NiO e 30% de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, além das impurezas observadas pela EDS. A alta presença de NiO,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e impurezas promove uma redução na capacidade de magnetização do material, além da distribuição larga de partículas, onde foi possível ver uma maior concentração em valores próximos a 200 nm, havendo redução da magnetização em relação às amostras A02 e A03, que possuem distribuição de partículas estreita e com valores mais elevados.

A02 possui valor de magnetização superior a A03 devido a distribuição de partícula em torno de 550 nm, enquanto A03 possui sua distribuição em torno de 380 nm. Como ambas as distribuições são estreitas, seus momentos magnéticos são bem definidos já que metade dos íons Fe<sup>3+</sup> está localizada no sítio tetraédrico da estrutura e a outra metade no sítio octaédrico juntamente com os íons Ni<sup>2+</sup>. Esse fato não ocorre de forma ordenada no caso de amostras dopadas devido à reorganização de cátions na estrutura de acordo com os parâmetros do processo produtivo, podendo desencadear grandes variações na estrutura caso os processos não sejam rigorosamente controlados.

A magnetização remanescente ( $M_r$ ), como pode ser observada na Figura 34(b), possui valor relativamente baixo, com 4,4 emu/g para A01, 6,5 emu/g para A02 e 5,7 emu/g A03 que,

quando comparadas ao campo coercivo ( $H_c$ ), é possível ver que um baixo valor de campo é capaz de levar a magnetização do material a zero, característica desejável para trabalhar com ajuste de magnetização aplicado a dispositivos reconfiguráveis.

Todas as características descritas a partir da Figura 34 se referem a um material magnético mole, caracterizado por baixa coercividade, baixas perdas por histerese, e fácil magnetização. Na Tabela 6 são apresentados os valores referentes a Figura 34.

Tabela 6: Dados da histerese das três amostras.

Amostra	Campo de saturação (kOe)	Magnetização de saturação (emu/g)	Magnetização remanescente (emu/g)	Campo coercivo (Oe)
A01	15	33,04	4,4	68
A02	15	50,19	6,5	71,87
A03	15	46,45	5,7	78,23

Como conclusão acerca dos procedimentos seguidos neste capítulo, pode-se afirmar que a concentração de nitrato dentro da matriz de quitosana tem uma forte influência na obtenção da ferrita de níquel devido a reatividade que a quitosana promove aos íons na solução. Essa influência tem grande importância no objetivo da produção, de modo que a qualidade da ferrita produzida está diretamente relacionada a todas as variáveis de processo. As caracterizações realizadas evidenciam o controle do processo de produção para cada uma das três amostras propostas, se mostrando coerente com as imagens obtidas na MEV.

A proposta de estimativa de rendimento é uma informação essencial nos processos de produção que envolvem a síntese de uma grande quantidade de material, principalmente para otimização da quantidade de reagentes utilizados, algo que é importante para o presente trabalho devido a quantidade de ferrita utilizada na produção das pastilhas.

Os resultados apresentados neste capítulo serviram de base para obtenção da publicação intitulada “*Efficiency estimative and characterization of nickel ferrite nanoparticles produced by sol-gel modified by ICR cross-linked technique*”, publicada na revista *Materials Letters*, Qualis B1 na Engenharias IV, fator de impacto 3,019 [72].

No capítulo seguinte serão descritos os procedimentos relativos à confecção das pastilhas de ferrita, sua caracterização elétrica e discussão dos resultados das caracterizações, relacionando com o processo de produção do material.

---

## 5 – Produção das pastilhas de $\text{NiFe}_2\text{O}_4$

---

No presente capítulo serão descritos os procedimentos para produção das pastilhas ressoadoras, assim como suas características eletromagnéticas e os resultados acerca dos experimentos realizados para sua caracterização. A princípio, será mostrada a produção de encapsulados de baixa permissividade para utilização do pó sem o processo de prensagem e sinterização. Os resultados acerca dessa etapa também serão mostrados de acordo com dados disponíveis na literatura e comparativo do coeficiente de reflexão medido. Posteriormente, o processo de produção das pastilhas compactadas será apresentado juntamente com sua caracterização.

### 5.1 Produção das pastilhas de ferrita encapsuladas em materiais de baixa permissividade

Dois experimentos foram realizados para confecção das pastilhas. O primeiro é descrito através da aplicação direta do pó de ferrita em recipiente fechado, de acordo com a metodologia aplicada em Junker *et al* [73], onde um material de baixa permissividade é usado para simular uma região de ar ao redor do conector. A utilização do material de baixa permissividade é baseada na afirmação que os comprimentos elétricos são inversamente proporcionais a raiz quadrada da permissividade do material, portanto um material com permissividade próxima da unidade é o mais próximo do ideal, que seria o ar.

No caso deste trabalho, diferentes materiais não magnéticos de baixa permissividade foram utilizados para encapsulamento do pó de ferrita, em vez de envolver o conector, como foi proposto por Junker *et al* [73]. Desse modo, é possível simular uma região cilíndrica de permissividade relativa próxima a  $\epsilon_r = 1$ . Os materiais utilizados, como podem ser observados na Figura 35, são diferentes tipos de madeiras de lei e todos foram caracterizados eletricamente para tal análise, sendo eles:

- Angelim;
- Eucalipto;
- Ipê;
- Roxinho.

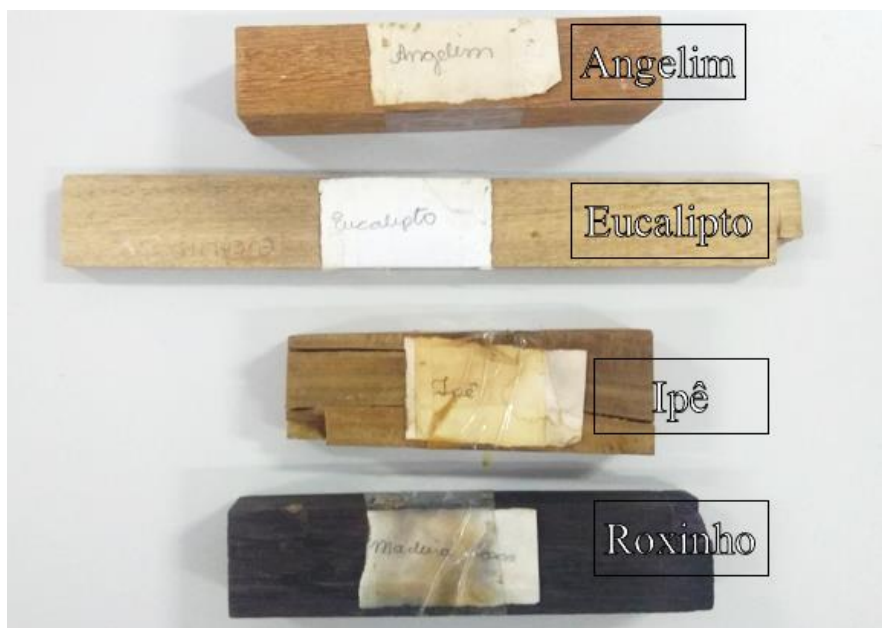


Figura 35: Madeiras utilizadas para produção das capsulas.

As medições de permissividade foram realizadas no Laboratório de Medidas em Telecomunicações, do Instituto Federal da Paraíba (IFPB), com auxílio do kit *Keysight 85070E*, no intervalo de frequência de interesse (de 2,0 GHz a 3,5 GHz) juntamente com o equipamento Analisador de Redes Vetoriais (*Vector Network Analyzer – VNA*) *Keysight Agilent E5071C*. A direção de medição foi determinada de modo a seguir a disposição das fibras das madeiras, o que se entende como uma melhor direção para propagação do sinal.

Não foi possível realizar os experimentos para determinação da permissividade do pó de ferrita devido a problemas operacionais dos equipamentos. Desse modo, foram analisadas as literaturas com valores experimentais de permissividade do pó de ferrita de níquel [74]-[77] e foi escolhido o valor  $\epsilon'_r = 3$  para efeito de simulação, já que o processo descrito por Souriou *et al* [74] a variação de temperatura de calcinação influencia fortemente os valores de permissividade. O mesmo autor observou uma variação de  $\epsilon'_r = 6$  para  $\epsilon'_r = 5$  quando a temperatura de calcinação era aumentada de 650 °C para 800 °C. Como o cristalito produzido neste trabalho foi calcinado a 1100 °C, foi sugerido inicialmente para efeitos de simulação uma permissividade relativa  $\epsilon'_r = 3$ .

O trabalho apresentado por Shi *et al* [77] descreve com mais detalhes as características magnéticas da ferrita de níquel, pois mais temperaturas de calcinação foram aplicadas ao material, sendo possível observar as características magnéticas do material a uma temperatura de até 1000 °C. De modo concordante a Souriou *et al* [74], em Shi *et al* [77] foi possível observar valores de permeabilidade, em frequências próximas a 3 GHz iguais a  $\mu'_r = 1,5$  com

$\mu_r'' = 0,9$ . Esses valores foram usados inicialmente para fins de simulações realizadas com auxílio do software *High Frequency Structure Simulator* (HFSS), e o coeficiente de reflexão foi obtido para cada uma das estruturas propostas.

Após as simulações, um recipiente cilíndrico de cada madeira, com 25 mm de diâmetro, 18 mm de altura e 1,5 mm de espessura, foi confeccionado para deposição do cristalito produzido. O referido diâmetro foi escolhido devido a disponibilidade de matriz pastilhadora nessa dimensão, servindo de comparativo quando o processo de compactação do pó for aplicado. A produção foi realizada no Laboratório de Microondas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (UFERSA) com auxílio do equipamento de Controle Numérico por Computador (*Computer Numerical Control – CNC*) PCB 2020B, mostrada na Figura 36(a), juntamente com o corte longitudinal do recipiente, na Figura 36(b).

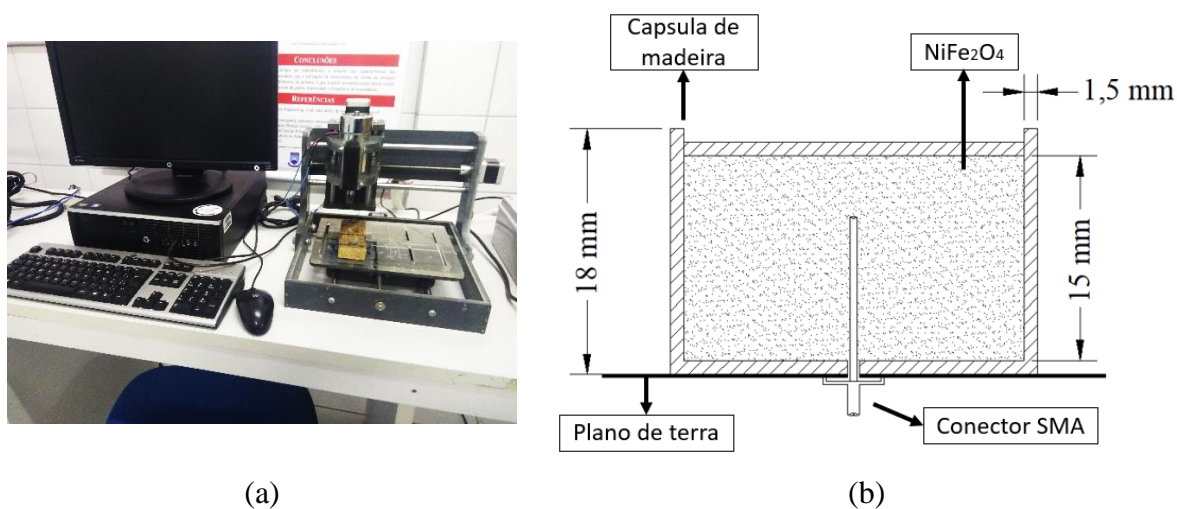


Figura 36: (a) Prototipadora PCB 2020B e (b) representação do recipiente.

O pó de ferrita foi colocado em cada recipiente, de modo a formar um cilindro composto de pó de ferrita com altura próxima a 15 mm. A alimentação foi feita através de conector coaxial inserido no centro do dispositivo, promovendo um maior acoplamento entre a alimentação e o material em estudo. Cada capsula foi disposta sobre placa condutora, como mostra a Figura 37, e o valor do coeficiente de reflexão foi medido com auxílio do VNA *Keysight Agilent E5071C* no mesmo intervalo de medição da permissividade das madeiras.

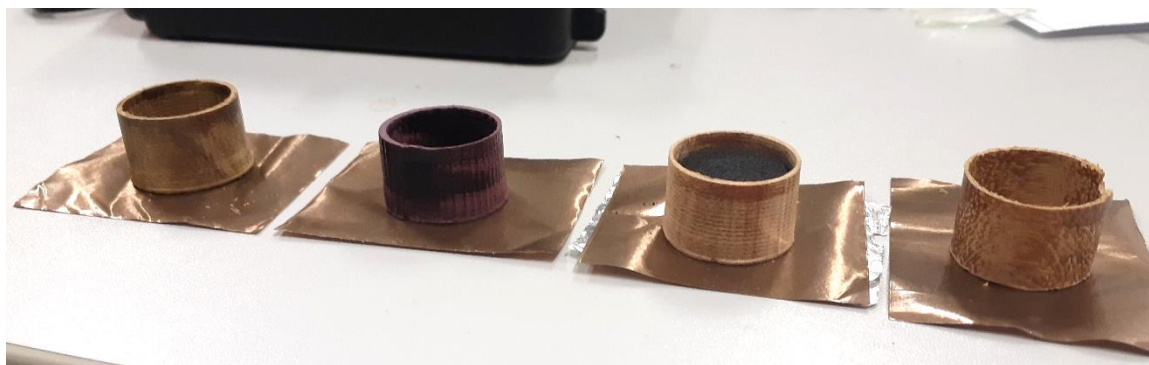


Figura 37: Capsulas de madeira dispostas sobre plano de terra.

O estudo descrito nesse tópico teve como objetivo a análise das pastilhas ressoadoras sem passar pelo processo de compactação e sinterização, para avaliar o desempenho em condições próximas ao contato direto da geometria adotada com o espaço livre. No próximo tópico serão apresentados os resultados obtidos a partir da metodologia descrita.

### 5.1.1 Resultados do encapsulamento das pastilhas

Como descrito na seção anterior, o primeiro passo realizado para progresso do projeto foi a caracterização dos materiais utilizados para encapsulamento do cristalito produzido. Um comparativo de valores de permissividade, entre 2,0 GHz e 3,5 GHz, podem ser observados na Figura 38, onde estão dispostos os quatro materiais propostos, bem como a tangente de perdas, mostrada na Figura 39.

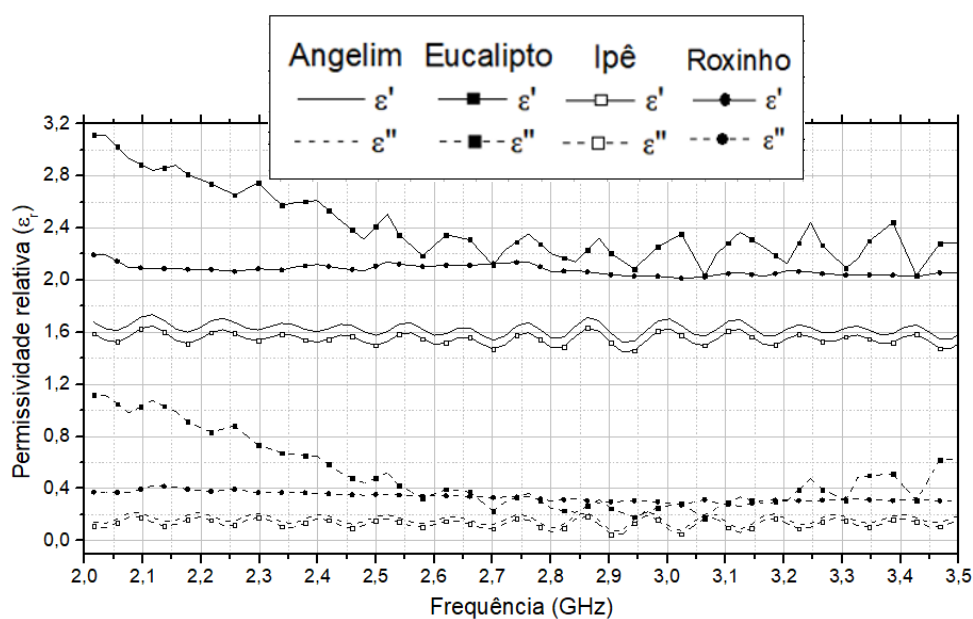


Figura 38: Permissividade relativa das madeiras.

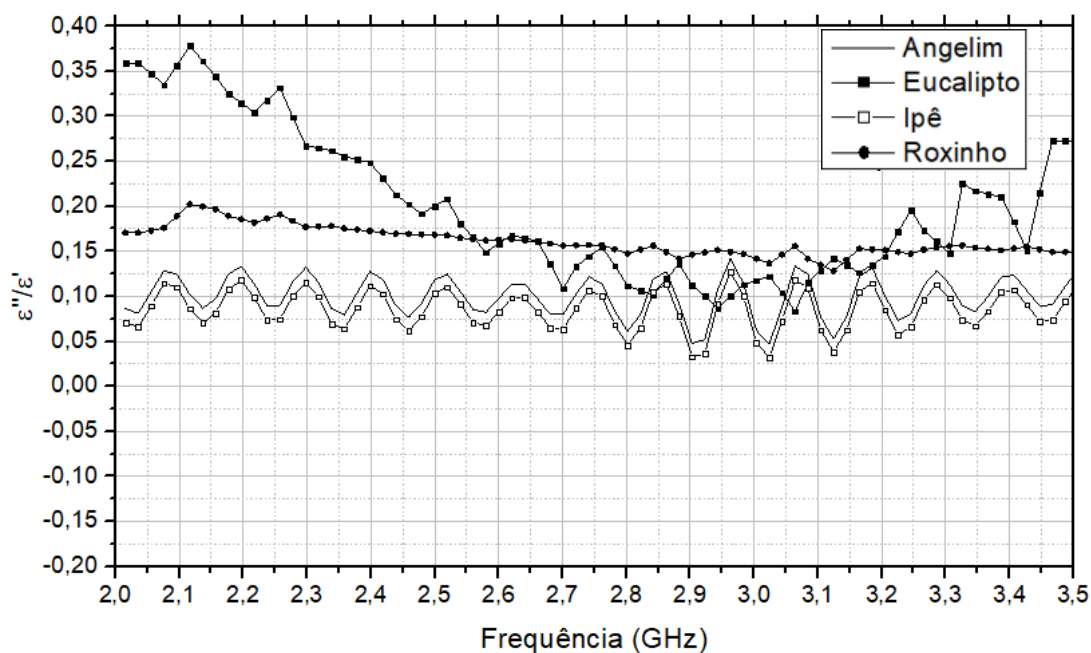


Figura 39: Tangente de perdas das madeiras.

A análise da permissividade dos materiais, disposta na Figura 38, permite perceber que não há variação significativa nas permissividades de acordo com a variação de frequência dentro do intervalo de interesse, exceto para o eucalipto e roxinho. Todos os materiais propostos possuem baixa permissividade relativa na frequência de interesse, em torno de 3,0 GHz, promovendo uma baixa influência na propagação de campos eletromagnéticos quando o pó de ferrita é inserido nas estruturas descritas. Devido à baixa variação da permissividade em torno de 2,8 GHz, as perdas do material também se apresentam com baixas variações, como é mostrado na Figura 39.

O baixo valor de permissividade das madeiras se deve ao tipo de ligação polar existente em sua composição e a quantidade desta. A ligação polar existente na madeira se dá baseada em sua alta concentração de lignina e celulose. Pois a lignina, componente apolar, atua na proteção do material contra fatores externos (ataque de fungos, tensões mecânicas), principalmente através da impermeabilização da madeira. Já a celulose, composta de ligações glicosídicas  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4), possui característica polar devido a ligação covalente entre seus monômeros de glucose, de modo que o oxigênio compartilhado entre os monômeros da cadeia sofre variação na distância entre os monômeros durante sua submissão a campo elétrico, ocasionando a polaridade na estrutura. A ligação covalente da celulose pode ser observada na Figura 40.

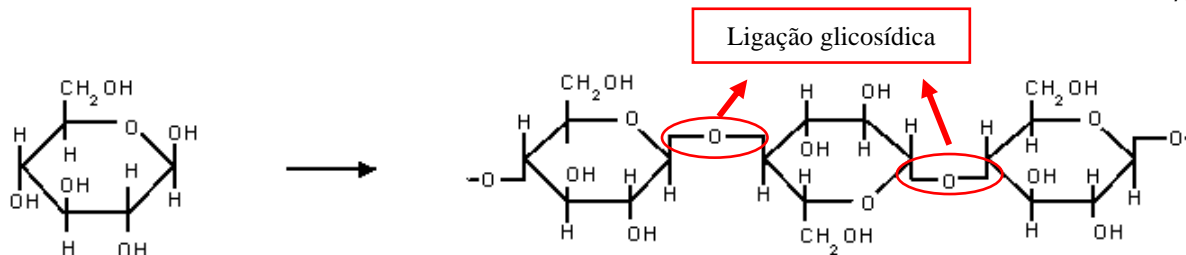


Figura 40: Ligação glicosídica em celulose.

É importante ressaltar a importância do entendimento da composição da madeira no caso de aplicações eletromagnéticas por se tratar de um material orgânico e que também está sujeito a influência de umidade. As madeiras utilizadas no estudo possuem cerca de 25% de lignina, 60% de celulose, 5% de extrativos e 10% de hemicelulose, na qual é responsável pela nutrição da madeira e representa a parcela mais úmida do material devido ao transporte de fluidos. Portanto, com um baixo teor de hemicelulose, se tem um baixo teor de água, o que pode ser entendido como baixa influência polar externa na constituição das madeiras, permitindo a utilização de qualquer uma das madeiras como potencialmente viável para construção do recipiente para o pó de ferrita.

Com base nas estimativas feitas acerca dos valores de permissividade e permeabilidade do pó da ferrita de níquel, baseadas em trabalhos anteriores, foi obtido o coeficiente de reflexão, em simulações computacionais, para cada recipiente de madeira caracterizado. O resultado das simulações pode ser observado na Figura 41.

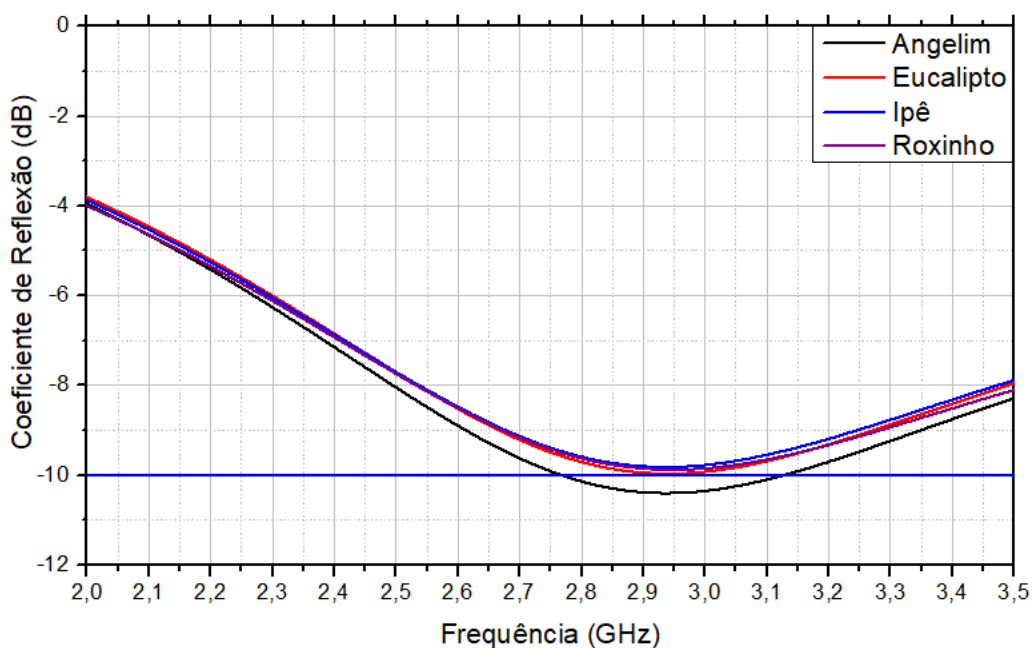


Figura 41: Coeficiente de reflexão simulado das capsulas com pó de ferrita de níquel.

Os resultados simulados da ferrita de níquel aplicada ao encapsulamento de baixa permissividade, apresentado na Figura 41, se mostra interessante do ponto de vista da aplicação do pó como DRA, pois é observado que a presença da madeira não influencia no valor da frequência de ressonância. Porém, há um descasamento de impedância à medida que se varia a permissividade das madeiras.

Não há uma relação entre a variação somente da permissividade real com o casamento de impedância nas simulações, porém esse fator pode ser atribuído aos valores da tangente de perda dos materiais caracterizados aliados às suas permissividades. Um melhor comparativo entre os resultados pode ser analisado através de sua comparação com os experimentos de obtenção do coeficiente de reflexão. Esses experimentos são mostrados na Figura 42 em comparativo com as simulações.

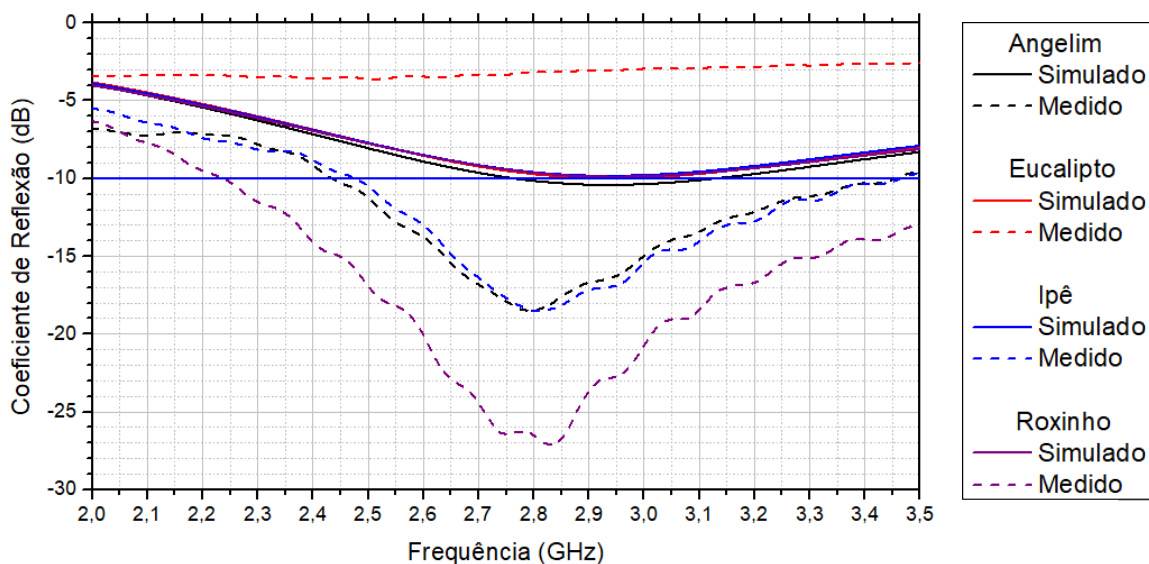


Figura 42: Comparativo entre resultados simulados e experimentais dos encapsulados de ferrita.

Como pode ser observado na Figura 42, as medições do coeficiente de reflexão se mostraram próximas aos valores de permissividade e permeabilidade adotados como referência nos trabalhos de Souriou *et al* [74] e em Shi *et al* [77]. O padrão de comportamento da frequência de ressonância é o mesmo observado nas simulações, onde praticamente não há diferença nos valores de frequência de ressonância, mas sim um acoplamento diferente para cada madeira utilizada refletivo no valor do coeficiente de reflexão na frequência de ressonância de cada dispositivo.

Um problema observado nas medições se encontra no encapsulado de eucalipto, onde não foi possível obter ressonância no intervalo de frequência analisado. Esse problema pode ser

atribuído a falha no procedimento de medição relativo à inserção do conector na madeira de eucalipto, podendo ter ocorrido um curto-circuito do positivo do conector com o plano de terra. No entanto, as outras medições se mostraram promissoras em termos da aplicação apenas do pó como ressoador. Mais detalhes relativos a Figura 42 podem ser observados na Tabela 7, onde para as capsulas de eucalipto, ipê e roxinho foram utilizados os valores simulados de ressonâncias em potencial.

Tabela 7: Comparativo entre simulações e medições dos encapsulados.

Dispositivo	Frequência de Ressonância (GHz)		Coeficiente de Reflexão na Frequência de Ressonância (dB)		Largura de Banda (GHz)	
	Simulado	Medido	Simulado	Medido	Simulado	Medido
	Angelim	2,96	2,80	-10,398	-18,50	0,35
Eucalipto	2,94	----	-9,97	----	----	----
Ipê	2,95	2,80	-9,82	-18,51	----	0,98
Roxinho	2,95	2,83	-9,88	-27,13	----	> 1,26

A Tabela 7, assim como a Figura 42, mostra que apenas a estrutura feita de angelim ressoa abaixo de  $-10$  dB. Porém, nos experimentos é possível observar que apenas a estrutura de eucalipto não ressoou, pelos problemas já descritos. É possível ver que as medições se mostraram consistentes com as simulações, apesar de não ter sido feita caracterização do material. Não houve deslocamento nas frequências de ressonância medidas, estando todas no valor exato de 2,8 GHz. Portanto, a utilização do pó de ferrita com encapsulados de madeira de baixa permissividade se mostra interessante do ponto de vista de sua aplicabilidade.

Os resultados apresentados não dispensam a caracterização do material, porém já demonstram que há potencial em sua aplicação sem necessitar dos processos de compactação e sinterização, o que elimina os possíveis problemas relativos a esses dois procedimentos. Apesar dessa possibilidade, é importante estudar o que implica a compactação e sinterização da ferrita, pois é interessante a redução do tamanho do dispositivo para determinadas aplicações. No próximo tópico será descrita a produção das pastilhas da ferrita de níquel provenientes da compactação do cristalito produzido.

## 5.2 Processo de compactação do pó de $\text{NiFe}_2\text{O}_4$

O passo seguinte a caracterização da ferrita foi a compactação do cristalito produzido. Para isso, 7,5 g de  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ , juntamente com 5 ml de propanona 99% ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ), foram colocados em uma matriz cilíndrica de diâmetro igual a 25 mm, mostrada na Figura 43(a). O composto propanona, mais conhecido como acetona, tem função de auxiliar na estruturação dos grãos durante o processo de compactação, agindo como um ligante orgânico, evitando assim que a pastilha apresente fissuras durante o processo de retirada da matriz. Posteriormente, 15 toneladas foram aplicadas nessa matriz para compactação do cristalito, como mostra a Figura 43(b), na qual equivale a uma pressão de 227 MPa, aproximadamente. Após a aplicação das 15 toneladas, foram aguardados 15 minutos para que houvesse conformação dos grãos dentro da matriz e, conseqüentemente, formação da pastilha.

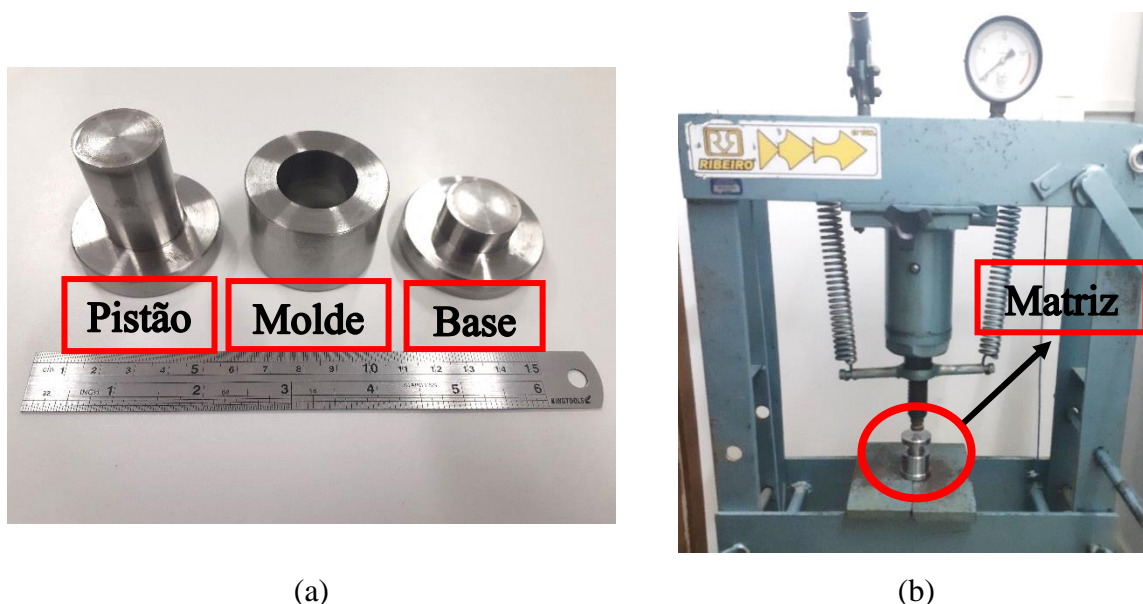


Figura 43: (a) Matriz utilizada na compactação do pó e sua (b) inserção na prensa uniaxial.

Após os 15 minutos para conformação dos grãos, a base da matriz foi removida e as outras peças foram levadas ao forno mufla a 60 °C durante 5 minutos para eliminação dos possíveis resíduos de acetona na parte externa da matriz. Assim, após a retirada do excesso de acetona, a pastilha foi removida da matriz e colocada novamente no forno mufla para processo de sinterização. Esse processo foi realizado com os mesmos parâmetros aplicados na calcinação: rampa 10 °C/min até temperatura de 1100 °C. Os parâmetros da calcinação foram aplicados para que não houvesse modificações na morfologia da ferrita, ou seja, manter a distribuição de partícula obtida após a produção do cristalito no processo Sol-Gel. Como a

sinterização é utilizada para fortalecimento da pastilha, quatro horas a 1100 °C foram suficientes para o resultado desejado.

Com a pastilha produzida, foi realizada sua caracterização elétrica com os mesmos equipamentos utilizados na caracterização do cristalito (VNA *Keysight Agilent E5071C* com kit *Keysight 85070E*) no intervalo de 1,0 GHz a 8,5 GHz, visando futuras aplicações nas frequências inseridas nesse intervalo, como 5G e IEEE 802.11 a/n. Todo processo produtivo deste tópico é resumido através da Figura 44.

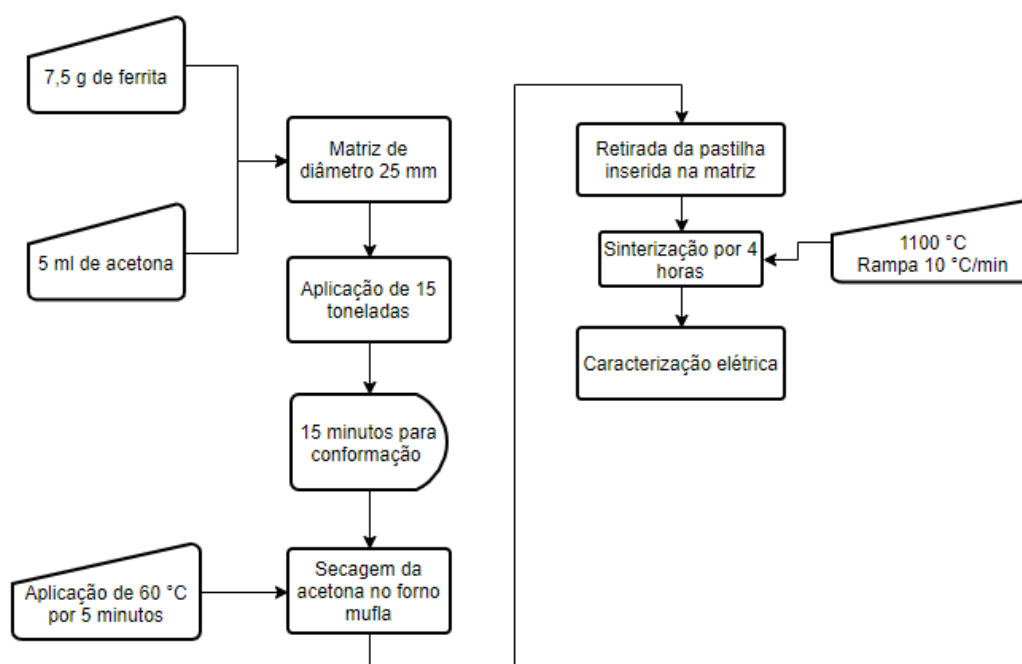


Figura 44: Fluxograma do processo produtivo das pastilhas.

### 5.2.1 Resultados da produção e caracterização das pastilhas compactadas

Com base no procedimento descrito anteriormente, a pastilha sinterizada e pronta para ser utilizada nas aplicações pode ser vista na Figura 45, onde é possível uma homogeneidade superficial devido ao tratamento térmico. A textura superficial é importante porque traz informações acerca da qualidade do processo de compactação, de modo que uma pastilha com baixa rugosidade superficial está compactada de forma mais homogênea do que uma pastilha com superfície com alta rugosidade.



Figura 45: Pastilha de ferrita após processo de sinterização: (a) face apenas com desnível e (b) face com pequenas fissuras.

As linhas observadas na superfície, que se assemelham a rachaduras, se deram pelo desalinhamento do pistão da prensa, no qual não consegue distribuir uniformemente o peso aplicado no cristalito, fazendo com que um desnível se apresente na superfície. Também é possível inferir esse fato com base no processo de sinterização, pois se esse desnível fosse uma rachadura na estrutura após sair da matriz, na sinterização ocorreria a quebra da pastilha, o que inviabilizaria sua aplicação. Como foi possível observar uma diferença estrutural em cada face da pastilha, toda caracterização foi realizada em cada uma das faces. Desse modo, os resultados são apresentados como P1 e P2 representando as pastilhas 1 e 2, respectivamente, bem como F1 e F2 representando a face com menos e mais defeitos, respectivamente. A caracterização elétrica das pastilhas pode ser vista na Figura 46.

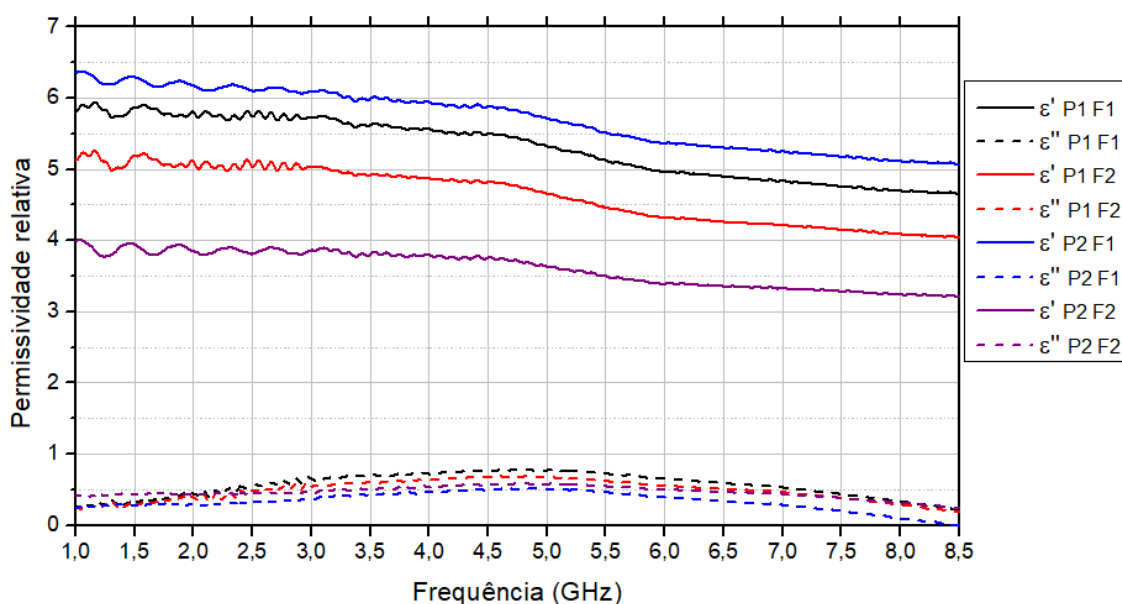


Figura 46: Permissividade das pastilhas compactadas.

Como mostrado na Figura 46, as duas pastilhas apresentaram comportamento semelhante, com uma pequena diferença em seus valores de permissividade, na qual será descrita mais à frente. O comportamento dos valores de permissividade é estável e consistente com sua tendência de redução à medida que a frequência é incrementada. Essa estabilidade alcançada se dá ao processo controlado no qual a ferrita foi produzida, gerando uma distribuição de partícula estreita, o que auxilia nas baixas variações na permissividade, pois a homogeneidade do tamanho dos grãos promove também uma homogeneidade nas características elétricas do material.

A pastilha P2, quando analisada a partir de sua face mais rugosa (F2) apresenta o menor valor de permissividade dentre todas as análises. Esse resultado já era esperado, pois a face rugosa da P2 apresentava maiores defeitos do que a face rugosa da P1, o que significa uma menor compactação na superfície e, conseqüentemente, um material mais poroso, diminuindo seu valor de permissividade. Porém, o comportamento do gráfico permanece o mesmo do que os demais, reafirmando o controle do processo produtivo do material. Abaixo pode ser observada a tangente de perdas das duas pastilhas em cada uma de suas faces.

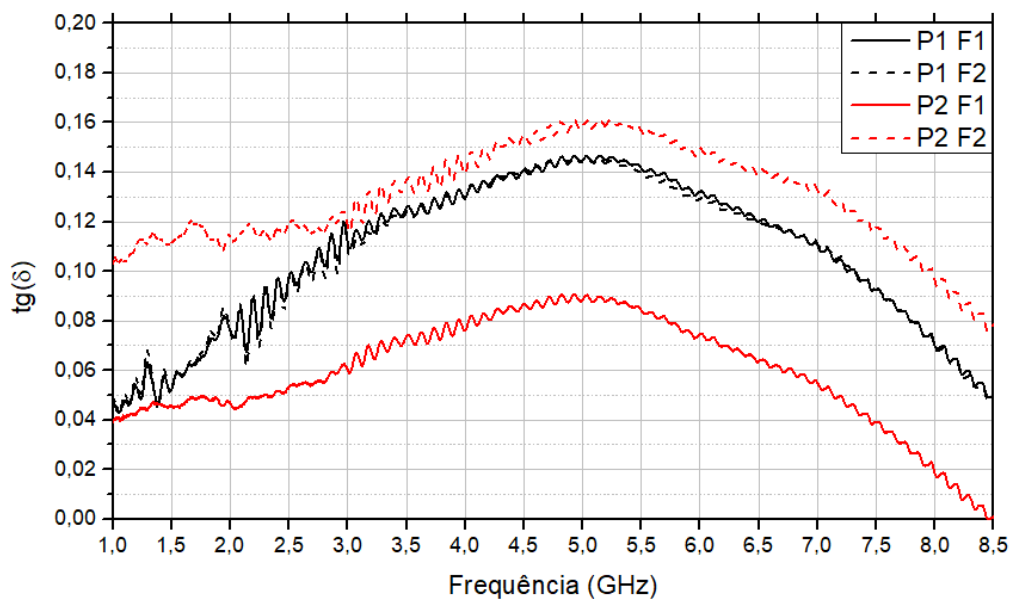


Figura 47: Tangente de perdas das pastilhas compactadas.

Como já era previsto, a pastilha P2, quando analisada de acordo com sua face mais irregular (F2), apresenta uma maior tangente de perdas em todo o espectro. No entanto, seguindo o mesmo raciocínio dos valores de permissividade, o comportamento gráfico é o mesmo para as duas amostras e suas faces, sendo possível observar valores baixos nos extremos do espectro analisado. Desse modo, tanto a análise relativa à tangente de perdas quanto aos

valores de permissividade se mostra importante para aplicações do material produzido e para reforçar a qualidade das técnicas de produção utilizadas.

Os resultados obtidos são diretamente aplicáveis quando se trata da utilização do material a dispositivos de comunicação, principalmente na área de FRA e substrato em antes de microfita. Assim, as características de produção das pastilhas e sua caracterização são de grande importância para aplicação do material, e para entender qual a influência das variáveis e processo de síntese estão sendo mostradas indiretamente através da análise da permissividade.

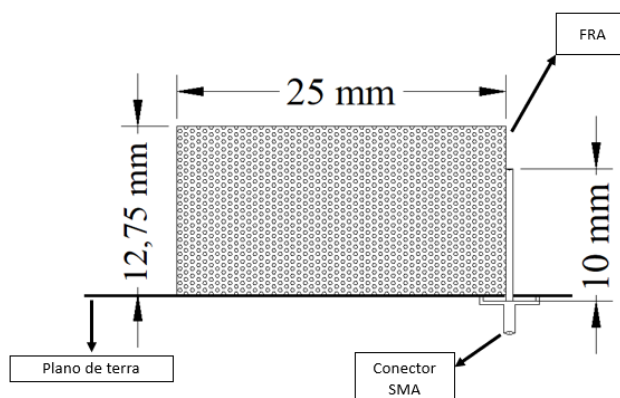
O próximo capítulo abordará a aplicação das pastilhas produzidas como FRA, trazendo também uma análise de diferentes técnicas de excitação do material. Também será abordada a sua utilização como substrato em antenas de microfita. Esta foi aplicada para duas geometrias diferentes, de modo a verificar a confiabilidade dos resultados do coeficiente de reflexão.

## 6 – Aplicações das pastilhas de $\text{NiFe}_2\text{O}_4$

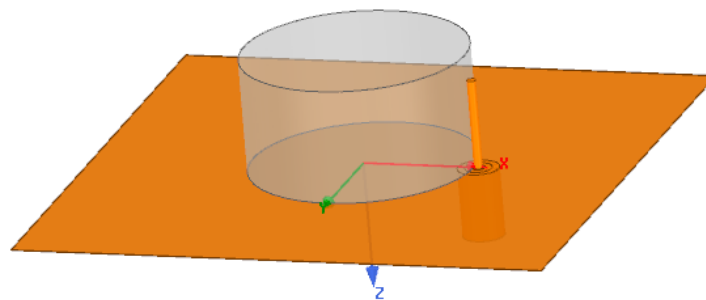
As duas aplicações desenvolvidas neste trabalho foram dispostas de modo a exemplificar as possibilidades de aplicação das FRA, assim como relacionar os resultados obtidos com o processo produtivo da ferrita e suas pastilhas. Para produção da FRA, foram utilizadas três pastilhas compactadas a partir de 7,5 g de  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ , sendo possível obter um cilindro com 12,75 mm de altura, já que cada pastilha possui 4,25 mm de altura. O modelo computacional foi desenvolvido de modo a possuir todas as características estruturais e físicas do material, como dimensões e parâmetros eletromagnéticos. As simulações foram realizadas através do Método dos Elementos Finitos (*Finite Element Method* – FEM), utilizado no software HFSS. Três tipos diferentes de excitação da FRA foram analisados: cabo coaxial, linha de microfita e acoplamento por abertura.

### 6.1 Excitação da FRA por cabo coaxial

Nesse tipo de configuração a alimentação foi colocada na lateral da FRA, posicionada sobre placa condutora, como mostrada na Figura 48 e seu parâmetro de Coeficiente de Reflexão foi obtido no intervalo de 1,0 GHz a 8,0 GHz.



(a)



(b)

Figura 48: (a) Corte longitudinal da FRA no processo de medição. (b) Modelo da FRA no software HFSS.

A FRA foi desenvolvida de forma a se aproximar o máximo possível das FRA produzidas a partir do encapsulamento de madeira, apresentadas no Capítulo 4; com a diferença em sua alimentação, já que é arriscado perfurar as pastilhas para colocar o conector por haver a possibilidade de quebra do material. O parâmetro de permissividade foi aplicado recursivamente em relação os valores experimentais até não haver mais variação na frequência de ressonância, resultando em  $\epsilon_r = 5,7$ . Já a permeabilidade não foi possível ser medida, porém a literatura acerca da ferrita de níquel traz valores de permeabilidade variando entre  $\mu_r = 0,7$  a  $\mu_r = 1,0$  em torno de 5,0 GHz, como observado nos trabalhos de [74] a [78]. Desse modo, foram realizadas cinco simulações, cada uma utilizando os valores de permeabilidade dispostos em cada um dos artigos, mostrados na Tabela 8, para verificação da frequência de ressonância da FRA a partir de valores experimentais de permeabilidade já efetuados por outros autores.

Tabela 8: Valores de permeabilidade em frequências próximas a 5 GHz apresentadas por diferentes autores.

Artigo	Autores	$\mu'$	$\mu''$
[74]	D. Souriou <i>et al</i>	0,7	1,2
[75]	G. Zhang <i>et al</i>	0,85	0,27
[76]	R. S. Yadav <i>et al</i>	0,9	0,04
[77]	Z. Shi <i>et al</i>	0,95	0,06
[78]	W. Zhu <i>et al</i>	1,0	0,05

Uma informação importante acerca dos artigos em que a permeabilidade foi baseada é que toda a caracterização magnética foi efetuada para  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  na forma de pó, portanto o valor de permeabilidade das pastilhas produzidas tende a ser maior do que os valores utilizados devido ao processo de compactação aplicado, pois há uma maior proximidade entre os grãos da estrutura, elevando os valores de permissividade e permeabilidade.

Todas as simulações foram comparadas com o resultado experimental, no qual a FRA foi analisada com auxílio do VNA Rohde & Schwartz ZND, utilizando o intervalo de frequência de 1,0 GHz a 8,0 GHz. Na Figura 49 é mostrado o *setup* de medição.

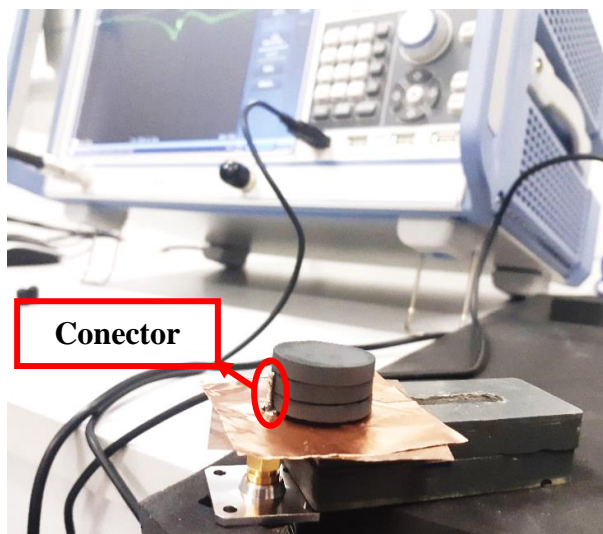


Figura 49: *Setup* de medição da FRA.

#### 6.1.1 Resultados simulados e experimentais da FRA excitada por cabo coaxial

Tendo como base os cinco artigos com diferentes valores de permeabilidade magnética, foi possível obter diferentes valores de coeficiente de reflexão com base nos valores experimentais da permissividade. Os coeficientes de reflexão referentes a cada permeabilidade magnética podem ser observados na Figura 50.

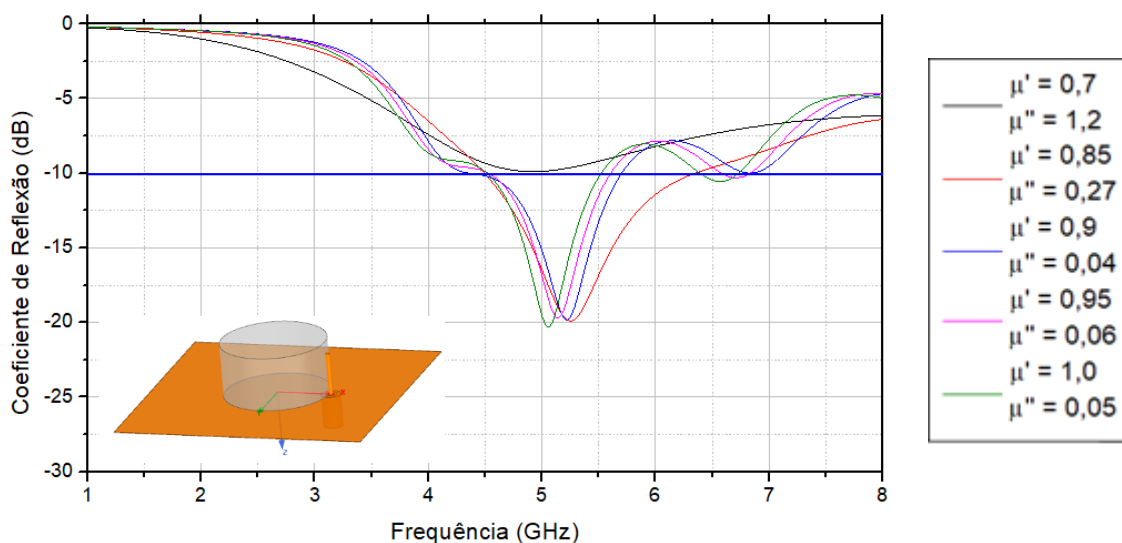


Figura 50: Coeficiente de reflexão para diferentes permeabilidades magnéticas.

O procedimento de variação da permeabilidade magnética mostra pouca diferença entre as frequências de ressonância. É possível observar que, para uma maior permeabilidade imaginária, há maiores coeficientes de reflexão, indicando maiores perdas no dispositivo, o que é bem evidenciado para  $\mu' = 0,7$  e  $\mu'' = 1,2$ . A maior diferença entre os primeiros modos das variações realizadas é 120 MHz, indicando que para baixas variações de permeabilidade, também há baixas variações na frequência de ressonância. Outros parâmetros também podem ser observados na Figura 50, como os valores dos coeficientes de reflexão nas frequências de ressonância e largura de banda. Todos esses parâmetros podem ser observados na Tabela 9.

Tabela 9: Resultados dos parâmetros observados na Figura 50.

Permeabilidade	Frequência de Ressonância (GHz)	Coefficiente de Reflexão na Frequência de Ressonância (dB)	Largura de Banda (GHz)
$\mu' = 0,7$ $\mu'' = 1,2$	-	-	-
$\mu' = 0,85$ $\mu'' = 0,27$	5,26	-19,89	1,85
$\mu' = 0,9$ $\mu'' = 0,04$	5,22	-19,82	1,32
$\mu' = 0,95$ $\mu'' = 0,06$	5,14 6,71	-19,699 -10,30	1,06 0,245
$\mu' = 1,0$ $\mu'' = 0,05$	5,06 6,57	-20,30 -10,56	1,00 0,329

Além dos parâmetros de reflexão, também foi gerado o diagrama de radiação para as variações realizadas. Na Figura 51(a) pode ser visto os diagramas de campo elétrico, enquanto a Figura 51(b) mostra os diagramas de campo magnético.

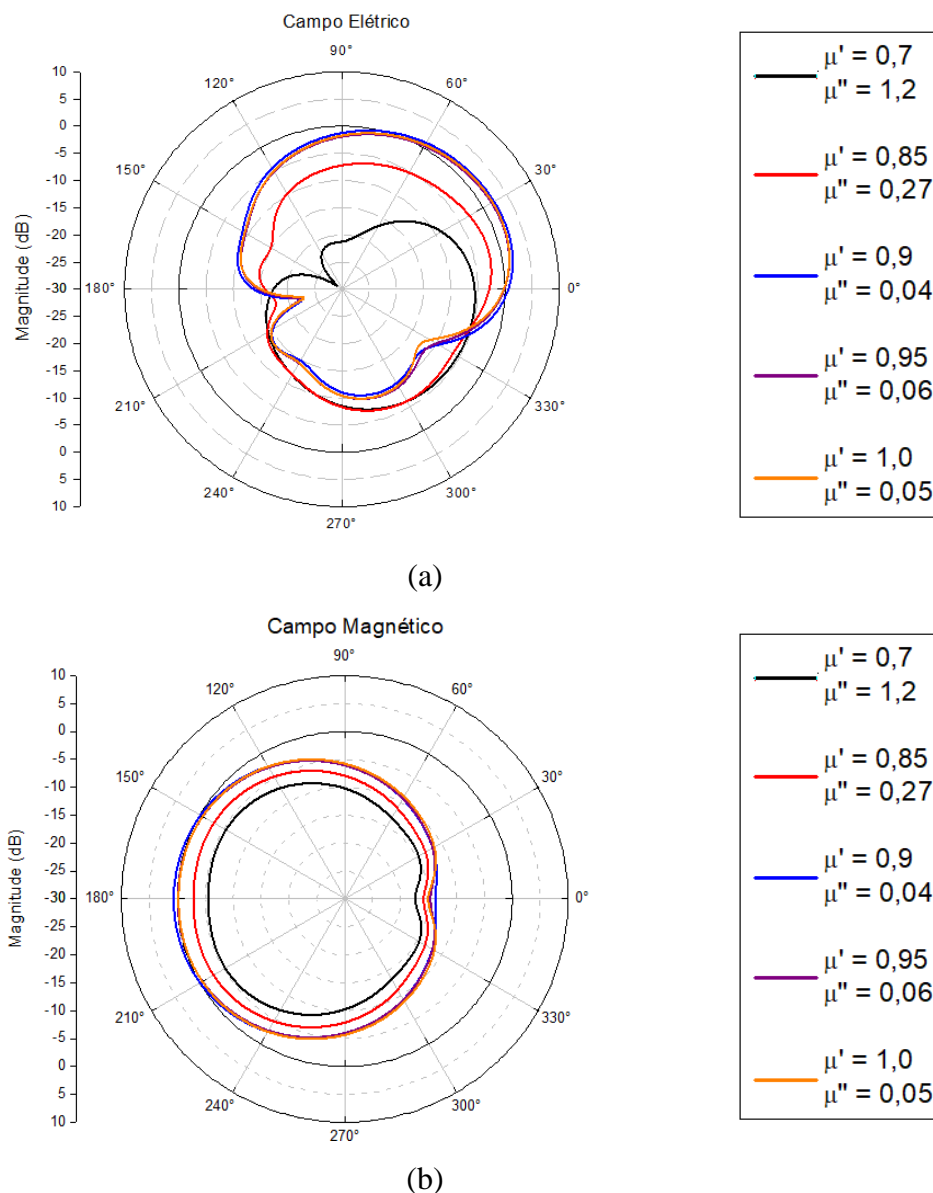


Figura 51: (a) Campos elétricos e (b) magnéticos das variações de permeabilidade.

De acordo com a Figura 51(a) é possível perceber um baixo ganho do dispositivo, tendo seu valor máximo igual a 2,02 dB em 26° para a simulação com permeabilidade unitária. O menor ganho foi obtido para a simulação com permeabilidade real igual a 0,7, como já era esperado, pois sua tangente de perdas magnéticas possui valor maior que 1,0.

A análise das duas figuras permite o entendimento de como os campos se propagam devido a excitação coaxial lateral em uma FRA. Observando principalmente o campo magnético na Figura 51(b), é possível verificar uma formação considerável de campo magnético, com valores próximos a 0 dB, o que não acontece quando se trabalha com antenas de microfita. Complementando os resultados apresentados, na Figura 52 é mostrado o resultado

experimental do coeficiente de reflexão da FRA produzida em comparação aos resultados simulados.

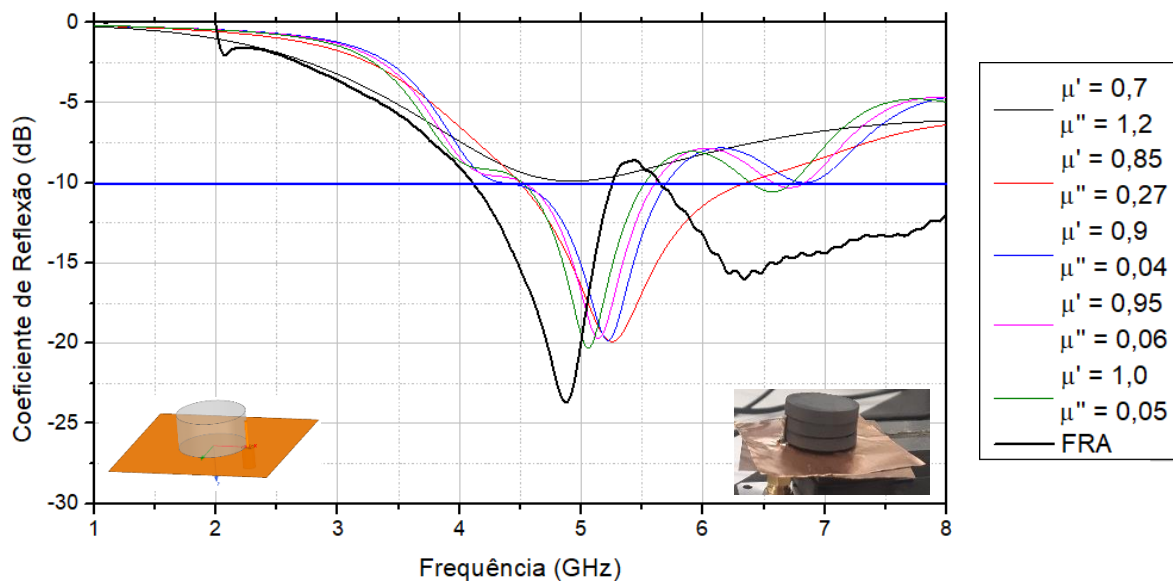


Figura 52: Comparativo entre simulação e experimento da FRA.

O resultado experimental do coeficiente de reflexão da FRA mostra uma concordância em relação as simulações, principalmente em função de seu padrão de resposta. O valor da frequência de ressonância tem um deslocamento de 170 MHz em relação a menor frequência de ressonância obtida nas simulações. Esse resultado já era esperado, pois a compactação do material promove um aumento nos valores de permissividade e permeabilidade. Como nas simulações a permeabilidade magnética foi apresentada para os pós de ferrita de níquel, então era esperado que o processo de compactação produzisse resultados experimentais um pouco diferentes das simulações.

Com base nisso, a permeabilidade foi estimada de acordo com sua variação no software HFSS, sendo possível obter um valor de  $\mu_r = 1,15$  para o material produzido. O deslocamento na frequência de ressonância apenas reforça todo o procedimento experimental executado e traz mais sustento aos argumentos apresentados durante todo o trabalho. Para fins comparativos, a Tabela 9 foi complementada com os valores medidos da FRA, como pode ser observada abaixo na Tabela 10.

Tabela 10: Comparativo entre os parâmetros de reflexão da FRA com as simulações.

Permeabilidade	Frequência de Ressonância (GHz)	Coefficiente de Reflexão na Frequência de Ressonância (dB)	Largura de Banda (GHz)
$\mu' = 0,7$ $\mu'' = 1,2$	-	-	-
$\mu' = 0,85$ $\mu'' = 0,27$	5,26	-19,89	1,85
$\mu' = 0,9$ $\mu'' = 0,04$	5,22	-19,82	1,32
$\mu' = 0,95$ $\mu'' = 0,06$	5,14 6,71	-19,699 -10,30	1,06 0,245
$\mu' = 1,0$ $\mu'' = 0,05$	5,06 6,57	-20,30 -10,56	1,00 0,329
<b>FRA</b>	<b>4,87</b> <b>6,34</b>	<b>-23,64</b> <b>-16,00</b>	<b>1,07</b> <b>&gt; 2,30</b>

Através do comparativo apresentado na Tabela 10, o erro da frequência de ressonância em relação ao maior valor de permeabilidade simulado ( $\mu' = 1,0$ ) é de 3,75% para a primeira ressonância, e 3,5% para a segunda ressonância. Na primeira ressonância também é possível observar um erro de 7% na largura de banda, o que constitui um erro baixo para tal parâmetro. Os resultados da análise da Tabela 10, em conjunto com a Figura 52, reforçam a importância de estudar as características elétricas e magnéticas de um material produzido para que sua aplicação tenha resultados consistentes, bem como possua possibilidade de reprodutibilidade para verificação científica.

Em relação ao dispositivo, a utilização da FRA é promissora principalmente para redução de perdas por efeito Joule, proveniente do aquecimento de condutores, e sua possibilidade de reconfiguração a partir da aplicação de campo magnético externo. Tal possibilidade não foi estudada no trabalho, porém fica nas sugestões para trabalhos futuros a avaliação do desempenho do material em diferentes situações de campos magnéticos externos. A aplicação na área de sensoriamento também é interessante e utiliza o conceito da reconfiguração proveniente de campo magnético. Essas duas aplicações diferentes da proposta do trabalho são possíveis caso o material produzido seja de qualidade e bem caracterizado, o que está sendo discutido com detalhes neste trabalho.

No próximo tópico será mostrada o procedimento experimental para a FRA excitada através de acoplamento por abertura e, em seguida, seus resultados simulados e experimentais.

## 6.2 Excitação da FRA através de acoplamento por abertura

O dimensionamento do dispositivo a ser excitado através de acoplamento por abertura foi realizado com base no procedimento descrito por Petosa [79], tendo como objetivo uma apuração experimental das possibilidades de excitação do material e o que cada uma influencia em termos de sua frequência de ressonância. Figura 53(a) é disposto o esquema das dimensões desse tipo de dispositivo e, na Figura 53(b), o seu *setup* de medição.

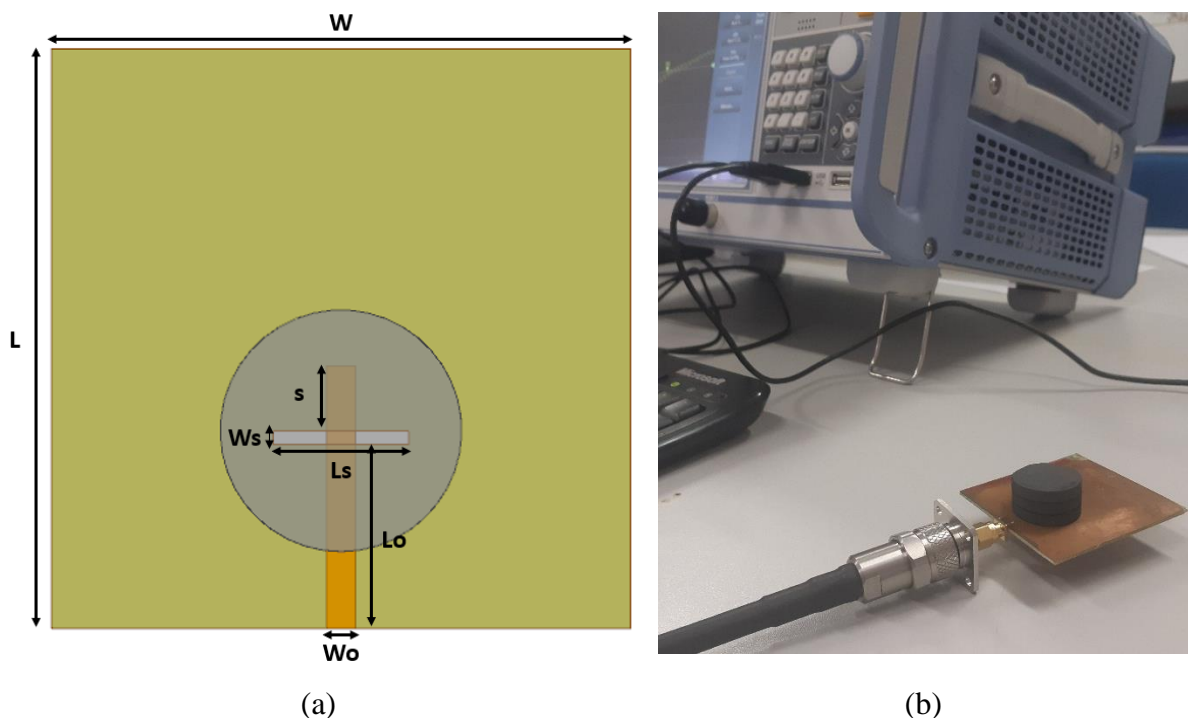


Figura 53: (a) Dimensões da FRA excitada através de acoplamento por abertura e seu (b) *setup* de medição.

De acordo com a Figura 53(a), a dimensão  $L_o$  foi mantida a mesma dimensão de melhor acoplamento na alimentação por linha de microfita. Ou seja, a dimensão da linha de microfita adicionada da distância de acoplamento foi utilizada como  $L_o$ , de modo que a fenda fique inserida o mais próximo possível da melhor distância obtida no acoplamento da linha de microfita com a FRA. Esse resultado será visto mais à frente na alimentação da FRA através de linha de microfita. Os outros parâmetros foram calculados de acordo com o procedimento descrito em Petosa [79] para a frequência de 4,87 GHz, valor da frequência de ressonância da FRA excitada por cabo coaxial. O parâmetro  $L_s$  foi variado, sendo acrescido de 2 mm a cada procedimento, totalizando três dimensões distintas de  $L_s$ . O substrato utilizado foi FR4, com permissividade  $\epsilon_r = 4,2$  na frequência de ressonância desejada e espessura  $t = 1,54 \text{ mm}$ .

O procedimento foi realizado no intervalo de frequência de 2,0 GHz a 8,0 GHz e o parâmetro analisado foi o coeficiente de reflexão. No próximo tópico serão discutidos os resultados do dimensionamento e dos coeficientes de reflexão obtidos.

### 6.2.1 Resultados da FRA excitada através de acoplamento por abertura

Na Tabela 11 estão dispostas as dimensões do dispositivo, bem como as modificações propostas na largura das fendas e as dimensões do substrato. Na Figura 54 são mostrados os resultados simulados das três larguras distintas de fenda.

Tabela 11: Dimensões do dispositivo da FRA alimentada através de acoplamento por abertura

Dimensão	Valor (mm)	Dimensão	Valor (mm)
W <sub>o</sub>	3,0	W	60
L <sub>o</sub>	20,5	L	60
Proposta de largura das fendas (mm)			
Teórico	Slot 2	Slot 3	
10	12	14	

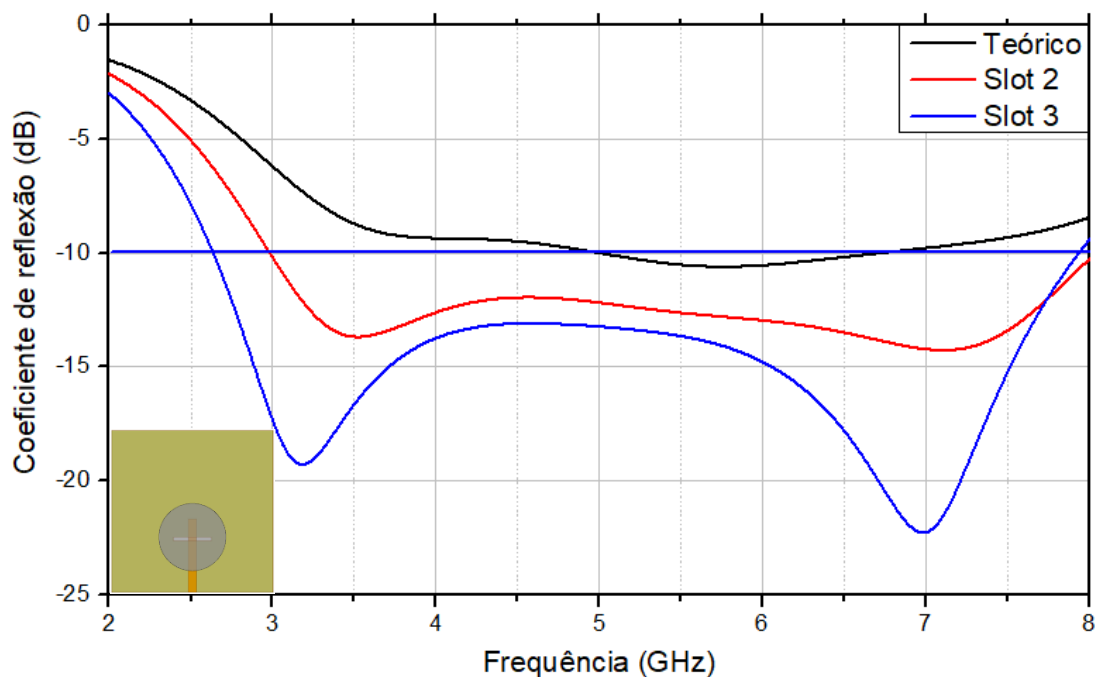


Figura 54: Coeficiente de reflexão simulado da FRA excitada através de acoplamento por abertura.

Como pode ser visto na Figura 54, para uma maior abertura horizontal da fenda, melhor o casamento de impedância entre a FRA e a linha de microfita que se localiza abaixo do substrato. A proposta *Slot 3* apresenta melhor resultado, dentre as simulações realizadas, apresentando dois modos ressonantes, em 3,19 GHz, com -19,29 dB e em 6,99 GHz com -22,28 dB. Em comparação com o valor calculado pela metodologia apresentada por Petosa [79], as duas aberturas propostas apresentam melhores resultados. E, em comparação com o dimensionamento realizado da linha de transmissão para a frequência de 4,87 GHz, o dispositivo composto pelo acoplamento por abertura apresenta modos ressonantes diferentes do que a alimentação por cabo coaxial.

Essa diferença em termos das ressonâncias encontradas demonstra a diferença da influência do tipo de alimentação que a FRA pode ser submetida, trazendo uma maior versatilidade ao ressonador apenas através da mudança do tipo de excitação. Desse modo, para comprovação dos resultados simulados, a Figura 55 apresenta os resultados dos coeficientes de reflexão medidos em comparação aos resultados simulados.

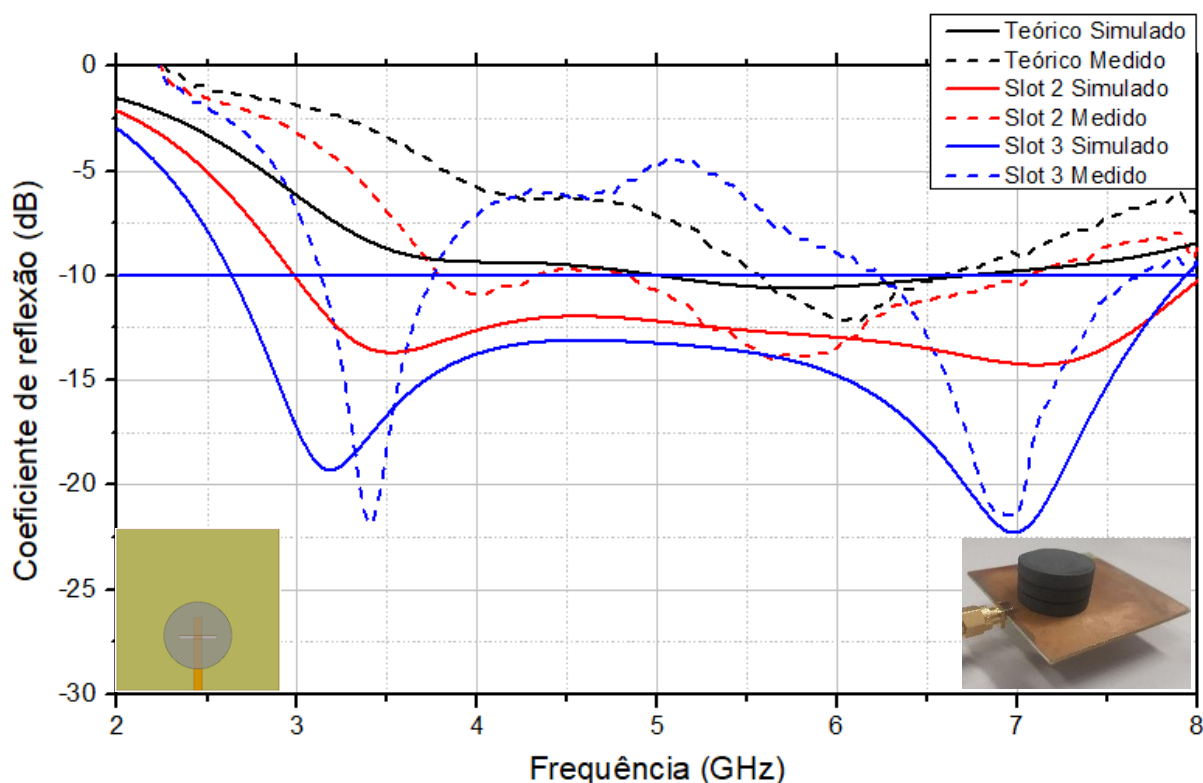


Figura 55: Comparação entre resultados simulados e experimentais da FRA excitada através de acoplamento por abertura.

De acordo com os resultados mostrados na Figura 55, as medições se mostraram condizentes com as simulações efetuadas. Do mesmo modo que nas simulações, a proposta *Slot*

3 apresentou os melhores resultados de coeficiente de reflexão, com dois modos ressoando em 3,39 GHz e 6,93 GHz. O erro das frequências de ressonância medidas em relação às simuladas, para a proposta *Slot 3*, foram de 7,2% e 0,71%, para o primeiro e segundo modo, respectivamente. Para uma melhor interpretação da Figura 55, a Tabela 12 foi elaborada com informações detalhadas dos resultados apresentados.

Tabela 12: Comparativo dos resultados simulados e experimentais da alimentação por acoplamento.

Proposta de fenda	Frequência de Ressonância (GHz)		Coeficiente de Reflexão na Frequência de Ressonância (dB)		Largura de banda (GHz)		Erro da frequência de ressonância relação a simulação (%)
	Simulado	Medido	Simulado	Medido	Simulado	Medido	
	Teórico	5,76	6,05	-10,59	-12,10	1,71	
<i>Slot 2</i>	3,52	4,02	-13,68	-10,91	> 5,0	0,57	14,2
	7,15	5,67	-14,26	-13,92		2,28	20,7
<i>Slot 3</i>	3,19	3,42	-19,29	-21,69	5,3	0,63	7,21
	6,99	6,94	-22,28	-21,39		1,44	0,71

Os resultados descritos na Tabela 12 são consistentes com os resultados da fenda teórica e *Slot 3*. Os erros da frequência de ressonância para essas duas estruturas foram abaixo de 7,21%, o que mostra a coerência do procedimento de produção do dispositivo. Em relação a proposta *Slot 2*, apesar da diferença nas frequências de ressonância, o padrão de resposta experimental foi muito próximo ao simulado. Essa diferença pode ser atribuída ao descasamento de impedância devido ao processo construtivo, bem como possíveis erros de posicionamento dos componentes.

É possível perceber a diferença em termos de frequência de ressonância para os dois tipos de excitação apresentados. Enquanto para a FRA excitada por cabo coaxial foi possível obter uma frequência de ressonância em 4,87 GHz, o dimensionamento do dispositivo acoplado através de fenda opera de outra forma, gerando ressonância em uma frequência superior (5,76 GHz). Esse resultado reforça a possibilidade de um bom funcionamento da FRA de acordo com a frequência de ressonância desejada, relacionando com o método de alimentação.

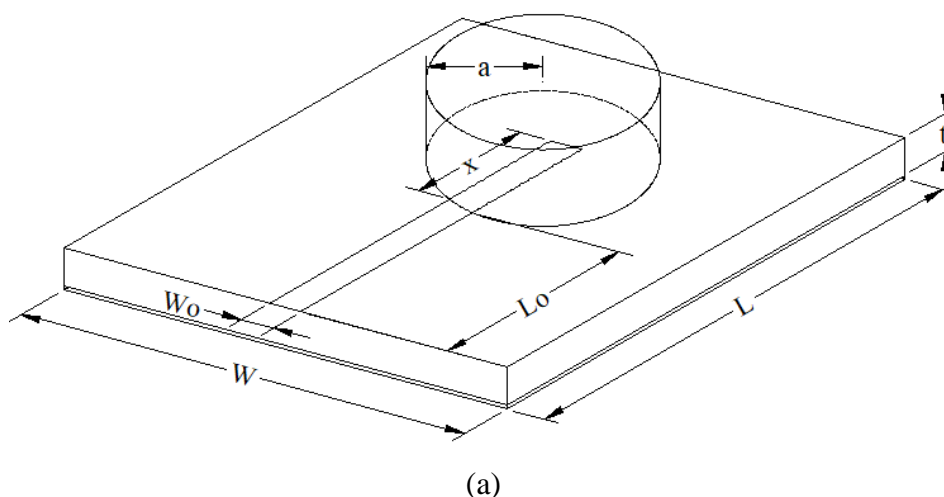
Para evidenciar ainda mais a utilização do material como FRA, o próximo tópico traz outro tipo de alimentação para excitação do dispositivo investigado no campo experimental, utilizando linha de microfita com diferentes dimensões. Ao final do tópico de resultados será

feita uma análise comparativa entre os três métodos de alimentação em termos de seus parâmetros de ressonância.

### 6.3 Excitação da FRA por linha de microfita

A mesma FRA utilizada para excitação por cabo coaxial foi submetida a excitação por linha de microfita. Como mostrado no Capítulo 2, a distância de acoplamento da alimentação deve ser ligeiramente menor do que  $\lambda_g/4$ . Desse modo, o dimensionamento da linha de microfita foi realizado através da Teoria de Linha de Transmissão (TLT), amplamente divulgada na literatura, como em Balanis [7] e Pozar [20].

O dimensionamento foi realizado para 4,87 GHz, de modo a padronizar o procedimento para a mesma frequência de ressonância obtida na FRA excitada por cabo coaxial. Foi utilizado o mesmo substrato da alimentação através de acoplamento por abertura. Um prolongamento da linha de transmissão foi adicionado de modo a permitir o acoplamento da FRA, sendo definido como a distância de acoplamento. A distância de acoplamento foi variada em 3 dimensões diferentes, cada uma com incremento de 1,0 mm e outras 3 dimensões diferentes, com decremento de 1,0 mm para cada procedimento, a partir de seu valor teórico. A Figura 56(a) mostra as dimensões propostas com base na TLT.





(b)

Figura 56: (a) Dimensões da FRA alimentada por linha de microfita e (b) seu *setup* de medição.

Na Figura 56(b) está disposto o *setup* de medição da alimentação por linha de microfita, auxiliado pelo VNA Rohde & Schwartz ZND. Esse procedimento foi feito de forma investigativa, somente experimental, no intervalo de 2,0 GHz a 8,0 GHz.

### 6.3.1 Resultados da FRA excitada por linha de microfita

Os resultados do dimensionamento da linha de alimentação podem ser observados na Tabela 13, juntamente com os dados do substrato utilizado, distância de acoplamento e as propostas de variações da distância de acoplamento. Na Figura 57 estão dispostos os resultados experimentais do coeficiente de reflexão para as distâncias de acoplamento propostas.

Tabela 13: Dimensões do dispositivo da FRA alimentada por linha de microfita.

Dimensão	Valor (mm)	Dimensão	Valor (mm)			
$W_0$	3,0	W	60			
$L_0$	8,0	L	60			
Proposta das distâncias de alimentação + acoplamento (mm)						
L1	L2	L3	Teórica	L4	L5	L6
15,5	14,5	13,5	12,5	11,5	10,5	9,5

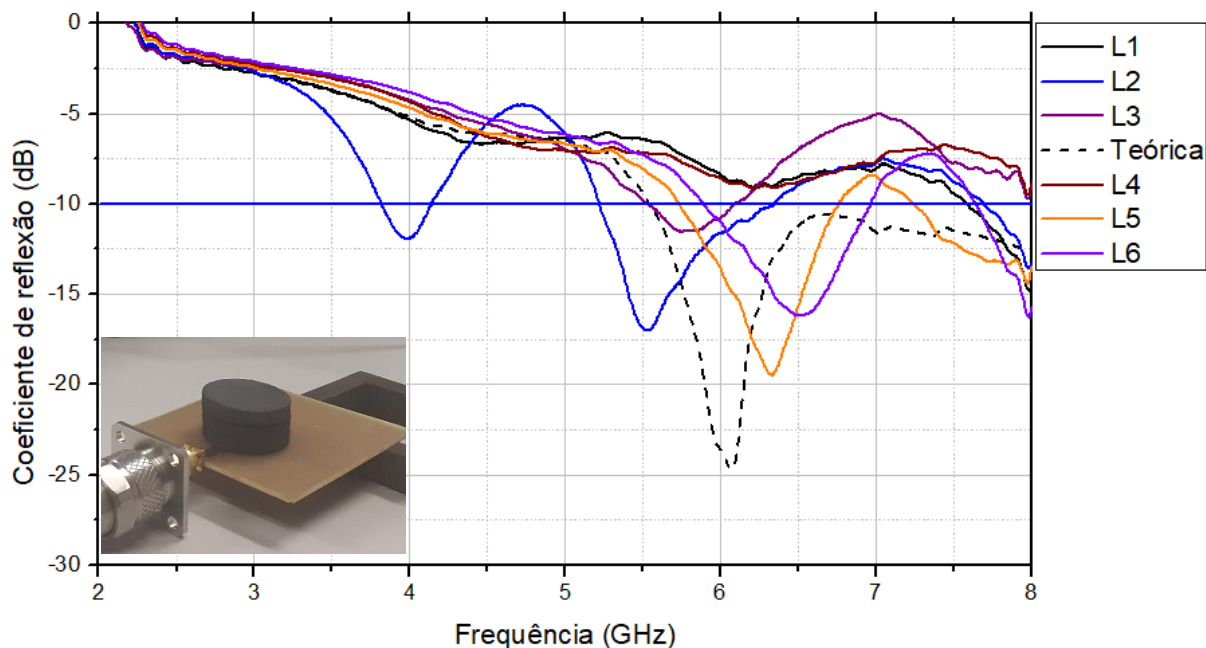


Figura 57: Coeficiente de reflexão da FRA excitada por linha de microfita.

Como observado na Figura 57, há uma variação entre os resultados de acordo com a dimensão da distância de acoplamento. Essas variações podem ser atribuídas a diferença no casamento de impedância entre a alimentação e a FRA, já que a impedância da linha de transmissão é alterada a cada modificação de sua dimensão. Essa modificação também influencia diretamente no acoplamento da FRA com a linha de transmissão, o que pode ser observado no resultado do comprimento teórico do acoplamento, no qual possui menor valor de coeficiente de reflexão, com -24,14 dB em torno de 6,0 GHz, comprovando a informação fornecida por Keyrouz e Caratelli [10] acerca do comprimento da distância de acoplamento. Mais informações acerca dos resultados presentes na Figura 57 podem ser observadas na Tabela 14, onde são mostrados os valores de frequência de ressonância, coeficiente de reflexão e largura de banda de todas as FRA medidas, bem como os erros relativos de alguns parâmetros em função dos valores do acoplamento teórico.

Tabela 14: Dados experimentais da excitação da FRA por linha de microfita.

Proposta de distância de acoplamento	Frequência de Ressonância (GHz)	Coefficiente de Reflexão na Frequência de Ressonância (dB)	Largura de banda (GHz)	Erro da frequência de ressonância relação ao acoplamento teórico (%)	Erro do coeficiente de reflexão em relação ao acoplamento teórico (%)
L1	---	---	---	---	---
L2	3,98	-11,91	0,33	---	---
	5,52	-16,99	1,12	8,6	30,38
L3	5,77	-11,5	0,56	4,47	52,88
Teórica	6,04	-24,41	> 2,46	---	---
L4	---	---	---	---	---
L5	6,33	-19,44	1,03	4,8	20,36
L6	6,62	-16,15	1,07	9,6	33,84

Analisando a Tabela 14 é possível observar que as variações das distâncias de acoplamento realizadas produzem resultados de coeficiente de reflexão que diferem do resultado teórico em menos de 10%, porém há uma diferença mais significativa em termos de casamento de impedância e largura de banda, sendo possível observar uma diferença de, aproximadamente, 53% nesse parâmetro em relação a dimensão teórica da distância de acoplamento. Com essa análise pode-se afirmar que a influência maior da variação do comprimento da distância de acoplamento está no casamento de impedância da FRA com a linha de transmissão.

Algumas dessas diferenças também podem ser atribuídas a possíveis erros de manuseio do material em cima do substrato e linha de transmissão, tornando a posição da FRA passível de erros, nos quais são refletidos nos resultados do coeficiente de reflexão. No entanto, quando a estrutura para excitação da FRA é comparada a aplicação do material como substrato em antenas de microfita (proposta que será vista mais a frente), os erros relativos a manuseio podem ter relevância mínima nos resultados obtidos.

Além dos dados quantitativos, é importante ressaltar a aplicabilidade do dispositivo para esse tipo de alimentação, já que se torna uma alternativa a excitação por cabo coaxial, com características diferentes de frequência de ressonância, nas quais podem ser ajustadas de acordo com o perfil desejado do dispositivo. Desse modo, a versatilidade do material produzido como FRA, assim como sua qualidade, é colocada em evidência, tornando sua aplicação mais diversificada. Quando os valores de frequência de ressonância da excitação por linha de microfita são comparados a excitação por cabo coaxial, é possível notar que o modo ressonante é diferente, com valores acima de 5,5 GHz na linha de microfita, mesmo a FRA sendo de

mesmas dimensões. Essa comparação, além do resultado *Slot 3* da excitação por acoplamento, pode ser mais bem observada na Tabela 15.

Tabela 15: Comparativo entre excitação por linha de microfita, cabo coaxial e acoplamento.

Proposta de distância de acoplamento	Frequência de Ressonância (GHz)	Coefficiente de Reflexão na Frequência de Ressonância (dB)	Largura de banda (GHz)
L1	---	---	---
L2	3,98 5,52	-11,91 -16,99	0,33 1,12
L3	5,77	-11,5	0,56
Teórica	6,04	-24,41	> 2,46
L4	---	---	---
L5	6,33	-19,44	1,03
L6	6,62	-16,15	1,07
<i>Excitação por cabo coaxial</i>	<b>4,87</b> <b>6,34</b>	<b>-23,64</b> <b>-16,00</b>	<b>1,07</b> <b>&gt; 2,30</b>
<i>Slot 3</i>	<b>3,42</b> <b>6,94</b>	<b>-21,69</b> <b>-21,39</b>	<b>0,63</b> <b>1,44</b>

Como o dimensionamento adotado nesse tópico foi baseado na frequência de ressonância de 4,87 GHz da FRA excitada por cabo coaxial, os modos ressonantes obtidos na excitação por linha de microfita possuem uma diferença significativa em relação ao dimensionamento desejado de 4,87 GHz, o que demonstra a diferença na característica da alimentação do material, trazendo diferentes modos de excitação. O segundo modo da excitação por cabo coaxial se aproxima mais dos resultados da alimentação por linha de microfita, com erros relativos abaixo de 10%.

O mesmo entendimento a respeito da diferença na característica de alimentação pode ser observado em relação ao *Slot 3*, apresentado no tópico anterior e na Tabela 15, bem como a proximidade do seu segundo modo ressonante com os demais apresentados na alimentação por linha de microfita e cabo coaxial, podendo chegar a um erro de apenas 4,8% em relação ao segundo modo da excitação por linha de microfita (resultado L6) e, em relação a excitação por cabo coaxial, possuindo erro de 9,6%.

No próximo tópico será abordada a aplicação das pastilhas de ferrita como substrato em antenas de microfita. Todo procedimento metodológico será explanado e, posteriormente, os resultados simulados e experimentais serão discutidos.

#### 6.4 Procedimento experimental da aplicação do material em substrato de antenas de microfita de geometria retangular

Uma das diversas aplicações em que o material pode ser utilizado é como substrato em antenas de microfita. Para execução dessa aplicação, fez-se necessário o dimensionamento da antena de acordo com a frequência desejada e características eletromagnéticas do material utilizado como substrato. Uma das geometrias adotadas para verificar se o material é adequado para tal aplicação foi a geometria retangular, aliada ao casador de impedância do tipo *inset fed*.

O dimensionamento foi realizado com base na TLT. As dimensões da antena podem ser vistas na Figura 58, onde é exemplificada a antena de microfita dimensionada, de modo que para o *inset fed* foi abordada a metodologia de otimização de suas dimensões, de forma computacional.

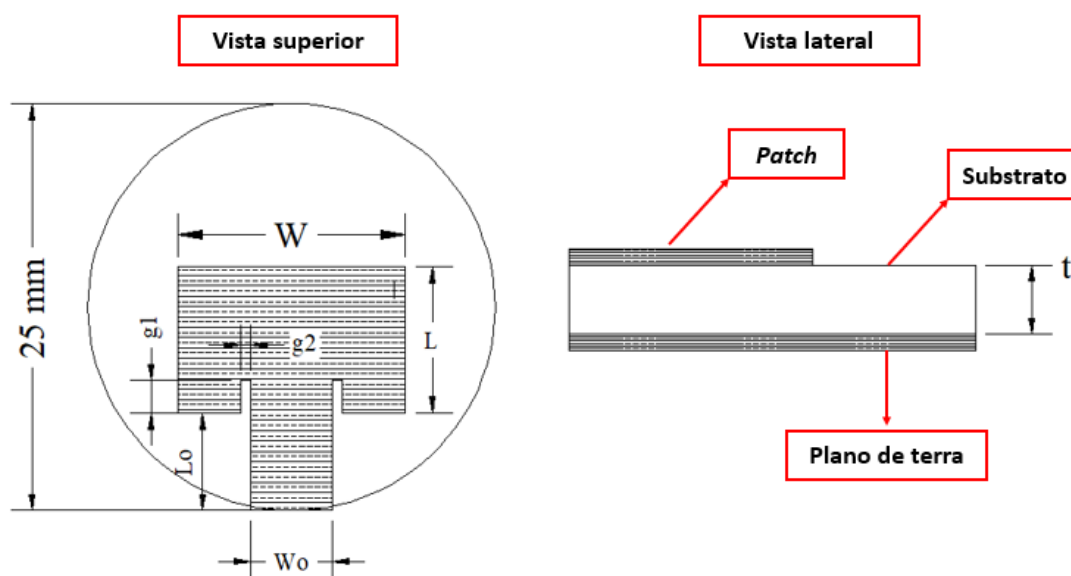
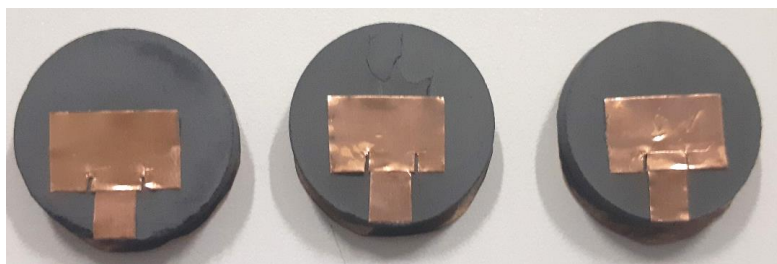
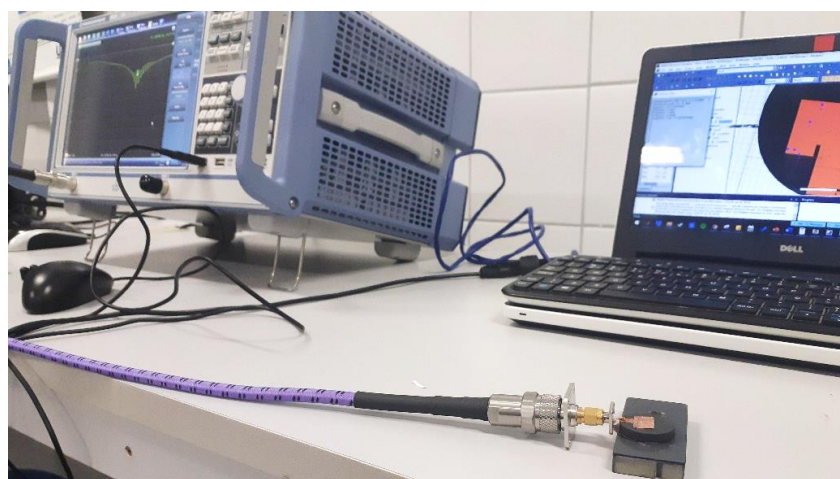


Figura 58: Vista superior e lateral da antena de microfita retangular.

Para o dimensionamento foi utilizada como parâmetro de entrada uma frequência de ressonância de 5,8 GHz, visando aplicação do dispositivo em equipamentos inseridos no protocolo 802.11ac do Instituto de Engenheiros Eletricistas e Eletrônicos (*Institute of Electrical and Electronics Engineers – IEEE*), dentro do espectro aberto da banda Industrial, Científica e Médica (*Industrial, Scientific and Medical – ISM*). Como três pastilhas de ferrita de níquel foram produzidas para confecção da FRA, as mesmas pastilhas foram utilizadas para produzir três antenas de microfita, ambas com as mesmas dimensões, mostradas na Figura 59 juntamente com o *setup* de medição.



(a)



(b)

Figura 59: (a) Antenas de microfita de geometria retangular e (b) seu *setup* de medição.

Assim como para a FRA, previamente foram realizadas simulações no software HFSS no intervalo de frequência de 2,0 GHz a 8,0 GHz. Foram analisados os parâmetros de reflexão e os diagramas de radiação das três antenas. Para validar as simulações, o coeficiente de reflexão das antenas foi medido com auxílio do VNA Rohde & Schwartz ZND e os resultados foram comparados com as simulações.

#### 6.4.1 Resultados das antenas de microfita de geometria retangular

Como resultado do dimensionamento, as antenas confeccionadas apresentaram as dimensões dispostas na Tabela 16, lembrando que o parâmetro “*t*”, conhecido como espessura do substrato, é um parâmetro de entrada ligado a construção da pastilha. O coeficiente de reflexão obtido na simulação com o HFSS pode ser observado na Figura 60.

Tabela 16: Dimensões das antenas de microfita de geometria retangular.

Dimensão	Valor (mm)	Dimensão	Valor (mm)
W	14,2	Wo	5,0
L	9,0	Lo	6,0
g1	2,0	t	4,25
g2	0,6		

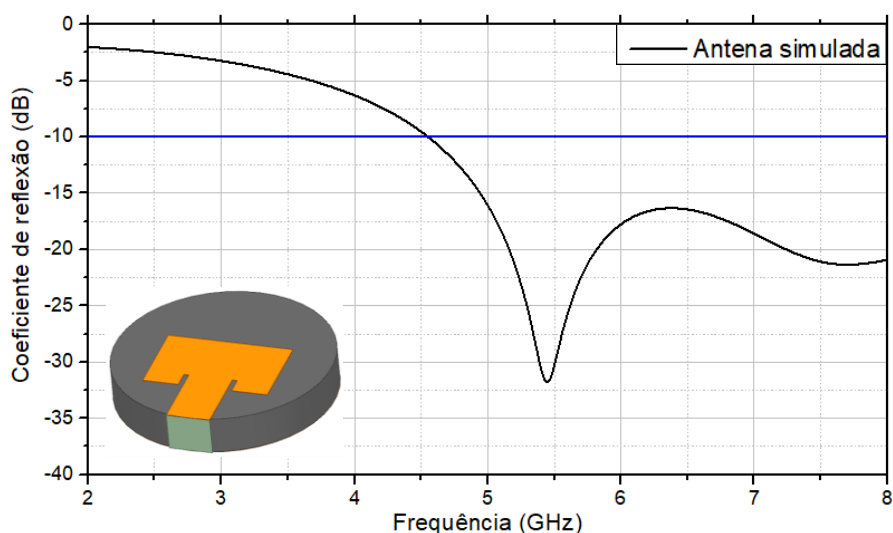


Figura 60: Antena de microfita de geometria retangular simulada no HFSS.

Analisando a Figura 60, é possível perceber um resultado condizente com o objetivo de obter uma antena capaz de operar em 5,8 GHz, porém com frequência de ressonância em 5,45 GHz. O resultado também mostra uma largura de banda acima de 3,45 GHz. Além do coeficiente de reflexão, o diagrama de radiação se mostra direcional, condizente com tal característica das antenas de microfita. A Figura 61 mostra o diagrama de radiação simulado.

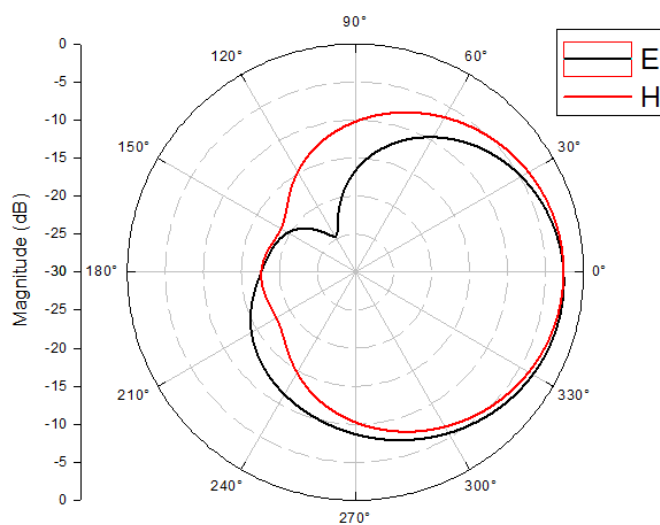


Figura 61: Diagrama de radiação da antena de microfita com geometria retangular.

A propagação dos campos simulados no HFSS se mostra direcional, com ganho máximo de -2,48 dB. Também é possível observar um elevado valor no plano magnético, quando comparado ao plano elétrico, de modo a alcançar um ganho de -2,61 dB. Esse ganho de campo magnético se deve a característica magnética do material, já que há alinhamento dos dipolos magnéticos existentes no material com o campo externo aplicado.

Após as simulações, a medida de coeficiente de reflexão foi obtida para as três antenas. Estas foram divididas de acordo com o processo de caracterização do substrato, onde Antena 1 se refere a caracterização da P1, Antena 2 a caracterização da P2 e Antena 3 se refere a pastilha que não foi caracterizada. Essa ausência de caracterização se deu a fatores logísticos após sua confecção. A fim de relembrar o processo de caracterização, o valor das permissividades do substrato em suas respectivas frequências de ressonância foi inserido na legenda dos gráficos. Abaixo segue o resultado dos coeficientes de reflexão em comparação ao resultado simulado.

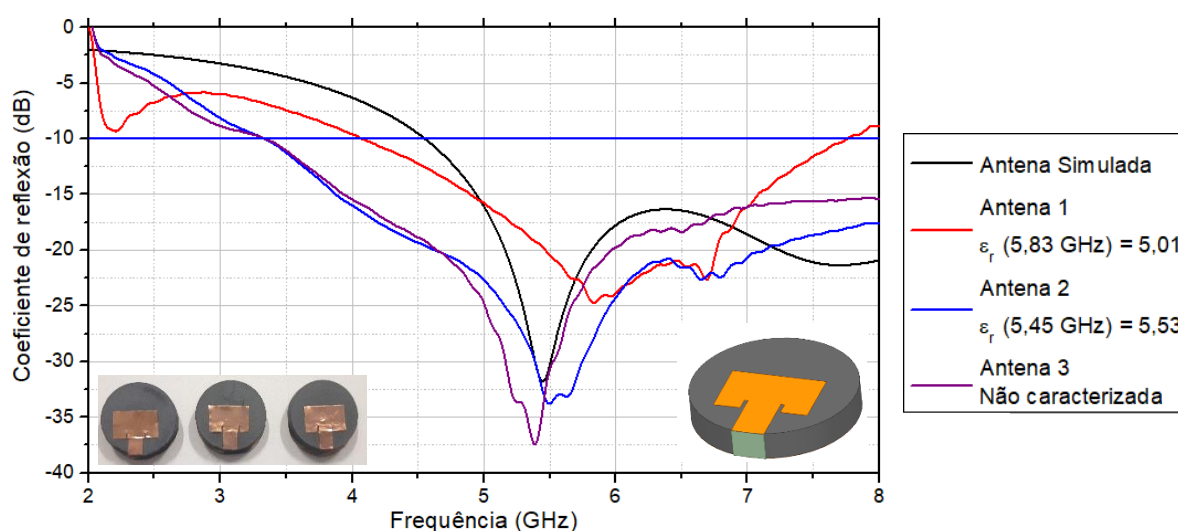


Figura 62: Coeficiente de reflexão das antenas com geometria retangular: procedimento experimental.

Como pode ser observado na Figura 62, os coeficientes de reflexão das três antenas estão de acordo com o dimensionamento efetuado. Além da concordância da frequência de ressonância da Antena 2 e 3 com a simulação. Um fator interessante a respeito da medição está nos deslocamentos de frequência das Antenas 2 e 3 em relação a Antena 1, no qual está ligado ao fato de uma maior permissividade do substrato da Antena 2, como já verificado em seu processo de caracterização, bem como uma possível permeabilidade magnética também mais elevada, além de diferenças nas dimensões causadas durante os procedimentos de construção. A concordância dos resultados da Antena 2 com Antena 3 demonstra, indiretamente, uma padronização das características físicas das pastilhas após seu processo produtivo.

Como a diferença dos resultados também se deve ao processo construtivo das antenas, deve-se relatar as questões que levam a esse tipo de comportamento, como a confecção das antenas, realizada de forma manual. Também há influência da proximidade da antena com o equipamento, pois não foi possível realizar a medição com a antena dentro de câmara anecoica devido a indisponibilidade desse recurso.

Apesar dos deslocamentos observados nos coeficientes de reflexão, os erros relacionados a frequência de ressonância simulada não são elevados. A Tabela 17 mostra os parâmetros de cada uma das antenas, abaixo dos resultados simulados, para comparação dos valores observados.

Tabela 17: Parâmetros experimentais de reflexão das antenas retangulares: comparação com simulação.

<b>Antena</b>	<b>Frequência de Ressonância (GHz)</b>	<b>Coefficiente de Reflexão na Frequência de Ressonância (dB)</b>	<b>Largura de banda (GHz)</b>	<b>Erro da Frequência de Ressonância em Relação a Simulação (%)</b>
Simulação	5,45	-31,76	> 3,45	---
Antena 1	5,82	-24,94	3,70	6,80
Antena 2	5,52	-33,63	> 4,7	1,28
Antena 3	5,40	-37,33	> 4,7	0,93

Como mostrado na Tabela 17, o erro da frequência de ressonância de cada uma das antenas em relação a simulação é menor que 10%, onde foi possível obter um erro de 0,93% para a Antena 3. Com isso, a aplicação da ferrita de níquel como substrato em antenas de microfita se torna promissora do ponto de vista de projeto e aplicabilidade, já que a versatilidade do material em termos de suas aplicações é um fator essencial para justificar sua produção e seu estudo.

A próxima estrutura confeccionada foi *patch* de geometria circular. No próximo tópico será descrito seu processo de dimensionamento e, posteriormente, seus resultados simulados e experimentais.

## 6.5 Procedimento experimental da aplicação do material em substrato de antenas de microfita de geometria circular

A segunda geometria de antena de microfita aplicada ao material produzido foi do tipo circular, dimensionada através do Método da Cavidade, também descrito por Balanis [7] e Pozar [20] e amplamente divulgada na literatura. A linha de alimentação foi otimizada para se obter a frequência de 5,8 GHz e optou-se por não utilizar *inset fed* devido aos possíveis problemas de aspecto construtivo, já que essa técnica requer dimensões precisas e de frações de milímetros. Desse modo, foi obtido o esquema mostrado na Figura 63, mostrando as dimensões determinadas.

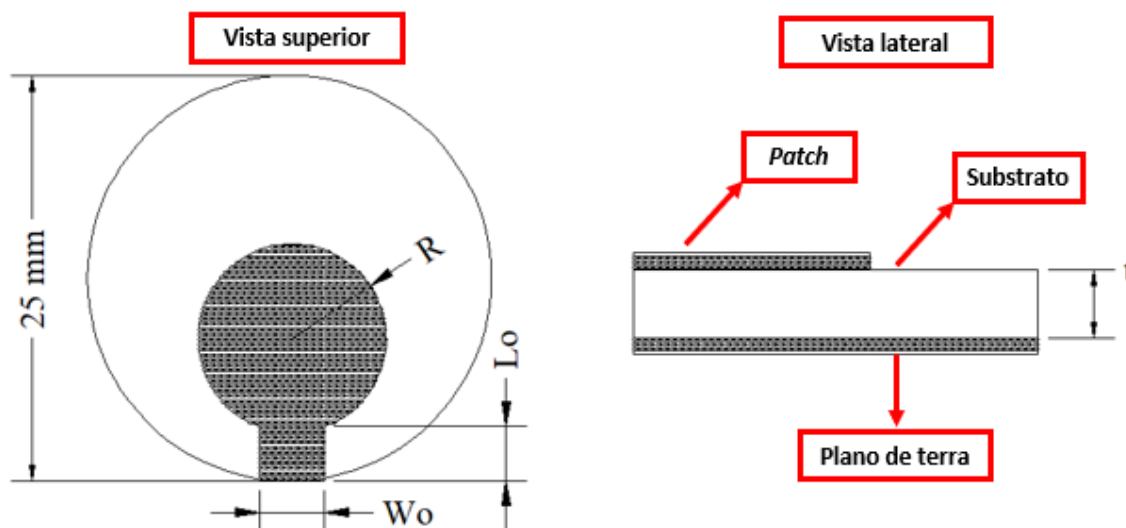


Figura 63: Vista superior e lateral da antena de microfita circular.

Da mesma forma da antena de microfita retangular, para a antena de geometria circular foram determinados seus parâmetros de reflexão, para verificação de seu desempenho, através de simulações no software HFSS, sendo também obtido seu diagrama de radiação. O intervalo de simulação foi definido de 2,0 GHz a 8,0 GHz, abrangendo a faixa ISM do protocolo IEEE 802.11ac. O procedimento experimental seguiu da mesma forma como foi executado para as antenas de geometria retangular, mostradas na Figura 64.



(a)



(b)

Figura 64: (a) Antenas de geometria circular sobre substrato de ferrita e (b) seu *setup* de medição.

O VNA Rohde & Schwartz ZND foi utilizado para determinação do coeficiente de reflexão. Este parâmetro foi determinado para três antenas, em que cada uma se refere ao substrato de  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  produzido, e todas as antenas foram confeccionadas com as mesmas dimensões a fim de estabelecer um comparativo de seus resultados, mostrados no tópico seguinte.

### 6.5.1 Resultados simulados e experimentais da antena de geometria circular

As dimensões provenientes do dimensionamento realizado pelo Método da Cavidade podem ser observadas na Tabela 18, onde a espessura do substrato é a mesma utilizada para as antenas de geometria retangular. Na Figura 65 é mostrado o coeficiente de reflexão simulado.

Tabela 18: Dimensões das antenas de microfita com geometria circular.

Dimensão	Valor (mm)	Dimensão	Valor (mm)
$W_o$	4,0	R	5,8
Lo	3,0	t	4,25

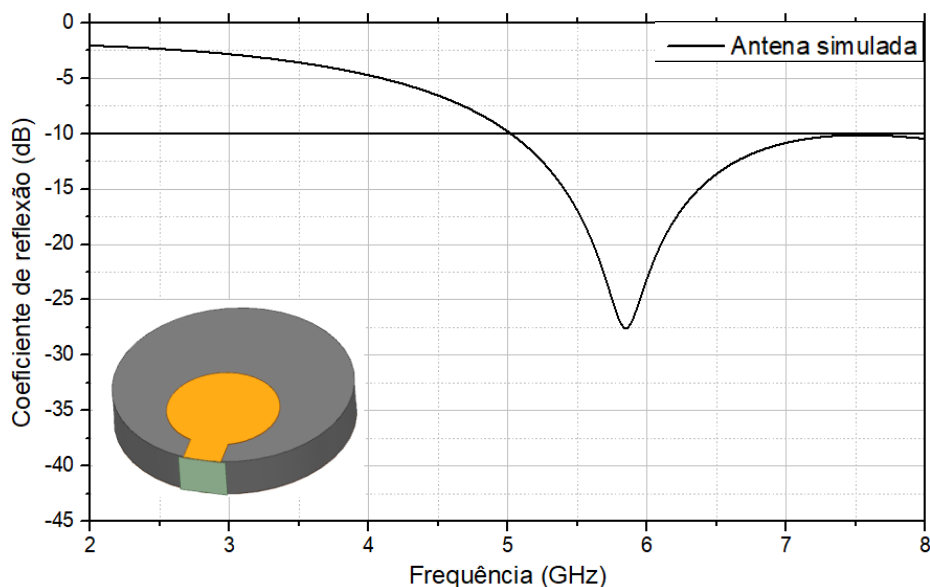


Figura 65: Coeficiente de reflexão simulado da antena de geometria circular.

Com o resultado mostrado na Figura 65, é possível verificar que a simulação na frequência de 5,8 GHz está de acordo com o dimensionamento efetuado, apresentando ressonância em 5,85 GHz com largura de banda superior a 3 GHz. Seu diagrama de radiação pode ser observado na Figura 66, com característica direcional devido a geometria da antena de microfita.

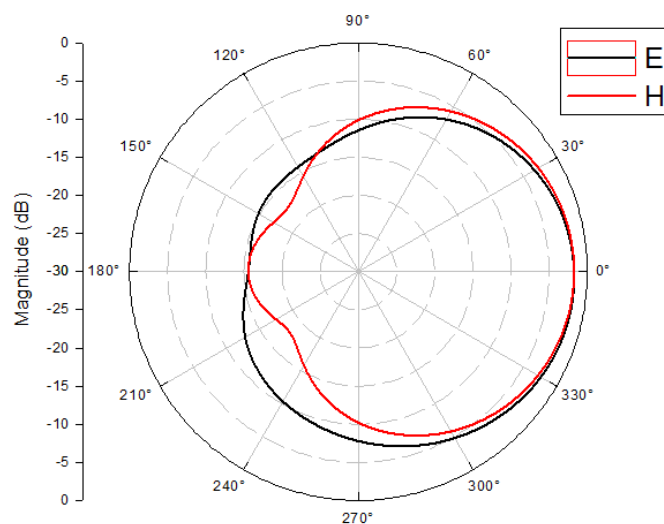


Figura 66: Diagrama de radiação da antena circular.

O diagrama de radiação mostrado na Figura 66 apresenta diretividade em  $\theta = 0^\circ$ , com ganho igual a -1,69 dB. A radiação apresentada possui característica menos diretiva do que a antena de *patch* retangular, justamente devido ao radiador circular, porém a radiação é mais

bem distribuída e possui maior ganho do que o radiador retangular. A comparação entre os campos elétricos de ambas estruturas pode ser observada na Figura 67.

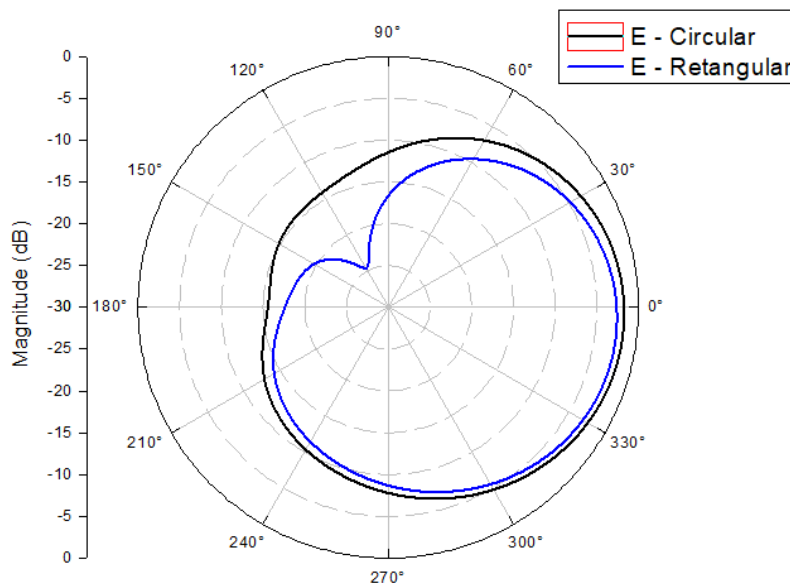


Figura 67: Comparativo entre os campos elétricos das duas geometrias simuladas.

Os coeficientes de reflexão determinados experimentalmente são exibidos na Figura 68, em conjunto com o resultado simulado. As permissividades em cada frequência de ressonância das antenas também são mostradas na legenda para fins comparativos com a simulação.

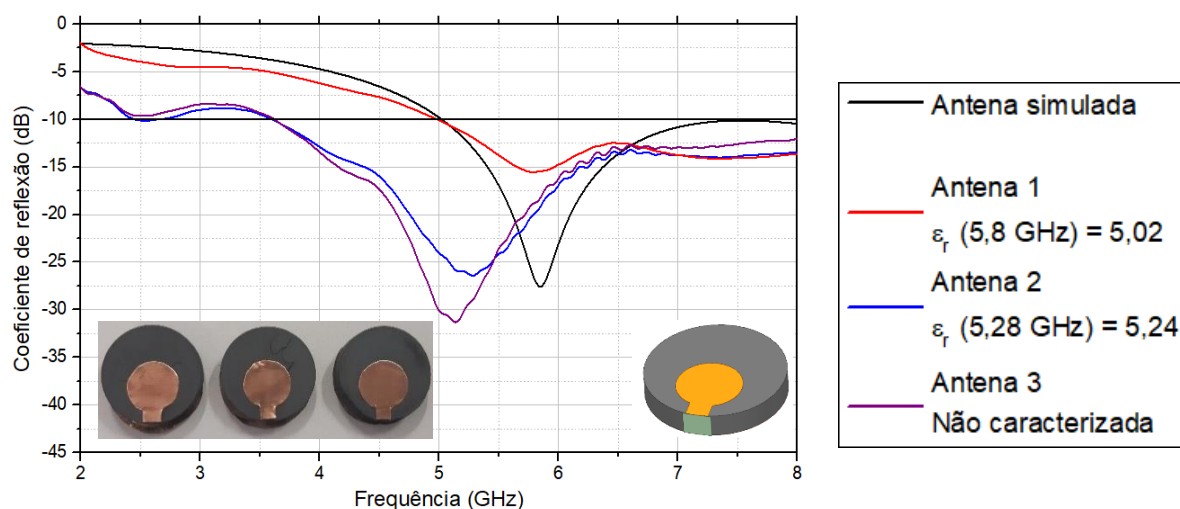


Figura 68: Coeficiente de reflexão das antenas com geometria circular: procedimento experimental.

Assim como ocorreu no procedimento experimental das antenas com geometria retangular, as antenas de geometria circular apresentaram resultados condizentes com o dimensionamento da estrutura, mostrado no coeficiente de reflexão simulado. A Antena 1 se apresentou de modo a refletir sua menor permissividade diante das outras duas antenas. A

Antena 2 sofreu um deslocamento devido a sua maior permissividade e estima-se que a Antena 3 possua a mesma explicação para seu deslocamento devido a sua falta de parâmetros elétricos caracterizados.

Porém, o deslocamento na frequência de ressonância entre as Antenas 2 e 3 está muito próximo do mesmo deslocamento visto nas antenas de geometria retangular, com valores de 0,14 GHz para geometria circular e 0,13 GHz para geometria retangular. Observa-se que a Antena 1 consegue ressonar exatamente na frequência desejada, com largura de banda acima de 3 GHz. Demais comparativos podem ser feitos através da análise da Tabela 19.

Tabela 19: Parâmetros experimentais de reflexão das antenas circulares: comparação com simulação.

Antena	Frequência de Ressonância (GHz)	Coefficiente de Reflexão na Frequência de Ressonância (dB)	Largura de banda (GHz)	Erro da Frequência de Ressonância em Relação a Simulação (%)
Simulação	5,85	-27,56	> 3,00	---
Antena 1	5,80	-15,53	> 3,00	0,82
Antena 2	5,28	-26,43	> 4,40	9,70
Antena 3	5,14	-31,29	> 4,40	12,00

A Tabela 19 mostra como cada antena está operando em relação a simulação da estrutura. Foi possível obter um erro de 0,82% em relação a frequência de ressonância simulada com valor do coeficiente de reflexão igual a -27,56 dB, indicando um bom casamento de impedância da Antena 1. As demais antenas seguem o mesmo padrão observado nas antenas retangulares, de modo que seus valores de frequência de ressonância podem ser justificados por uma maior permissividade e provável permeabilidade.

Outro fator para as diferenças nas frequências de ressonância também pode ser atribuído às distâncias das antenas até o equipamento, problema no qual já foi descrito para as antenas de geometria retangular, e ausência de medição do dispositivo inserido em câmara anecoica.

No entanto, apesar desses problemas foi possível obter resultados que justificam a utilização do material em diferentes aplicações e demonstram a importância de todo processo de produção de materiais ser bem delimitado e controlado, para que não haja variações acentuadas nos parâmetros físicos do material.

A utilização das pastilhas tanto em FRA como em substrato em antenas de microfita reforçou a importância do controle do processo de síntese da ferrita de níquel, e controle no processo de compactação, sendo possível obter resultados concordantes com as simulações realizadas. Esses resultados fazem com que o material produzido tenha alta aplicabilidade nas diferentes áreas de ressoadores, além de trazer a possibilidade de reconfiguração devido às características magnéticas da ferrita.

---

## Conclusões

---

O controle de processo se mostrou essencial para que os resultados obtidos pudessem ser coesos e com possível reprodutibilidade. Adequações tiveram que ser realizadas de acordo com a realidade local, porém o controle do processo produtivo sempre foi prioridade para garantir a qualidade dos resultados. Com isso, a caracterização morfológica da ferrita de níquel apresentou concordância com as variáveis de processo utilizadas, sendo possível também a análise do rendimento do processo de acordo com o volume de produção e concentração de nitratos. Esse rendimento é essencial para adequação do processo de produção em grandes quantidades, o que é comum quando se deseja utilizar o material em aplicações na área da engenharia.

A ferrita de níquel produzida se mostrou promissora em termos de suas aplicações, sendo possível aplicá-la como ressonador dielétrico tanto na forma de pó quanto em sua forma compactada. Este processo de compactação do material foi tão importante quanto a produção, já que pequenas variações nos procedimentos de compactação poderiam alterar as características do material, fazendo com que se fosse obtida uma pastilha com características diferentes entre as reproduções do processo. Dessa forma, o controle do procedimento de compactação teve sua importância para a qualidade das pastilhas, sendo bem evidenciado na caracterização elétrica e nos resultados das FRA e antenas de microfita.

Em relação a aplicação das pastilhas como FRA, foi possível obter um resultado concordante com a caracterização realizada. Apesar de não ter sido possível a determinação da permeabilidade magnética do material, os resultados baseados em trabalhos de caracterização se mostraram promissores do ponto de vista de aplicabilidade do dispositivo e coerência nos resultados, levando em consideração a teoria que envolve a modificação de parâmetros eletromagnéticos a partir da modificação estrutural do material. As diferentes excitações utilizadas no estudo da FRA também tiveram uma grande importância do ponto de vista das possibilidades e versatilidade de frequência de ressonância do dispositivo, sendo possível observar uma concordância entre modos ressonantes experimentais e simulados.

Toda discussão e informações relatadas na aplicação da ferrita de níquel como FRA também pode ser expandida quando se leva para sua aplicação como substrato em antenas de microfita. Pois, como foi descrito e apresentado no Capítulo 6, nas duas configurações de *patch*

foi possível obter resultados de coeficiente de reflexão concordantes com as simulações e dimensionamentos realizados, fazendo com que a análise dos resultados reflita a característica de robustez do material em relação aos seus parâmetros elétricos e magnéticos.

Desse modo, é possível dizer que a versatilidade desse material é um fator de grande importância para o aprofundamento das pesquisas, não somente relativas à ferrita de níquel, mas também para o desenvolvimento de aplicações de materiais nas diferentes áreas do ensino, pesquisa, do desenvolvimento socioeconômico e tecnológico. Todas essas características condizentes com os procedimentos teóricos foram possíveis graças ao controle de cada etapa do processo produtivo, se iniciando na síntese do material, se estendendo à confecção das pastilhas e finalizando no dimensionamento dos dispositivos que utilizam o material produzido. Com isso, todos os resultados obtidos apontam para a importância de ter um processo bem definido e controlado para que seja possível a reprodutibilidade dos experimentos.

---

## Sugestões para trabalhos futuros

---

Devido às diversas variações existentes em cada procedimento do trabalho, seguem algumas sugestões para pesquisas futuras a fim de expandir o conhecimento na área de aplicações de materiais e técnicas de produção:

- Determinar o grau de solubilidade da quitosana em função de sua temperatura com objetivo de reduzir o tempo de produção da solução de quitosana;
- Aplicar outras concentrações de nitratos e desenvolver técnicas de aproveitamento de resíduos da produção;
- Variar a temperatura de calcinação e fazer o levantamento dos parâmetros eletromagnéticos para verificar se há coeficiente de correlação entre determinadas características morfológicas e as grandezas elétrica e magnética;
- Verificar qual composto ligante é mais apropriado para realizar o processo de compactação do pó;
- Estabelecer correlação entre os parâmetros de permissividade de acordo com a pressão de compactação das pastilhas;
- Desenvolver técnicas de medição de permeabilidade adequadas para aplicação na caracterização de pastilhas compactadas de qualquer formato e dimensão;
- Aplicar a FRA na área de sensoriamento relacionando deslocamentos de frequência com identificação de campos magnéticos externos;
- Verificar a sensibilidade do dispositivo na área de sensoriamento através da utilização de FRA e antena de microfita com diferentes geometrias;
- Aplicar as pastilhas ferrimagnéticas em sistemas de acoplamento e filtros de sinais;
- Desenvolver procedimentos de reconfiguração das antenas que utilizam a ferrita com base em circuitos externos de excitação DC.

---

## Referências

---

- [1] G. A. Deschamps, “Microstrip Microwave Antennas”, *III USAF Symposium on Antennas*, 1953.
- [2] R. Garg *et al*, *Microstrip Antenna Design Handbook*, Norwood, MA: Artech House, 2001.
- [3] M. D. Deshpande, M. C. Bailey, “Input Impedance of Microstrip Antennas”, *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. AP-30, n° 4, pp. 645-650, 1982.
- [4] R. D. Richtmyer, “Dielectric Resonators”, *Journal of Applied Physics*, vol. 10, n° 9, pp. 391-398, Jun. 1939.
- [5] H. Y. Yee, “Natural Resonant Frequencies of Microwave Dielectric Resonators”, *IEEE Transactions on Microwave and Theory and Techniques*, vol. 13, n° 2, pp. 256-256, Mar. 1965.
- [6] C. A. Balanis, *Modern Antenna Handbook*, United States of America: John Wiley & Sons, 2008.
- [7] C. A. Balanis, *Antenna Theory: Analysis and Design*, United States of America: John Wiley & Sons, 3 ed, 2005.
- [8] E. E. C. Oliveira, Desenvolvimento de Antenas de Microfita e Antenas DRA Broadband/Ultra Wideband para Sistemas de Comunicação Sem Fio Utilizando Pós Cerâmicos Nanoestruturados, Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2011.
- [9] A. Petosa, A. Ittipiboon, “Dielectric Resonator Antennas: A Historical Review and the Current State of the Art”, *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, vol. 52, n° 5, pp. 91-116, Oct. 2010.
- [10] S. Keyrouz, D. Caratelli, “Dielectric Resonator Antennas: Basic Concepts, Design Guidelines, and Recent Developments at Millimeter-Wave Frequencies”, *International Journal of Antennas and Propagation*, vol. 2016, p. 20, Sep. 2016.
- [11] T. Kumari, G. Das, R. K. Gangwar, “Wideband Multi-segment Dielectric Resonator Antenna for MIMO Applications”, *3<sup>rd</sup> International Conference on Microwave and Photonics*, Dhanbad, India, pp. 09-11, May 2018.

- [12] I. Messaoudene, F. Chetouah, M. Belazzoug, "Compact Rectangular DRA with High Permittivity Stacked Resonator for RADAR Applications", *7<sup>th</sup> Seminar on Detection Systems: Architectures and Technologies*, Algiers, Algeria, pp. 01-04, Mar. 2017.
- [13] E. E. C. Oliveira *et al*, "Small-Size Compact Nickel-Zinc Ferrite Dielectric Resonator Antenna With High Dielectric Constant", *2015 SBMO/IEEE MTT-S International Microwave and Optoelectronics Conference*, Porto de Galinhas, Brazil, Nov. 2015.
- [14] O. P. Thakur *et al*, "Application of Magnetic Biasing to improve Bandwidth in DRA Coupled Patch Antenna using PBG Substrate", *3rd International Conference on Signal Processing and Integrated Networks*, Noida, India, pp. 800-804, Feb. 2016.
- [15] P. B. A. Fachine *et al*, "Magneto-Dielectric Properties of the  $Y_3Fe_5O_{12}$  and  $Gd_3Fe_5O_{12}$  Dielectric Ferrite Resonator Antennas", *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 50, n° 11, Nov. 2008.
- [16] R. V. D'Aiello, H. J. Prager, "Dielectric Resonators for Microwave Applications", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 12, n° 5, pp. 549-550, Sep. 1964.
- [17] A. Petosa *et al*, "Magnetically tunable ferrite resonator antenna", *Electronic Letters*, vol. 30, n° 13, pp. 1021-1022, Jun. 1994.
- [18] A. Petosa *et al*, "Switchable LP/CP ferrite disk resonator antenna", *Electronic Letters*, vol. 31, n° 3, pp. 148-149, Feb. 1995.
- [19] R. A. Kranenburg, S. A. Long, "Microstrip transmission line excitation of dielectric resonator antennas", *Electronic Letters*, vol. 24, n° 18, pp. 1156-1157, Sep. 1988.
- [20] D. M. Pozar, *Microwave Engineering*, United States of America: John Wiley & Sons, 4 ed, 2012.
- [21] R. S. Yaduvanshi, H. Parthasarathy, *Rectangular Dielectric Resonator Antennas: Theory and Design*, Springer: ch. 2, pp. 11-32, 2016.
- [22] A. S. Al-Zoubi, A. A. Kishk, A. W. Glisson, "Analysis and Design of a Rectangular Dielectric Resonator Antenna Fed by Dielectric Image Line Through Narrow Slots", *Progress In Electromagnetics Research*, vol. 77, pp. 379-390, 2007.
- [23] S. A. Long, M. W. McAllister, L. C. Shen, "The Resonant Cylindrical Dielectric Cavity Antenna", *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 31, n° 3, pp. 406-412, May 1983.

- [24] R. B. Assis, Síntese e Caracterização de Ferrita Ni-Zn pelo Método dos Precursores Poliméricos Calcinação por Energia de Microondas, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2013.
- [25] E. G. Paulo *et al*, “Compósitos de ferrita de Ni-Zn com policloropreno para utilização como materiais absorvedores de radar para a banda S”, *Cerâmica*, vol. 50, pp. 161-165, 2004.
- [26] S. G. Antonio, Aplicação do Método de Rietveld em caracterização estrutural e nanoestrutural do espinélio  $\text{Ni}_{1-\delta}\text{Co}_\delta\text{Fe}_2\text{O}_4$  preparado por Reação de Combustão, Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual Paulista, 2006.
- [27] A. L. Heck *et al*, “Síntese do espinélio  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  via “sol-gel””, *Cerâmica*, vol. 51, pp. 117-120, 2005.
- [28] M. Pardavi-Horvath, “Microwave applications of soft ferrite”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 215-216, nº 2, pp. 171-183, Jun. 2000.
- [29] P. G. P. Moraes, M. A. L. Nobre, S. Lanfredi, “Estudo das propriedades estruturais de aluminatos de cobalto não estequiométricos de estrutura tipo espinélio”, *57º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, Brasil: Natal, pp. 1137-1148, 2013.
- [30] C. F. L. Vasconcelos, Desenvolvimento de Antenas de Microfita com *Patch* em Anel Utilizando Materiais Ferrimagnéticos e Metamateriais, Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2010.
- [31] P. Sivakumar *et al*, “Preparation and properties of nickel ferrite ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) nanoparticles via sol-gel auto-combustion method”, *Materials Research Bulletin*, vol. 46, pp. 2204-2207, Sep. 2011.
- [32] K. Maaz *et al*, “Synthesis and magnetic characterization of nickel ferrite nanoparticles prepared by co-precipitation route”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 321, pp. 1838-1842, Dec. 2008.
- [33] D. Chen, X. He, “Synthesis of nickel ferrite nanoparticles by sol-gel method”, *Materials Research Bulletin*, vol. 36, pp. 1369-1377, Feb. 2001.
- [34] Z. H. Zhou *et al*, “ $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles formed in situ in silica matrix by mechanical activation”, *Journal of Applied Physics*, vol. 91, nº 9, pp. 6015-6020, May 2002.
- [35] A. Sorrentino Neto, Síntese, caracterização e propriedades magnéticas de ferritas de níquel – cobre, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal da Paraíba, 2016.
- [36] L. L. Hench, J. K. West, “The Sol-Gel Process”, *Chemical Reviews*, vol. 90, nº 1, pp. 33-72, Jan. 1990.

- [37] R. M. Branco, Nanopartículas magnéticas obtidas por coprecipitação homogênea sonoquimicamente assistida, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Alfenas, 2013.
- [38] R. H. D. Passos, Síntese e caracterização de pós  $Ba_{(x)}Sr_{(1-x)}Co_{0,8}Fe_{0,2}O_{3-\delta}$  através do método de coprecipitação via oxalato, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2012.
- [39] A. C. F. M. Costa, M. R. Morelli, R. H. G. A. Kiminami, “Ferritas Ni-Zn: síntese por reação de combustão e sinterização”, *Cerâmica*, vol. 49, pp. 133-140, 2003.
- [40] A. N. Simões *et al*, “Obtenção de Ferritas Ni-Zn por reação de combustão e método Pechini”, *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, vol. 4, nº 2, pp. 26-31, 2009.
- [41] D. A. Vieira *et al*, “Ferritas NiZn sintetizadas por reação de combustão em condições diferentes”, *56º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, Curitiba, Brasil, pp. 650-661, 2012.
- [42] A. C. F. M. Costa, M. R. Morelli, R. H. G. A. Kiminami, “Síntese de pós de ferrita Ni-Zn pela reação por combustão: efeito do teor de ureia”, *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*, São Pedro, Brasil, pp. 17601-17610, 2000.
- [43] S. M. Holanda, Desenvolvimento de substrato dielétrico circular de óxido de zinco (ZnO) para antenas de microfita através de técnica sol-gel, Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, 2015.
- [44] A. L. Gurgel, Síntese e caracterização de  $CoFe_2O_4$  e  $CoFe_2O_4/CoFe_2$  nanoestruturados, Dissertação de Mestrado, Universidade do Estado do Rio Grande do Norte, 2010.
- [45] “Processo para produção de hexaferritas nanocristalinas”, por J. M. Soares *et al*, depósito de patente ao INPI, nº PI0401224-0, 2004.
- [46] L. M. Silva, Síntese, caracterização estrutural e magnética de hexaferritas de bário dopadas com  $La^{+3}$  e  $Co^{2+}$ , Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2018.
- [47] V. P. Silva Neto *et al*, “Simulation and design of a tuneable ferrite resonator antenna based on nanostructured nickel ferrite material”, *IET Microwave and Antennas Propagation*, vol. 9, nº 14, pp. 1618-1622, Jun. 2015.
- [48] “Method of preparing lead and alkaline earth titanates and niobates and coating method using the same to form a capacitor”, by M. G. Pechini, patent US3330697A.
- [49] M. Qin *et al*, “Zinc ferrite composite material with controllable morphology and its applications”, *Material Science & Engineering B*, vol. 224, pp. 125-138, Jul. 2017.

- [50] N. M. Deraz, A. Alarifi, "Microstructure and Magnetic Studies of Zinc Ferrite Nano-Particles", *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 7, pp. 6501-6511, Jul. 2012.
- [51] K. Mohit, V. R. Gupta, S. K. Rout, "Microwave Dielectric Properties of  $\text{Ni}_{0.2}\text{Cu}_x\text{Zn}_{0.8-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  for Application in Antenna", *Electromagnetics Research B*, vol. 57, pp. 157-175, Jan. 2014.
- [52] K. Mohit, V. R. Gupta, S. K. Rout, "Structural and microwave characterization of  $\text{Ni}_{0.2}\text{Co}_x\text{Zn}_{0.8-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  for antenna applications", *Ceramics International*, vol. 40, pp. 1575-1586, Jul. 2013.
- [53] U. Ullah *et al*, "A Novel Multi-permittivity Cylindrical Dielectric Resonator Antenna for Wideband Applications", *Radioengineering*, vol. 23, n° 4, pp. 1071-1076, Dec. 2014.
- [54] M. G. Naseri *et al*, "Simple Synthesis and Characterization of Cobalt Ferrite Nanoparticles by a Thermal Treatment Method", *Journal of Nanomaterials*, vol. 2010, pp. 1-8, Nov. 2010.
- [55] M. Houshiar *et al*, "Synthesis of cobalt ferrite ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ) nanoparticles using combustion, coprecipitation, and precipitation methods: A comparison study of size, structural and magnetic properties", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 371, pp. 43-48, Jul. 2014.
- [56] E. Manova *et al*, "Characterization of nanodimensional Ni-Zn ferrite prepared by mechanochemical and thermal methods", *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 217, n° 1, pp. 1-4, 2010.
- [57] R. M. Assis, Síntese e caracterização de ferrita Ni-Zn pelo método dos precursores poliméricos calcinada por energia de micro-ondas, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2013.
- [58] B. T. Naughton, P. Majewski, D. R. Clarke, "Magnetic Properties of Nickel-Zinc Ferrite Toroids Prepared from Nanoparticles", *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 90, n° 11, pp. 3547-3553, Nov. 2007.
- [59] G. Nabyouni *et al*, "Characterization and Magnetic Properties of Nickel Ferrite Nanoparticles Prepared by Ball Milling Technique", *Chinese Physics Letters*, vol. 27, n° 12, pp. 1-4, 2010.
- [60] D. Souza, Uso do pentóxido de nióbio para aplicação como substrato de antenas de microfita, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, 2015.
- [61] G. A. Morais, *Desenvolvimento da metalurgia do pó*, Brasil: EDUFRRN, 2012.

- [62] A. Upadhyaya, G. S. Upadhyaya, *Powder Metallurgy: Science, Technology and Materials*, India: Universities Press-IIM, 2011.
- [63] E. Segrè, *Dos Raios X aos Quarks: Físicos modernos e suas descobertas*, Brasil: Editora Universidade de Brasília, 1980.
- [64] W. D. Callister Jr, D. G. Rethwisch, *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 8 ed., Brasil: LTC, 2012.
- [65] H. M. Rietveld, “A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures”, *Journal of Applied Crystallography*, vol. 2, pp. 65-71, 1969.
- [66] D. P. Gurgel, Estudo e desenvolvimento de material absorvedor de micro-ondas baseado em Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> com Mo via metalurgia do pó, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, 2016.
- [67] B. H. B. Kuffner, Estudo do reaproveitamento do aço AISI 52100 pela rota de metalurgia do pó utilizando moagem de alta energia, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Itajubá, 2015.
- [68] S. L. Kang, *Sintering: Densification, grain growth & microstructure*, Elsevier, 2004.
- [69] D. Souza *et al*, “Electrical properties of niobium pentoxide (NB<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) for application in microstrip antenna substrate”, *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 59, n° 3, pp. 641-645, Jan. 2017.
- [70] K. Technologies, *Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials*, Application Note, United States of America: Mar. 2017.
- [71] K. Technologies, *Solutions for Measuring Permittivity and Permeability with LCR Meters and Impedance Analyzers*, Application Note, United States of America: Jun. 2016.
- [72] I. B. T. Silva *et al*, “Efficiency estimative and characterization of nickel ferrite nanoparticles produced by sol-gel modified by ICR cross-linked technique”, *Materials Letters*, vol. 254, pp. 13-16, 2019.
- [73] G. P. Junker *et al*, “Effect of an air gap around the coaxial probe exciting a cylindrical dielectric resonator antenna”, *Electronic Letters*, vol. 30, n° 3, pp. 177-178, 1994.
- [74] D. Souriou *et al*, “Influential parameters on electromagnetic properties of nickel-zinc ferrites for antenna miniaturization”, *Journal of Applied Physics*, vol. 107, pp. 1-3, 2010.
- [75] G. Zhang *et al*, “Synthesis and High-Frequency Absorption Property of Flower-Like Nickel-Ferrite Composites”, *Materials Science Forum*, vol. 898, pp. 1625-1630, 2017.

- [76] R. S. Yadav *et al*, “Polypropylene Nanocomposite Filled with Spinel Ferrite NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles and In-Situ Thermally-Reduced Graphene Oxide for Electromagnetic Interference Shielding Application”, *Nanomaterials*, vol. 9, n° 621, pp. 1-26, 2019.
- [77] Z. Shi *et al*, “Magnetic Resonance of the NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles in the gigahertz range”, *Nanoscale Research Letters*, vol. 8, n° 404, pp. 1-5, 2013.
- [78] W. Zhu *et al*, “Electromagnetic and microwave-absorbing properties of magnetic nickel ferrite nanocrystals”, *Nanoscale*, n° 3, pp. 2862-2864, 2011.
- [79] A. Petosa, *Dielectric Resonator Antenna Handbook*, United States of America: Artech House, 2007.