UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA

Vinícius Macedo Pereira

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DIELÉTRICAS DE GRAFENO E MATERIAIS DERIVADOS DE BIOMASSA PELO MÉTODO DA CAVIDADE RESSONANTE

Alegrete, RS 2021

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DIELÉTRICAS DE GRAFENO E MATERIAIS DERIVADOS DE BIOMASSA PELO MÉTODO DA CAVIDADE RESSONANTE

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia, Área de Concentração em Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Pampa (UNIPAMPA, RS), como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Engenharia**. Defesa realizada por videoconferência.

ORIENTADOR: Prof. Luis Enrique Gomez Armas

COORIENTADOR: Prof. Marcos Vinício Thomas Heckler

Alegrete, RS 2021

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais).

P426c Pereira, Vinícius Macedo Caracterização das Propriedades Dielétricas de Grafeno e Materiais Derivados de Biomassa pelo Método da Cavidade Ressonante / Vinícius Macedo Pereira. 87 p.
Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do Pampa, MESTRADO EM ENGENHARIA, 2021. "Orientação: Luis Enrique Gomez Armas".
1. Novos Materiais. 2. Propriedades Dielétricas dos Materiais. I. Título.

©2021

Todos os direitos autorais reservados a Vinícius Macedo Pereira. A reprodução de partes ou do todo deste trabalho só poderá ser feita mediante a citação da fonte.

Endereço: Rua Marechal floriano, n. 255

End. Eletr.: viniciusmp2.aluno@unipampa.edu.br

Vinícius Macedo Pereira

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DIELÉTRICAS DE GRAFENO E MATERIAIS DERIVADOS DE BIOMASSA PELO MÉTODO DA CAVIDADE RESSONANTE

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia, Área de Concentração em Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Pampa (UNIPAMPA, RS), como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Engenharia**.

Aprovado em 10 de dezembro de 2021:

Luis Enrique Gomez Armas, Dr. (UNIPAMPA) (Presidente/Orientador)

Marcos Vinício Thomas Heckler, Dr. (UNIPAMPA) (Coorientador)

Edson Rodrigo Schlosser, Dr. (UNIPAMPA)

Jacson Weber de Menezes, Dr. (UNIPAMPA)



Assinado eletronicamente por LUIS ENRIQUE GOMEZ ARMAS, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR, em 10/12/2021, às 23:31, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **JACSON WEBER DE MENEZES**, **PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 13/12/2021, às 17:59, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por MARCOS VINICIO THOMAS HECKLER, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR, em 14/12/2021, às 09:19, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **EDSON RODRIGO SCHLOSSER**, **PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 14/12/2021, às 09:47, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <u>https://sei.unipampa.edu.br/sei/controlador_externo.php?</u> <u>acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0</u>, informando o código verificador **0691923** e o código CRC **D264D8A2**. DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Maria Celoi e José Vital, como forma de agradecimento por todo o apoio, dedicação, paciência, amor e exemplo de perseverança.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus familiares, especialmente aos meus pais Maria Celoi e José Vital, que sempre me motivaram e me apoiaram ao longo de todas as etapas de minha vida, com todo amor, compreensão, dedicação, amizade e carinho. Com certeza todas as palavras que eu venha a dizer não são suficientes para expressar minha gratidão a vocês.

Ao meu orientador, professor Dr. Luis Enrique Armas, por sempre ter se mostrado receptivo e aberto para a realização de todos os estudos desenvolvidos nesta dissertação. Também por sua compreensão nos momentos de dificuldades, sugestões e questionamentos que tornaram o trabalho ainda mais abrangente e relevante.

Ao meu co-orientador, professor Dr. Marcos Vinício Heckler, por toda a colaboração, sugestões e disponibilização de acesso à infraestrutura de softwares e equipamentos do LEMA, desde as etapas iniciais deste estudo, até as etapas experimentais de medições das amostras em estudo. Também pelo incentivo e considerações para tornar o presente trabalho ainda mais refinado.

Aos professores Chiara Valsecchi e Jacson W. Menezes, pelo apoio e suporte oferecidos quanto às amostras de vidros caracterizadas neste trabalho. Também por toda sua disponibilidade e atenção em sanar quaisquer dúvidas referentes a estes materiais, desde os reagentes químicos empregados em sua produção até os métodos de polimento adequados.

Aos colegas e amigos: Luis Gustavo Hardt, por toda sua colaboração desde a definição do material adequado até a produção das peças da cavidade ressonante; Alex Dalosto, pela disponibilização do capim Annoni, ensinamentos sobre os processos de queima e de embutimento das amostras; Leticia Lima, por toda sua colaboração e disponibilidade de tempo desde a produção dos vidros até os ensinamentos sobre o procedimento adequado para polimento das amostras; e Maria Eduarda Batú, por todo seu interesse e empenho em desenvolver suas atividades de iniciação científica dentro de nossa área de pesquisa. Também agradeço a todos vocês por todas as conversas e companhia durante a realização das atividades em laboratório.

Aos servidores Dieison G. Fantineli e Juliano P. Duarte, pelo empenho em colaborar para a facilitação da realização das atividades experimentais deste trabalho, desde o agendamento de horários de acesso ao Campus, até acompanhamento durante o uso dos fornos, embutidora e politriz.

Aos demais servidores pelo provento das condições necessárias para a utilização das dependências e infraestrutura física da instituição.

Aos meus amigos pessoais mais próximos Alex Matana, Filipe Ferreira, lanca e lauri

Macedo, Juner Vieira, Luan Pereira, Nadine Vieira e Sabrina Tolfo, por todas as conversas, companhia e bons momentos compartilhados no decorrer destes anos desde antes eu dar início a esta etapa do mestrado. Minha gratidão por contar com vocês.

A todos os amigos que pude desenvolver conexões desde os tempos de graduação, por intermédio do grupo de pesquisa LEMA e das disciplinas cursadas. E, a todos os colegas, professores e novos amigos conhecidos no PPEng, por todo seu acolhimento, receptividade e ajuda em minha adaptação desde o início de minhas atividades discentes. Com toda certeza, sem sua recepção e ajuda nada de meu progresso nesta caminhada seria possível. Minha gratidão a todos vocês.

"Existe um mito de que tempo é dinheiro. Na realidade, tempo é mais precioso que dinheiro. É um recurso não renovável. Uma vez que você o gasta, e se você o usou mal, ele se foi para sempre."

(Neil Fiore)

RESUMO

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DIELÉTRICAS DE GRAFENO E MATERIAIS DERIVADOS DE BIOMASSA PELO MÉTODO DA CAVIDADE RESSONANTE

AUTOR: Vinícius Macedo Pereira ORIENTADOR: Luis Enrique Gomez Armas COORIENTADOR: Marcos Vinício Thomas Heckler

As propriedades dielétricas dos materiais são de particular interesse no ramo de telecomunicações, particularmente nas áreas de teoria de linhas de transmissão, ondas e propagação e teoria de antenas. Dentre estas, a permissividade elétrica relativa (ε_r) e a tangente de perdas dielétricas $(\tan \delta)$ são destacadas como as propriedades mais relevantes. Aliando a investigação de novos materiais dielétricos alternativos com as problemáticas regionais relacionadas à geração de resíduos agrícolas pela cultura orizícola (casca de arroz) e ao avanço da espécie gramínea capim Annoni como invasora dos campos nativos, e, também, com o estudo de materiais carbonosos, o objetivo do presente trabalho é a caracterização das propriedades dielétricas de amostras produzidas a partir de grafeno e grafite; cinzas da casca de arroz (CCA) e do capim Annoni (CCpAn); e vidros produzidos a partir da CCA usando o método da cavidade ressonante. Estas cinzas foram obtidas por meio de dois processos de queimas: 400 °C - 30 min e 800 °C - 5 h. O grafeno e grafite analisados foram beneficiados por processos industriais. E, os vidros analisados foram produzidos a partir da CCA obtida na queima de 800 °C - 5 h como fonte de sílica. A cavidade ressonante foi projetada com geometria cilíndrica e frequência de ressonância (f_0) de 3,5 GHz. A constante ε_r de cada amostra foi calculada a partir dos dados experimentais medidos com este dispositivo (frequência de ressonância para cada amostra, f_a) usando equações empíricas específicas para cada geometria de amostra e, as respectivas $\tan \delta$ foram estimadas por meio de simulações paramétricas no *software* ANSYS HFSS[®]. Nesta análise, foi verificado que os materiais carbonosos (grafeno e grafite) e as cinzas obtidas a partir das biomassas possuem característica de elevadas tangentes de perdas dielétricas, especialmente o grafeno e a CCpAn obtida na queima de 800 ℃ - 5 h, em que $\tan \delta = 0,7000$ e $\tan \delta = 1,4900$, respectivamente. E, também apresentam elevadas constantes dielétricas, sendo $\varepsilon_r = 9,3203$ (grafeno), $\varepsilon_r = 17,1508$ (grafite) e $\varepsilon_r \approx 15,1443$ (CCpAn8005h). Estes resultados, em termos de altas constantes $tan \delta$, classificam-os como ótimos materiais absorvedores de energia eletromagnética. Em contrapartida, os vidros analisados foram caracterizados como materiais com constantes de perdas dielétricas razoavelmente baixas, tan $\delta \approx 0.0080$, e constantes ε_r variando entre 6.5673 e 6.9945, e com comportamento isotrópico em termos destas propriedades dielétricas. Assim, estes materiais podem ser utilizados como dielétricos alternativos no projeto de antenas ressonadoras dielétricas.

Palavras-chave: Materiais Dielétricos. Cavidade Ressonante. Propriedades Dielétricas. Constante Dielétrica. Tangente de perdas. Grafeno. Biomassa.

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF THE DIELECTRIC PROPERTIES OF GRAPHENE AND MATERIALS DERIVED FROM BIOMASS WITH THE RESONANT CAVITY METHOD

AUTHOR: Vinícius Macedo Pereira ADVISOR: Luis Enrique Gomez Armas CO-ADVISOR: Marcos Vinício Thomas Heckler

The dielectric properties of materials are particularly interesting in telecommunications, mainly in the areas of transmission line, wave propagation and antenna theory. Among these ones, the relative electrical permittivity (ε_r) and the dielectric loss tangent (tan δ) are considered as the most relevant properties. Allying the investigation of new alternative dielectric materials with the regional questions about the generation of agricultural residues by rice cultivation (rice husk) and the advance of the grass species Annoni grass as an invader in native countrysides, and also with the study of carbonaceous materials, the main goal of this work is to characterize the dielectric properties of samples produced from graphene and graphite; ashes from rice husk (RHA) and from Annoni grass (AGA); and glass produced from RHA using the resonant cavity method. These ashes were obtained through two different burning processes: 400 ℃ - 30 min and 800 ℃ - 5 h. The analyzed graphene and graphite were benefited by industrial processes. And, the characterized glass were produced with RHA, obtained from burning process at 800 °C - 5 h, as silica source. The resonant cavity was projected with cylindrical geometry and frequency of resonance (f_0) equal to 3.5 GHz. The ε_r constant of each sample was calculated from the experimental data measured with this device (frequency of resonance for each sample, f_a) using specific empirical equations for each sample geometry and the respective $an \delta$ were estimated with parametric simulations in the ANSYS HFSS® software. In this analysis, it was verified that the carbonaceous materials (graphene and graphite) and the ashes derived from the biomass exhibit high dielectric loss tangent values, mainly graphene and ashes of Annoni grass obtained from the burning process at 800 °C - 5 h (AGA8005h), in which $\tan \delta = 0.7000$ and $\tan \delta = 1.4900$, respectively. And, its also has high dielectric constants, such that $\varepsilon_r = 9.3203$ (graphene), $\varepsilon_r = 17.1508$ (graphite) and $\varepsilon_r \approx 15.1443$ (AGA8005h). These results, in terms of high $tan \delta$ constants, allow to classify these materials as excellent electromagnetic energy absorbers. On the other hand, the glass samples were characterized as materials with acceptably low loss tangent values, $\tan \delta \approx 0.0080$, ε_r constants varying between 6.5673 and 6.9945, and isotropic deportment. Thereby, these materials can be used as potential alternatives for the design of dielectric resonator antennas.

Keywords: Dielectric Materials. Resonant Cavity. Dielectric Properties. Dielectric Constant. Dielectric loss tangent. Graphene. Biomass

LISTA DE FIGURAS

Figura	2.1 –	Representação esquemática de um capacitor de placas paralelas separa- das por material dielétrico diferente do vácuo	25
Figura	22-	Geometria básica da cavidade ressonante cilíndrica	27
Figura	2.3 -	Representação esquemática de um sistema de <i>N</i> portas genérico deno-	
3	_	tado em termos da matriz espalhamento.	30
Figura	2.4 –	Representação esquemática de um sistema de duas portas denotado em	
- 3		termos da matriz espalhamento.	31
Figura	2.5 –	Apresentação do capim Annoni no campo nativo.	35
Figura	2.6 -	Detalhamento da montagem do protótipo DRA e do sistema de configura-	
- 3		cão de orientação de polarização.	38
Figura	2.7 –	Funcionamento do sistema de configuração: (a) "state 1" -45° . "state 2"	
3		$+45^{\circ}$ e "state 3" polarização no eixo y: e (b) "inieção" da liga metálica	
		líquida.	38
Figura	2.8 –	llustração da célula unitária dos alótropos de carbono (estrutura hexago-	
0		nal).	39
Figura	2.9 –	Ilustração do arranjo molecular bidimensional do grafeno.	39
Figura	2.10	- Ilustração do arranjo molecular tridimensional característico do grafite.	40
Figura	2.11	- Esquemático da topologia de antena de fenda baseada em filme fino de	
-		grafeno.	41
Figura	3.1 –	Fluxograma de procedimentos para caracterização das propriedades die-	
		létricas das amostras.	44
Figura	3.2 –	Modelo inicial de simulação eletromagnética da cavidade cilíndrica	47
Figura	3.3 –	Setup de caracterização: analisador de redes e cavidade ressonante	48
Figura	3.4 –	Parâmetros <i>S</i> simulados e medidos - cavidade vazia	48
Figura	3.5 –	Representação ilustrativa da geometria das amostras cilíndricas	49
Figura	3.6 –	Representação ilustrativa da geometria das amostras cúbicas	49
Figura	3.7 –	Representação ilustrativa da identificação das posições da amostra cú-	
		bica: (a) posição 1 - "face 1" orientada para cima; (b) posição 2 - "face 2"	
		orientada para cima; e (c) posição 3 - "face 3" orientada para cima	49
Figura	3.8 –	· "Curvas de calibração" para modelagem matemática experimental con-	
		siderando: (a) amostras com geometria cilíndrica e $h=4,5~{ m mm}$; e (b)	
		amostras com geometria cúbica.	50
Figura	3.9 –	Diferentes estágios dos materiais: (a) casca de arroz in natura; (b) CCA400	30;
		(c) CCA8005h	54
Figura	3.10	 Diferentes estágios dos materiais: (a) capim Annoni seco e cortado; (b) 	
		CCpAn40030; (c) CCpAn8005h.	55
Figura	3.11	- Amostras produzidas a partir de materiais carbonosos: (a) bq100; (b)	
		gfn100; (c) gft100.	57
Figura	3.12	– Amostras produzidas a partir de materiais carbonosos: (a) gfn40; (b)	
		gfn50; (c) gfn60.	57
Figura	3.13	– Amostras produzidas a partir de CCA: (a) CCA400301; (b) CCA400302;	
- ·	• • •	(c) CCA400303; (d) CCA8005h1; (e) CCA8005h2 e (f) CCA8005h3	58
⊢ıgura	3.14	- Amostras produzidas a partir de CCpAn: (a) CCpAn400301; (b) CC-	
		pAn400302; (c) CCpAn400303; (d) CCpAn8005h1; (e) CCpAn8005h2 e	
		(†) CCpAn8005h3	59

Figura 3.15 – Amostras de vidros com geometria cilíndrica: (a) VCI1 e (b) VCI2	60
Figura 3.16 – Amostras de vidros com geometria cúbica: (a) VCU1; (b) VCU2; (c) VCU3 e (d) VCU4.	61
Figura 4.1 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostras gfn100 e	0
Figura 4.2 – Variação das propriedades (a) ε_r e (b) $\tan \delta$ em função da concentração	63
de grafeno nas amostras Figura 4.3 – Resultados medidos: parâmetros (a) S ₁₁ e (b) S ₂₁ amostras "CCA40030":	65
e parâmetros (c) S_{11} e (d) S_{21} amostras "CCA8005h".	66
Figura 4.4 – Variação das propriedades (a) ε_r e (b) $\tan \delta$ em função da variação da proporção de CCA nas amostras.	68
Figura 4.5 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} para amostras "CC- pAn40030": e parâmetros (c) S_{11} e (d) S_{21} para amostras "CCpAn8005h"	69
Figura 4.6 – Variação das propriedades (a) ε_r e (b) $\tan \delta$ em função da variação da	
proporção de CCpAn nas amostras	70
Figura 4.7 – Resultados medidos: parametros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostras VCI1 e VCI2. Figura 4.8 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostra VCI11: o parâ-	12
metros (c) S_{11} e (d) S_{21} amostra VCU2	74
Figura 4.9 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostra VCU3; e parâmetros (c) S_{11} e (d) S_{21} amostra VCU4.	75

LISTA DE TABELAS

Tabela	3.1 – Dimensões físicas da cavidade ressonante	47
Tabela	3.2 – Parâmetros para modelagem matemática experimental considerando amostras com geometria cilíndrica	51
Tabela	amostras com geometria cúbica	52
Tabela	3.4 – Rendimento percentual dos processos de queima	55
Tabela	3.5 – Concentrações em gramas para amostras de materiais carbonosos	56
Tabela	3.6 – Concentrações em gramas para cada proporção de mistura baquelite- cinza	58
Tabela	3.7 – Composição das amostras de vidros produzidos a partir de sílica prove- niente da CCA	60
Tabela	4.1 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras "gfn-bq"	64
Tabela	4.2 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras "CCA-bq"	67
Tabela	4.3 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras "CCpAn-bq"	70
Tabela	4.4 – Composição química estimada para CCpAn40030 e CCpAn8005h	71
Tabela	4.5 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras de vidros com geometria cilíndrica	73
Tabela	4.6 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras de vidros com geometria cúbica.	75

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

5G	Quinta Geração de Redes de Telecomunicações Móveis
ANATEL	Agência Nacional de Telecomunicações
CCpAn	Cinza do Capim Annoni
CCA	Cinza da Casca de Arroz
ETSI	European Telecommunications Standards Institute
IoT	Internet of Things
IRGA	Instituto Rio-Grandense do Arroz
PE	Polietileno
MEKP	Peróxido de Metiletilcetona
CNTs	Nanotubos de Carbono
DRA	Antena Baseada em Ressonador Dielétrico (do inglês, <i>Dielectric Resonator Antenna</i>)
WLAN	Wireless Local Area Network
PEAD	Polietileno de Alta Densidade
FRX	Fluorescência de Raios-X

LISTA DE SÍMBOLOS

- f_a Frequência de ressonância da cavidade com amostra inserida (em GHz)
- f_0 Frequência de ressonância da cavidade vazia (em GHz)
- S_{11} Parâmetro S_{11} matriz espalhamento
- S_{21} Parâmetro S_{21} matriz espalhamento
- S_{21f_a} Magnitude do parâmetro S_{21} medido correspondente a f_a (em dB)
- ε_0 Permissividade elétrica do vácuo (em F/m)
- ε_r Permissividade elétrica relativa
- ε_{rv} Permissividade elétrica relativa do vácuo
- $\mu_0\,$ Permeabilidade magnética do vácuo (em ${
 m H/m}$)
- μ_r Permeabilidade magnética relativa
- μ_{rv} Permeabilidade magnética relativa do vácuo
- $an\delta$ Tangente de perdas dielétricas
- c Velocidade da luz no vácuo (em m/s)
- $TE\,$ Modo transversal elétrico
- TE_{111} Modo transversal elétrico fundamental para a cavidade ressonante
- $TM\,$ Modo transversal magnético
- *a* Raio interno da cavidade ressonante (em mm)
- d Altura interna da cavidade ressonante (em mm)
- l Comprimento dos monopolos de excitação da cavidade ressonante (em mm)
- h Espessura das amostras cilíndricas (em mm)
- D Diâmetro das amostras cilíndricas (em mm)
- w Comprimento da aresta das amostras cúbicas (em mm)
- $R_{\rm c}$ Rendimento dos processos de queima (em %)
- bq Baquelite
- gfn Grafeno
- gft Grafite

bq100 Amostra 100% baquelite

gfn100 Amostra 100% grafeno

gfn40 Amostra 60% baquelite - 40% grafeno

gfn50 Amostra 50% baquelite - 50% grafeno

gfn60 Amostra 40% baquelite - 60% grafeno

gft100 Amostra 100% grafite

CCA400301 Amostra 60% baquelite - 40% CCA40030

- CCA400302 Amostra 50% baquelite 50% CCA40030
- CCA400303 Amostra 40% baquelite 60% CCA40030
- CCA8005h1 Amostra 60% baquelite 40% CCA8005h
- CCA8005h2 Amostra 50% baquelite 50% CCA8005h

CCA8005h3 Amostra 40% baquelite - 60% CCA8005h

- CCpAn400301 Amostra 60% baquelite 40% CCpAn40030 CCpAn400302 Amostra 50% baquelite - 50% CCpAn40030 CCpAn400303 Amostra 40% baquelite - 60% CCpAn40030
- CCpAn8005h1 Amostra 60% baquelite 40% CCpAn8005h

CCpAn8005h2 Amostra 50% baquelite - 50% CCpAn8005h

CCpAn8005h3 Amostra 40% baquelite - 60% CCpAn8005h NaB₄O₇.10H₂O Borato de sódio

CI Cloro

Na₂CO₃ Carbonato de sódio

CaCO₃ Carbonato de cálcio

 AI_2O_3 Óxido de alumínio

 Sb_2O_3 Óxido de antimônio

CaO Óxido de cálcio

 Fe_2O_3 Óxido de Ferro

 P_2O_5 Óxido de fósforo

MgO Óxido de magnésio

K₂O Óxido de potássio

SiO₂ Dióxido de silício (sílica)

S Enxofre

VCI1 Amostra cilíndrica do "vidro 1"

VCI2 Amostra cilíndrica do "vidro 2"

VCU1 Amostra cúbica do "vidro 1"

VCU2 Amostra cúbica do "vidro 2"

VCU3 Amostra cúbica do "vidro 3"

VCU4 Amostra cúbica do "vidro 4"

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
1.1	OBJETIVOS	21
1.1.1	Objetivo Geral	21
1.1.2	Objetivos Específicos	21
1.2	ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO	21
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
2.1	PROPRIEDADES DIELÉTRICAS DOS MATERIAIS	23
2.2	MÉTODO DA CAVIDADE RESSONANTE	27
2.3	MATRIZ ESPALHAMENTO - PARÂMETROS S	30
2.4	TECNOLOGIA 5G	32
2.5	CINZA DA CASCA DE ARROZ	33
2.6	CINZA DO CAPIM ANNONI	34
2.7	VIDROS	36
2.8	GRAFENO E GRAFITE	39
2.9	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL E APLICAÇÕES DE MA-	
	TERIAIS DIELÉTRICOS EM TELECOMUNICAÇÕES	41
3	MATERIAIS E MÉTODOS	44
3.1	ESPECIFICAÇÕES E VALIDAÇÃO DO MÉTODO DA CAVIDADE RESSONANTE	45
3.2	ESPECIFICAÇÕES DAS GEOMETRIAS DAS AMOSTRAS	48
3.3		50
3.4	OBTENÇÃO DA CCA E CCPAN	53
3.5	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	56
3.5.1	Amostras Produzidas com CCA, CCpAn, Grafeno e Grafite	56
3.5.2	Amostras de Vidro Produzidos a partir de CCA	59
4	RESULTADOS EXPERIMENTAIS	62
4.1	ANALISE DAS AMOSTRAS PRODUZIDAS A PARTIR DE GRAFENO E GRA-	
	FITE	62
4.2	ANALISE DAS AMOSTRAS PRODUZIDAS A PARTIR DE CCA E CCPAN	66
4.3	ANÁLISE DAS AMOSTRAS DE VIDROS PRODUZIDOS A PARTIR DE CCA	71
5	CONCLUSAO	76
5.1	ARTIGOS DERIVADOS DA DISSERTAÇÃO	77
5.2	SUGESTOES DE TRABALHOS FUTUROS	77
	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	79
	ANEXO A – PROCEDIMENTO DE EMBUTIMENTO	84

1 INTRODUÇÃO

Visando a crescente busca por materiais alternativos e de baixo impacto ambiental, bem como a grande exigência e acelerado desenvolvimento de novas tecnologias voltadas aos sistemas de comunicações móveis, há a necessidade de explorarem-se novas matérias-primas para a produção de novos materiais e dispositivos. Assim, torna-se interessante o desenvolvimento de estudos voltados à caracterização das propriedades dielétricas de novos materiais dielétricos (HAYKIN; MOHER, 2007; BALANIS, 1989).

As propriedades dielétricas dos materiais são de particular interesse no ramo de Telecomunicações, particularmente nas áreas de teoria de linhas de transmissão, ondas e propagação e teoria de antenas. Neste contexto, a permissividade elétrica relativa (ε_r) e a tangente de perdas dielétricas ($\tan \delta$) são destacadas como propriedades mais relevantes (BRETCHKO, 2000). Dielétricos com baixas perdas, comportamento isotrópico em termos de suas propriedades dielétricas, e com elevado grau de homogeneidade (pureza) são de especial interesse da indústria de produtos e dispositivos de sistemas de comunicação, tais como antenas, filtros, divisores e acopladores de potência, além de equipamentos eletrônicos como transmissores, receptores, repetidores, transceptores, dentre outros (BRETCHKO, 2000).

Dentre as cultivares produzidas na região da Campanha Gaúcha (Fronteira Oeste e Região Centro-Sul), o arroz destaca-se como a principal delas em termos de área plantada e produtividade. Segundo dados técnicos apresentados pelo Instituto Rio-Grandense do Arroz (IRGA), estima-se que, nos últimos dez anos (safras 2009/2010 até 2018/2019), a produtividade média da cultura no Rio Grande do Sul (RS) foi de, aproximadamente, 7439 kg/ha em uma área média plantada de aproximadamente 1074786 ha (IRGA. Instituto Rio-Grandense do Arroz, 2020).

A elevada produção da cultura orizícola implica em uma elevada produção de resíduos vegetais, tais como palha e casca do grão de arroz, que são descartados por não terem valor e/ou aplicações comerciais. A palha costuma, em alguns casos, permanecer sobre o solo da lavoura após a colheita. A casca de arroz, por outro lado, é acumulada e descartada ao meio ambiente pelas indústrias de processamento e comercialização do arroz, após realizarem-se os processos de beneficiamento (secagem, limpeza e polimento) dos grãos. Estima-se que a casca do arroz compreenda cerca de 20% do peso total do grão; ou seja, a nível estadual, cerca de 1487,8 kg/ha de casca de arroz foram geradas, em média, nos últimos dez anos. Ao total, cerca de 1,6 milhões de toneladas de casca de arroz são produzidas em média anualmente no RS (PEREZ, 2019; IRGA. Instituto Rio-Grandense do Arroz, 2020).

Atualmente, o segmento da agroindústria orizícola, assim como os demais setores industriais, tem buscado adotar medidas para a redução de geração e/ou emissão de resíduos descartáveis e, consequentemente, causadores de impactos ambientais, como resposta à crescente cobrança, de organizações e órgãos governamentais com consciência ambiental mais desenvolvida, por práticas e processos mais sustentáveis para com o meio ambiente. Neste aspecto, destaca-se a necessidade de dar-se à casca de arroz uma destinação ecologicamente adequada. Em outras palavras, deve-se explorar todo o seu potencial como matéria-prima para produção de derivados (LHAMBY; SENNA; CANES, 2010).

A cinza resultante da queima da casca de arroz (CCA) é aproximadamente um quinto do volume total de casca de arroz, e pode conter concentração superior a 90% de sílica (LIOU, 2004). Gonçalves (2019), Silva (2020) e Lima (2020) comprovaram que é possível produzir vidros sódico-cálcicos a partir da CCA como fonte alternativa de sílica. Deste modo, uma nova destinação e valor comercial são agregados a este resíduo vegetal.

Por outro lado, o capim Annoni (Eragrostis plana Nees) consiste em uma espécie gramínea perene, originária da África do Sul. Data-se que sua chegada ao Brasil ocorreu em meados do ano de 1950, de maneira acidental, quando suas sementes teriam sido trazidas misturadas a sementes de outras cultivares forrageiras, tais como o Capim-de-rhodes (Chloris gayana Kunth) e o Capim-chorão (Eragrostis curvula Schrader Nees). Apesar de sua chegada acidental, o capim Annoni começou a ser cultivado em algumas regiões do Brasil, como no estado do Rio Grande do Sul. Suas sementes começaram a ser comercializadas com a promessa de que esta espécie possuía excelentes características de cultura forrageira, dada a sua viçosa produção folhar e de sementes (CUNHA, 2019). Apesar de sua disseminação por inúmeras propriedades rurais, constatou-se, por meio de avaliações agronômicas, que o capim Annoni é inadequado para uso como pastagem e/ou cultura forrageira por conta de sua deficiente qualidade nutricional, resultando, assim, em perdas na produção animal (ovinos e bovinos com baixo ganho de carcaça devido à nutrição ineficiente). Por estes fatores, e também por ter se tornado um concorrente das espécies nativas e de cultivares forrageiras por recursos naturais do solo, o capim Annoni atualmente é considerado uma praga invasora nos campos nacionais (CUNHA, 2019).

Por estes motivos, a busca por alternativas sustentáveis de destinação do capim Annoni, culminando, então, em sua retirada dos campos e áreas de pastagens é justificada. Para isto, faz-se necessário o desenvolvimento de estudos científicos visando-se o emprego do capim Annoni como matéria precursora para obtenção de novos materiais, ricos em carbono ou em componentes inorgânicos.

Materiais carbonosos como o grafite e, especialmente, o grafeno possuem interessante característica de condutividade elétrica (σ), quando configurados em filmes finos (com espessura entre nm e μ m). Por esta razão, autores como Sa'don et al. (2019) estudaram a possibilidade de utilização de filmes finos de grafeno como *layer* condutor elétrico em antenas de fenda retangular (tecnologia de circuito impresso) e obtiveram resultados promissores. Entretanto, em consequência de suas altas constantes σ , estes materiais possuem, também, elevadas tangentes de perdas dielétricas, quando configurados em estruturas em "macroescala" (com espessura da ordem de alguns mm, por exemplo). Valendo-se desta característica, autores como Tantis, Psarras e Tasis (2012), Seng et al. (2015) e Bispo et al. (2021) propuseram a adição de grafeno e grafite em diferentes materiais compósitos dielétricos, com o objetivo de aprimorar sua capacidade de absorção de energia eletromagnética.

No que se refere a tecnologia, atualmente, um dos assuntos de maior destaque no universo das comunicações móveis é o 5G (ou quinta geração de redes de telecomunicações móveis). Trata-se de uma tecnologia inovadora, que foi oficialmente lançada ao mercado internacional no ano de 2018 e, desde então, está em processo de expansão global. O 5G visa o aprimoramento das velocidades de conexão de dispositivos móveis (*smartphones, tablets* e semelhantes) com a rede celular sem fio e, além disso, o desenvolvimento de um novo "ecossistema" baseado em internet das coisas (do inglês, *internet of things* - IoT), onde estas redes podem ser capazes de conectar uma gama enorme de dispositivos mantendo um balanço entre velocidade, latência e custo (THALESGROUP, 2020).

Segundo publicação da Agência Nacional de Telecomunicações (ANATEL), através do Ato n° 2.934, aprovaram-se para a tecnologia 5G os requisitos técnicos e operacionais de uso das faixas de frequência de 2,3 GHz a 2,4 GHz (2,3 GHz-TDD). Por meio da publicação da Consulta Pública n° 50 (CP 50), a ANATEL abriu espaço a sugestões e comentários, para melhor adequação dos requisitos técnicos e operacionais considerando a faixa de frequências de 3,3 GHz a 3,7 GHz (3,5 GHz-TDD). Sabe-se, também, que esta última faixa de frequências do espectro é considerada como "frequência de testes e desenvolvimento", para aprimoramento de novas tecnologias em termos de dispositivos e materiais, visando atender a demanda do 5G (ANATEL, Agência Nacional de Telecomunicações, 2020; European Telecommunications Standards Institute, 2020).

Frente às questões contextualizadas, o presente trabalho aborda o estudo de caracterização das propriedades dielétricas ($\varepsilon_r e \tan \delta$) de amostras sólidas, produzidas a partir de materiais carbonosos (grafeno e grafite), cinzas provenientes das biomassas casca de arroz (CCA) e capim annoni (CCpAn), e vidros produzidos a partir da CCA, por meio do método da cavidade ressonante. Este dispositivo consiste em uma estrutura metálica e hermética, oca e com geometria cilíndrica, cujo interior inicialmente é totalmente preenchido por ar ($\varepsilon_r \approx 1,0006$) e, ao inserir-se uma amostra de um determinado material dielétrico diferente ($\varepsilon_r > 1,0006$) a frequência de ressonância é reduzida, devido à perturbação no campo eletromagnético em seu interior. A partir desta alteração na frequência de ressonância, extraem-se as informações referentes às propriedades ε_r e tan δ das amostras analisadas.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo principal a caracterização das propriedades dielétricas ($\varepsilon_r = \tan \delta$), por meio do método da cavidade ressonante, de amostras de três diferentes tipos de materiais: grafeno e grafite; CCA e CCpAn obtidas em processos de queima de 400 °C - 30 min e 800 °C - 5 h; e vidros produzidos a partir da sílica proveniente da CCA. Os experimentos foram conduzidos na frequência de testes da tecnologia 5G, correspondente a 3,5 GHz.

1.1.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos deste estudo consistem nos seguintes tópicos:

- Produzir cinzas a partir das biomassas casca de arroz e capim Annoni com dois processos de queima diferentes: 400 ℃ - 30 min e 800 ℃ - 5 h;
- Caracterizar as propriedades ε_r e tan δ dos diferentes materiais a partir dos dados medidos com a cavidade ressonante (frequência de ressonância para cada amostra, f_a; e respectiva magnitude do parâmetro S₂₁, identificada como S_{21fa});
- Comparar os resultados obtidos para as amostras de diferentes materiais entre si e com resultados obtidos por outros autores que desenvolveram estudos semelhantes;
- A partir desta caracterização, pontuar possíveis aplicações em Engenharia de Telecomunicações para os diferentes materiais caracterizados.

1.2 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

Este documento consiste em cinco capítulos, conforme a descrição abaixo:

O primeiro capítulo apresenta uma contextualização inicial sobre a problemática relacionada à destinação alternativa da casca de arroz e do avanço da espécie capim Annoni e sobre o interesse no desenvolvimento de novos estudos envolvendo o grafeno e o grafite. O capítulo é concluído com a motivação para investigar-se o comportamento, em termos de propriedades dielétricas, de amostras fabricadas a partir destas matérias-primas.

O segundo capítulo consiste na revisão bibliográfica, abrangendo tópicos como: propriedades dielétricas dos materiais e sua caracterização a partir do método experimental da cavidade ressonante; técnicas de obtenção e possíveis aplicações em Engenharia de Telecomunicações de cinzas da casca de arroz (CCA) e do capim Annoni (CCpAn), materiais carbonosos (grafeno e grafite) e vidros produzidos a partir da CCA como fonte de sílica.

O terceiro capítulo, denominado como Materiais e Métodos, aborda os tópicos referentes à preparação de amostras e procedimentos experimentais realizados para sua caracterização, que consistem em: preparação do protótipo da cavidade ressonante, necessária para a caracterização das propriedades dielétricas das amostras, e sua modelagem matemática adequada em termos de geometria de cavidade e das amostras; obtenção de CCA e CCpAn e preparação das amostras baseadas nestes materiais; preparação das amostras de vidros, grafeno e grafite.

No quarto capítulo, os resultados medidos (em termos dos parâmetros S da cavidade ressonante "carregada" com as amostras), e os valores de $\varepsilon_r e \tan \delta$ (calculados a partir dos parâmetros S) são apresentados e discutidos.

No quinto capítulo, as conclusões obtidas a partir dos resultados experimentais alcançados no desenvolvimento deste trabalho são apresentadas. Ao final, os artigos derivados do trabalho desenvolvido e algumas sugestões de trabalhos futuros também são mostrados.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 PROPRIEDADES DIELÉTRICAS DOS MATERIAIS

Um material possui comportamento dielétrico se ele "permite" a propagação de um campo elétrico (magnético) através de sua estrutura, porém sem que ocorra deslocamento de elétrons livres. Deste modo, os materiais dielétricos não sustentam circulação de corrente elétrica e, por isso, podem ser denotados também como materiais isolantes elétricos (BALANIS, 1989; KAO, 2004).

Segundo data-se na história, a observação dos primeiros fenômenos ditos dielétricos ocorreu ainda na Grécia Antiga (aproximadamente 600 anos antes da Cristo), quando o filósofo grego Tales de Mileto (624 a.C. – 556 a.C.) supostamente teria analisado que, ao exercer atrito entre um âmbar e um pedaço de pele de carneiro, fragmentos de madeira poderiam ser atraídos pelo âmbar, devido à sua eletrização (PIRES, 2010).

A observação de fenômenos derivados das propriedades dielétricas de materiais recebeu, novamente, a atenção devida somente em meados do século XVIII (1745), quando o físico neerlandês Pieter van Musschenbroek (1692 - 1761) descobriu que seria possível armazenar cargas elétricas em um dispositivo condensador (formado por terminais condutores elétricos afastados entre si por um material dielétrico), observando o funcionamento do condensador de *Leyden jar* (KAO, 2004; PIRES, 2010). No século XIX, por volta de 1837, o físico britânico Michael Faraday (1791 - 1867) concluiu que a capacitância de um condensador poderia variar para diferentes materiais dielétricos em seu interior. Com isto, ele determinou uma razão entre a capacitância equivalente do condensador totalmente preenchido por um material dielétrico e a capacitância deste preenchido por ar (espaço livre). Esta relação é conhecida atualmente como permissividade elétrica (ε) (FARADAY; MARTIN, ; FARADAY, 1851; BALANIS, 1989).

Na condição de espaço livre, tem-se a permissividade elétrica do vácuo (ε_0), equivalente a $10^{-9}/(36\pi)$ F/m. Esta grandeza pode ser vista como um valor de referência para as constantes de permissividade elétrica dos demais materiais dielétricos, visto que todos possuem ε superior a ε_0 , devido à ausência de cargas elétricas e íons no vácuo e, consequentemente, à ausência do fenômeno de polarização elétrica (BALANIS, 1989).

Partindo-se dos conceitos baseados nas descobertas das forças de atração entre cargas elétricas (lei de Coulomb), condutividade elétrica (lei de Ohm), indução magnética e elétrica (leis de Faraday e de Ampère), o físico britânico James Clerk Maxwell (1831 - 1879) condensou as quatro principais teorias e propôs um conjunto com quatro equações responsáveis por reger todos os fenômenos eletromagnéticos (MAXWELL, 1891; BALANIS, 1989). Assim, as equações de Maxwell, em sua forma diferencial no domínio do tempo,

são expressas como:

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0$$
, (lei de Gauss para o magnetismo); (2.1)

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho, \text{ (lei de Gauss);} \tag{2.2}$$

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}$$
, (lei de Ampère); (2.3)

$$\nabla \times \vec{E} = -\vec{M} - \frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$$
, (lei de Faraday). (2.4)

Onde:

- \vec{B} denota a densidade de fluxo magnético ou indução magnética vetorial;
- \vec{D} denota a densidade de fluxo elétrico ou deslocamento elétrico vetorial;
- \vec{H} denota o campo magnético vetorial;
- \vec{E} denota o campo elétrico vetorial;
- \vec{J} denota a densidade de corrente elétrica vetorial;
- \vec{M} denota a densidade de corrente magnética vetorial;
- ρ denota a densidade de cargas elétricas.

As densidades de fluxo magnético e elétrico relacionam-se com os campos magnético e elétrico, respectivamente, por meio de parâmetros característicos, dependentes do meio de propagação e que interagem com os campos (BALANIS, 1989). Matematicamente, estas relações são

$$\vec{D} = \varepsilon \vec{E},$$
 (2.5)

$$\vec{B} = \mu \vec{H} \tag{2.6}$$

е

$$\vec{J} = \sigma \vec{E},\tag{2.7}$$

onde:

- ε denota a permissividade elétrica do material (em F/m);
- μ denota a permeabilidade magnética do material (em H/m);
- σ denota a condutividade elétrica do material (em S/m).

Estas propriedades são diretamente dependentes da estrutura atômica do material, mais especificamente quanto ao agregado molecular, deformações microestruturais como lacunas e/ou "impurezas" (átomos de diferentes elementos inseridos no arranjo) e suas movimentações devido aos efeitos de campos elétrico e magnético, e correntes elétricas (BALANIS, 1989; CALLISTER, 2002). Baseando-se no estudo realizado por Faraday acerca da variação da capacitância do condensador quando se altera o material dielétrico que preenche seu volume, onde o físico propôs uma constante para a relação entre a permissividade elétrica do material e a permissividade elétrica de referência (vácuo), podem-se reescrever os parâmetros ε e μ , respectivamente, em termos da permissividade elétrica (ε_0) e permeabilidade magnética (μ_0) do vácuo como

$$\varepsilon = \varepsilon_r \varepsilon_0$$
 (2.8)

е

$$\mu = \mu_r \mu_0, \tag{2.9}$$

em que ε_r é denominado permissividade elétrica relativa ou, em algumas referências na literatura, como constante dielétrica. De maneira semelhante, μ_r é denominado como permeabilidade magnética relativa e μ_0 equivale a $4\pi \times 10^{-7}$ H/m (BALANIS, 1989; COLLIN, 2001).

Para a modelagem matemática do experimento de quantificação da permissividade elétrica de materiais dielétricos, considera-se, inicialmente, um sistema formado por um capacitor de placas paralelas, afastadas entre si por um material dielétrico diferente do vácuo, e excitado por uma densidade de corrente elétrica total $(\vec{J_T})$ responsável pelo estabelecimento de um campo elétrico variante no tempo entre suas placas. A representação esquemática deste sistema é ilustrada na Figura 2.1 (BALANIS, 1989; KAO, 2004).

Figura 2.1 – Representação esquemática de um capacitor de placas paralelas separadas por material dielétrico diferente do vácuo.



Fonte: Adaptado de Kao (2004).

A densidade de corrente elétrica $(\vec{J_T})$ pode ser representada por

$$\vec{J}_T = \vec{J}_i + \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t},$$
(2.10)

sendo $\vec{J_i}$ a densidade de corrente impressa pela fonte de excitação, \vec{J} a densidade de corrente de condução elétrica, somadas a uma variação densidade de fluxo elétrico em função do tempo (estabelecimento de um campo elétrico entre as placas do capacitor). Substituindo-se, então, a relação expressa pela equação (2.5) na equação (2.10), tem-se

que

$$\vec{J}_T = \vec{J}_i + \vec{J} + \varepsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}.$$
(2.11)

Os materiais dielétricos reais possuem perdas ôhmicas devido à ocorrência de movimentações de cargas e de dipolos elétricos (BALANIS, 1989). Por isto, o termo ε pode ser reescrito como uma grandeza complexa, onde

$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon'' = \left(\varepsilon'_r - j\varepsilon''_r\right)\varepsilon_0, \qquad (2.12)$$

sendo:

- ε'_r : constante dielétrica, podendo ser escrito também como ε_r ;
- + $\varepsilon_r^{\prime\prime}$: fator de perdas do material dielétrico.

Substituindo as equações (2.7) e (2.12) na equação (2.11), e considerando um campo elétrico genérico \vec{E} , variante no tempo e com frequência angular ω ,

$$\vec{E}(x,y,z,t) = \operatorname{Re}\left\{\vec{E}(x,y,z)\,e^{j\omega t}\right\},\tag{2.13}$$

o termo $\vec{J_T}$ pode ser expresso por

$$\vec{J}_T = \vec{J}_i + \sigma \vec{E} + j\omega \left(\varepsilon' - j\varepsilon''\right) \vec{E},$$
(2.14)

Reorganizando-se os termos contendo \vec{E} em comum,

$$\vec{J}_T = \vec{J}_i + \sigma \vec{E} + j\omega \varepsilon' \vec{E} + \omega \varepsilon'' \vec{E}$$
(2.15)

ou

$$\vec{J}_T = \vec{J}_i + j\omega\varepsilon'\vec{E} + \left(\sigma + \omega\varepsilon''\right)\vec{E},$$
(2.16)

onde, o termo $\sigma + \omega \varepsilon''$ pode ser considerado como a condutividade elétrica efetiva total. E, a tangente de perdas dielétricas é estabelecida por

$$\tan \delta = \frac{\sigma + \omega \varepsilon''}{\omega \varepsilon'},\tag{2.17}$$

que é visto como a razão entre as partes complexa e real que modelam o deslocamento de cargas no meio (POZAR, 2011). As perdas dielétricas associadas à corrente elétrica resultante do deslocamento de cargas são, geralmente, mais significativas que aquelas ocasionadas pelo espalhamento inelástico dos portadores de cargas e devido ao atrito entre as moléculas durante sua polarização. Então, a equação (2.17) pode ser aproximada como

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}.$$
 (2.18)

O termo tan δ modela, de maneira quantitativa, a dissipação de energia proveniente de um campo elétrico em um dado material dielétrico. Este fenômeno pode ocorrer em decorrência de diferentes processos físicos, tais como: condução elétrica, por meio de deslocamento de cargas; ressonância dielétrica, em uma determinada frequência ou faixas de frequência, e perdas ocasionadas por processos não lineares. As perdas dielétricas podem ser influenciadas, também, pelo atraso de fase entre o campo elétrico e os vetores de deslocamento elétrico (SEBASTIAN et al., 2017).

2.2 MÉTODO DA CAVIDADE RESSONANTE

Uma cavidade ressonante consiste em um dispositivo derivado de um guia de onda, obtido ao "fecharem-se" suas extremidades (ou seções) abertas, cujo interior é totalmente preenchido por ar (idealmente, considera-se que seu preenchimento interno seja vácuo). De acordo com sua geometria, cavidades ressonantes podem ser classificadas em cavidades retangulares, derivadas de guias de onda de seção retangular, e cilíndricas, derivadas de guias de onda de seção retangular, e cilíndricas, derivadas de guias de onda de seção retangular, e cilíndricas, derivadas de guias de onda de seção circular ou cilíndricos. A geometria básica de uma cavidade ressonante cilíndrica é demonstrada na Figura 2.2 (POZAR, 2011).

Figura 2.2 – Geometria básica da cavidade ressonante cilíndrica.



Fonte: Adaptado de Pozar (2011).

Para o acoplamento de energia eletromagnética no interior da cavidade, podem-se utilizar fendas ou aberturas, pontas de prova ou monopolos (pinos de excitação) ou, ainda, *loops* (filamentos metálicos conformados com curvatura circular ou semicircular). Comumente, estes dispositivos costumam possuir uma ou duas "portas" de excitação, podendo variar conforme a aplicação (POZAR, 2011; COLLIN, 2001; RYDHOLM, 2015).

Quanto aos modos de ressonância eletromagnética, a cavidade ressonante suporta os modos transversal elétrico (modo TE) ou transversal magnético (modo TM). Isto ocorre porque o dispositivo é formado por somente um condutor elétrico (todas as paredes metálicas formam um condutor único) (COLLIN, 2001; POZAR, 2011).

Para o caso dos modos TE^z, a componente de campo elétrico E_z equivale a 0,

enquanto a componente de campo magnético H_z é não-nula. Para o caso dos modos TM^z, entretanto, a componente de campo elétrico E_z é não-nula, enquanto a componente de campo magnético H_z equivale a 0. As demais componentes dos campos elétrico e magnético no interior de um guia de onda de seção circular são calculadas a partir de H_z para os modos TE^z e a partir de E_z para os modos TM^z, conforme desenvolvido no capítulo 3 de Pozar (2011). Adicionalmente, as componentes dos campos para os modos TE^z e TM^z no interior da cavidade ressonante são obtidas a partir da combinação das componentes transversais de campo elétrico E_ρ e E_ϕ . Assim,

$$\vec{E}_{t}(\rho,\phi,z) = \vec{e}_{t}(\rho,\phi) \left(A^{+}e^{-j\beta_{nm}z} + A^{-}e^{j\beta_{nm}z} \right),$$
(2.19)

o vetor $\vec{e}_t (\rho, \phi)$ representa a variação do campo elétrico nas componentes transversais, $A^+ e A^-$ são as amplitudes das ondas nas direções +z e -z, respectivamente, e β_{nm} é a constante de propagação do modo TE_{nm}^z , dada por

$$\beta_{nm} = \sqrt{k^2 - \left(\frac{p'_{nm}}{a}\right)^2}.$$
(2.20)

Na equação acima, *a* representa o raio interno da cavidade, p'_{nm} é a *nm*-ésima raiz da derivada da função de Bessel de primeira espécie, cujos valores estão tabelados no capítulo 3 de Pozar (2011), e $k = \omega \sqrt{\mu \varepsilon}$.

As constantes A^+ e A^- são definidas pela aplicação das seguintes condições de contorno:

$$\begin{cases} \vec{E}_t = \vec{0}, \text{ para } z = 0\\ \vec{E}_t = \vec{0}, \text{ para } z = d \end{cases}$$
(2.21)

em que z = 0 e z = d indicam as extremidades da cavidade ressonante fechadas por paredes elétricas.

Aplicando-se a primeira condição de contorno na equação (2.19), tem-se

$$\vec{E}_t(\rho,\phi,z) = \vec{0} = \vec{e}_t(\rho,\phi) \left(A^+ e^{-j\beta_{nm}0} + A^- e^{j\beta_{nm}0} \right),$$
(2.22)

$$0 = A^+ + A^- \tag{2.23}$$

е

$$A^{+} = -A^{-}.$$
 (2.24)

Substituindo, agora, a equação (2.24) e a segunda condição de contorno na equação (2.19),

$$\vec{E}_t(\rho,\phi,z) = \vec{0} = \vec{e}_t(\rho,\phi) \left(-A^- e^{-j\beta_{nm}d} + A^- e^{j\beta_{nm}d} \right).$$
(2.25)

A diferença entre exponenciais complexas, resultante na equação (2.25), pode ser repre-

sentada igualmente por uma função seno, tal que

$$0 = A^{-} sen\left(\beta_{nm}d\right). \tag{2.26}$$

Para que a condição de contorno acima seja satisfeita, é necessário que

$$\beta_{nm}d = l\pi, \text{ com } l = 0, 1, 2, 3, \cdots,$$
 (2.27)

е

$$\beta_{nm} = \frac{l\pi}{d}.$$
(2.28)

Igualando-se, então, as equações (2.28) e (2.20) entre si, substituindo o termo $k = \omega \sqrt{\mu \varepsilon}$ e efetuando as devidas manipulações algébricas, a equação para o cálculo da frequência de ressonância (f_{0nml}) para para os modos TE^{*z*}_{*nml*} é obtida como sendo,

$$f_{0nml} = \frac{c}{2\pi\sqrt{\mu_{rv}\varepsilon_{rv}}}\sqrt{\left(\frac{p'_{nm}}{a}\right)^2 + \left(\frac{l\pi}{d}\right)^2},$$
(2.29)

em que, c é a velocidade da luz no vácuo, μ_{rv} e ε_{rv} são a permeabilidade magnética e permissividade elétrica relativas do vácuo, respectivamente ($\mu_{rv} = \varepsilon_{rv} = 1$), $n, m \in l$ são os índices dos modos TE^z e d é a altura interna da cavidade (POZAR, 2011).

Em experimentos práticos, cavidades ressonantes podem ser "perturbadas" por meio de algumas pequenas modificações em sua geometria ou por meio da colocação de frações de materiais dielétricos em seu interior. Estas perturbações estão diretamente ligadas à sua resposta em frequência, de modo que, por exemplo, ao inserir-se uma fração de um determinado material dielétrico ou alterando-se seu diâmetro ou comprimento internos, observa-se que a frequência de ressonância do dispositivo é alterada (POZAR, 2011; RYDHOLM, 2015).

Valendo-se deste fenômeno de perturbação material na frequência de ressonância, a cavidade ressonante é utilizada como um método de caracterização de propriedades dielétricas de materiais. Assim, a constante ε_r pode ser calculada a partir da frequência de ressonância da cavidade "carregada" com a amostra (f_a). Para isto, Pozar (2011) apresenta a dedução de um equacionamento genérico para a modelagem de perturbações devido a inserção de materiais no interior de cavidades ressonantes. Por outro lado, em estudos apresentados pelos autores Rubinger e Costa (2007) e Costa et al. (2010), discorre-se que ε_r relaciona-se com a razão entre as frequências ($f_0 - f_a$)/ f_0 através de uma equação empírica, que é particular para cada sistema experimental (em termos de geometria da cavidade ressonante e amostras). A notação generalizada que modela tal relação consiste em

$$(f_0 - f_a) / f_0 = F(\varepsilon_r - 1),$$
 (2.30)

e, f_0 representa a frequência de ressonância da cavidade vazia, f_a corresponde a frequência de ressonância da cavidade "carregada" com uma amostra e ε_r é a constante dielétrica correspondente a esta amostra (RUBINGER; COSTA, 2007; COSTA et al., 2010).

O argumento da função F corresponde à variação da constante de permissividade elétrica do material que preenche o interior da cavidade ressonante (geralmente ar, $\varepsilon_r \approx 1$), que ocorre em decorrência da inserção de um material dielétrico (com constante $\varepsilon_r > 1$) em seu interior, cujo volume (em mm³) é significativamente menor que o seu. A função $F(\varepsilon_r - 1)$ propriamente dita, é tal que modela numericamente o meio não-homogêneo formado pelas geometrias da cavidade e amostras, e o posicionamento destas no interior da cavidade. Assim, é correto afirmar que, em termos de experimentos práticos, cada sistema é modelado por uma equação $F(\varepsilon_r - 1)$ específica, que relaciona o termo f_a medido para cada amostra (razão $(f_0 - f_a)/f_0$) com a respectiva constante dielétrica ε_r (RUBINGER; COSTA, 2007; COSTA et al., 2010; RYDHOLM, 2015).

2.3 MATRIZ ESPALHAMENTO - PARÂMETROS S

A representação por matriz espalhamento, ou parâmetros S, trata-se de uma ferramenta matemática que possibilita a análise mais simplificada de dispositivos e/ou conjunto de dispositivos mais complexos, contendo N portas (podendo estas serem entradas ou saídas de energia eletromagnética). Por meio desta abordagem, podem-se suprimir os detalhes de um dispositivo ou circuito e resumir sua representação como somente uma "caixa-preta", caracterizada simplificadamente por seus parâmetros S. A representação esquemática de um sistema de N portas em termos de sua matriz espalhamento é demonstrada na Figura 2.3 (POZAR, 2011; PEREIRA, 2017).

Figura 2.3 – Representação esquemática de um sistema de N portas genérico denotado em termos da matriz espalhamento.



Fonte: Adaptado de Heckler (2020).

Matematicamente, a matriz S de um dispositivo de N portas (como ilustrado na

Figura 2.3) pode ser escrita, em sua forma expandida, como

$$\begin{bmatrix} V_1^- \\ V_2^- \\ \vdots \\ V_N^- \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & \cdots & S_{1N} \\ S_{21} & S_{22} & \cdots & S_{2N} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ S_{N1} & S_{N2} & \cdots & S_{NN} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} V_1^+ \\ V_2^+ \\ \vdots \\ V_N^+ \end{bmatrix},$$
(2.31)

em que, os termos V_i^- da matriz $[V^-]$ correspondem às ondas de tensão que saem pelas portas do dispositivo e os termos V_i^+ da matriz $[V^+]$ denotam as tensões incidentes nas portas (POZAR, 2011).

Um caso particular desta representação é um dispositivo de duas portas, representado em termos de sua matriz espalhamento conforme mostrado na Figura 2.4. Matematicamente, este sistema é representado em termos da matriz S de acordo com a equação (2.32) (POZAR, 2011; COLLIN, 2001).

Figura 2.4 – Representação esquemática de um sistema de duas portas denotado em termos da matriz espalhamento.



Fonte: Adaptado de Pereira (2017).

$$\begin{bmatrix} V_1^- \\ V_2^- \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} V_1^+ \\ V_2^+ \end{bmatrix}.$$
 (2.32)

Simplificadamente, as equações matriciais (2.31) e (2.32) podem ser representadas por $\begin{bmatrix} x \\ y \end{bmatrix} \begin{bmatrix} z \\ y \end{bmatrix} \begin{bmatrix} z \\ y \end{bmatrix}$

$$\begin{bmatrix} V^{-} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} V^{+} \end{bmatrix}.$$
 (2.33)

Os parâmetros contidos na matriz [S] modelam o modo como ocorre o acoplamento de tensão elétrica entre duas portas de um dispositivo (parâmetros do tipo S_{ij} , onde $i \neq j$) e, também, como ocorre a reflexão de uma parcela da tensão aplicada a uma porta de volta à fonte de excitação (denotada pelos parâmetros do tipo S_{ij} , onde i = j) (POZAR, 2011; PEREIRA, 2017). Matematicamente, a forma generalizada de se representar os parâmetros S_{ij} é expressa por

$$S_{ij} = \frac{V_i^-}{V_j^+}\Big|_{V_k^+=0}$$
, para todo $k \neq j$, (2.34)

e, V_i^- denota as tensões que saem das portas e V_i^+ as tensões incidentes nos acessos

do dispositivo. Em termos práticos, estes parâmetros representam a parcela de energia aplicada ao acesso j que é acoplada ao acesso i.

Por tratar-se de uma grandeza adimensional, as magnitudes dos parâmetros S_{ij} podem ser representadas, de maneira alternativa, em escala de decibéis, obedecendo a seguinte equação de conversão

$$S_{ij}(dB) = 20 \log_{10}(|S_{ij}|).$$
(2.35)

2.4 TECNOLOGIA 5G

A tecnologia de telecomunicações móveis de quinta geração (ou mais simplificadamente, tecnologia 5G) consiste em uma quebra de paradigmas quanto ao acesso e/ou conexão de dispositivos móveis a redes de comunicações. Neste contexto, sistemas de quinta geração apresentam grandes possibilidades de expansões tecnológicas, dentre elas a implementação de redes inteligentes, sistemas de comunicações baseados em comunicações cooperativas, matrizes de comunicação baseadas em internet das coisas (do inglês, *internet of things*, ou IoT), dentre outras possibilidades (LIU et al., 2009; SHAO-YU et al., 2019).

O desenvolvimento dos primeiros estudos e investimentos relacionados à tecnologia 5G na União Europeia datam-se em meados de 2007. Os primeiros investimentos para o início de pesquisas experimentais para o desenvolvimento deste novo padrão de comunicações móveis foram efetuados entre os anos de 2007 a 2013, visando apresentar esta nova tecnologia para implementação prática no ano de 2020 (European Telecommunications Standards Institute, 2020).

No ano de 2015, o Setor de Padronização da União Internacional de Telecomunicações e Radiocomunicações (do inglês, *International Telecommnuications Union-Radiocommunications Standardization Sector*, ou ITU-R) tornou pública uma série de recomendações relacionadas ao serviço de redes móveis da tecnologia 5G, conhecidas como *International Mobile Telecommunications* 2020 (IMT-2020). Este conjunto de recomendações visa não somente o aumento de taxas de dados dos sistemas, mas também abranger diferentes categorias de sistemas de comunicações sem fio, dentre eles sistemas de banda larga móvel (eMBB), sistemas de comunicações de alta confiabilidade e baixa latência (URLLC) e redes de comunicação massiva entre máquinas (mMTC), com a garantia de um pico de velocidade de transferência dados de aproximadamente 20 Gbps e de uma experiência de taxa de dados de 100 Mbps ao usuário, além de uma capacidade de tráfego de informação por unidade de área de aproximadamente 10 Mbps/m² (ATEYA et al., 2018; SHAO-YU et al., 2019). Em meados de 2018 ocorreu, de maneira formal, o lançamento da quinta geração de sistemas de comunicações ao mercado internacional e, desde então, esta nova tecnologia encontra-se em processo de expansão global. Neste contexto, diferentes tecnologias vêm sendo estudadas e desenvolvidas com o intuito de garantir a viabilidade prática de todos os requisitos propostos pelos protocolos do 5G, mantendo, também, um balanço entre velocidade, latência e custo (BHARATHI et al., 2020; THALESGROUP, 2020).

Em termos de especificações físicas, mais especificamente frequências e bandas de operação de dispositivos na tecnologia 5G, podem-se destacar algumas normativas da Agência Nacional de Telecomunicações (Anatel). Através do Ato *n*^o 2934, aprovaram-se os requisitos técnicos e operacionais de uso das faixas de frequência de 2,3 GHz a 2,4 GHz (2,3 GHz-TDD). Por meio da Consulta Pública *n*^o 50 (CP 50), a agência abriu espaço a sugestões e comentários para melhor adequação dos requisitos técnicos e operacionais na faixa de frequências de 3,3 GHz a 3,7 GHz (3,5 GHz-TDD). Na União Europeia, segundo normativas do *European Telecommunications Standards Institute* (ETSI), sabe-se, também, que a faixa de frequências de 3,3 GHz a 3,7 GHz a 3,7 GHz é considerada como *frequência de testes e desenvolvimento*, para aprimoramento de novas tecnologias em termos de dispositivos e materiais, visando atender a demanda do 5G (ANATEL, Agência Nacional de Telecomunicações, 2020; European Telecommunications Standards Institute, 2020).

2.5 CINZA DA CASCA DE ARROZ

Conforme o estudo apresentado por Marin et al. (2015), a casca do arroz possui sua constituição formada, aproximadamente, por celulose, hemicelulose, lignina, sílica e demais materiais solúveis. Assim, trata-se de um material rico em matéria orgânica e que é amplamente empregado como fonte de energia, inclusive nas próprias plantas industriais de beneficiamento, para os processos de secagem e parboilização dos grãos de arroz, devido ao seu elevado potencial calorífero (aproximadamente 3000 kcal/kg). Ao término dos processos, observa-se que cerca de 20% de seu volume inicial é convertido em cinzas.

De acordo com Liou (2004), o processo de queima da casca de arroz ocorre em duas fases para a obtenção de sílica. Na primeira fase, ocorre a perda de material volátil, como celulose e lignina. Na segunda fase, a redução observada é ocasionada pela reação de oxidação adicional do carbono, que resulta na formação de outros compostos voláteis, tais como alcatrão e carvão. Então, o volume da cinza resultante é aproximadamente um quinto do volume total de casca de arroz. Esta cinza resultante, por sua vez, contém percentual superior a 90% de sílica, caracterizando-se como um pó fino, devido ao arranjo molecular ser composto por estruturas de tamanho consideravelmente reduzido. Assim, obtém-se a sílica com elevado teor de pureza.
A cor da CCA varia de acordo com as condições de queima nas quais foi produzida (temperatura e tempo de queima). Assim, cinzas obtidas em queimas com temperaturas entre 400 $^{\circ}$ C e 500 $^{\circ}$ C e tempos de queima entre 20 min e 60 min, possuem cor preta sem a presença de "macropartículas" de cor branca ou cinza. Estas características indicam que o material possui predominante concentração de carbono em sua composição (POUEY, 2006; PEREZ, 2019).

Por outro lado, cinzas obtidas em processos de calcinação com temperaturas superiores, entre 600 °C e 800 °C, e maior tempo de queima (acima de 60 min) possuem coloração cinza, que tende a ser mais clara para maiores tempos de queima, e rendimento percentual menor em relação às cinzas obtidas em processos de queima como descrito no parágrafo anterior. Estas características indicam que a concentração de carbono é reduzida e a cinza resultante possui teor de pureza mais alto, em termos de sílica, em sua composição (ONOJAH et al., 2013).

Seng et al. (2015) desenvolveram um estudo experimental sobre a caracterização das propriedades dielétricas de absorvedores eletromagnéticos produzidos à base de CCA com dopagem de nanotubos de carbono (CNTs). Os autores produziram dois tipos de amostras, o primeiro sendo totalmente composto por CCA e o segundo composto por CCA e 2% em peso de CNTs. Uma resina de polietileno (PE) misturada ao agente de endurecimento peróxido de metiletilcetona (MEKP) foi utilizada como aglutinante. Em termos de desempenho quanto à absorção de radiação eletromagnética, as amostras baseadas somente em CCA absorveram cerca de 90% da energia em 1 GHz de banda, enquanto amostras produzidas com CCA e CNTs apresentaram capacidade de absorção eletromagnética superior a 90% para uma largura de banda maior que 1 GHz.

Em Garnayak et al. (2019), os autores investigaram a capacidade de absorção eletromagnética de materiais biocerâmicos, baseados em argila chinesa e CCA. Assim, foi proposta uma solução, em termos de materiais dielétricos, para a minimização de interferência em sistemas de comunicações e radares operando em banda X, de 8,2 GHz a 12,4 GHz. As amostras analisadas no experimento foram produzidas a partir da mistura de 30% (em volume) de CCA e 70% (em volume) de resina epóxi, e sua completa solidificação ocorreu após o processo de cura à temperatura de 50 °C por 24 horas. Em termos de desempenho em absorção eletromagnética, as amostras apresentaram resultados superiores em frequências entre 9,5 GHz e 11 GHz, com coeficientes de reflexão variando entre -18 dB e -24 dB.

2.6 CINZA DO CAPIM ANNONI

O rápido avanço do capim Annoni (Figura 2.5) nos campos nativos regionais é decorrente, principalmente, de dois fatores: a rejeição de seu consumo pelos animais e

preferência pelas espécies nativas, e a disseminação de suas sementes por longas distâncias, sendo transportadas pelo vento por serem de pequeno tamanho e muito leves. Deste modo, a espécie invasora se propaga com condições muito favoráveis, competindo por recursos nutricionais e hídricos do solo em vantagem contra as espécies de pasto nativo (MEDEIROS et al., 2014; CUNHA, 2019). Nestas condições, o controle de seu avanço ou sua erradicação são praticamente impossíveis.



Figura 2.5 – Apresentação do capim Annoni no campo nativo.

Fonte: Retirado de Cunha (2019).

Além de sua rápida expansão, o capim Annoni também não pode ser controlado por meio da aplicação de produtos químicos herbicidas, pois suas sementes podem permanecer depositadas no solo por longos períodos e, ainda assim, germinarem (FILHO, 2017; CUNHA, 2019).

Por se tratar de uma espécie invasora e por apresentar característica de rápida disseminação junto às espécies de pasto nativo chegando, inclusive, a substituí-las totalmente em algumas áreas, o capim Annoni deve ser retirado do ecossistema. Deste modo, Cunha (2019) e Porto et al. (2018) empreenderam em pesquisas utilizando o capim Annoni seco como matéria-prima precursora para obtenção de carvão ativado. Para isto, a biomassa passa pelo processo de calcinação e as cinzas resultantes são submetidas a diferentes métodos de ativação, conforme descrevem os autores em cada trabalho.

Dalosto et al. (2020), por sua vez, propuseram um estudo sobre a utilização do capim Annoni como biomassa precursora para obtenção de grafeno. Inicialmente, o capim Annoni seco e cortado em pequenos pedaços foi queimado em três diferentes temperaturas (300 °C, 400 °C e 500 °C) e considerando quatro diferentes tempos para cada temperatura (30 min, 60 min, 90 min e 120 min). As cinzas obtidas apresentaram coloração preta, grande volume e baixa densidade; logo, um material volumoso, porém leve. Os autores verificaram, também, que as moléculas de carbono presentes nas cinzas resultantes das queimas em 400 °C apresentaram maior estabilidade, de modo que não houve variação em sua desordem para os diferentes tempos de calcinação analisados.

Cabe salientar que a utilização de capim Annoni como biomassa precursora para diferentes aplicações é um tópico de estudos recente e, por isto, o acervo bibliográfico sobre esta temática é, ainda, consideravelmente reduzido. Assim, é pertinente salientar que os procedimentos de queima (em termos de temperatura e tempo) e procedimentos de análise das cinzas resultantes a serem utilizados no presente estudo foram utilizados em estudos anteriores, porém para diferentes biomassas precursoras.

2.7 VIDROS

Em termos de composição química, a maioria dos vidros produzidos comercialmente são do tipo sódico-cálcicos, cuja matéria-prima para sua fabricação consiste em sílica proveniente da areia e óxidos de cálcio e sódio oriundos da mineração de calcário e barrilha. Adicionalmente, compostos como óxido de magnésio (MgO), óxido de potássio (K₂O) e óxido de alumínio (Al₂O₃) também podem ser utilizados na produção deste tipo de vidro, alterando sua temperatura de fusão e viscosidade (GONçALVES, 2019).

Sabendo-se da possibilidade de obtenção de CCA com elevado teor de pureza de sílica, Gonçalves (2019), Silva (2020) e Lima (2020), desenvolveram estudos sobre a utilização da CCA como fonte alternativa de sílica para a produção de vidros sódicocálcicos. Os autores concluíram que é possível produzir vidros incolores transparentes à luz visível a partir da sílica da CCA, desde que a casca de arroz passe por um processo de lavagem em solução ácida e água destilada, para correção do pH, antes do processo de queima; ou ainda, pela adição de quantidade controlada do reagente óxido de antimônio (Sb₂O₃) na mistura (considerando a CCA proveniente de casca de arroz sem banho em solução ácida).

Em termos de propriedades dielétricas, é expresso de maneira generalizada que a permissividade elétrica relativa dos vidros pode variar entre 5,0000 e 7,0000, e a tangente de perdas dielétricas varia entre 0,0010 e 0,0200. Porém, sabe-se que estas grandezas tendem a variar conforme as frequências utilizadas para sua caracterização. Também, pode-se dizer que a composição, em termos de reagentes químicos, é outro fator que implica na variação dos valores de ε_r e tan δ .

Neste sentido, é pertinente destacar alguns trabalhos anteriores, desenvolvidos com o objetivo da caracterização das propriedades dielétricas de materiais vítreos. Em Yamamoto et al. (1989), os autores desenvolveram vidros microporosos com alto teor de sílica e realizaram a caracterização de suas propriedades dielétricas. As frequências de análise foram definidas como 5,5 GHz e 11,4 GHz, e os métodos empregados foram o da cavidade ressonante e o do ressonador dielétrico de Hakki-Coleman, respectivamente. A

formação dos microporos implica na inserção de micropartículas de ar na estrutura dos vidros e, consequentemente, na redução no valor de sua constante dielétrica. Em termos de resultados experimentais, foram obtidos $\varepsilon_r = 3,9900$ e tan $\delta = 0,0029$. Por sua vez, Wang et al. (2008) analisaram as propriedades dielétricas de vidros boro-silicatos com diferentes misturas de óxidos reagentes em baixa frequência (10 MHz). Os valores de constante dielétrica estimados para as diferentes amostras variaram de 5,5800 a 6,0300 e as respectivas constantes tan δ de 0,0497 a 0,0443.

Induja e Sebastian (2017) realizaram a caracterização das propriedades dielétricas de um compósito produzido a partir da combinação entre uma matriz vítrea do tipo $45SnF_2:25SnO:30P_2O_5$ e Al₂O₃. A mistura foi preparada considerando 70% em peso da matriz e 30% em peso de Al₂O₃. As medições experimentais foram realizadas em baixa frequência (1 MHz), utilizando a técnica do capacitor de placas paralelas e um "LCR-*meter*" (medidor de indutância, capacitância e resistência elétrica), e em alta frequência (6,2 GHz), utilizando a técnica do ressonador dielétrico com ponta de prova de eletrodos de cobre. Em baixa frequência, os autores obtiveram que $\varepsilon_r = 20,0000$ e tan $\delta = 0,0200$ e, em alta frequência, $\varepsilon_r = 16,0000$ e tan $\delta = 0,0070$.

Em Leung et al. (2012b) e Leung et al. (2012a), o conceito de antenas transparentes foi explorado com o desenvolvimento de antenas baseadas em ressonadores dielétricos (do inglês *dielectric resonator antennas*, DRA) utilizando vidros. Este tópico é bastante interessante pois abrange diferentes aplicações, tais como antenas impressas sobre os vidros de automóveis, janelas de residências/edifícios, monitores de computadores e, ainda, superfície de painéis fotovoltaicos. Nestes estudos, os autores desenvolvem dois protótipos de DRA operando em frequências entre 2,10 GHz e 2,65 GHz, aproximadamente.

Uma topologia de antena baseada na tecnologia DRA com ângulo de orientação de polarização reconfigurável e ressonador dielétrico com geometria cilíndrica foi reportada em Chen, Wong e Kelly (2019). O protótipo foi projetado para a frequência de 2,4 GHz e seu ressonador dielétrico foi implementado a partir de dois vidros com geometria cilíndrica, encaixados ao dispositivo de reconfiguração conforme ilustrado na Figura 2.6. Este sistema de reconfiguração foi produzido com uma cavidade microfluídica, contendo dois canais com ângulos de inclinação de $+45^{\circ}$ e -45° . Nestes, foi incorporado um tipo de liga metálica líquida composta de gálio, índio e estanho, alternadamente, para controle do ângulo de polarização da antena. A Figura 2.7 (a) mostra as três possíveis polarizações e a Figura 2.7 (b) mostra o modo como a liga metálica líquida fica disposta no interior do canal da cavidade microfluídica (CHEN; WONG; KELLY, 2019).

Em termos de performance, este protótipo apresentou ganho de aproximadamente $6.5 \, dBi$ e eficiência de irradiação superior a 80% em sua banda de operação, entre $2.22 \, GHz$ e $2.66 \, GHz$ (CHEN; WONG; KELLY, 2019).

De acordo com os trabalhos supracitados, entende-se que as propriedades dielétricas dos vidros dependem de sua composição, em termos de reagentes, e da frequência de Figura 2.6 – Detalhamento da montagem do protótipo DRA e do sistema de configuração de orientação de polarização.



Fonte: Retirado de Chen, Wong e Kelly (2019).

Figura 2.7 – Funcionamento do sistema de configuração: (a) "*state 1*" -45° , "*state 2*" $+45^{\circ}$ e "*state 3*" polarização no eixo y; e (b) "injeção" da liga metálica líquida.



Fonte: Retirado de Chen, Wong e Kelly (2019).

análise. Assim, por meio do controle das concentrações e dos tipos de reagentes químicos adicionados na mistura, podem-se controlar os valores resultantes de permissividade elétrica relativa e de tangente de perdas. Ademais, é interessante salientar que vidros cuja $\tan \delta$ for inferior a 0,0100 e ε_r ficar entre 6,0000 e 7,0000 podem ser utilizados como ressonadores dielétricos em antenas DRA, operando em frequências entre 2 GHz e 5 GHz do espectro de micro-ondas.

2.8 GRAFENO E GRAFITE

Na última década, o grafeno tem se tornado um dos alótropos do carbono com maior destaque e interesse como tópico de linhas de pesquisa em ciência e engenharia de materiais, dadas as suas promissoras possibilidades em termos de aplicações tecnológicas (CORDEIRO et al., 2015).

Em termos de estrutura molecular, o grafeno é formado por cadeias bidimensionais baseadas em células unitárias hexagonais (conforme ilustrado nas Figuras 2.8 e 2.9), oriundas de ligações, idealmente, do tipo sp^2 de átomos de carbono. Um caso específico de configuração deste sistema consiste no arranjo microestrutural do grafite, que é formado por camadas sobrepostas de cadeias de grafeno, conforme ilustrado na Figura 2.10 (COR-DEIRO et al., 2015; PEREZ, 2019).

Figura 2.8 – Ilustração da célula unitária dos alótropos de carbono (estrutura hexagonal).



Célula unitária hexagonal

Fonte: Adaptado de Novoselov e Geim (2007).

Figura 2.9 – Ilustração do arranjo molecular bidimensional do grafeno.



Arranjo molecular 2D - Grafeno

Fonte: Adaptado de Novoselov e Geim (2007).

A investigação experimental das propriedades mecânicas e de condutividade elétrica, e consequentes potenciais aplicações do grafeno, tem sido mais amplamente desen-



Figura 2.10 – Ilustração do arranjo molecular tridimensional característico do grafite.



Fonte: Adaptado de Novoselov e Geim (2007).

volvida desde o início do século XXI até os dias atuais, em grande parte pela síntese dos nanotubos de carbono, que consistem em microestruturas tubulares baseadas em um arranjo bidimensional de células de carbono (em outras palavras, baseados em grafeno). Tais propriedades validadas experimentalmente referem-se a elevados valores de mobilidade de portadores de cargas elétricas (mesmo em temperatura ambiente). Estas propriedades atribuem às estruturas baseadas em nanotubos uma enorme potencialidade de aplicação em indústrias de tecnologia, associadas à eletrônica e à microeletrônica. Ainda, por se tratar de um material baseado em carbono, sua capacidade de absorção de energia eletromagnética pode ser mais profundamente explorada e ser potencialmente interessante como alternativa para aplicações *stealth* (que tratam-se de materiais e/ou dispositivos "invísiveis" a radares de monitoramento aéreo, dada a sua capacidade de absorção de radiação eletromagnética) (NOVOSELOV et al., 2004; CORDEIRO et al., 2015; SENG et al., 2015).

Em Tantis, Psarras e Tasis (2012), os autores investigaram a utilização de camadas bidimensionais de grafeno inseridas em matrizes poliméricas (mais especificamente álcool polivinílico). Quatro diferentes concentrações percentuais de óxido de grafeno foram consideradas, 1%, 2%, 3% e 5%. Por meio da variação no percentual de óxido de grafeno, foi possível controlar o valor da constante dielétrica e tangente de perdas do compósito resultante. Em Bispo et al. (2021), os autores desenvolveram um estudo acerca da produção de diferentes compósitos poliméricos, a partir da matriz de poliestireno. Dentre os diferentes materiais combinados à matriz, destacaram-se o xerogel de grafeno-carbono e o grafite. Estes materiais foram analisados quanto à sua eficácia na absorção de energia eletromagnética em frequências da banda X (entre 8,2 GHz e 12,4 GHz). Observou-se um bom desempenho quanto à sua capacidade de absorção eletromagnética, sendo que cerca de

87% da energia eletromagnética do sinal incidente foi absorvido pelas amostras.

Por outro lado, o grafeno pode ser utilizado como condutor elétrico, por meio de filmes finos (com espessura na ordem de nm) depositados sobre substratos dielétricos. Neste aspecto, dispositivos extremamente compactos podem ser produzidos em tecnologia de circuito impresso, visando operação em elevadas frequências (a partir de 15 GHz). Sa'don et al. (2019), por exemplo, projetaram uma antena de fenda retangular, em tecnologia de circuito impresso com filme fino de grafeno (com espessura de 100 nm) depositado sobre um substrato dielétrico de filme de poliimida *Kapton*, com espessura de 76 μ m, $\varepsilon_r = 3.5$ e tan $\delta = 0.0020$. O detalhamento desta topologia é demonstrado na Figura 2.11. Este projeto foi desenvolvido para frequência central de 15 GHz. O elemento simples construído foi validado com ganho de 2.87 dBi e eficiência de irradiação de 67,44%. Adicionalmente, a rede linear com quatro elementos apresentou banda de operação entre 14.30 GHz e 15.71 GHz e ganho de 9.28 dBi.

Figura 2.11 – Esquemático da topologia de antena de fenda baseada em filme fino de grafeno.



Fonte: Retirado de Sa'don et al. (2019).

A gama de potenciais aplicações do grafeno no desenvolvimento de dispositivos de telecomunicações é consideravelmente grande, conforme alguns exemplos descritos anteriormente. Esta versatilidade permite sua utilização em materiais compósitos como absorvedores eletromagnéticos, ou também como material condutor elétrico, em sistemas produzidos em tecnologia de circuito impresso.

2.9 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL E APLICAÇÕES DE MATERI-AIS DIELÉTRICOS EM TELECOMUNICAÇÕES

Em Li et al. (2019), os autores investigaram as propriedades termoquímicas e dielétricas de compostos baseados em uma mistura de casca de noz e minério de manganês. O método da cavidade ressonante foi empregado como técnica de análise das propriedades dielétricas desta mistura. O experimento desenvolvido consistiu na aplicação, por meio de um tubo de alumínio conectado à cavidade, de uma determinada quantidade de calor, com o intuito de aumentar a temperatura no seu interior e, com isso, extrair os dados de frequência ressonante, variação da constante dielétrica e tangente perdas em função da variação de temperatura. Observou-se que, para temperaturas superiores a 200 °C, as amostras apresentaram tangente de perdas dielétricas consideravelmente baixas (quase nulas) e, no intervalo de temperatura ambiente a 200 °C, cerca de 0,0400. A constante dielétrica das amostras, por sua vez, praticamente não apresentou variações consideráveis para temperaturas superiores a 200 °C e, para o intervalo de temperatura ambiente a 200 °C, $\varepsilon_r \approx 8,5000$.

Em Kombolias et al. (2020), os autores propuseram o desenvolvimento de uma técnica de análise baseada no método da cavidade ressonante com perturbação material, para a determinação da matéria-prima precursora de cada amostra analisada. Esta técnica foi denominada RCDS (do inglês, *resonant cavity dielectric spectroscopy*). A motivação deste estudo experimental consistiu em buscar-se um método não-destrutivo de caracterização das propriedades de amostras de papel provenientes de diferentes matérias-primas e com diferentes datas de fabricação (em anos), visto que os demais métodos convencionais incluem testes destrutivos. Os autores conseguiram determinar parâmetros como idade da amostra e sua composição analisando o modo como a constante de perdas dielétricas variou para cada amostra.

Nath et al. (2020) desenvolveram um estudo experimental sobre absorvedores eletromagnéticos baseados em estruturas graduadas para aplicações militares (com frequências de operação em banda X – de 8,2 a 12,4 GHz), mais especificamente em tecnologia *stealth.* A matéria-prima utilizada foi sílica proveniente da casca de arroz (SCA), obtida misturando-se, inicialmente a casca de arroz com NaOH e, posteriormente, lavando-a em água destilada por três vezes, antes do processo de queima em forno elétrico. A cinza escura resultante, novamente foi queimada em forno elétrico para extração da sílica. O material resultante foi misturado a uma matriz de resina epóxi para obtenção de um composto sólido, após o processo de cura à temperatura de 50 °C por 24 horas. Em termos de absorção eletromagnética, as amostras apresentam melhores resultados em frequências entre 9,5 e 11 GHz, com coeficientes de reflexão variando entre -18 dB e -24 dB.

Mishra, Nath e Mishra (2020) desenvolveram um material absorvedor eletromagnético a partir da mistura entre casca de arroz moída e resina epóxi. Esta caracterização foi realizada considerando, também, a banda X e um *setup* formado por duas antenas corneta (transmissora e receptora), onde as amostras foram posicionadas entre estas. Os autores verificaram um comportamento de decaimento no valor de ε_r para as frequências mais altas entre 8,6000 e 7,5900. O comportamento inverso foi observado para a constante $\tan \delta$, que apresentou variação de 0,2100 a 0,3100. Com isto, os resultados obtidos em termos de atenuação de energia eletromagnética foram mais significativos para as frequências mais altas (acima de 9 GHz).

Juwita et al. (2020) empregaram a casca de arroz como matéria-prima precursora para obtenção de carbono (CCA), para utilização em compósitos absorvedores eletromagnéticos, a partir de uma matriz de poliéster com cinco diferentes concentrações de cinzas (5%, 10%, 15%, 20% e 25%). Estes materiais foram analisados nas frequências entre 8,0 e 12,0 GHz utilizando o método do guia de onda e um analisador de redes vetorial. As amostras produzidas com adição de 20% de cinza apresentaram maior capacidade de absorção de energia eletromagnética na banda de 9,7 a 11,0 GHz.

Fang, Weng e Sun (2020a) projetaram uma antena DRA, com diagrama de irradiação omnidirecional e polarização circular, cujo ressonador dielétrico foi produzido com vidro ($\varepsilon_r = 6,8500$). O protótipo construído foi dimensionado para funcionamento na banda WLAN (do inglês *wireless local area network*), em 5,80 GHz, e apresentou banda de operação entre 5,62 e 6,09 GHz e ganho de 5,6 dBi. O ressonador foi projetado com geometria cilíndrica, com raio de 20 mm, altura de 6,5 mm, e alimentação por meio de linhas de transmissão em tecnologia de microfita e fendas de acoplamento eletromagnético.

Por sua vez, Fang, Weng e Sun (2020b) propuseram uma topologia de antena DRA com ressonador híbrido, formado por um vidro com geometria cilíndrica e uma plataforma de excitação, em que o ressonador foi fixado. Ressonadores dielétricos com três diferentes espessuras foram analisados, sendo 8 mm, 12 mm e 16 mm, com raio de 20 mm. Os autores constataram que o ressonador com espessura de 8 mm apresentou maior largura de banda de operação, de 2,96 a 6,44 GHz.

Liu, Leung e Yang (2021) projetaram uma antena DRA omnidirecional compacta, com ressonador produzido com vidro ($\varepsilon_r = 6.85$) e geometria cilíndrica, com raio de 30.5 mm, altura de 23 mm e frequência central de 2.40 GHz. O protótipo construído apresentou banda de operação entre 2.21 e 2.65 GHz, correspondente a 18.1% de largura de banda em relação à frequência central, e ganho variando entre 0.98 e 2.04 dBi. Estes reduzidos valores de ganho foram resultantes do uso de uma geometria compacta, em que o plano de terra da antena foi drasticamente reduzido para fins de miniaturização.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Os procedimentos para implementação do protótipo empregado no método da cavidade ressonante, especificações de geometrias das amostras a serem analisadas, modelagem matemática para o cálculo da permissividade elétrica relativa e abordagem adotada para a estimativa da tangente de perdas dielétricas, obtenção da CCA e CCpAn, e preparação das amostras a serem caracterizadas são descritos neste capítulo.

O fluxograma ilustrado na Figura 3.1 consiste em um resumo dos procedimentos discorridos nas seções do presente capítulo. Brevemente, o ordenamento e fluxo destes processos consiste na caracterização das propriedades dielétricas de diferentes materiais, por meio do método da cavidade ressonante operando na frequência de 3,5 GHz. A constante ε_r de cada amostra é calculada a partir da frequência de ressonância medida com a cavidade carregada (f_a) com o emprego de equações empíricas estimadas para a modelagem do sistema experimental. Paralelamente, o parâmetro tan δ é estimado por meio de simulações paramétricas no *software* ANSYS HFSS[®], sendo que este termo, correspondente ao material da amostra modelada, é variado até que se encontre o valor no qual a magnitude do parâmetro S_{21} simulado na frequência f_a (S_{21f_a}) seja igual à medida experimental.

Figura 3.1 – Fluxograma de procedimentos para caracterização das propriedades dielétricas das amostras.



Fonte: Autoria própria.

3.1 ESPECIFICAÇÕES E VALIDAÇÃO DO MÉTODO DA CAVIDADE RESSONANTE

Inicialmente, estabeleceram-se as especificações iniciais em termos de método e frequência de análise (f_0) para caracterização das propriedades dielétricas das amostras. Assim, foi definido que $f_0 = 3.5$ GHz, por esta ser a frequência padrão para testes de materiais e dispositivos em desenvolvimento visando atender a tecnologia 5G, conforme descrito no capítulo 1.

A técnica escolhida para ser utilizada como dispositivo de medição na análise das amostras foi o método da cavidade ressonante, com geometria cilíndrica. Esta escolha é justificada por este método ser amplamente utilizado na caracterização das propriedades dielétricas de materiais em trabalhos científicos encontrados na literatura.

Cabe salientar aqui, no entanto, que o método da cavidade ressonante (como o nome sugere) fornece o resultado medido sobre a frequência de ressonância referente a cada amostra inserida em seu interior (fenômeno de perturbação material, explicado na seção 2.2) e, a partir deste parâmetro, a respectiva constante ε_r é calculada. Para isto, é necessário que a equação característica, que modela o sistema formado pela cavidade ressonante e amostra (e considera as geometrias da amostra e do interior da cavidade) e, consequentemente, o modo como o termo f_a varia de acordo com diferentes valores de ε_r , seja determinada previamente.

O experimento realizado para a definição da geometria de amostras mais adequada a este estudo foi descrito em Pereira et al. (2021). Neste estudo, o método da cavidade ressonante foi proposto e, por meio da modelagem estatística fatorial 2^2 (com dois fatores de variação, material e espessura *h* das amostras dielétricas), analisado teoricamente. Estatisticamente, amostras com *h* superior a 4,4 mm proporcionam leituras mais precisas para f_a de materiais distintos.

Nesta análise, um nível de significância $\alpha = 0,01$ foi considerado; logo, o grau de confiabilidade do comportamento observado neste estudo, a ser replicado em experimentos práticos subsequentes, é de 99%. A validação prática do protótipo construído e da modelagem matemática desenvolvida para o cálculo de ε_r a partir de f_a foi realizada com a caracterização de amostras de dois materiais poliméricos comerciais: nylon ($\varepsilon_r = 3,10$) e polietileno de alta densidade (PEAD) ($\varepsilon_r = 2,25$). As constantes ε_r calculadas para cada amostra a partir das respectivas frequências f_a , por meio das equações desenvolvidas, foram coerentes com as respectivas constantes dielétricas especificadas para os materiais. Assim, a metodologia de modelagem matemática desenvolvida para este experimento é adequada a ser replicada para a caracterização de amostras com diferentes geometrias, desde que estas informações sejam consideradas na análise paramétrica realizada para estimativa das equações empíricas (PEREIRA et al., 2021).

As dimensões físicas da cavidade (diâmetro e altura internos) foram estimadas, teoricamente, a partir de f_0 , por meio da equação (2.29). A altura, ou profundidade interna, foi fixada como sendo d = 65 mm, para fins de simplificação de cálculo. Assim, a equação (2.29) foi manipulada, colocando em evidência o termo *a*, tal que

$$a = \frac{p'_{nm}}{\sqrt{\left(\frac{f_{nml}2\pi\sqrt{\mu_{rv}\varepsilon_{rv}}}{c}\right)^2 - \left(\frac{l\pi}{d}\right)^2}}.$$
(3.1)

Foi definido, também, que a cavidade deveria funcionar sintonizada no modo fundamental TE_{111} , onde n = m = l = 1. Assim, a raiz da derivada da função de Bessel de primeira espécie adequada é $p'_{11} = 1,841$, de acordo com os valores tabelados em Pozar (2011). Adicionalmente, como o interior do dispositivo é, inicialmente, totalmente preenchido por ar ($\varepsilon_{rv} = \mu_{rv} \approx 1$), então tem-se que

$$a = \frac{1,841}{\sqrt{\left(\frac{3,5\times10^92\pi}{c}\right)^2 - \left(\frac{\pi}{65\times10^{-3}}\right)^2}} = 33,404 \text{ mm.}$$
(3.2)

Tendo como base diferentes trabalhos, como Rydholm (2015), Liu et al. (2017) e Li et al. (2019), a cavidade utilizada neste estudo também foi projetada de modo a possuir duas portas de excitação. Assim, a informação de f_a referente a cada amostra medida é obtida nas curvas de perda de retorno (parâmetros S_{11} ou S_{22} neste caso específico) e a informação para estimativa da respectiva constante $\tan \delta$ é obtida a partir dos parâmetros de perda de inserção (parâmetros S_{21} ou S_{12} neste caso específico), derivados da matriz espalhamento (seção 2.3) medida.

Deste modo, e considerando as dimensões físicas iniciais calculadas com a equação (3.2), o modelo da cavidade foi desenhado no *software* de análise eletromagnética ANSYS HFSS[®]. Dois conectores SMA tipo fêmea (KLC Conectores, 2020), juntamente com dois excitadores filamentares de cobre, foram incluídos com objetivo de modelar os excitadores eletromagnéticos. Estes elementos foram dimensionados, inicialmente, com comprimento próximo a $\lambda_0/4$, correspondendo a, aproximadamente, 20 mm. A distância entre si foi ajustada de modo a obter-se um acoplamento de energia satisfatório entre as portas. Adicionalmente, na extremidade oposta às fontes de excitação, um rebaixo com diâmetro de 30 mm e profundidade de 1 mm foi introduzido, para garantir o correto encaixe das amostras em seu interior. O modelo inicial de simulação da cavidade ressonante está representado na Figura 3.2.

As dimensões físicas da cavidade, estimadas inicialmente e otimizadas após simulações eletromagnéticas, são mostradas na Tabela 3.1. Pode-se observar que existe uma considerável diferença entre o parâmetro *d* estimado inicialmente e o otimizado através das simulações. Tal diferença ocorre, principalmente, devido à excitação da cavidade ressonante, pois este fator não é considerado na análise teórica em que se baseou a obtenção da Equação 3.2. Esta mesma explicação aplica-se à diferença observada en-



Figura 3.2 – Modelo inicial de simulação eletromagnética da cavidade cilíndrica.

Fonte: Elaborado pelo autor.

tre os comprimentos dos pinos de excitação, cujo valor obtido após as simulações foi de 7,56 mm. Constatou-se, também, através das simulações computacionais, que o melhor acoplamento de energia entre os dois excitadores foi obtido ao posicioná-los a uma distância de 25 mm entre si.

Tabela 3.1 –	Dimensões f	lísicas da	cavidade	ressonant	e.

Dimensão	Valor estimado (mm)	Valor otimizado (mm)
a	33,40	32,40
d	$65,\!00$	41,50
l	20,00	$7,\!56$

Fonte: Elaborado pelo autor.

A cavidade foi montada e medida com o analisador de redes sem nenhuma amostra inserida em seu interior, conforme o *setup* experimental mostrado na Figura 3.3.

Os parâmetros S_{11} e S_{21} simulados e medidos, considerando a cavidade ressonante vazia, são mostrados na Figura 3.4. A frequência de ressonância do protótipo corresponde a 3,49 GHz, que representa um desvio de apenas 10 MHz da frequência central $f_0 = 3,5$ GHz estabelecida originalmente. Este desvio pode ser explicado pelo fato de as peças da cavidade terem sido produzidas sem o auxílio de ferramentas de elevada precisão e, também, por o comprimento dos excitadores ter sido ajustado manualmente. Tais fatores influenciam os resultados práticos, porém este pequeno desvio em frequência, inferior a 0,3 %, não compromete a utilização deste protótipo para caracterização das amostras.



Figura 3.3 – Setup de caracterização: analisador de redes e cavidade ressonante.

Fonte: Adaptado de Pereira et al. (2021).





Fonte: Adaptado de Pereira et al. (2021).

3.2 ESPECIFICAÇÕES DAS GEOMETRIAS DAS AMOSTRAS

Inicialmente, a geometria das amostras foi definida como cilíndrica, com diâmetro D = 28 mm (menor que o diâmetro do rebaixo no interior da cavidade, para garantir o encaixe das amostras) e espessura h = 4,5 mm, com base no estudo estatístico desenvolvido por Pereira et al. (2021). Conforme analisado pelos autores, as amostras com espessuras h = 4,4 mm e h = 5,5 mm proporcionaram leituras de f_a mais precisas e, consequentemente, valores mais fidedignos de ε_r calculados. A Figura 3.5 mostra sua representação ilustrativa. Adicionalmente, também foram consideradas amostras com geometria cúbica (cuja representação ilustrativa é mostrada na Figura 3.6) com arestas medindo w = 7,8 mm e w = 11,0 mm, para o caso da análise dos vidros. Amostras com esta geometria, em específico, foram utilizadas para a verificação do comportamento isotrópico (ou anisotrópico), em termos das propriedades dielétricas, dos vidros analisados.

Figura 3.5 – Representação ilustrativa da geometria das amostras cilíndricas.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 3.6 – Representação ilustrativa da geometria das amostras cúbicas.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O procedimento experimental para a verificação do comportamento isotrópico das propriedades dielétricas das amostras cúbicas consiste no seu posicionamento, no interior da cavidade, em três orientações diferentes em termos de suas faces, conforme ilustrado na Figura 3.7. Deste modo, se para todas estas posições analisadas o valor de f_a medido for o mesmo, pode-se inferir que a constante ε_r do material da amostra é escalar e, portanto, o material é isotrópico. Caso contrário, o termo ε_r consiste em uma grandeza tensorial e o material da amostra possui comportamento anisotrópico.

Figura 3.7 – Representação ilustrativa da identificação das posições da amostra cúbica: (a) posição 1 - "face 1" orientada para cima; (b) posição 2 - "face 2" orientada para cima; e (c) posição 3 - "face 3" orientada para cima



Fonte: Elaborado pelo autor.

A geometria cilíndrica também foi considerada para a produção das amostras provenientes de grafeno, grafite, CCA e CCpAn. Porém, neste caso específico, o diâmetro foi de D = 30 mm, em razão de este ser o diâmetro interno do "molde" da embutidora (equipamento utilizado para produção de amostras sólidas a partir de materiais em pó) e espessura h = 4.5 mm.

3.3 MODELAGEM MATEMÁTICA EXPERIMENTAL

Para a determinação das equações para o cálculo de ε_r a partir de f_a medida para cada amostra inserida na cavidade, algumas simulações paramétricas foram realizadas no *software* ANSYS HFSS[®], resultando em curvas de calibração específicas para cada geometria de amostra mencionada na seção anterior.

Tal como realizado por Pereira et al. (2021), o valor da constante dielétrica do material da amostra modelada no *software* foi variado de 2 até 20 com passo 1, e os respectivos valores para f_a foram listados em planilhas do Excel[®], para estimativa das equações de modelagem do sistema experimental seguindo o procedimento apresentado na seção 2.2. Os autores validaram suas equações obtidas por esta metodologia calculando as constantes ε_r de amostras de nylon e PEAD, cujos resultados obtidos apresentaram concordância com os valores teóricos mencionados.

A Tabela 3.2 mostra os valores de f_a obtidos para cada ε_r considerado nesta análise, para o caso das amostras cilíndricas com D = 28 mm e D = 30 mm. Para as amostras cúbicas, a Tabela 3.3 mostra os referidos dados para w = 7,8 mm e w = 11,0 mm. Em ambas as tabelas, as razões de frequência $(f_0 - f_a)/f_0$ correspondentes a cada ε_r também são mostradas.

Figura 3.8 – "Curvas de calibração" para modelagem matemática experimental considerando: (a) amostras com geometria cilíndrica e h = 4,5 mm; e (b) amostras com geometria cúbica.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A partir dos dados presentes nas colunas " $\varepsilon_r - 1$ " e " $(f_0 - f_a)/f_0$ " das Tabelas 3.2 e 3.3, as curvas de calibração destes sistemas foram obtidas. Cada equação correspondente a estas curvas possui notação generalizada de acordo com a Equação (2.30). As curvas características correspondentes às amostras cilíndricas e cúbicas são mostradas

		D = 28 mm	m	D = 30 mm	m
ε_r	$\varepsilon_r - 1$	f_a (GHz)	$(f_0 - f_a)/f_0$	f_a (GHz)	$(f_0 - f_a)/f_0$
2	1	3,4400	0,0143	$3,\!4350$	0,0157
3	2	$3,\!4160$	0,0212	$3,\!4070$	0,0238
4	3	$3,\!4010$	0,0255	$3,\!3930$	0,0278
5	4	$3,\!3910$	0,0284	$3,\!3820$	0,0309
6	5	$3,\!3830$	0,0306	$3,\!3740$	0,0332
7	6	$3,\!3770$	0,0324	$3,\!3670$	0,0352
8	7	$3,\!3720$	0,0338	3,3600	0,0372
9	8	3,3680	0,0349	$3,\!3560$	0,0384
10	9	$3,\!3650$	0,0358	$3,\!3520$	0,0395
11	10	3,3620	0,0367	$3,\!3510$	0,0398
12	11	$3,\!3590$	0,0375	$3,\!3450$	0,0415
13	12	$3,\!3570$	0,0381	$3,\!3410$	0,0427
14	13	$3,\!3550$	0,0387	$3,\!3400$	0,0430
15	14	$3,\!3530$	0,0392	$3,\!3350$	0,0444
16	15	$3,\!3510$	0,0398	$3,\!3330$	0,0450
17	16	3,3490	0,0404	$3,\!3300$	0,0458
18	17	$3,\!3470$	0,0409	3,3260	0,0470
19	18	$3,\!3450$	0,0415	$3,\!3250$	0,0473
20	19	3,3440	0,0418	3,3190	0,0490

Tabela 3.2 – Parâmetros para modelagem matemática experimental considerando amostras com geometria cilíndrica.

Fonte: Elaborado pelo autor.

na Figura 3.8 (a) e (b), respectivamente. De acordo com o *software* Excel[®], as equações que descrevem as curvas apresentadas na Figura 3.8 (a) são

$$(f_0 - f_a)/f_0 = 0,0092 \ln (\varepsilon_r - 1) + 0,0152$$
 (3.3)

е

$$(f_0 - f_a) / f_0 = 0.0108 \ln (\varepsilon_r - 1) + 0.0158$$
(3.4)

para D = 28 mm e D = 30 mm, respectivamente. Agora, manipulando as equações (3.3) e (3.4) de modo a colocar em evidência o parâmetro ε_r no lado esquerdo da igualdade,

$$\varepsilon_r = e^{\left[\frac{(f_0 - f_a)/f_0 - 0.0152}{0.0092}\right]} + 1$$
 (3.5)

е

$$\varepsilon_r = e^{\left[\frac{(f_0 - f_a)/f_0 - 0.0158}{0.0108}\right]} + 1.$$
 (3.6)

De maneira semelhante, as equações que descrevem as curvas apresentadas na Figura 3.8 (b) para w = 7.8 mm e w = 11.0 mm, respectivamente, são dadas por

$$(f_0 - f_a) / f_0 = -2 \times 10^{-7} x^4 + 1 \times 10^{-5} x^3 - 3 \times 10^{-4} x^2 + 4.3 \times 10^{-3} x + 3 \times 10^{-4}$$
 (3.7)

		w = 7.8 m	m	w = 11,0 r	nm
ε_r	$\varepsilon_r - 1$	f_a (GHz)	$(f_0 - f_a)/f_0$	f_a (GHz)	$(f_0 - f_a)/f_0$
2	1	$3,\!4750$	0,0043	$3,\!4450$	0,0129
3	2	$3,\!4630$	0,0077	$3,\!4090$	0,0232
4	3	$3,\!4520$	0,0109	$3,\!3780$	0,0321
5	4	$3,\!4440$	0,0132	$3,\!3490$	0,0404
6	5	$3,\!4360$	$0,\!0155$	3,3240	0,0476
7	6	$3,\!4300$	0,0172	$3,\!3040$	0,0533
8	7	$3,\!4240$	0,0189	$3,\!2880$	0,0579
9	8	$3,\!4190$	0,0203	$3,\!2700$	0,0630
10	9	$3,\!4140$	0,0218	$3,\!2560$	0,0670
11	10	$3,\!4100$	0,0229	$3,\!2390$	0,0719
12	11	$3,\!4070$	0,0238	$3,\!2260$	0,0756
13	12	$3,\!4040$	0,0246	$3,\!2140$	0,0791
14	13	$3,\!4000$	0,0258	3,2030	0,0822
15	14	$3,\!3980$	0,0263	$3,\!1880$	0,0865
16	15	$3,\!3950$	0,0272	$3,\!1830$	0,0879
17	16	$3,\!3920$	0,0281	$3,\!1750$	0,0902
18	17	$3,\!3900$	0,0286	$3,\!1720$	0,0911
19	18	$3,\!3880$	0,0292	$3,\!1650$	0,0931
20	19	3,3860	0,0298	$3,\!1570$	0,0954

Tabela 3.3 – Parâmetros para modelagem matemática experimental considerando amostras com geometria cúbica.

Fonte: Elaborado pelo autor.

е

$$(f_0 - f_a) / f_0 = -8 \times 10^{-7} x^4 + 4 \times 10^{-5} x^3 - 9 \times 10^{-4} x^2 + 1,27 \times 10^{-2} x + 1,2 \times 10^{-3}.$$
 (3.8)

Finalmente, igualando as equações (3.7) e (3.8) à zero, é possível aplicar algum tipo de recurso computacional para o cálculo de suas raízes, tal como o comando *roots*, disponível no *software* MATLAB[®]. As equações polinomiais resultantes são

$$-2 \times 10^{-7} x^4 + 1 \times 10^{-5} x^3 - 3 \times 10^{-4} x^2 + 4, 3 \times 10^{-3} x + 3 \times 10^{-4} - (f_0 - f_a) / f_0 = 0$$
(3.9)

е

$$-8 \times 10^{-7} x^4 + 4 \times 10^{-5} x^3 - 9 \times 10^{-4} x^2 + 1,27 \times 10^{-2} x + 1,2 \times 10^{-3} - (f_0 - f_a) / f_0 = 0.$$
 (3.10)

Na situação particular de amostras com geometria cúbica, a representação das curvas de calibração por meio de equações polinomiais de quarta ordem é mais fidedigna e possibilita a minimização de erros no cálculo de ε_r . O valor de f_a medido para cada amostra deve ser substituído na equação (3.9) ou (3.10), de acordo com a dimensão da aresta, e suas soluções devem ser calculadas numericamente. A solução de interesse é

um valor puramente real e, a partir desta, a constante ε_r é obtida como

$$\varepsilon_r = x + 1. \tag{3.11}$$

3.4 OBTENÇÃO DA CCA E CCPAN

A casca de arroz (Figura 3.9 (a)) utilizada nesta pesquisa foi doada pela Indústria CERGRAL LTDA, de uma área de plantio de arroz localizada na região do município de Itaqui, RS. Antes do processo de queima, esta matéria-prima foi submetida a um ciclo de lavagem com água convencional e, em seguida, a um ciclo de lavagem com água destilada. Posteriormente, foi colocada em uma estufa para secagem em 100 °C durante 24 horas.

Foram realizadas queimas, em um forno do tipo mufla, considerando duas condições distintas: 400 °C - 30 min, com rampa de aquecimento de 10 °C/min (CCA40030); e 800 °C - 5 h, com rampa de aquecimento de 10 °C/min (CCA8005h). A primeira condição de queima, segundo Perez (2019) e Dalosto et al. (2020), proporciona cinzas com teor mais elevado de carbono e menor densidade, enquanto que a segunda condição de queima, de acordo com Gonçalves (2019) e Lima (2020), resulta em cinzas com coloração mais clara, podendo variar de cinza claro ao branco, e predominante concentração de sílica (especificamente no caso da CCA) e alguns outros óxidos minoritários.

A CCA40030 obtida é mostrada na Figura 3.9 (b). Esta cinza possui coloração preta e baixa densidade, estando de acordo com o aspecto descrito pelos autores previamente citados. Na Figura 3.9 (c), a CCA8005h obtida é mostrada. Esta, por sua vez, possui coloração cinza clara e sua densidade é parecida com a observada na CCA40030. Estes aspectos visuais estão, também, de acordo com as descrições documentadas pelos autores anteriormente referenciados.

O capim Annoni seco (Figura 3.10 (a)) utilizado nesta pesquisa é oriundo do município de Mata, RS. O primeiro procedimento de tratamento desta matéria-prima consistiu em seu corte em pequenos pedaços (medindo entre 2 cm e 5 cm), para facilitar seu manuseio nos demais processos. O mesmo procedimento de lavagem e secagem, descrito no primeiro parágrafo desta seção, foi também realizado para esta matéria-prima e as mesmas condições de queima consideradas para obtenção das CCA foram utilizadas para obtenção das CCpAn. Assim: 400 °C - 30 min, com rampa de aquecimento de 10 °C/min (CC-pAn40030); e 800 °C - 5 h, com rampa de aquecimento de 10 °C/min (CCpAn8005h).

A CCpAn40030 resultante é mostrada na Figura 3.10 (b). Esta cinza possui, também, coloração preta semelhante à CCA40030, que indica a predominância de moléculas de carbono em sua composição. Por outro lado, apesar de ser um material volumoso,



Figura 3.9 – Diferentes estágios dos materiais: (a) casca de arroz *in natura*; (b) CCA40030; (c) CCA8005h.

Fonte: Elaborado pelo autor.

sua densidade é visivelmente menor que aquela obtida para a CCA40030. Esta característica foi observada, também, por Dalosto et al. (2020). E, a CCpAn8005h é demonstrada na Figura 3.10 (c). Esta cinza possui coloração cinza, levemente mais escura que a CCA8005h, possivelmente pela presença de algumas moléculas de carbono desordenadas, remanescentes do processo de queima. Trata-se, também, de um material volumoso, porém de grande densidade, sendo maior que aquelas observadas para as demais cinzas obtidas.

Todos os processos de queima foram realizados considerando 50 g de biomassa. Assim, as diferentes condições de temperatura e tempo utilizadas resultaram em diferentes quantidades de cinzas. Por meio destas informações, o rendimento percentual (*R*) de cada processo em relação à matéria-prima precursora foi estimado. Na Tabela 3.4, as massas (em gramas) e os rendimentos percentuais de cada cinza obtida são comparadas com a massa de matéria-prima, de acordo com as condições de queima as quais foram submetidas. As cinzas provenientes da casca de arroz apresentaram rendimento maior que as obtidas a partir do capim Annoni seco nos dois processos de queima. Isto ocorreu, pois o capim Annoni é um biomaterial volumoso, porém muito leve, enquanto que a casca de arroz é significativamente mais pesada e seu volume é menor, sendo mais densa. Adici-



Figura 3.10 – Diferentes estágios dos materiais: (a) capim Annoni seco e cortado; (b) CCpAn40030; (c) CCpAn8005h.



onalmente, as cinzas obtidas pelo processo 800 °C - 5 h apresentaram rendimento mais baixo do que as obtidas no processo 400 °C - 30 min, porque, como descrito por Liou (2004) e Onojah et al. (2013), em temperaturas mais elevadas ocorre a total redução da matéria orgânica em um primeiro momento e, em seguida, dos compostos carbonosos restantes, enquanto que, em temperaturas mais baixas, a etapa de redução destes últimos não ocorre.

Tabela 3.4 – Rendimento pero	centual dos processos	de queima.
------------------------------	-----------------------	------------

Procedimento de queima	Biomassa (g)	CCA (g)	<i>R</i> (%)	CCpAn (g)	<i>R</i> (%)
400 ℃ - 30 min	50,0000	24,7600	49,5200	17,0760	$34,\!1500$
800 ℃ - 5 h	50,0000	$11,\!1357$	$22,\!2700$	$2,\!1870$	4,3700
onte: Elaborado pelo autor					

Fonte: Elaborado pelo autor.

3.5 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

3.5.1 Amostras Produzidas com CCA, CCpAn, Grafeno e Grafite

As amostras baseadas em CCA, CCpAn, grafeno e grafite foram produzidas por meio do processo de embutimento, cuja sequência de passos é descrita no Anexo A. Resumidamente, este processo consiste em adicionar o material em pó no interior do cilindro da embutidora sobre a peça inferior do molde e, em seguida, posicionar sobre ele a peça superior do molde. Finalmente, deve-se fechar totalmente a máquina e dar início ao ciclo de aplicação de pressão e calor. A pressão deve ser controlada manualmente e mantida constante em 1000 lb/pol^2 , desde a temperatura ambiente até cerca de 145 °C (ciclo de aquecimento) e, também, durante o ciclo de resfriamento (desde 145 °C até a temperatura ambiente). Ao término do processo, a amostra possui aspecto de uma "pastilha" formada pelo agregado do material em pó.

O grafeno (gfn) utilizado é beneficiado e comercializado pela Amazonas Grafeno. O grafite (gft) utilizado, por sua vez, é processado e comercializado pela Nacional Grafite. Também foi produzida uma amostra de referência, totalmente formada por baquelite (bq), e, ainda, três amostras a partir da mistura (em concentrações percentuais controladas) de baquelite e grafeno. A mistura deste material aglutinante possibilitou a produção de amostras mais firmes e, consequentemente, mais resistentes ao manuseio. As massas (em gramas) necessárias para a produção de amostras com diâmetro de 30 mm e h = 4,5 mm são mostradas na Tabela 3.5. Estas amostras são, respectivamente: bq100 (referência, 100% baquelite), gfn100 (100% grafeno), gft100 (100% grafite), gfn40 (40%grafeno - 60% baquelite), gfn50 (50% grafeno - 50% baquelite) e gfn60 (60% grafeno - 40%baquelite).

		massa (g)	
Proporção (bq-material)	bq	gfn	gft
100% - $0%$ (referência)	$5,\!5534$	-	-
0% - $100%$	-	5,5251	-
0% - $100%$	-	-	$5,\!8939$
60% - $40%$	3,3322	2,3490	-
50% - $50%$	2,7767	2,9398	-
40% - 60%	2,2214	$3,\!5262$	-

Tabela 3.5 – Concentrações em gramas para amostras de materiais carbonosos.

Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras produzidas a partir de somente um material em pó, bq100, gfn100 e gft100, são mostradas na Figura 3.11. É importante ressaltar que, as amostras gfn100 e gft100 exibiram estrutura semelhante a um agregado de partículas de pó e apresentaramse bastante delicadas ao manuseio. Em contrapartida, a amostra bq100 ficou totalmente sólida, pois o baquelite é o material em pó mais adequado a ser empregado nas condições de temperatura e pressão da embutidora disponível para a preparação destas amostras. De acordo com Aleem et al. (2021), a especificação comercial comumente descrita para este material indica que $\varepsilon_r \approx 5,5000$.

Figura 3.11 – Amostras produzidas a partir de materiais carbonosos: (a) bq100; (b) gfn100; (c) gft100.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Ademais, as amostras produzidas a partir da combinação entre diferentes concentrações de baquelite e grafeno, gfn40, gfn50 e gfn60, são mostradas na Figura 3.12. A adição de baquelite misturado ao grafeno possibilitou a produção de amostras mais firmes, sendo que a combinação 40% baquelite - 60% grafeno resultou em uma amostra semelhante a um agregado de partículas em pó.

Figura 3.12 – Amostras produzidas a partir de materiais carbonosos: (a) gfn40; (b) gfn50; (c) gfn60.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O método de embutimento não foi eficaz para a produção de amostras puramente formadas por CCA e CCpAn. Então, as cinzas moídas foram misturas ao baquelite, seguindo as mesmas combinações de proporções mencionadas anteriormente. Assim, as massas de CCA e CCpAn foram estimadas para cada combinação, visando a obtenção de amostras sólidas com diâmetro de 30 mm e h = 4,5 mm e, considerando, também, que cada tipo de cinza possui densidade diferente. A Tabela 3.6 mostra a quantidade em massa de cada cinza e baquelite para obtenção das amostras.

			massa (g)		
Proporção (bq-cinza)	bq	CCA40030	CCA8005h	CCpAn40030	CCpAn8005h
60% - $40%$	3,3322	1,2258	1,5920	0,9893	1,8208
50% - $50%$	2,7767	1,7133	1,9890	1,2367	2,5960
40% - 60%	$2,\!2214$	$1,\!9381$	$2,\!3870$	$1,\!4839$	$3,\!1437$

Tabela 3.6 – Concentrações em gramas para cada proporção de mistura baquelite-cinza.

Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras resultantes da combinação entre baquelite e CCA são mostradas na Figura 3.13. O código de nomenclatura para identificação destas consiste em CCA400301 para combinação 60% baquelite - 40% cinza, CCA400302 para 50% baquelite - 50% cinza, CCA400303 para 40% baquelite - 60% cinza, CCA8005h1 para 60% baquelite - 40% cinza, CCA8005h2 para 50% baquelite - 50% cinza e CCA8005h3 para 40% baquelite - 60% cinza.

Figura 3.13 – Amostras produzidas a partir de CCA: (a) CCA400301; (b) CCA400302; (c) CCA400303; (d) CCA8005h1; (e) CCA8005h2 e (f) CCA8005h3.



Fonte: Elaborado pelo autor.

De maneira semelhante, as amostras resultantes da combinação entre baquelite e CCpAn são mostradas na Figura 3.14. O código de nomenclatura para identificação consiste em CCpAn400301 para combinação 60% baquelite - 40% cinza, CCpAn400302 para 50% baquelite - 50% cinza, CCpAn400303 para 40% baquelite - 60% cinza, CCpAn8005h1 para 60% baquelite - 40% cinza, CCpAn8005h2 para 50% baquelite - 50% cinza e CC-pAn8005h3 para 40% baquelite - 60% cinza.

Todas as amostras produzidas a partir das combinações entre baquelite e cinzas formaram estruturas sólidas e firmes. É importante destacar, entretanto, que a combinação

Figura 3.14 – Amostras produzidas a partir de CCpAn: (a) CCpAn400301; (b) CC-pAn400302; (c) CCpAn400303; (d) CCpAn8005h1; (e) CCpAn8005h2 e (f) CCpAn8005h3.



Fonte: Elaborado pelo autor.

40% baquelite - 60% cinza é o "limite" máximo de concentração de cinza na mistura, pois as tentativas realizadas em laboratório para produzir amostras sólidas com 70% de cinza e somente 30% de baquelite não foram bem-sucedidas. Assim, é necessário pelo menos uma concentração de 40% de baquelite para garantir que a amostra seja totalmente sólida e manipulável sem que sua geometria seja alterada ao simples toque.

3.5.2 Amostras de Vidro Produzidos a partir de CCA

As amostras de vidro com geometrias cilíndrica e cúbica com w = 7.8 mm foram produzidas a partir das concentrações de reagentes químicos referentes às colunas "vidro 1" e "vidro 2", listadas na Tabela 3.7. As amostras cúbicas com w = 11.0 mm, por sua vez, foram produzidas por Lima (2020), seguindo as concentrações de reagentes químicos correspondentes às colunas "vidro 3" e "vidro 4", listadas também na Tabela 3.7.

As amostras com geometria cilíndrica foram nomeadas como VCI1 ("vidro 1") e VCI2 ("vidro 2"). As amostras cúbicas com w = 7.8 mm, por sua vez, foram nomeadas como VCU1 ("vidro 1") e VCU2 ("vidro 2"). Por fim, as amostras cúbicas com w = 11.0 mm foram denominadas como VCU3 ("vidro 3") e VCU4 ("vidro 4").

Cada tipo de vidro possui diferentes concentrações (em mol%) do reagente óxido de antimônio. Deste modo, as amostras VCI1, VCU1 e VCU3 contêm 0,00mol% de Sb₂O₃ e as amostras VCI2 e VC2, e VCU4 contêm 0,05mol% e 2,00mol%, respectivamente.

Todas as amostras foram lixadas em uma politriz, para a retificação de suas dimensões físicas e o devido ajuste de sua geometria de acordo com os parâmetros dimensio-

	massa (g)				
Rea	gente	vidro 1	vidro 2	vidro 3	vidro 4
Ar	eia	0,0000	$3,\!3790$	0,0000	0,0000
C	CA	4,5250	0,0000	4,6616	4,2358
Carbonato de s	sódio - Na ₂ CO ₃	0,7470	$0,\!6610$	1,7082	$1,\!6338$
Carbonato de	cálcio - CaCO₃	0,5390	$0,\!4230$	0,0000	0,0000
Óxido de c	álcio - CaO	0,0000	0,0000	0,5416	0,5182
Borato de sódio	- NaB ₄ O ₇ .10H ₂ O	$12,\!4200$	9,4640	$11,\!0886$	10.6062
Óxido de antimó	ônio (III) - Sb ₂ O ₃	0,0000	0,0210	0,0000	1,0060
To	otal	$18,\!2310$	$13,\!9480$	18,0000	18,0000
Fonte: Adaptado de Lima (2	2020).				

Tabela 3.7 – Composição das amostras de vidros produzidos a partir de sílica proveniente da CCA.

nais especificados na seção 3.2. Durante este processo, infelizmente, ocorreu a quebra ao meio da amostra VCI2, antes de sua medição na cavidade ressonante. Apesar disto, ainda foi possível realizar sua análise, posicionando cuidadosamente as duas "metades" no rebaixo no interior da cavidade, exatamente como indicado na Figura 3.15 (b). Ademais, a amostra VCI1 é mostrada na Figura 3.15 (a), e as amostras com geometria cúbica na Figura 3.16.

Figura 3.15 – Amostras de vidros com geometria cilíndrica: (a) VCI1 e (b) VCI2.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 3.16 – Amostras de vidros com geometria cúbica: (a) VCU1; (b) VCU2; (c) VCU3 e (d) VCU4.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

A caracterização das propriedades dielétricas das amostras descritas na seção 3.5 foi realizada de acordo com as seguintes etapas: medição da frequência de ressonância f_a de cada amostra inserida na cavidade ressonante (informação obtida a partir do parâmetro S_{11}) e da magnitude do parâmetro S_{21} correspondente à f_a (S_{21f_a}), que é sempre menor do que na situação em que a cavidade é medida vazia, pois a inserção de uma amostra cujo material possui perdas dielétricas implica que uma parte da energia eletromagnética é absorvida, não sendo acoplada de um excitador ao outro; cálculo da constante ε_r de cada amostra por meio da substituição de f_a na equação de modelagem experimental adequada de acordo com as dimensões físicas e geometria da amostra; e estimativa da constante $\tan \delta$ de cada amostra por meio de simulações paramétricas no *software* HFSS[®], variando o parâmetro $\tan \delta$ do respectivo material da amostra desenhada no modelo de simulação até verificar qual valor resulta em um parâmetro S_{21} simulado com magnitude equivalente à S_{21f_a} .

4.1 ANÁLISE DAS AMOSTRAS PRODUZIDAS A PARTIR DE GRAFENO E GRAFITE

Os parâmetros S_{11} e S_{21} medidos com a inserção das amostras, uma por vez, produzidas inteiramente com grafeno e grafite (Figura 3.11 (b) e (c)) são mostrados na Figura 4.1 (a) e (b), respectivamente. A partir das curvas em vermelho, (gfn100) as informações de $f_a = 3,3550 \text{ GHz}$ e $S_{21f_a} = -5,8510 \text{ dB}$ são obtidas. Substituindo f_a na equação (3.6), a constante dielétrica do grafeno, para estas condições experimentais, é calculada como sendo $\varepsilon_r = 9,3203$. Com a realização das simulações paramétricas, a tangente de perdas dielétricas do grafeno foi estimada como $\tan \delta = 0,7000$. Este valor é severamente alto e indica que, nestas condições, o grafeno não é adequado para ser utilizado como material dielétrico na produção de dispositivos operando nesta faixa de frequência do 5G. Entretanto, é um material muito interessante para emprego na concepção de estruturas absorvedoras de energia eletromagnética.

Para fins de comparação entre os resultados obtidos e aqueles documentados por outros autores, algumas referências foram pesquisadas, porém houve considerável dificuldade em encontrar trabalhos cuja frequência e método de caracterização fossem semelhantes aos empregados no presente trabalho. Por esta razão, os estudos referenciados a seguir sobre as propriedades dielétricas do grafeno foram desenvolvidos considerando técnicas de caracterização em microescala. Bessler, Duerig e Koren (2019) caracterizaram, por meio da técnica de microscopia de força atômica, o comportamento da constante dielétrica de uma estrutura de grafeno *bilayer*. Eles observaram que, nestas condições

Figura 4.1 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostras gfn100 e gft100; e parâmetros (c) S_{11} e (d) S_{21} amostras "gfn-bq".



Fonte: Elaborado pelo autor.

experimentais, a constante ε_r equivale a aproximadamente 6,0000. Cismaru et al. (2013), entretanto, realizaram a caracterização da constante ε_r de filmes finos de grafeno *monolayer*, entre 5 GHz e 40 GHz e, nestas condições, observaram que a constante dielétrica efetiva em 5 GHz equivale a, aproximadamente, 16,0000, porém tal valor pode ser resultante, também, de influências do substrato de ouro em que a amostra foi depositada. Estes diferentes valores de ε_r , observados nos estudos referenciados e no presente experimento, podem ser explicados por diferentes faixas de frequência terem sido utilizadas em cada análise e, também, porque neste experimento a caracterização do grafeno foi efetuada em macroescala, considerando a amostra com espessura de 4,5 mm e diâmetro de 30 mm, enquanto que os trabalhos citados consideraram técnicas de caracterização de camadas de grafeno em microescala.

De maneira semelhante, a partir das curvas em verde (gft100), as informações de $f_a = 3,3300 \text{ GHz}$ e $S_{21f_a} = -3,4430 \text{ dB}$ foram obtidas. Substituindo, então, f_a na equação (3.6) obteve-se que a constante dielétrica do grafite, para estas condições experimentais, corresponde a $\varepsilon_r = 17,1508$. Para fins de comparação, verificou-se que Hotta et al. (2011) caracterizam as constantes dielétricas de diferentes materiais carbonosos, dentre eles o grafite, considerando frequências entre 1 GHz e 10 GHz. Em 3,5 GHz, eles

obtiveram que a constante ε_r do grafite equivale a aproximadamente 17,0000, que é coerente com o resultado obtido neste estudo. Adicionalmente, com a realização das simulações paramétricas, obteve-se que a tangente de perdas dielétricas do grafite equivale a $\tan \delta = 0,2700$. Este valor é, também, consideravelmente elevado e indica que o grafite, assim como o grafeno, não é adequado para ser utilizado como material dielétrico na produção de dispositivos operando nesta faixa de frequência do 5G. Entretanto, é um material bastante interessante, também, para ser empregado no desenvolvimento de estruturas absorvedoras de energia eletromagnética.

Os parâmetros S_{11} e S_{21} medidos para as amostras produzidas a partir da combinação entre grafeno e baquelite (Figura 3.12) são mostrados na Figura 4.1 (c) e (d), respectivamente. Adicionalmente, as curvas em vermelho são correspondentes à amostra de referência bq100. Os dados experimentais f_a e S_{21f_a} obtidos a partir destas curvas são listados na Tabela 4.1. As constantes ε_r de cada amostra medida foram calculadas com a equação (3.6) e as respectivas constantes $\tan \delta$ foram estimadas por meio de simulações paramétricas. Estes parâmetros também estão listados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras "gfn-bq".

Amostra	f_a (GHz)	S_{21f_a} (dB)	ε_r	$ an \delta$
bq100	$3,\!3750$	-1,8390	$5,\!8940$	0,0840
gfn40	$3,\!3585$	-2,7010	$8,\!5825$	0,1410
gfn50	$3,\!3565$	-2,9800	$8,\!9957$	0,1720
gfn60	$3,\!3550$	-3,3330	9,3203	$0,\!2480$

Fonte: Elaborado pelo autor.

A amostra de referência bq100 possui $\varepsilon_r = 5,8940$ e tan $\delta = 0,0840$, que são valores menores que os correspondentes calculados anteriormente para a amostra gfn100. Assim, ao misturar grafeno e baquelite, as amostras resultantes apresentam propriedades dielétricas com valor menor que aquelas verificadas para a amostra produzida puramente com grafeno. Entretanto, a constante dielétrica calculada para a amostra gfn60 (contendo 60% em volume de grafeno e 40% de baquelite) é igual à calculada para a amostra gfn100, $\varepsilon_r = 9,3203$. É possível justificar esta igualdade pelo fato de o baquelite ser, também, um material carbonoso e, quando misturado ao grafeno em menor proporção de volume, não causa influência significativa na constante dielétrica da mistura resultante. Por outro lado, a tangente de perdas dielétricas da amostra gfn60 é menor que aquela estimada para a amostra gfn100. Com isto, é possível supor que, neste caso específico de combinação de grafeno e baquelite, a influência do segundo é mais significativa no comportamento de $\tan \delta$, que tende a diminuir conforme o aumento de sua concentração na mistura. Graficamente, a variação das constantes $\varepsilon_r e \tan \delta$ (Figura 4.2 (a) e (b), respectivamente) em função da variação da concentração de grafeno em proporção ao baquelite (em que a concentração de baquelite diminui proporcionalmente de acordo com o aumento da concentração de grafeno) pode ser melhor observada.



Figura 4.2 – Variação das propriedades (a) ε_r e (b) $\tan \delta$ em função da concentração de grafeno nas amostras.

Fonte: Elaborado pelo autor.

O comportamento descrito no gráfico da Figura 4.2 (a), em que a constante ε_r das amostras tem maior valor para maiores concentrações de grafeno, foi observado também por Bispo et al. (2021). Nesta pesquisa, os autores verificaram que amostras produzidas pela combinação entre a matriz polimérica e 10% de xerogel de grafeno (CGX) apresentaram constante dielétrica mais alta que a medida para a amostra de referência (100% matriz polimérica), sendo ε_r (CGX) = 4,0000 e ε_r (matriz) = 2,9900, considerando a faixa de frequências da banda X (8,2 GHz-12,4 GHz) para a análise. Liu, Yao e Zhou (2016), por sua vez, analisaram que ao adicionar diferentes concentrações percentuais de dopagem de óxido de grafeno a uma matriz polimérica de poliimida, seria possível variar sua constante ε_r . Assim, para a maior concentração de óxido de grafeno considerada (1%), obteve-se o valor mais elevado para a constante dielétrica, sendo $\varepsilon_r = 8,0000$ em 1 MHz, enquanto que ε_r (matriz) = 3,5000.

De maneira semelhante, o comportamento visualizado no gráfico da Figura 4.2 (b) indica que a constante $\tan \delta$ das amostras tem maior valor para maiores concentrações de grafeno. Este comportamento foi observado também por Liu, Yao e Zhou (2016), em que, ao adicionar diferentes concentrações percentuais de dopagem de óxido de grafeno à matriz polimérica, houve diferentes valores resultantes de $\tan \delta$. Assim, para a maior concentração de óxido de grafeno (1%) foi verificado o valor mais elevado para a tangente de perdas dielétricas, sendo $\tan \delta = 0,1200$ em 1 MHz, enquanto que $\tan \delta(\text{matriz}) = 0,0200$.

De acordo com estes resultados analisados, observa-se que, por meio da mistura de grafeno com algum material dielétrico, é possível modificar suas propriedades dielétricas e, para o caso de combinações contendo majoritária proporção de grafeno em relação ao segundo material, obtém-se compósitos com constantes dielétricas e tangentes de perdas mais altas que aquelas típicas do material da "matriz". Esta possibilidade é de grande interesse para o desenvolvimento de novos materiais absorvedores eletromagnéticos, que têm a capacidade de dissiparem energia oriunda de radiação eletromagnética em frequências de micro-ondas.

4.2 ANÁLISE DAS AMOSTRAS PRODUZIDAS A PARTIR DE CCA E CCPAN

Os parâmetros S_{11} e S_{21} medidos para a caracterização das amostras produzidas a partir das diferentes combinações entre CCA e baquelite (Figura 3.13) são mostrados na Figura 4.3. Neste caso, também, as curvas em vermelho são correspondentes à amostra de referência bq100. Os dados experimentais f_a e S_{21f_a} provenientes destas curvas são listados na Tabela 4.2, assim como as respectivas constantes ε_r , calculadas a partir dos valores de f_a com a equação (3.6), e as respectivas constantes $\tan \delta$, estimadas por meio de simulações paramétricas.

Figura 4.3 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostras "CCA40030"; e parâmetros (c) S_{11} e (d) S_{21} amostras "CCA8005h".



Fonte: Elaborado pelo autor.

Como está elencado na Tabela 4.2, as amostras produzidas a partir da CCA40030 misturada com baquelite têm constantes dielétricas variando entre 4,5129 (CCA400301) e 3,5214 (CCA400303), e constantes tan δ variando entre 0,0620 (CCA400301) e 0,0575

(CCA400303). A variação destas propriedades de acordo com a variação nas proporções entre concentrações de baquelite e CCA40030 nas amostras é semelhante àquela observada na seção anterior, para o caso das amostras "gfn-bq". Porém, neste caso, os valores de ε_r e tan δ reduzem conforme a concentração de cinza aumenta proporcionalmente à diminuição da concentração de baquelite. Assim, é possível inferir que a CCA40030 possui parâmetros ε_r e tan δ com valores ligeiramente inferiores a 3,5214 e 0,0575, respectivamente.

Por outro lado, as constantes ε_r calculadas e tan δ estimadas para as amostras produzidas a partir da CCA8005h misturada com baquelite (curvas em vermelho) apresentam variação não-linear de acordo com a variação da proporção de concentrações entre cinza e baquelite, como pode ser observado nos gráficos na Figura 4.4 (a) e (b), respectivamente. Este comportamento é devido a constante dielétrica calculada para a amostra CCA8005h3 ($\varepsilon_r = 3,8791$) possuir valor significativamente menor em comparação com os valores de ε_r das demais amostras deste grupo. Adicionalmente, este valor é mais alto que o obtido para a amostra CCA400303, que possui mesma concentração de cinza, porém oriunda de um processo de queima diferente. Tal diferença pode ser justificada porque a CCA40030 possui teor elevado de carbono, enquanto a CCA8005h possui teor de pureza mais elevado em termos de sílica e, com isto, suas propriedades dielétricas tendem a serem diferentes embora ambos os materiais sejam provenientes da mesma biomassa. De modo a reforçar esta observação, cita-se que Buz'ko et al. (2021) reportaram que a CCA com elevado teor de pureza de sílica amorfa (na ordem de 90% da massa total da cinza) apresenta $\varepsilon_r \approx 3,9900$ e tan $\delta \approx 0,1000$ na frequência de 3,5 GHz.

Amostra	f_a (GHz)	S_{21f_a} (dB)	ε_r	$ an \delta$
bq100	3,3750	-1,8390	5,8940	0,0840
CCA400301	$3,\!3875$	-1,7500	4,5129	0,0620
CCA400302	$3,\!3925$	-1,7090	4,0765	0,0600
CCA400303	$3,\!4000$	$-1,\!6960$	$3,\!5214$	$0,\!0575$
CCA8005h1	$3,\!3800$	-2,7880	$5,\!2863$	0,1480
CCA8005h2	$3,\!3825$	-2,9300	5,0112	0,1690
CCA8005h3	3.3950	-2.8170	3.8791	0.1650

Tabela 4.2 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras "CCA-bq".

Fonte: Elaborado pelo autor.

Por outro lado, Liu et al. (2014) realizaram um estudo sobre o comportamento das propriedades dielétricas da CCA obtida por meio de cinco diferentes temperaturas de queima, dentre as quais 400 °C e 800 °C, todas com tempo de 2 horas. A caracterização destas propriedades foi realizada considerando frequências entre 2 e 10 GHz. Na frequência de 3,5 GHz, as CCAs obtidas nestas duas temperaturas apresentaram ε_r de aproximadamente 8,7000 e 2,8000, e tan δ de aproximadamente 0,0200 e 0,0300, respectivamente. Estes resultados divergem bastante dos resultados obtidos neste trabalho,

Figura 4.4 – Variação das propriedades (a) ε_r e (b) $\tan \delta$ em função da variação da proporção de CCA nas amostras.



Fonte: Elaborado pelo autor.

possivelmente em razão de os autores utilizarem um substrato de parafina para a adesão das cinzas durante sua inserção no dispositivo de medições (neste caso, uma linha de transmissão coaxial). Assim, a interação entre as cinzas e a parafina resulta na alteração das propriedades dielétricas caracterizadas, semelhantemente à mistura de baquelite, realizada no presente estudo.

E, Garnayak et al. (2019), entretanto, caracterizaram as propriedades dielétricas de amostras baseadas em uma mistura de CCA (30%), obtida a partir de dois estágios de queima (400 °C - 5 h e, em sequência, 600 °C) e resina epóxi (70%). Esta análise foi desenvolvida considerando a banda X (8,2-12,4 GHz). A constante ε_r destas amostras apresenta valores variando entre 4,4800 e 4,2900, e a tan δ entre 0,0630 e 0,0800.

É conveniente salientar, então, que em muitas das análises reportadas na literatura as propriedades dielétricas determinadas possuem grande influência daquelas características dos materiais aglutinantes utilizados na produção de amostras sólidas com a CCA. Em contrapartida, os resultados apresentados por Buz'ko et al. (2021), em termos de ε_r , são razoavelmente semelhantes aos discutidos anteriormente nesta seção para o caso da amostra CCA8005h3 (com 60% de volume composto por cinza), reforçando a interpretação de que a combinação entre 40% de aglutinante e 60% de cinza, proposta no presente trabalho, resulta em compósitos cujas constantes dielétricas são muito semelhantes àquelas dos materiais em proporção majoritária na combinação.

Autores como Garnayak et al. (2019), Lee et al. (2019) e Nath et al. (2020) empregaram a CCA na mistura com resinas aglutinantes para a produção de materiais absorvedores eletromagnéticos para aplicação em tecnologia *Stealth*. Esta aplicação é pertinente, pois, como visto nos resultados obtidos na literatura e no presente estudo, compostos baseados em CCA possuem constantes $\tan \delta$ relativamente altas, proporcionando, assim, boa capacidade de absorção de energia eletromagnética. Obviamente, em termos de comparação com os resultados discutidos na seção anterior, a CCA apresenta menor tangente de perdas dielétricas que o grafeno e grafite, mas, por se tratar de um material reutilizável, proveniente de biomassa abundante na região e, consequentemente, de obtenção mais simplificada que os materiais carbonosos, é bastante competitiva e interessante de ser utilizada no desenvolvimento de compósitos absorvedores eletromagnéticos.

As amostras produzidas a partir da mistura entre CCpAn e baquelite (Figura 3.14) foram caracterizadas de acordo com os procedimentos realizados para as demais amostras, conforme discutido até aqui. A partir das informações obtidas dos parâmetros S_{11} e S_{21} , mostrados na Figura 4.5, as constantes $\varepsilon_r e \tan \delta$ foram determinadas. Estas constantes são listadas na Tabela 4.3.

Figura 4.5 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} para amostras "CC-pAn40030"; e parâmetros (c) S_{11} e (d) S_{21} para amostras "CCpAn8005h".



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras provenientes da CCpAn40030 possuem constante dielétrica mais baixa, variando entre 3,2081 e 4,2875. Seu valor tende a diminuir linearmente à medida que a concentração de cinza na mistura torna-se maior e a concentração de baquelite, menor, conforme é ilustrado graficamente na Figura 4.6 (a) (curva em azul). Este mesmo comportamento foi observado para as amostras produzidas a partir da CCA40030, porém estas têm constantes dielétricas ligeiramente mais altas. Entretanto, os termos ε_r calculados indicam, também, a predominância de moléculas de carbono na composição da CCpAn40030, assim como na CCA40030. Por outro lado, a tangente de perdas dielétri-
Amostra	f_a (GHz)	S_{21f_a} (dB)	ε_r	$\tan \delta$
bq100	3,3750	-1,8390	5,8940	0,0840
CCpAn400301	3,3900	$-1,\!6120$	4,2875	$0,\!0525$
CCpAn400302	$3,\!3975$	-1,5580	$3,\!6943$	0,0490
CCpAn400303	$3,\!4050$	$-1,\!6190$	$3,\!2081$	0,0528
CCpAn8005h1	$3,\!3560$	-4,7310	9,1025	$0,\!4540$
CCpAn8005h2	$3,\!3450$	$-7,\!1950$	$11,\!8483$	$1,\!2500$
CCpAn8005h3	$3,\!3350$	$-7,\!5530$	$15,\!1443$	$1,\!4900$

Tabela 4.3 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras "CCpAn-bq".

Fonte: Elaborado pelo autor.

cas destas amostras não apresenta comportamento linear de acordo com a variação de combinações entre concentrações de cinza e baquelite na composição, mas a variação observada é consideravelmente pequena, sendo 0,0038 a diferença entre o menor e o maior valor de tan δ .

Figura 4.6 – Variação das propriedades (a) ε_r e (b) $\tan \delta$ em função da variação da proporção de CCpAn nas amostras.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras produzidas a partir da CCpAn8005h, por sua vez, têm propriedades dielétricas com valores mais elevados que aquelas caracterizadas na análise das amostras baseadas em grafeno e grafite (seção 4.1). Conforme visto na Tabela 4.3, as constantes ε_r variam entre 9,1025 e 15,1443, e as constantes $\tan \delta$ entre 0,4540 e 1,4900. Estes valores, especialmente em termos de $\tan \delta$, são considerados altíssimos, indicando que a CC-pAn8005h possui formidável capacidade de absorção de energia eletromagnética, sendo superior à observada para os materiais carbonosos caracterizados na seção 4.1 e para as demais amostras produzidas a partir de CCA40030, CCA8005h e CCpAn40030.

Cabe salientar que a literatura científica sobre propriedades dielétricas de cinzas provenientes de capim Annoni e suas possíveis aplicações em tecnologias relacionadas a sistemas de comunicações é praticamente inexistente. Os poucos estudos contemplando esta biomassa como matéria-prima precursora consistem na produção de grafeno (DA-

LOSTO et al., 2020) e na produção de carvão ativado (CUNHA, 2019). Deste modo, na tentativa de complementar as informações apresentadas neste trabalho, e compreender de maneira mais clara as razões para tal desempenho das CCpAn, estes materiais foram caracterizados por meio da técnica de fluorescência de raios-X (FRX). Este método permite uma análise qualitativa e semiquantitativa sobre a composição dos materiais em termos de elementos e compostos químicos.

	concentração (%)		
composto	CCpAn40030	CCpAn8005h	
óxido de magnésio - MgO	0,12	3,91	
óxido de alumínio - Al ₂ O ₃	$0,\!00$	12,70	
dióxido de silício - SiO ₂	15,70	$40,\!80$	
óxido de fósforo - P ₂ O ₅	$1,\!46$	$6,\!52$	
enxofre - S	$0,\!59$	$1,\!67$	
cloro - Cl	$0,\!61$	$0,\!98$	
óxido de potássio - K ₂ O	$12,\!40$	16,00	
óxido de cálcio - CaO	$5,\!37$	$7,\!36$	
óxido de ferro - Fe_2O_3	$0,\!45$	2,02	

Tabela 4.4 – Composição química estimada para CCpAn40030 e CCpAn8005h.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Conforme a caracterização apresentada na Tabela 4.4, a CCpAn é composta por diferentes tipos de óxidos com diferentes concentrações. No caso específico da CC-pAn8005h, os componentes predominantes são o dióxido de silício (sílica, 40,80%), óxido de potássio (16,00%), óxido de alumínio (12,70%), óxido de cálcio (7,36%) e óxido de fósforo (6,52%). A combinação desta variedade de diferentes óxidos possivelmente implica na característica de elevadas perdas dielétricas e elevada constante ε_r verificadas para este material.

Por estas características e, também, por conta de ser um material obtido a partir de biomassa, cuja manutenção na natureza é extremamente prejudicial para a diversidade das espécies gramíneas nativas da região, é de especial interesse seu emprego no desenvolvimento de compósitos absorvedores eletromagnéticos. Obviamente, por seu rendimento ser muito baixo (tabela 3.4), é válida a realização de estudos sobre a produção de materiais baseados na combinação entre CCpAn8005h e demais cinzas, tais como CCA40030 e CCA8005h, cujos rendimentos são mais altos e sua biomassa precursora é, também, encontrada abundantemente em regiões orizícolas.

4.3 ANÁLISE DAS AMOSTRAS DE VIDROS PRODUZIDOS A PARTIR DE CCA

As amostras cilíndricas (Figura 3.15) foram caracterizadas inicialmente. Os parâmetros S_{11} e S_{21} resultantes de suas medições por meio da cavidade ressonante são mostrados na Figura 4.7. Os termos f_a e S_{21f_a} para a amostra VCI1 são 3,3850 GHz e -0.8625 dB, respectivamente, e para a amostra VCI2, 3,3800 GHz e -0.8935 dB. O cálculo de ε_r para a amostra VCI2 foi efetuado por meio da substituição da respectiva f_a na equação (3.5). Excepcionalmente para o caso da amostra VCI1, a constante ε_r foi estimada por meio de simulações paramétricas no HFSS[®], porque sua espessura, após o processo de polimento, foi de aproximadamente 4,4 mm. Adicionalmente, as respectivas constantes tan δ foram estimadas da mesma maneira como para as amostras caracterizadas e discutidas nas seções anteriores. Todos estes parâmetros estão elencados na Tabela 4.5.



Figura 4.7 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostras VCI1 e VCI2.

Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras VCI1 e VCI2 têm constantes ε_r ligeiramente diferentes entre si. Em termos de reagentes químicos, elas diferem somente pela concentração de óxido de antimônio empregada, correspondente a 0,00 mol% no caso de VCI1 e 0,05 mol% em VCI2. De acordo com Lima (2020), a adição deste reagente proporciona a mudança na coloração do vidro produzido a partir da CCA: em sua ausência, a amostra resultante apresenta cor próxima ao vermelho, enquanto que, com sua inclusão, a amostra resultante é incolor. Deste modo, observa-se que os vidros incolores produzidos a partir da CCA possuem constante dielétrica praticamente igual àquela especificada para os vidros incolores comerciais, $\varepsilon_r \approx 6.85$, de acordo como especificado em Leung et al. (2012b) e Fang, Weng e Sun (2020a). Por outro lado, a tan δ destas amostras não apresenta variação relevante de acordo com a adição de óxido de antimônio em sua composição. Sendo tan $\delta = 0.0078$ para VCI1, e tan $\delta = 0.0082$ para VCI2.

Sebastian e George (2010) por sua vez, realizaram uma profunda revisão bibliográfica sobre a caracterização das propriedades dielétricas de inúmeros tipos de vidros, incluindo o tipo boro-silicato. Os autores verificaram que os vidros com composições 30:BaO, $60:B_2O_3$, $10:SiO_2$; $60:ZnO_30:B_2O_3$, $10:SiO_2$ e $35,5:Li_2O$, $31,66:B_2O_3$, $33,2:SiO_2$ possuíam constantes ε_r iguais a 7,2000, 7,5000 e 6,4400, respectivamente. Adicionalmente, as respectivas constantes de perdas dielétricas descritas foram 0,0044, 0,0107 e 0,0030, respecTabela 4.5 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras de vidros com geometria cilíndrica.

Amostra	Sb ₂ O ₃ (mol%)	f_a (GHz)	S_{21f_a} (dB)	ε_r	$\tan \delta$
VCI1	0,0000	$3,\!3850$	-0,8625	$6,\!6649$	0,0078
VCI2	0,0500	$3,\!3800$	$-0,\!8935$	$6,\!8929$	0,0082

Fonte: Elaborado pelo autor.

tivamente. Os dois primeiros vidros foram analisados na frequência de 15 GHz e o último em 1 MHz. Wang et al. (2008), por sua vez, analisaram as propriedades dielétricas de vidros boro-silicatos na frequência de 10 MHz. As constantes ε_r obtidas variaram entre 5,58 e 6,03 e as constantes $\tan \delta$ entre 0,0497 e 0,0443, respectivamente.

Apesar de a frequência de caracterização utilizada no presente trabalho ser diferente daquelas consideradas pelos autores supracitados, os resultados obtidos para as propriedades $\varepsilon_r e \tan \delta$ dos vidros analisados não são totalmente divergentes daqueles reportados na literatura. Deste modo, é possível afirmar que os vidros produzidos a partir da sílica proveniente da CCA possuem propriedades dielétricas semelhantes àquelas observadas nos demais vidros do tipo boro-silicatos.

As amostras cúbicas mostradas na Figura 3.16 foram dimensionadas para serem empregadas no experimento de verificação do comportamento isotrópico (ou anisotrópico) dos vidros. Este procedimento foi descrito na seção 3.2 e as três diferentes orientações do cubo são ilustradas na Figura 3.7. Nesta representação, são indicadas as faces da amostra que ficam voltadas para cima no interior da cavidade ressonante.

Os parâmetros S_{11} e S_{21} medidos para cada uma das três posições das amostras VCU1 e VCU2 são mostrados na Figura 4.8. Os parâmetros S_{11} e S_{21} , medidos nestas mesmas condições, para as amostras VCU3 e VCU4 são mostrados na Figura 4.9. As curvas medidas para as três diferentes orientações das faces de cada uma das amostras estão exatamente uma sobre a outra, indicando, assim, que a f_a medida é mesma independentemente da orientação da amostra. Consequentemente, é possível dizer que as propriedades dielétricas ε_r e tan δ destes vidros são grandezas escalares e constantes ao longo do volume do material.

As constantes ε_r das amostras VCU1 e VCU2 foram calculadas a partir de f_a por meio da equação (3.9) e das amostras VCU3 e VCU4 pela equação (3.10). Adicionalmente, as respectivas tangentes de perdas dielétricas foram estimadas por meio de simulações paramétricas no HFSS[®], como realizado para as demais amostras analisadas. Todos estes parâmetros estão listados na Tabela 4.6.

As propriedades dielétricas resultantes da caracterização das amostras VCU1 e VCU2 são praticamente iguais às obtidas na análise das amostras VCI1 e VCI2, respectivamente. Este resultado é esperado, pois VCI1 e VCU1 são produzidas a partir da mesma composição de reagentes, assim como VCI2 e VCU2. Do mesmo modo, as amostras VCU3 e VCU4 possuem constantes ε_r bastante semelhantes, também, àquelas caracteri-

Figura 4.8 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostra VCU1; e parâmetros (c) S_{11} e (d) S_{21} amostra VCU2.



Fonte: Elaborado pelo autor.

zadas para os demais vidros. Assim, os vidros produzidos sem a adição de óxido de antimônio (VCI1, VCU1 e VCU3) possuem constantes dielétricas de 6,6646, 6,6505 e 6,5673, enquanto que, com a adição do mol% de Sb₂O₃ suficiente para a produção de vidros incolores (VCI2, VCU2 e VCU4) as constantes dielétricas resultantes equivalem a 6,8929, 6,9945 e 6,8164.

As constantes ε_r caracterizadas para os vidros analisados são mais altas do que as especificadas para a maioria dos materiais poliméricos disponíveis comercialmente e, também, para alguns laminados, específicos para Telecomunicações, como o RT/duroid[®]6006 ($\varepsilon_r = 6,15$ e tan $\delta = 0,0027$) (Rogers Corporation, 2020). Esta característica possibilita o desenvolvimento de estruturas mais compactas para uma mesma frequência de projeto utilizando os vidros, além da redução de custos por conta de estes materiais serem provenientes de matéria-prima reutilizável. Neste sentido, os vidros produzidos a partir da CCA podem ser utilizados como materiais alternativos, conforme realizado por autores como Leung et al. (2012a) e Chen, Wong e Kelly (2019), no projeto de antenas de ressonador dielétrico (DRA), onde algumas topologias foram implementadas com materiais dielétricos convencionais por O'Connor e Curry (2012), Seko (2018) e Vieira (2019), por exemplo.

Figura 4.9 – Resultados medidos: parâmetros (a) S_{11} e (b) S_{21} amostra VCU3; e parâmetros (c) S_{11} e (d) S_{21} amostra VCU4.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 4.6 – Parâmetros de caracterização das propriedades dielétricas das amostras de vidros com geometria cúbica.

Amostra	Sb ₂ O ₃ (mol%)	f_a (GHz)	S_{21f_a} (dB)	ε_r	$ an \delta$
VCU1	0,0000	3,4320	-0,9260	$6,\!6505$	0,0080
VCU2	$0,\!0500$	$3,\!4300$	-1,0200	$6,\!9945$	0,0085
VCU3	0,0000	3,3150	-1,3800	6,5673	0,0082
VCU4	2,0000	3,3100	$-1,\!3500$	6,8164	0,0080

Fonte: Elaborado pelo autor.

5 CONCLUSÃO

Este trabalho consistiu na caracterização das principais propriedades dielétricas dos materiais, $\varepsilon_r = \tan \delta$. Para isto, o clássico método da cavidade ressonante foi empregado e a modelagem matemática do sistema experimental foi proposta. Utilizaram-se três diferentes tipos de materiais na produção de amostras que foram caracterizadas: materiais industriais baseados em carbono (grafeno e grafite), cinzas provenientes de biomassas (CCA e CCpAn) e vidros fabricados a partir de CCA.

A metodologia de caracterização desenvolvida permitiu a análise em macroescala das propriedades dielétricas do grafeno e grafite, diferindo da maioria dos trabalhos reportados na literatura, em que os autores realizaram análises em microescala. Entretanto, o comportamento de absorção eletromagnética característico de materiais carbonosos, por possuírem elevada tangente de perdas dielétricas, conforme descrito por alguns autores, foi verificado no presente estudo. Tanto o grafeno como o grafite apresentaram parâmetros ε_r e tan δ consideravelmente altos.

De modo semelhante, as amostras produzidas a partir da mistura entre as cinzas CCA e CCpAn com baquelite foram caracterizadas como materiais com interessante aptidão para uso na produção de absorvedores eletromagnéticos, por conta de suas altas perdas dielétricas. As constantes $\tan \delta$ obtidas na caracterização, principalmente no caso das amostras produzidas com CCA8005h e CCpAn8005h, apresentaram valores da ordem de 0,1690 e 1,4900, respectivamente. As constantes ε_r calculadas para as amostras baseadas em CCA foram coerentes com os resultados obtidos pelos autores citados anteriormente, sendo que, na presente pesquisa, foram utilizadas combinações contendo maior concentração de cinzas em proporção a menor concentração de aglutinante (amostras formadas por 60% de cinza e 40% de baquelite). Foi constatado, também, que a CCpAn8005h possui elevada perda dielétrica, sendo mais alta que aquela verificada para o grafeno. Possivelmente, este fenômeno é devido à sua composição química baseada em diferentes óxidos inorgânicos, incluindo dióxido de silício (40,80%), óxido de potássio (16,00%), óxido de alumínio (12,70%), óxido de cálcio (7,36%) e óxido de fósforo (6,52%) predominantemente. Deste modo, é possível desenvolver materiais absorvedores eletromagnéticos baseados em CCpAn8005h, cujo desempenho seja superior ao obtido nos trabalhos citados, que utilizaram CCA.

No presente trabalho, foi verificado, também, que os vidros fabricados com CCA possuem propriedades dielétricas semelhantes aquelas relatadas em outras pesquisas realizadas anteriormente, e que a adição controlada de óxido de antimônio, visando a produção de vidros incolores, implica em um pequeno incremento na constante dielétrica do material resultante (onde, $\varepsilon_r \approx 6,6000$ para os vidros sem adição de Sb₂O₃ e $\varepsilon_r \approx 6,9000$ para os vidros de tangente de perdas para estes

materiais são classificados como baixos ($\tan \delta \approx 0,0080$) e suas propriedades dielétricas são valores escalares e constantes ao longo de todo o material (comportamento isotrópico). Tais características credenciam estes vidros a serem empregados no projeto de antenas ressonadoras dielétricas.

5.1 ARTIGOS DERIVADOS DA DISSERTAÇÃO

- "Abordagem Empírica para Determinação da Permissividade Elétrica de Materiais Dielétricos Usando Cavidades Ressonantes": Artigo aceito e apresentado no evento "XXXIX Simpósio Brasileiro de Telecomunicações e Processamento de Sinais - SBrT 2021", disponível, também na biblioteca online do SBrT. Neste trabalho, a análise estatística sobre a influência da espessura das amostras na precisão das leituras de f_a da cavidade ressonante é apresentada. A modelagem matemática, considerando a geometria das amostras e geometria interna da cavidade ressonante, é proposta e validada pelo cálculo das constantes ε_r de amostras de dois polímeros comerciais diferentes, PEAD e nylon.
- "Characterization in 5G "Band Test" of Dielectric Properties of Graphene and Graphite using the Resonant Cavity Method": Artigo elaborado a partir dos resultados experimentais obtidos na caracterização das amostras gft100, gfn100, gfn40, gfn50 e gfn60. Será submetido à revista Diamond and Related Materials.
- "Dielectric Properties and Isotropic Response of Sodium-boro-silicate Glasses derived from Silica of Rice Husk Ashes Using the Resonant Cavity Method": Artigo escrito a partir da análise sobre as propriedades dielétricas dos vidros e verificação de seu comportamento isotrópico, conforme discutido na seção 4.3. Será submetido à revista Materials Science and Engineering B.
- "Characterization of Dielectric Properties of Residual Ashes Obtained from Rice Rusk and Annoni Grass Using the Resonant Cavity Method": Artigo em desenvolvimento a partir dos procedimentos de produção da CCA e CCpAn, preparação e caracterização das amostras, e análise dos resultados obtidos em termos das propriedades ε_r e tan δ discutidos na seção 4.2.

5.2 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados apresentados e discutidos nesta dissertação, algumas interessantes possibilidades de trabalhos futuros podem ser elencadas, tais como:

Utilização de vidros produzidos a partir da CCA como ressonadores dielétricos em

antenas DRA, pois possuem baixas perdas dielétricas e constantes ε_r relativamente altas, em comparação com alguns laminados nobres, tais como Rogers[®];

- Desenvolvimento de absorvedores eletromagnéticos a partir de CCA e CCpAn, especialmente CCpAn8005h e caracterização de suas propriedades dielétricas também em banda X (8,2 - 12,4 GHz);
- Análise comparativa entre a condutividade elétrica da CCpAn8005h e do grafeno.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALEEM, A. et al. Broad-band dielectric properties of teflon, bakelite, and air: Simulation and experimental study. **Materials Science and Engineering: B**, Elsevier, v. 272, p. 115347, 2021.

ANATEL, Agência Nacional Telecomunicações. Frequências de Des-5G Consulta tinadas ao têm Novo Ato е sobre **Requisitos** Técnicos: Mobile _ 5g. www.anatel.gov.br, 2020. Acesso ėm 26 out. 2020. <https://www.anatel.gov.br/institucional/mais-noticias/ Disponível em: 2610-frequencias-destinadas-ao-5g-tem-novo-ato-e-consulta-sobre-requisitos-tecnicos>.

ATEYA, A. A. et al. Study of 5g services standardization: specifications and requirements. In: IEEE. 2018 10th International Congress on Ultra Modern Telecommunications and Control Systems and Workshops (ICUMT). [S.I.], 2018. p. 1–6.

BALANIS, C. A. Advanced Engineering Electromagnectics. 1st. [S.I.: s.n.], 1989.

BESSLER, R.; DUERIG, U.; KOREN, E. The dielectric constant of a bilayer graphene interface. **Nanoscale Advances**, Royal Society of Chemistry, v. 1, n. 5, p. 1702–1706, 2019.

BHARATHI, P. S. et al. Emerging technologies in engineering research. 2020.

BISPO, M. C. et al. Electromagnetic properties of carbon-graphene xerogel, graphite and ni-zn ferrite composites in polystyrene matrix in the x-band (8.2-12.4 ghz). Matéria (Rio de Janeiro), SciELO Brasil, v. 26, 2021.

BRETCHKO, P. RF circuit design: Theory and Applications. [S.I.]: Prentice-Hall, 2000.

BUZ'KO, V. et al. Electromagnetic characteristics of biosilica from rice husk. In: EDP SCI-ENCES. **E3S Web of Conferences**. [S.I.], 2021. v. 263, p. 01013.

CALLISTER, W. D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 5. ed. Rio de Janeiro: [s.n.], 2002.

CHEN, Z.; WONG, H.; KELLY, J. A polarization-reconfigurable glass dielectric resonator antenna using liquid metal. **IEEE Transactions on Antennas and Propagation**, IEEE, v. 67, n. 5, p. 3427–3432, 2019.

CISMARU, A. et al. Microwave and millimeterwave electrical permittivity of graphene monolayer. **arXiv preprint arXiv:1309.0990**, 2013.

COLLIN, R. E. Foundations for Microwave Engineering. 2. ed. [S.I.: s.n.], 2001.

CORDEIRO, G. L. et al. Síntese química e caracterização de grafeno. 2015.

COSTA, L. C. et al. Microwave dielectric properties of the system ba1- xsrxtio3. **Physica B:** Condensed Matter, Elsevier, v. 405, n. 17, p. 3741–3744, 2010.

CUNHA, M. R. Carvão Ativado de Capim Annoni (*Eragrostis plana Nees*) Preparado por Pirólise Assistida em Forno Micro-ondas com Ativação Química e Aplicação na Remoção de Contaminantes Orgânicos Emergentes de Solução Aquosa. 2019. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Engenharia) — Universidade Federal do Pampa, 2019.

DALOSTO, A. E. et al. Síntese e caracterização da cinza de capim annoni produzida a diferentes temperaturas de carbonização. **Anais do Salão Internacional de Ensino, Pes-quisa e Extensão**, v. 12, n. 2, 2020.

European Telecommunications Standards Institute. Technologies: Mobile - 5g.

www.etsi.org, 2020. Acesso em 26 out. 2020. Disponível em: https://www.etsi.org/technologies/mobile/5g>.

FANG, X. S.; WENG, L. P.; SUN, Y.-X. Slots-coupled omnidirectional circularly polarized cylindrical glass dielectric resonator antenna for 5.8-ghz wlan application. **IEEE Access**, IEEE, v. 8, p. 204718–204727, 2020.

FANG, X. S.; WENG, L. P.; SUN, Y. X. Wideband and bandwidth-controllable hybridcylindrical glass dielectric resonator antenna for indoor communication. **IEEE Access**, IEEE, v. 8, p. 50414–50420, 2020.

FARADAY, M. Experimental Researches in Electricity. [S.I.]: Taylor, 1851.

FARADAY, M.; MARTIN, T. Faraday's diary of experimental investigation 1820-1862, vol. V, entries, v. 10018, p. 10061.

FILHO, A. C. D. Capim-Annoni (*Eragrostis plana Nees*) in Natura para Remoção do Corante Violeta de Metila 10 B de Solução Aquosa. 2017. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Engenharia) — Universidade Federal do Pampa, 2017.

GARNAYAK, S. et al. Synthesis and analysis of bioceramic material for mitigation of electromagnetic interference in radar communication. In: IEEE. **2019 International Conference on Range Technology (ICORT)**. [S.I.], 2019. p. 1–5.

GONçALVES, J. Fabricação de Vidros Utilizando Sílica proveniente da Cinza da Casca de Arroz e sua Aplicação na Confecção de Microesferas. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia) — Universidade Federal do Pampa, 2019.

HAYKIN, S.; MOHER, M. Sistemas Modernos de Comunicações Wireless. 1. ed. [S.I.: s.n.], 2007.

HECKLER, M. V. T. **Unidade 3 – Teoria Circuital para Sistemas Guiados**. [S.I.]: Disciplina de Engenharia de Micro-ondas. Programa de Pós-graduação em Engenharia Elétrica (PPgEE). Universidade Federal do Pampa (Unipampa), 2020.

HOTTA, M. et al. Complex permittivity of graphite, carbon black and coal powders in the ranges of x-band frequencies (8.2 to 12.4 ghz) and between 1 and 10 ghz. **ISIJ international**, The Iron and Steel Institute of Japan, v. 51, n. 11, p. 1766–1772, 2011.

INDUJA, I. J.; SEBASTIAN, M. T. Microwave dielectric properties of sno-snf2-p2o5 glass and its composite with alumina for ultcc applications. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley Online Library, v. 100, n. 6, p. 2632–2640, 2017.

IRGA. Instituto Rio-Grandense do Arroz. **Safras**: Arroz rs – Área x produtividade. irgaadmin.rs.gov.br, 2020. Acesso em 26 out. 2020. Disponível em: https://irga-admin.rs.gov. br/upload/arquivos/202001/24151001-arroz-rs-area-x-produtividade.pdf>.

JUWITA, S. et al. Carbon extraction from rice husk and its application as a microwave adsorbent. In: TRANS TECH PUBL. **Key Engineering Materials**. [S.I.], 2020. v. 860, p. 178–184.

KAO, K. C. Dielectric phenomena in solids: With Emphasis on Physical Concepts of Electronic Processes. [S.I.]: Elsevier, 2004.

KLC Conectores. **CONECTOR SMA FÊMEA RETO PAINEL BASE QUADRADA 12,70 MM ISOLANTE NORMAL**. klc.ind.br, 2020. Acesso em 20 mar. 2020. Disponível em: ">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9>">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9">http://www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9""//www.klc.ind.br/2013/busca_resultado.php?familia=9"

KOMBOLIAS, M. et al. Contactless resonant cavity dielectric spectroscopic studies of cellulosic paper aging. **Analytical letters**, Taylor & Francis, v. 53, n. 3, p. 424–435, 2020.

LEE, Y. S. et al. Study of single layer microwave absorber based on rice husk ash/cnts composites. Indonesian Journal of Electrical Engineering and Computer Science, v. 14, n. 1, p. 929–936, 2019.

LEUNG, K. W. et al. Dual-function radiating glass for antennas and light covers—part ii: Dual-band glass dielectric resonator antennas. **IEEE transactions on antennas and pro-pagation**, IEEE, v. 61, n. 2, p. 587–597, 2012.

_____. Dual-function radiating glass for antennas and light covers—part i: Omnidirectional glass dielectric resonator antennas. **IEEE transactions on antennas and propagation**, IEEE, v. 61, n. 2, p. 578–586, 2012.

LHAMBY, A. R.; SENNA, A. J. T.; CANES, S. E. A prática da gestão ambiental agroindustrial: Um estudo de caso em uma agroindústria que produz energia elétrica a partir da casca do arroz. In: I Congresso Brasileiro de Gestão Ambiental, Bauru, São Paula. [S.I.: s.n.], 2010.

LI, K. et al. Microwave dielectric properties and thermochemical characteristics of the mixtures of walnut shell and manganese ore. **Bioresource technology**, Elsevier, v. 286, p. 121381, 2019.

LIMA, L. C. d. **Fabricação de Vidros Boro Sódico-Cálcicos Transparentes Utilizando Sílica Proveniente Da Casca de Arroz**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia) — Universidade Federal do Pampa, 2020.

LIOU, T.-H. Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, v. 364, n. 1-2, p. 313–323, 2004.

LIU, B. et al. Microwaves effectively examine the extent and type of coking over acid zeolite catalysts. **Nature communications**, Nature Publishing Group, v. 8, n. 1, p. 1–7, 2017.

LIU, K. J. R. et al. **Cooperative communications and networking**. [S.I.]: Cambridge university press, 2009.

LIU, P.; YAO, Z.; ZHOU, J. Mechanical, thermal and dielectric properties of graphene oxide/polyimide resin composite. **High Performance Polymers**, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 28, n. 9, p. 1033–1042, 2016.

LIU, S.-T. et al. Electromagnetic performance of rice husk ash. **BioResources**, v. 9, n. 2, p. 2328–2340, 2014.

LIU, X.; LEUNG, K. W.; YANG, N. Wideband horizontally polarized omnidirectional cylindrical dielectric resonator antenna for polarization-reconfigurable design. **IEEE Transactions on Antennas and Propagation**, IEEE, 2021.

MARIN, D. C. et al. Revalorization of rice husk waste as a source of cellulose and silica. **Fibers and Polymers**, Springer, v. 16, n. 2, p. 285–293, 2015.

MAXWELL, J. C. A Treatise on Electricity and Magnetism (reprinted 1954). Vol. One and Two. [S.I.]: New York: Dover Publications, 1891.

MEDEIROS, R. B. d. et al. Seed longevity of eragrostis plana nees buried in natural grassland soil. **Revista Brasileira de Zootecnia**, SciELO Brasil, v. 43, p. 561–567, 2014.

MISHRA, S. P.; NATH, G.; MISHRA, P. Synthesis and analysis of microwave stealth material. **Materials Today: Proceedings**, Elsevier, v. 24, p. 585–590, 2020.

NATH, G. et al. Design and analysis of effective graded microwave absorbing material for low observable technology. **Indian Journal of Pure & Applied Physics (IJPAP)**, v. 58, n. 8, p. 629–634, 2020.

NOVOSELOV, K. S.; GEIM, A. K. The rise of graphene. Nat. Mater, v. 6, n. 3, p. 183–191, 2007.

NOVOSELOV, K. S. et al. Electric field effect in atomically thin carbon films. science, Ame-

rican Association for the Advancement of Science, v. 306, n. 5696, p. 666-669, 2004.

O'CONNOR, K. A.; CURRY, R. D. A dielectric resonator antenna based on high dielectric constant composites for high power uhf antenna applications. In: IEEE. **2012 IEEE International Power Modulator and High Voltage Conference (IPMHVC)**. [S.I.], 2012. p. 245–249.

ONOJAH, A. D. et al. Rice husk ash refractory: the temperature dependent crystalline phase aspects. **International Journal of Research and Reviews in Applied Sciences**, ARPA Press, v. 15, n. 2, p. 246–248, 2013.

PEREIRA, V. M. **Projeto de um Circuito Transceptor de Frequências para Integração em Nanossatélites**. 2017. 93 f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) — Curso de Graduação em Engenharia de Telecomunicações, Universidade Federal do Pampa, Alegrete-RS, 2017.

PEREIRA, V. M. et al. Abordagem empírica para determinação da permissividade elétrica de materiais dielétricos usando cavidades ressonantes. In: SBRT. XXXIX Simpósio Brasileiro de Telecomunicações e Processamento de Sinais - SBrT 2021. [S.I.], 2021.

PEREZ, D. M. Casca de Arroz como Precursora de Carbono para Obtenção de Grafeno. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia) — Universidade Federal do Pampa, 2019.

PIRES, G. F. d. M. J. Estudo das Propriedades Dielétricas e Magnéticas da Hexaferrita Ba2Co2Fe12O22 (Co2Y) Adicionadas com PbO e Bi2O3 para Aplicação em Dispositivos de RF e Micro-ondas. 2010. Dissertação (Pós-Graduação em Engenharia de Teleinformática) — Universidade Federal do Ceará, 2010.

PORTO, A. L. L. et al. Carvão ativado de capim anonni: Um excelente adsorvente para remoção do corante cristal violeta em meio aquoso. **ANAIS CONGREGA MIC-ISBN: 978-65-86471-05-2 e ANAIS MIC JR.-ISBN: 978-65-86471-06-9**, p. 90–91, 2018.

POUEY, M. T. F. Beneficiamento da Cinza da Casca de Arroz Residual com Vistas à Produção de Cimento Composto e/ou Pozolânico. 2006. 344 f. Tese (Pós-graduação em Engenharia Civil) — Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

POZAR, D. M. Microwave Engineering. 4. ed. [S.I.: s.n.], 2011.

Rogers Corporation. **RO6006**TM **Laminates**. rogerscorp.com, 2020. Acesso em 06 out. 2021. Disponível em: https://rogerscorp.com/advanced-electronics-solutions/ rt-duroid-laminates/

RUBINGER, C. P. L.; COSTA, L. C. Building a resonant cavity for the measurement of microwave dielectric permittivity of high loss materials. **Microwave and Optical Technology Letters**, Wiley Online Library, v. 49, n. 7, p. 1687–1690, 2007.

RYDHOLM, T. Measurement of Complex Permittivity and Permeability Through a Cavity Perturbation Method. 2015. Tese (Doutorado) — MS Thesis, Chalmers University of Technology, Gothenburg, Sweeden, 2015.

SA'DON, S. N. H. et al. Analysis of graphene antenna properties for 5g applications. **Sensors**, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 19, n. 22, p. 4835, 2019.

SEBASTIAN, M.; GEORGE, S. Microwave dielectric properties of ca[(li1/3 a2/3)1-x mx]o3-[a=nb, ta and m=ti, zr, sn] complex perovskite:a review. In: _____. [S.I.: s.n.], 2010.

SEBASTIAN, M. T. et al. Measurement of microwave dielectric properties and factors affecting them. In: **Microwave materials and applications 2V set**. [S.I.]: Wiley, 2017. p. 1e51.

SEKO, M. H. Antenas de ressoador dielétrico de banda dupla em frequências de micro-ondas. 2018. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2018.

SENG, L. Y. et al. Improved rice husk ash microwave absorber with cnts. In: IEEE. **2015** International Workshop on Electromagnetics: Applications and Student Innovation Competition (iWEM). [S.I.], 2015. p. 1–4.

SHAO-YU, L. et al. Recent advances in 5g technologies: New radio access and networking. **Wireless Communications & Mobile Computing (Online)**, Hindawi Limited, v. 2019, 2019.

SILVA, G. L. C. d. Geração e Otimização de Microesferas Vitreas Produzidas a partir da Cinza da Casca do Arroz. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia) — Universidade Federal do Pampa, 2020.

TANTIS, I.; PSARRAS, G.; TASIS, D. Functionalized graphene–poly (vinyl alcohol) nanocomposites: Physical and dielectric properties. **Express Polymer Letters**, v. 6, n. 4, 2012.

THALESGROUP. **Building Future We can All Trust. Introducing 5G Techno-***logy and Networks (Speed, Use Cases and Rollout).* www.thalesgroup.com, 2020. Acesso em 26 out. 2020. Disponível em: https://www.thalesgroup.com/en/markets/ digital-identity-and-security/mobile/inspired/5G>.

VIEIRA, J. M. Estudo de antenas dielétricas ressoadoras para nanossatélites. Universidade Federal do Pampa, 2019.

WANG, Z. et al. Dielectric properties and crystalline characteristics of borosilicate glasses. **Journal of non-crystalline solids**, Elsevier, v. 354, n. 12-13, p. 1128–1132, 2008.

YAMAMOTO, J. K. et al. Dielectric properties of microporous glass in the microwave region. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley Online Library, v. 72, n. 6, p. 916–921, 1989.

ANEXO A – PROCEDIMENTO DE EMBUTIMENTO

Sequência de passos para realização do procedimento de embutimento das amostras:

- 1° passo: Realizar a pesagem dos materiais em pó, de acordo com a combinação de proporções de interesse;
- 2° passo: Misturar previamente os materiais e inseri-los na embutidora;
- 3° passo: Acionar o botão de "liga/desliga" da embutidora;
- 4° passo: Verificar se a válvula de alívio de pressão da prensa está fechada;
- 5° passo: Acionar o botão "Iniciar", no painel digital da embutidora, para dar início ao processo de aquecimento do pistão;
- 6° passo: Pressionar (no sentido de cima para baixo) a alavanca de pressão até o ponteiro no painel marcar 1000 lbf/pol²;
- 7° passo: Verificar e ajustar, quando necessário, a pressão exercida sobre o material no interior da embutidora;
- 8° passo: Aliviar a pressão, quando necessário, com a válvula de alívio, durante o processo de resfriamento do pistão;
- 9° passo: Após o sinal sonoro emitido pela embutidora, aliviar a pressão até o valor nulo, desligar o equipamento no botão de "liga/desliga", fechar a válvula de entrada de água e abrir a tampa rosqueável;
- 10° passo: Usar a alavanca de pressão para subir as peças de modelagem e a amostra embutida;
- 11° passo: Retirar a amostra da embutidora;
- 12° passo: Limpar as peças do interior da embutidora, recolocá-las no equipamento e fechá-lo;
- 13° passo: Retificar as faces da amostra com uma lixa, para garantir que h = 4,5 mm.