

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21c/2019/05.21.13.55-TDI

ESPUMAS DE CARBONO DE ORIGEM SUSTENTAVÉL COMO MATERIAL ABSORVEDOR DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA NA FAIXA DE MICRO-ONDAS 8,2 - 12,4 (BANDA X)

Diego Edissón Flórez Vergara

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Maurício Ribeiro Baldan, e Gisele Aparecida Amaral Labat, aprovada em 29 de maio de 2019.

URL do documento original: <http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34R/3TBGFMH>

> INPE São José dos Campos 2019

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE Gabinete do Diretor (GBDIR) Serviço de Informação e Documentação (SESID) CEP 12.227-010 São José dos Campos - SP - Brasil Tel.:(012) 3208-6923/7348 E-mail: pubtc@inpe.br

CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE - CEPPII (PORTARIA Nº 176/2018/SEI-INPE):

Presidente:

Dra. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CGCPT)

Membros:

Dra. Carina Barros Mello - Coordenação de Laboratórios Associados (COCTE)

Dr. Alisson Dal Lago - Coordenação-Geral de Ciências Espaciais e Atmosféricas (CGCEA)

Dr. Evandro Albiach Branco - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (COCST)

Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação-Geral de Engenharia e Tecnologia Espacial (CGETE)

Dr. Hermann Johann Heinrich Kux - Coordenação-Geral de Observação da Terra (CGOBT)

Dra. Ieda Del Arco Sanches - Conselho de Pós-Graduação - (CPG)

Silvia Castro Marcelino - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

BIBLIOTECA DIGITAL:

Dr. Gerald Jean Francis Banon

Clayton Martins Pereira - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:

Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

André Luis Dias Fernandes - Serviço de Informação e Documentação (SESID) **EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:**

Ivone Martins - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

Cauê Silva Fróes - Serviço de Informação e Documentação (SESID)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21c/2019/05.21.13.55-TDI

ESPUMAS DE CARBONO DE ORIGEM SUSTENTAVÉL COMO MATERIAL ABSORVEDOR DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA NA FAIXA DE MICRO-ONDAS 8,2 - 12,4 (BANDA X)

Diego Edissón Flórez Vergara

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Maurício Ribeiro Baldan, e Gisele Aparecida Amaral Labat, aprovada em 29 de maio de 2019.

URL do documento original: <http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34R/3TBGFMH>

> INPE São José dos Campos 2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Flórez Vergara, Diego Edissón.

 F663e Espumas de carbono de origem sustentavél como material absorvedor de radiação eletromagnética na faixa de micro-ondas 8,2 - 12,4 (banda X) / Diego Edissón Flórez Vergara. – São José dos Campos : INPE, 2019.

xxviii + 107 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21c/2019/05.21.13.55-TDI)

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2019.

Orientadores : Drs. Maurício Ribeiro Baldan, e Gisele Aparecida Amaral Labat.

Absorvedor de radiação eletromagnética.
 Espuma de carbono.
 Carbono poroso.
 Material compósito.
 Sustentabilidade.
 I.Título.

CDU 620.1:669.784



Esta obra foi licenciada sob uma Licença Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada.

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License.

Aluno (a): Diego Edisson Florez Vergara

Título: "ESPUMAS DE CARBONO DE ORIGEM SUSTENTÁVEL COMO MATERIAL ABSORVEDOR DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA NA FAIXA DE MICRO-ONDAS 8,2 - 12,4 (BANDA X)."

> Aprovado (a) pela Banca Examinadora em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de *Mestre* em

ETE/Clência e Tecnologia de Materiais e Sensores

Dr. Maurício Ribeiro Baldan

Presidente / Orientador(a) / INPE / SJCampos - SP () Participação por Video - Conferência

💢 Aprovado

() Reprovado

Dra. Gisele Aparecida Amaral Labat

Orientador(a) / PMT/USP / São José dos Campos - SP

() Participação por Video - Conferência

(%) Aprovado () Reprovado

-

Sergio Luiz Mineiro

Dr.

Membro da Banca / INPE / São José dos Campos - SP

() Participação por Video - Conferência

(X) Aprovado () Reprovado

Dr. Sandro Fonseca Quirino

Sandro La Chici-

Convidado(a) / ETEP Facuidade / São José dos Campos - SP

() Participação por Video - Conferência

(X) Aprovado () Reprovado

Este trabalho foi aprovado por:

() maioria simples

💓 unanimidade

Aprovado (a) pela Banca Examinadora em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de *Mestre* em

ETE/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores

Dr. Alan Fernando Ney Boss

7050

Convidado(a) / PMT/USP / São Paulo - SP

() Participação por Video - Conferência

(A) Aprovado () Reprovado

Este trabalho foi aprovado por:

() maioria simples

() unanimidade

"You don't have to be great to start, but you have to start to be great".

ZIG ZIGLAR

A meus pais Luis Gonzalo Flórez Roncancio e Flor Marina Vergara Quemba.

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE, e seu Laboratório Associado de Sensores e Materiais - LAS, pela oportunidade de estudo e prestância de seus recursos físicos e materiais.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES pelo auxílio financeiro de bolsa de mestrado.

Aos meus orientadores Dr. Maurício Ribeiro Baldan e Dr.^{*a*} Gisele Aparecida Amaral Labat, por todo o apoio e incentivo incondicional durante o desenvolvimento deste trabalho, por todo o conhecimento compartilhado e pelo tempo juntos.

Ao Dr. Sandro Quirino Fonseca pela sua incondicional disposição para me ajudar, pelo seu conhecimento compartilhado, pelo seu amplo vocabulário do Português e bom senso de humor.

Ao grupo de Pesquisa e Desenvolvimento de Materiais Aplicados à Aeronáutica e Aeroespacial - P&DMA³, pelo seu acolhimento, apoio e amizade.

Aos meus pais Luis Gonzalo Flórez Roncancio e Flor Marina Vergara Quemba, meus irmãos Luis, Alexy, Javier, Cristian, Diana, Sandra, Daniel, e minha namorada Janaina Mendes, por todo o carinho, apoio, incentivo, risadas e amizade ao longo dessa aventura.

Ao meu primo Jhon Jairo Flórez e o Dr. Marco Antonio Ramirez, pela oportunidade, confiança e apoio no meu progresso profissional.

Aos demais colegas e pessoas que de uma ou outra forma, ajudaram-me a progredir nesta etapa da minha vida.

RESUMO

Este trabalho descreve a síntese e caracterização de espumas de carbono de natureza renovável e sua aplicabilidade no setor aeroespacial na redução da seção transversal do radar (Radar Cross Section Reduction - RCSR) através da seu uso como; (i) material absorvedor de radiação eletromagnética (MARE) e (ii) superfícies seletoras de frequência (Frequency Selective Surface - FSS). Na atualidade, devido ao avanço da eletrônica moderna e dos circuitos integrados, os MAREs têm encontrado uma expansão gradual em outros setores além do aeronáutico e aeroespacial, tais como; nas telecomunicações, na computação, automação e medicina, onde a demanda por estes materiais tem aumentado consideravelmente com o objetivo de proteger os sistemas e dispositivos envolvidos de interferências eletromagnéticas que possam comprometer o seu funcionamento e/ou desempenho. O material desenvolvido neste trabalho foi submetido a um processo de síntese realizado através da mistura do licor negro como precursor principal junto a precursores secundários que auxiliam no seu processo de cura e predeterminam algumas propriedades finais do material. Em seguida, é realizado um processo de pirólise para a obtenção de um material final altamente rico em carbono, para um posterior processo de caracterização do material, tendo por objetivo descrever a sua estrutura, composição, morfologia e propriedades eletromagnéticas na faixa de frequência de 8,2 à 12,4 GHz. No entanto, para a obtenção das propriedades eletromagnéticas do material, é necessário a produção de materiais compósitos que são feitos misturando o material carbonoso com matrizes estruturais de borracha de silicone ou resina epóxi, cujos formatos geométricos são definidos pelo equipamento responsável da analise, neste caso, o analisador vetorial de redes VNA (N5230C PNA-L) com kit de calibração WR90 X11644A. Assim, avaliou-se o potencial do material na redução da seção transversal do radar através de: (I) tipo e concentração do material carbonoso; (II) porosidade; (III) geometria superficial; (IV) matriz estrutural e; (V) espessura dos materiais compósitos. Pode se concluir assim que para o carbono poroso em matriz estrutural de borracha de silicone obtiveram-se como resultados mais significativos aqueles referentes às amostras com maiores concentrações de carbono (20%), espessura de 2 mm e porosidade de 300 $\mu m < \emptyset_3 < 420 \ \mu m$, conseguindo uma absorção da energia eletromagnética incidente de -33,34 dB em 9,87 GHz. Para o carbono poroso com matriz estrutural de resina epóxy, a absorção mais significativa foi obtida para as amostras com maiores concentrações de carbono (15%), espessura de 2 mm, porosidade de 180 $\mu m < \emptyset_3 < 250 \ \mu m$, tamanho de partícula de 250 $< \phi_2 < 425$ e sem transformação para superfícies seletoras de frequência, conseguindo uma absorção de -18,86 dB em 11,79 GHz. Finalmente, para o carbono $+MnSO_4.H_2O$ com matriz estrutural de resina epóxy, a absorção mais significativa foi obtida para as amostras com maiores concentrações de carbono (20%), espessura de 2 mm e tamanho de partícula de $\varphi_3 > 63 \ \mu m$, conseguindo uma absorção de -18,37 dB em 8,40 GHz.

Palavras-chave: Absorvedor de radiação eletromagnética. Superfícies seletoras de frequência. Espuma de carbono. Material compósito. Sustentabilidade.

CARBON FOAMS OF SUSTAINABLE ORIGIN AS ELECTROMAGNETIC RADIATION ABSORBING MATERIAL IN THE 8.2 - 12.4 GHz MICROWAVE RANGE (X BAND)

ABSTRACT

This research worked on the synthesis and characterization of carbon foams from renewable nature, and their applicability in the aerospace sector as radar crosssection reduction (RCSR) through techniques such as; (i) radar absorbing material (RAM) and (ii) frequency selective surfaces (FSS). Due to the advance of modern electronics and integrated circuits, RAMs have found a gradual expansion in other sectors besides aeronautical and aerospace; such as, telecommunications, computing, automation, and medicine, where the demand for these materials has increased considerably in order to protect the systems and devices involved from electromagnetic interference that could compromise their operation and/or performance. To predetermine the final properties of the material that was being studied, It was subjected to a synthesis process performed by mixing the black liquor as the main precursor together with secondary precursors that aid in its curing process. Next, a pyrolysis process was carried out to obtain a material highly rich in carbon, for a later process of characterization of the material, having as an objective the description of its structure, composition, morphology and electromagnetic properties (in the frequency range of 8.2 to 12.4 GHz). To obtain the electromagnetic properties of the material, it was necessary to produce composite materials that were made by mixing the carbonaceous material with structural matrices of silicone rubber or epoxy resin, whose geometric shapes were defined by the responsible equipment for the electromagnetic analysis; in this case, a network vector analyzer (VNA N5230C PNA-L) with the calibration kit WR90 X11644A. Thus, the potential of the material for the RCSR was evaluated through; (I) type and concentration of the carbonaceous material, (II) porosity, (III) surface geometry, (IV) structural matrix and, (V) thickness of the composite materials. Therefore, can be concluded that for porous carbon in silicon rubber structural matrix, the most significant results were obtained for the samples with the highest concentrations of carbon (20%), thickness of 2 mm and porosity of $300 \ \mu m < \varnothing_3 < 420 \ \mu m$, with an incident electromagnetic energy absorption of -33.34 dB at 9.87 GHz. For the porous carbon with the epoxy resin structural matrix, the most significant absorption was obtained for the samples with higher carbon concentrations (15%), thickness of 2 mm, porosity of $180 \ \mu m < \varnothing_3 < 250 \ \mu m$, particle size of $250 < \phi_2 < 425$ and without transformation to frequency selective surfaces, achieving an absorption of -18.86 dB at 11.79 GHz. Finally, for carbono+ $MnSO_4$. H_2O with an epoxy resin structural matrix, the most significant absorption was obtained for the samples with the highest carbon concentrations (20%) and thickness of 2 mm and particle size of $\varphi_3 > 63 \ \mu m$, achieving an absorption of -18.37 dB at 8.40 GHz.

Keywords: Electromagnetic radiation absorber. Frequency Selective Surfaces. Carbon foam. Composite material. Sustainability.

LISTA DE FIGURAS

Pág.

2.1	Processo de polpação Kraft.	6
2.2	Terminologia associada a materiais carbonosos porosos	10
2.3	Processo de polarização devido a uma carga pontual	13
2.4	Espectro eletromagnético.	18
2.5	Representação espacial da propagação de uma onda eletromagnética plana.	20
2.6	Representação vetorial da tangente de perda	24
2.7	Classificação de bandas na faixa de frequência de micro-ondas	25
2.8	Análise de um sistema de micro-ondas pelo método transmissão-reflexão.	25
2.9	Parametrização de um sistema de micro-ondas para a obtenção do modelo	
	NRW	27
2.10	Representação da seção transversal da linha de transmissão coaxial, no	
	modo de propagação TEM.	29
2.11	Representação de guias de onda com (a) seção transversal arbitraria, e	
	(b) seção transversal rectangular	30
2.12	Reflexão e transmissão numa interface dielétrica.	31
2.13	Configurações para realizar medidas de (a) refletividade e (b) parâmetros	
	S	33
2.14	Geometrias FSS regularmente utilizadas	34
2.15	Arranjo de uma FSS especificando sua geometria	35
3.1	(a) Etapas no processamento de obtenção das amostras	37
3.2	(a) Forno tubular horizontal e (b) perfil de temperatura do processo de	
	carbonização.	39
3.3	Sistema de lavagem Soxhlet.	40
3.4	Agitador de peneiras e conjunto de peneiras operados	41
3.5	Dimensões do <i>offset</i> do guia WR90	42
3.6	Modelo CAD do molde de fabricação das amostras com matriz de silicone.	43
3.7	Exemplo de amostras feitas em matriz de silicone variando as espessuras	
	entre (a) 1 mm, (b) 2 mm e (c) 3 mm com concentração 5% de CP e	
	porosidade de 300 $\mu m < \emptyset_3 < 420 \ \mu m$ e amostras de CP com espessura	
	fixa de 3 mm, porosidade 300 $\mu m < \varnothing_3 < 420 \ \mu m$ e concentrações de CP	
	de (d) 5%, (e) 10% e (f) 20%.	44
3.8	Geometrias das amostras (a) sem FSS e com FSS de (b) 2,0 mm e (c)	
	5,0 mm	45

3.9	Moldes em borracha de silicone para fabricação das amostras MARE em resina epóxi.	46
3.10	Amostras de Carbono+ Mn_SO_4 . H_2O em matriz de resina epóxi com par- ticulado 63 $\mu m < \varphi_3$, espessura fixa de 2 mm e concentrações de (a) 5%,	
	(b) 10% e (c) 20%	47
4.1	Difratograma do carbono poroso.	49
4.2 4.3	Espectro Raman do carbono poroso	50
4.4	250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425 μ m e (d) 425 μ m a 500 μ m Imageng MEV de espume de esplore oridoneiando a presence de pere	52
4.4	sidade nanométrica	53
4.5	Imagem EDX do carbono poroso.	54
4.6	Parte real da permissividade complexa do material com porosidade de	
	(a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425 μ m e (d)	
	425 μ m a 500 μ m	55
4.7	Parte imaginaria da permissividade complexa do material com porosi-	
	dade de (a) 180 μm a 250 $\mu m,$ (b) 250 μm a 300 $\mu m,$ (c) 300 μm a 425	
	μ m e (d) 425 μ m a 500 μ m	57
4.8	Parte real da permeabilidade complexa do material com porosidade de (a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425 μ m e (d)	
	425 μ m a 500 μ m	58
4.9	Parte imaginaria da permeabilidade complexa do material com porosi-	
	dade de (a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425	~ ~
4 1 0	μ m e (d) 425 μ m a 500 μ m	59
4.10	Refletividade do material com porosidade de (a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 200 μ m (c) 200 μ m a 425 μ m a (d) 425 μ m a 500 μ m	61
1 11	$250 \ \mu \text{m} \text{ a} 500 \ \mu \text{m}, \text{ (c)} 500 \ \mu \text{m} \text{ a} 425 \ \mu \text{m} \text{ e} \text{ (d)} 425 \ \mu \text{m} \text{ a} 500 \ \mu \text{m}. \dots$	01
4.11	rare real da permissividade complexa para o materiar (a) sem 1.55 (b)com FSS de 2.0 mm e (c) com FSS de 5.0 mm	63
4.12	Parte imaginaria da permissividade complexa para o material (a) sem	00
	FSS (b) com FSS de 2.0 mm e (c) com FSS de 5.0 mm	64
4.13	Refletividade para o material (a) sem FSS (b) com FSS de 2,0 mm e (c)	
	$\operatorname{com} FSS \text{ de } 5,0 \text{ mm.} \ldots \ldots$	67
4.14	Difratograma de Carbono + Mn_3O_4 + Mn_5	69
4.15	Espectro Raman de Carbono + Mn_3O_4 + Mn	70
4.16	Imagens MEV de Carbono + Mn_3O_4 + Mn peneirado em (a) 25 μ m a	
	53 μ m, (b) 53 μ m a 63 μ m e (c) maior a 63 μ m	71
4.17	Imagem EDS de Carbono + Mn_3O_4 + Mn_5	72

4.18	Permissividade complexa do Carbono + Mn_3O_4 + Mn na sua compo-	
	nente (a) real, e (b) imaginaria	73
4.19	Permeabilidade complexa do Carbono + Mn_3O_4 + Mn na sua compo-	
	nente (a) real, e (b) imaginaria	74
4.20	Refletividade do carbono + Mn_3O_4 + Mn de (a) $25 \ \mu m < \varphi_1 < 53 \ \mu m$,	
	(b) $53 \ \mu m < \varphi_2 < 63 \ \mu m$, e (c) $63 \ \mu m < \varphi_3$	75
A.1	Difração de raios-x por um material cristalino	85
A.2	Processos de espalhamento Rayleigh e Raman	87
A.3	Principio da formação de imagens por MEV	89
A.4	Principio de geração de espectrogramas por EDS	91
A.5	Diagrama de blocos no processamento de sinais pelo VNA. \ldots .	92
C_{1}	Padrãos do kit do calibração X11644A WR 00	100
0.1	I autoes uo kit ue campiação Atto44A Wh-90	100
C.2	Tipos padrão do kit de calibração X11644A WR-90	101

LISTA DE TABELAS

Pág.	•

2.1	Meios materiais e seus parâmetros constitutivos	21
2.2	Parâmetros de um sistema de micro-ondas para a obtenção do modelo	
	NRW	28
3.1	Componentes do processo de síntese	38
3.2	Descrição das amostras utilizando borracha de silicone como matriz po-	
	limérica	44
3.3	Descrição das amostras de carbono com $MnSO_4.H_2O$ utilizando resina	
	epóxi como matriz polimérica	45
4.1	Valor médio e desvio padrão obtidos de um grupo de dez medidas para	
	cada intervalo de porosidade gerado.	51
4.2	Parâmetros referentes aos melhores resultados na refletividade	60
4.3	Classificação das amostras por porosidade e tamanho de partícula	62
4.4	Classificação dos resultados mais significativos para $\varepsilon'.$	66
4.5	Classificação dos resultados mais significativos para $\varepsilon''.$	66
4.6	$\operatorname{Par}\!\!\!\! \hat{\operatorname{ametros}}$ referentes aos resultados mais significativos na refletividade	68
4.7	Parâmetros referentes aos melhores resultados na refletividade	76
A.1	Seçoes de processamento dos sinais no VNA	93
B.1	Tabela de equivalência para Reflection Loss - % Potência	98
C.1	Tipos padrão na calibração	99
C.2	Padrões do kit de calibração	101

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CP	—	Carbono Poroso
DRX	_	Difração de Raios X
EDS	—	Espectroscopia de Raios X por dispersão em Energia
EMC	_	Compatibilidade Eletromagnética (<i>Electromagnetic Compatibility</i>)
EMI	_	Interferência Eletromagnética (<i>Electromagnetic Interference</i>)
FSS	_	Superfície Seletora de Frequência (Frequency Selective Surface)
INPE	_	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
MARE	_	Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética
MET	_	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	_	Microscopia Eletrônica de Varredura
PMMA	_	Polimetil-metacrilato
RAM	_	Material Absorvedor de Radiação (Radar Absorbing Material)
TEM	_	Transversal Eletromagnética
TE	_	Transversal Elétrica
ТМ	_	Transversal Magnética
USP	_	Universidade de São Paulo
VNA	—	Analisador Vetorial de Redes

LISTA DE SÍMBOLOS

ε	_	permissividade elétrica
ε_0	_	permissividade elétrica do espaço livre
ε_r	_	permissividade elétrica relativa
μ	_	permeabilidade magnética
μ_0	_	permeabilidade magnética do espaço livre
μ_r	_	permeabilidade magnética relativa
f	-	frequência
ω	_	frequência angular
f_c	_	frequência de corte
k_c	_	numero de onda de corte
R	_	resistência elétrica
ρ	_	resistividade elétrica
σ_{\parallel}	_	condutividade elétrica
$ec{E}$	—	campo elétrico
\vec{H}	_	campo magnético
\vec{F}	_	força elétrica
q	_	carga elétrica
\vec{D}	_	densidade de fluxo elétrico
\vec{B}	_	densidade de fluxo magnético
\vec{J}	_	densidade de corrente elétrica
λ	_	comprimento de onda
λ_0	_	comprimento de onda do espaço livre
λ_c	_	comprimento de onda da frequência de corte
β	-	constante de fase
ν	-	velocidade de propagação
γ	_	constante de propagação
η_{\perp}	—	impedância do meio
$\vec{P_e}$	_	polarização elétrica
χ_e	—	suscetibilidade elétrica
\vec{P}_m	_	polarização magnética
χ_m	_	suscetibilidade magnética
$\tan \delta$	-	tangente de perda
\hat{P}_i	_	propagação incidente
\hat{P}_r	_	propagação refletida
\hat{P}_f	_	propagação transmitida
Γ	_	coeficiente de reflexão
T	—	coeficiente de transmissão
Ø	_	tamanho de partícula do PMMA
$^{\mathrm{o}}C$	_	graus Celsius
$^{\circ}C/min$	—	graus Celsius por minuto

sccm	_	standard cubic centimeters per minute
h	—	horas

- φ tamanho de partícula para o material com $MnSO_4.H_2O$ φ tamanho de partícula para o material com PMMA

SUMÁRIO

Pág.

1 INTRODUÇÃO 1	L
1.1 Disposição da Dissertação	3
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 5	5
2.1 Espumas de carbono de origem sustentável	5
2.2 Materiais absorvedores de radiação eletromagnética MARE 9)
2.3 Eletromagnetismo aplicado a MARE 12	2
2.3.1 Propriedades elétricas	2
2.3.2 Propriedades magnéticas	1
2.3.3 Propriedades eletromagnéticas	3
2.4 Engenharia de micro-ondas aplicado a MARE 24	1
2.4.1 Parâmetros-S	5
2.4.2 Algoritmo Nicolson Ross Weir	3
2.4.3 Linha de Transmissão e Guia de Onda 28	3
2.4.4 Reflexão e Transmissão	Ĺ
2.4.5 Superfície Seletora de Frequência	3
3 SÍNTESE DO MATERIAL 37	7
3.1 Espumas de carbono	7
3.1.1 Síntese química	7
3.1.2 Carbonização	3
3.1.3 Lavagem)
3.1.4 Classificação de particulado	Ĺ
3.1.5 Amostras de MARE 41	Ĺ
3.1.5.1 Amostras com matriz de silicone	2
3.1.5.2 Amostras com estrutura FSS	1
3.2 Carbono com adição de $MnSO_4.H_2O$	5
3.2.1 Amostras com matriz de resina epóxi	3
4 ANÁLISE DE RESULTADOS 49)
4.1 Carbono Poroso como Absorvedor de Radiação Eletromagnética 49)
4.1.1 Difratometria de raios-X)

4.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura MEV	51
4.1.4 Espectroscopia de raios-X por dispersão em energia EDX	53
4.1.5 Permissividade complexa e permeabilidade complexa	54
4.1.6 Refletividade	59
4.2 Carbono Poroso com Superfícies Seletoras de Frequência	61
4.2.1 Permissividade complexa	62
4.2.2 Refletividade	66
4.3 Carbono+ $MnSO_4.H_2O$ como Absorvedor de Radiação Eletromagnética .	69
4.3.1 Difração de raios-X	69
4.3.2 Raman	69
4.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura MEV	70
4.3.4 Espectroscopia de raios-X por dispersão em energia EDS	72
4.3.5 Permissividade complexa e permeabilidade complexa	72
4.3.6 Refletividade	74
5 CONCLUSÕES	77
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77 79
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	77 79 85
5 CONCLUSÕES	77798585
5 CONCLUSÕES	 77 79 85 85 85
5 CONCLUSÕES	 77 79 85 85 85 86
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	 77 79 85 85 85 86 88
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN A.1 Difração de raios-X A.1.1 Difração de raios-X A.1.2 Espalhamento Raman A.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura A.2 Analise da composição química EDS	 77 79 85 85 85 86 88 90
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN	 77 79 85 85 85 86 88 90 91
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN A.1 Difração de raios-X A.1.1 Difração de raios-X A.1.2 Espalhamento Raman A.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura A.2 Analise da composição química EDS A.3 Analise eletromagnética VNA APÊNDICE B - REPRESENTAÇÃO FASORIAL, DECIBEL E	 77 79 85 85 86 88 90 91
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN A.1.1 Difração de raios-X A.1.2 Espalhamento Raman A.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura A.2 Analise da composição química EDS A.3 Analise eletromagnética VNA APÊNDICE B - REPRESENTAÇÃO FASORIAL, DECIBEL E PORCENTAGEM DE ABSORÇÃO	 77 79 85 85 86 88 90 91 95
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN A.1 Difração de raios-X A.1.1 Difração de raios-X A.1.2 Espalhamento Raman A.1.2 Espalhamento Raman A.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura A.2 Analise da composição química EDS A.3 Analise eletromagnética VNA APÊNDICE B - REPRESENTAÇÃO FASORIAL, DECIBEL E PORCENTAGEM DE ABSORÇÃO B.1 ANÁLISE FASORIAL	 77 79 85 85 86 88 90 91 95 95
5 CONCLUSÕES REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN A.1 Difração de raios-X A.1.1 Difração de raios-X A.1.2 Espalhamento Raman A.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura A.2 Analise da composição química EDS A.2 Analise eletromagnética VNA APÊNDICE B - REPRESENTAÇÃO FASORIAL, DECIBEL E PORCENTAGEM DE ABSORÇÃO B.1 ANÁLISE FASORIAL B.2 DECIBEL (dB)	 77 79 85 85 86 88 90 91 95 96

APÊNDICE C - KIT DE CALIBRAÇÃO KEYSIGHT WR90	
X11644A)
ANEXO A - TRABALHOS EM CONGRESSOS	3
ANEXO B - ARTIGOS ACEITOS E PUBLICADOS 10	5
ANEXO C - TRABALHOS FUTUROS	7

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, o avanço tecnológico do setor aeroespacial foi baseado principalmente no constante crescimento do poder computacional, conforme descrito pela Lei de Moore (1965), no qual o aperfeiçoamento avançaria a uma alta velocidade, dobrando a cada 18 meses (SEDRA; SMITH, 2015). Esse constante aperfeiçoamento e desenvolvimento de novos materiais, equipamentos e tecnologias tem permitido um acesso gradativo a fontes de energia cada vez mais poderosas. Um claro exemplo disto é o desenvolvimento de tecnologias (materiais, dispositivos e sistemas) na faixa de micro-ondas, o que permite trabalhar com frequências de 300 MHz à 300 GHz, abrangendo faixas importantes no campo aeronáutico e aeroespacial (CHEN et al., 2004)(MOURITZ, 2012).

Atualmente, processos e sistemas interagindo com radiação na faixa de microondas estão sendo gradativamente introduzidos nas atividades rotineiras das pessoas. Este cenário atual é devido ao alto desenvolvimento tecnológico, o qual permite a manipulação de dispositivos e tecnologias que abrangem frequências nesta faixa. Exemplos típicos são encontrados no setor eletrônico, como a Internet das coisas (*Internet of Things - IoT*) e no setor de telecomunicações com a rede de quinta geração (*Fifth Generation - 5G*), onde a automação de processos exerce uma busca constante por maiores velocidades de processamento e transmissão de dados, sempre com o objetivo de melhorar a qualidade de vida do ser humano (TEPPATI et al., 2013)(SEDRA; SMITH, 2015).

Nestes processos de desenvolvimento tecnológico, a ciência e a engenharia de materiais desempenham uma função de importância crucial, já que o acoplamento, funcionamento e a performance de um sistema, estão diretamente ligados ao desenvolvimento de novos materiais. Desta forma, pode-se garantir os requisitos mínimos de desempenho, protegendo o dispositivo de perturbações eletromagnéticas externas e ao mesmo tempo, não sendo uma fonte de poluição eletromagnética para o meio. Sistemas operacionais na faixa de micro-ondas são ainda mais susceptíveis a interferências que os sistemas de radiofrequência, pois sua operação interage com frequências mais altas e portanto energias maiores, fazendo-los mais suscetíveis às perturbações que são geradas principalmente por outros dispositivos elétricos ou eletrônicos, somados à seus respectivos sinais e frequências de operação. Portanto, há uma demanda crescente por novos materiais absorvedores de radiação eletromagnética que além de serem eficientes e confiáveis, podem ser adaptados às exigências de frequência da faixa micro-ondas, satisfazendo assim, requisitos relacionados às propriedades elétricas, magnéticas, mecânicas, térmicas, ópticas, degenerativas e sustentáveis (CALLISTER; RETHWISCH, 2013).

Ainda, a sustentabilidade é um requisito no qual todo processo de manufatura de novos produtos deveria estar envolvido, visto que os recursos disponíveis no mundo são limitados. Portanto, é imprescindível desenvolver novos materiais que possam satisfazer as necessidades do mercado e atender às demandas sócioeconômicas, apresentando um caráter economicamente viável e ambientalmente amigável. Nessa perspectiva, a síntese de materiais inovadores oriundos do licor negro, um resíduo gerado na indústria de papel e celulose com grandes proporções de polifenólico natural (lignina), pode atrair grande interesse industrial, pois envolve conceitos de sustentabilidade combinado a um método de fabricação relativamente rápido e simples (IRIMIA-VLADU, 2014)(THAKUR; THAKUR, 2015). O licor negro é gerado em altas quantidades no processo de polpação Kraft, porém é considerado como um subproduto altamente poluente devido ao seu elevado pH (12,5), sendo considerado corrosivo pela ABNT 1004 (AMARAL-LABAT et al., 2013) (CHUNG; WASHBURN, 2012). Todavia, se utilizado de forma integral, ou seja, sem a geração de novos resíduos e através de um processo de fabricação adequado na síntese de um novo material, pode representar uma ferramenta eficaz para solucionar ou minimizar problemas associados à engenharia aeroespacial como interferência eletromagnética (*Electromagnetic Interference - EMI*), materiais absorvedores de radiação eletromagnética MARES (Radar absorbing material - RAM), compatibilidade eletromagnética (Electromagnetic Compatibility - EMC), eficácia de blindagem contra interferência eletromagnética (Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness - EMI SE), e superfícies seletora de frequências (Frequency Selective Surface - FSS) (OTT, 2009)(PAUL, 2006). Para estudar essas diversas aplicações, o licor negro, na sua forma bruta, foi submetido a um processo de síntese química, juntamente com um agente reticulante, um precursor secundário e outros aditivos com a finalidade de obter-se uma resina lignina-resorcinol-formaldeído sólida. A mesma foi submetida sequencialmente a um processo de carbonização, lavagem, classificação e caracterização de suas propriedades estruturais, químicas e morfológicas. Finalmente, procedeu-se à confecção dos compósitos pela mistura de uma matriz dielétrica de borracha de silicone ou resina epóxi com o material poroso sintetizado. Os materiais compósitos foram analisados segundo as suas propriedades de reflexão e transmissão quando uma onda eletromagnética incide na faixa micro-ondas de 8,2 GHz à 12,4 GHz. O principal objetivo desta dissertação é apresentar o desenvolvimento de um material inovador, de origem sustentável e confiável, derivado de subprodutos altamente poluentes (licor negro), analisando suas propriedades estruturais, composicionais, morfológicas e eletromagnéticas para sua aplicabilidade como MARE.

1.1 Disposição da Dissertação

O presente documento foi subdividido em cinco capítulos, conforme descrição a seguir:

- Capitulo 2: Revisão bibliográfica sobre materiais sustentáveis a base de carbono, espumas de carbono, sustentabilidade na engenharia de materiais, propriedades elétricas, magnéticas, e eletromagnéticas dos materiais, equações de Maxwell, propagação de ondas eletromagnéticas em um meio material, teoria e engenharia de micro-ondas para caracterização dos materiais.
- Capitulo 3: Descrição das etapas de síntese, processamento e obtenção das espumas de carbono. Adicionalmente, fabricação dos materiais compósitos de carbono poroso em matriz dielétrica de borracha de silicone, carbono poroso em matriz dielétrica de resina epóxi com posterior transformação para superficies selectoras de frequência e finalmente carbono com adição de $MnSO_4.H_2O$ em matriz dielétrica de resina epóxi.
- Capitulo 4: Exposição e análise dos resultados obtidos, a partir da síntese, processamento e caracterização das espumas de carbono e materiais compósitos, avaliando sua estrutura, propriedades e performance como MARE.
- Capitulo 5: Principais conclusões dos resultados obtidos.
- Apêndice A: Apresentação teórica de técnicas de caracterização química, estrutural, morfológica e eletromagnética utilizadas neste trabalho.
- Apêndice B: Representação fasorial, conceito de decibel (dB) e formulas para o calculo da perda por reflexão (*ReflectionLoss - RL*) e sua equivalência de porcentagem de energia absorvida.
- Apêndice C: Kit de calibração Keysight WR-90 X11644A utilizado no processo de caracterização electromagnética dos materiais compósitos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Espumas de carbono de origem sustentável

A crescente preocupação em conceitos de sustentabilidade vem incentivando o aproveitamento de resíduos e subprodutos como novas matérias-primas em diferentes aplicações. Este novo cenário visa a diminuição do gasto energético gerado durante o ciclo de vida dos materiais e produtos desenvolvidos. Portanto, o desenvolvimento de novos materiais sustentáveis é de extrema importância. Contudo, seu desenvolvimento não é uma tarefa trivial. Novos materiais sustentáveis devem cumprir requisitos mínimos, tais como: baixo custo; escalabilidade; apresentar interesse industrial; ter caráter econômico viável; ser de origem renovável e ser oriundo de matéria prima abundante (TITIRICI et al., 2015).

A procura de tecnologia e materiais sustentáveis está sendo idealizada, cada vez mais, em diferentes áreas da indústria, não sendo apenas uma iniciativa em direção a um ambiente mais viável e à diminuição de custos, mas também uma demanda por regulamentações que estão sendo adotadas por vários países com a utilização de tecnologias e materiais considerados "green" (KORONIS et al., 2013). Esta iniciativa está em constante crescimento no que tange a classe de materiais a base de carbono, com o propósito de atingir a sustentabilidade através da identificação de precursores orgânicos altamente abundantes e de baixo custo, com rotas sintéticas economicamente viáveis e de alto rendimento, além de evitar o uso de solventes tóxicos, para a fabricação de novos materiais, minimizando a geração de resíduos, que normalmente requerem manipulação e descarte onerosos ou desapropriados (IRIMIA-VLADU, 2014).

Neste contexto, o resíduo do processo de polpação Kraft pode ser considerado relevante. O processo é ilustrado na Figura 2.1 e atualmente representa 90% da produção mundial de polpa (MESFUN et al., 2014), gerando uma volumosa quantidade de resíduo líquido. Para cada tonelada de polpa produzida, aproximadamente uma tonelada de licor negro é gerada (GARRON et al., 2015). Portanto, a partir da produção mundial estima-se que aproximadamente 130 milhões de toneladas de licor Kraft são gerado anualmente em todo o mundo (GOUVEIA et al., 2013). No processo, a madeira é tratada com uma solução de $Na_2S/NaOH$ em uma faixa de temperatura de 155 a 175 °C por várias horas, onde as parcelas sólidas (celulose) e líquidas (licor negro) podem ser separadas (CALVO-FLORES; DOBADO, 2010).

O licor negro, resíduo da indústria de produção de papel e celulose, é uma das mais promissoras soluções para a obtenção da lignina devido a sua abundância obtida



Figura 2.1 - Processo de polpação Kraft.

Fonte: Produção do autor.

no processo de polpação Kraft. Por conseguinte, muitas pesquisas têm sido desenvolvidas no sentido da reutilização da lignina presente neste resíduo (licor negro) para a produção de novos materiais (GRISHECHKO et al., 2013)(GINDL-ALTMUTTER et al., 2015)(LABAT; GONÇALVES, 2007). Todavia, a lignina é, normalmente, utilizada de forma isolada do licor negro, pois a maior parte dos processos de reutilização a requerem de forma pura, implicando a necessidade de uma etapa de precipitação. As diferentes técnicas de isolamento são baseadas no princípio de precipitação ácida por utilização de gás carbônico, H_2SO_4 ou HCl (BERTAUD et al., 2012). Estas etapas elevam o custo final do material e tornam o processamento do resíduo inviável economicamente. Portanto, a utilização deste resíduo líquido de forma integral envolveria os principais conceitos exigidos no cenário "green".

Atualmente, o licor negro gerado no processo de polpação Kraft é queimado em caldeiras de recuperação, gerando vapor e eletricidade. Todavia, processos de remoção da lignina do licor negro como precipitação ou ultrafiltração vão tirar valor do processo de queima deste resíduo. O custo do processo de purificação da lignina deve levar em conta tanto o processamento extra quanto a perda de energia. Assim, a rentabilidade de purificação da lignina depende do preço da energia elétrica
e do grau de qualidade da lignina requerida pela sua aplicação final, o que aumenta consideravelmente o custo final da lignina e minimiza a viabilidade de sua utilização em grande escala (JÖNSSON et al., 2008). Em vista disso, o licor negro pode ser considerado uma fonte promissora na produção de materiais carbonosos, visto que é composto principalmente por lignina, o que devido a sua natureza fenólica, pode ser facilmente polimerizado com aldeídos de alta reatividade para a formação de uma resina precursora de materiais carbonosos porosos (PIZZI, 2003). Assim, uma etapa posterior de modificação química por carbonização certamente produz um material altamente rico em carbono.

A lignina, principal componente do licor negro, é o segundo biopolímero terrestre mais abundante após a celulose, sendo gerada como subproduto de várias indústrias envolvidas com a fabricação de papel, produção de etanol, e outras. Por conseguinte, o desenvolvimento de varios materiais "green" a partir da lignina, que é frequentemente considerada como um desperdício, é objetivo de interesse primordial do ponto de vista ambiental e econômico (THAKUR; THAKUR, 2015). A lignina faz parte das paredes celulares secundárias das plantas e ajuda a manter a integridade da matriz de celulose-hemicelulose-pectina. Por isto, a lignina torna-se um importante componente estrutural das plantas lenhosas, desempenhando funções de grande importância dentro das mesmas, como: no fornecimento de força física às plantas; na formação das redes vasculares condutoras de água usando interações hidrofóbicas e; na proteção contra microrganismos e insetos (CHUNG; WASHBURN, 2012)(CALVO-FLORES; DOBADO, 2010).

A composição e proporção de lignina nas plantas depende das espécies botânicas. Em madeira macia, a lignina representa cerca do 30% da massa total. Na madeira dura, essa parte cai para 20 - 25%. Já nas plantas herbáceas, apresentam valores baixos e variáveis. A lignina tem uma grande diversidade dependendo de sua origem ela pode ser classificada de diversas formas, sendo a mais consistente a baseada na sua estrutura química, que estão integradas por quatro grupos principais conhecidos como tipo G, tipo G - S, tipo H - G - S, e tipo H - G. Estes grupos estão de acordo com a abundância das unidades básicas de fenol guaiacil(G), siringil(S) e p - hidroxifenil(H) no polímero. Apesar de sua complexidade química, a lignina é um polímero que é biodegradável por microorganismos e por múltiplas transformações bioquímicas (CALVO-FLORES; DOBADO, 2010). Portanto, ligninas são de interesse tecnológico dentro do conceito "green". Ademais, este biopolímero apresenta alto rendimento em carbono após o tratamento térmico por cabonização, e ainda é considerado um excelente precursor na produção de materiais porosos de carbono (LABAT; GONÇALVES, 2007)(AMARAL-LABAT et al., 2012)(AMARAL-LABAT et al., 2013).

Os materiais carbonosos possuem diversas propriedades convenientes, podendo-se destacar, principalmente, seu peso-leve, alta estabilidade térmica, superfície naturalmente hidrofóbica e altas condutividades térmica e elétrica (INAGAKI et al., 2015). Devido a estas propriedades, estes materiais possuem um amplo campo de aplicações em diversos setores como: aeronáutico e aeroespacial (em reforços de peças estruturais -fibra de carbono); eletrônicos (fontes de energia como eletrodos); energético (melhoramento do desempenho das baterias - fluoretos de grafite), automotivo (escovas motor de partida -compósitos carbono/metal); entre outros (INAGAKI et al., 2013). Além disso, existe a possibilidade de gerar uma ampla gama de estruturas porosas destes materiais, com diferentes variações em tamanho, morfologia e quantidade de poros (INAGAKI et al., 2015).

Em geral, existem dois tipos principais de materiais de carbono porosos, os quais baseiam-se na origem de obtenção de seus poros:

- Aerogéis de carbono: são obtidos pela policondensação sol-gel de resinas termofixas, como resorcinol e formaldeído, seguido de um processo de secagem supercrítica e, finalmente, um processo de pirólise dos aerogéis orgânicos sintetizados (SZCZUREK et al., 2011), O material final apresenta, em sua grande maioria, uma porosidade em escala nano.
- Espumas de carbono: são obtidas pela carbonização de resinas termofixas, carvão, piche de alcatrão de carvão e resina de petróleo, removendo os materiais voláteis sob processos de alta temperatura (800–1000 °C) e, opcionalmente, alta pressão (2–4 MPa) em atmosferas inertes (SEO et al., 2014), gerando um material altamente poroso com poros em escala micrométrica.

As espumas sólidas podem ser produzidas por duas diferentes formas:

- Por meio de liberação de um gás em um meio líquido de alta viscosidade que endurece enquanto o gás é desprendido (geralmente uma resina em processo de cura). A cura do polímero ocorre pelas reações de polimerização, por exemplo, de resinas fenólicas em presença de formaldeído, enquanto o dietil-éter promove a porosidade durante evaporação devido a formação de bolhas no líquido viscoso (AMARAL-LABAT et al., 2013).
- Pela associação da cura de um polímero à adição de um material "template" que

fornecerá a maior parte da porosidade da espuma resultante (SEO et al., 2014).

Espumas de carbono são caracterizadas, principalmente, pela estrutura celular semelhante a uma esponja e pelos valores baixos de densidade relativa ($< 0.8 \text{ g/cm}^3$) (CHEN et al., 2006). A resistência térmica e a boa resistência à compressão de espumas de carbono de origem fenólica são características relevantes para aplicações como em materiais semi-condutores (JANA et al., 2015)(TONDI et al., 2015) ou como isolamento acústico (AMARAL-LABAT et al., 2013).

Espumas de carbono e/ou carbono poroso são dificeis de diferenciar, pois ambas possuem porosidade na mesma faixa (macroporosidade). Por isto, é importante estabelecer terminologia associada com a morfologia tipica de uma espuma de carbono e/ou carbono poroso. A Figura 2.2, ilustra a presença de dois tipos de poros. O primeiro, maior, é rodeado por paredes de carbono (*"cela"*). O segundo, apresenta orifício localizado na parede de carbono que conecta as celas vizinhas (*"janela"*). O orifício localizado, por sua vez, vão estar conformado por duas partes: *"parede de cela"* e; *"armação"*. Assim, espumas de carbono podem ser definidas como materiais que possuem uma estrutura de poros abertos, na qual as celas (macroporos) podem estar conectadas umas às outras através de janelas, com a intenção de serem usadas como um espaço para introduzir outros tipos de materiais no interior para aprimorar suas funcionalidades (INAGAKI et al., 2015).

Por conseguinte, a produção de materiais porosos de origem biofenólica, ou seja, a partir do licor bruto, pode ser uma alternativa de grande interesse devido as inúmeras aplicações deste material. Recentes estudos mostraram o potencial de materiais porosos carbonos de origem biofenólica em isolamento acústico (AMARAL-LABAT et al., 2013) e performance eletroquímica (BRAGHIROLI et al., 2012)(AMARAL-LABAT et al., 2012).

2.2 Materiais absorvedores de radiação eletromagnética MARE

Os MAREs podem ser classificados como uma classe especial de materiais que convertem micro-ondas em outra forma de energia como, por exemplo, calor. Desta forma, estes materiais podem melhorar a furtividade de aeronaves militares, transformando a onda incidente em calor ao invés de refleti-la para o radar. Normalmente os MAREs normalmente devem ser utilizados em conjunto com outras tecnologias furtivas, como adaptações no projeto de aeronaves para minimizar a seção reta radar (*Radar Cross Section - RCS*) (RANA; FANGUEIRO, 2016).



Figura 2.2 - Terminologia associada a materiais carbonosos porosos.

Fonte: Produção do autor.

MAREs podem ser feitos a partir de partículas ferromagnéticas embutidas em uma matriz polimérica. Um dos MAREs mais conhecidos é chamado de *"ironball painting"*, que consiste em pequenas esferas revestidas de metal suspensas em uma tinta à base de epóxi. Essas esferas são revestidas com ferrita ou ferrocarbonila e, quando a radiação eletromagnética penetra na tinta, ocorre uma atenuação da onda devido as oscilações causadas nas moléculas metálicas. Estas oscilações moleculares decaem com a liberação de calor, sendo este um mecanismo efetivo de amortecimento de ondas eletromagnéticas. A pequena quantidade de calor gerada pelas oscilações é conduzida para a fuselagem, onde se dissipa (MOURITZ, 2012).

As primeiras aplicações de MAREs foram no setor militar, onde o principal objetivo era reduzir a RCS (*Radar Cross Section*) dos veículos utilizados, tornando a detecção por radar mais difícil. Na área aeronáutica, uma das primeiras aplicações datam da década de 1970, com a fabricação do bombardeiro Lockheed F-117 *Nighthawk*. Na década de 1980, o bombardeiro Northrop Grumman B-2 *Spirit* foi fabricado e, como o F-117, utilizava uma combinação de MARE e *aerodesign* para reduzir a RCS. Nos anos 2000 vieram os caças furtivos, tais como o F-22 *Raptor* e o F-35 *Lightning II*,

além dos veículos aéreos não tripulados (*VANTs*), como o Boeing X-45 (SINGH; JHA, 2015)(MOURITZ, 2012).

aplicações Devido às suas extensas na área militar, maioria das a MARES absorvedores pesquisas sobre е materiais de micro-ondas (Microwave Absorbing Material - MAM) foram mantidas em sigilo, sendo tratada como assuntos confidenciais ao longo dos anos. Recentemente, com o avanço da eletrônica moderna e dos circuitos integrados, a expansão gradual em áreas como telecomunicações, computação e automação tem aumentado a demanda por MAREs, além de uma maior exigência no desempenho de absorção destes materiais. Logo, uma atenção considerável tem sido voltada para novos tipos de materiais absorvedores, desenvolvendo, inclusive, novos mecanismos de absorção para aplicações civis (DUAN; GUAN, 2016) (SEDRA; SMITH, 2015).

No setor eletrônico, uma das maiores preocupações encontra-se na compatibilidade eletromagnética dos sistemas eletrônicos que, devido a sua tendência na miniaturização, estão mais susceptíveis a sofrer perturbações causadas por fenômenos de descarga eletrostática e/ou interferência eletromagnética (OTT, 2009). De maneira similar, o aumento das frequências utilizadas para operação dos dispositivos e sistemas eletrônicos tem ocasionado a diminuição da eficácia da blindagem contra interferência eletromagnética. Normalmente, as blindagens eletromagnéticas eram feitas com materiais condutores como aço, alumínio e cobre. Entretanto, hoje em dia buscam-se materiais compósitos com a capacidade de absorver a energia eletromagnética para transformá-la em calor. Isto tem levado à utilização de matrizes isolantes (como resinas) com aditivos condutores (como as fibras de carbono, fibras de grafite revestidas com níquel, fibras de aço inoxidável, fibras ou flocos de prata e/ou alumínio) (TONG, 2009)(CHRISTOPOULOS, 2007).

No ramo de telecomunicações, os MAREs encontram aplicações na transmissão e recepção de informação sem fio, onde ocorrem fenômenos físicos de reflexão e espalhamento eletromagnético devido a interação das micro-ondas com diferentes objetos. Tais fenômenos físicos estão estritamente relacionados com as propriedades eletromagnéticas de cada objeto, permitindo fazer um rastreio de um ou vários objetos como se evidencia no sistema de posicionamento global (Global Positioning System - GPS), ou podendo fazer um seguimento de uma zona especifica abrangendo uma grande área como no sensoriamento remoto (ULABY, 2005). Da mesma forma, grande parte dos sistemas de telecomunicações utilizam radomes como principal estrutura de proteção de radares para garantir seu correto funcionamento. O projeto e construção de radomes para equipamentos de radar de telecomunicações, requer que o material utilizado não produza nenhuma reflexão na interface com o meio onde o sinal da antena é irradiado, para evitar situações indesejadas como perda de transmissão, deflexão do feixe, e despolarização da antena, alem de garantir o bom funcionamento dos dispositivos transmissores e receptores de informação (IDA, 2015).

2.3 Eletromagnetismo aplicado a MARE

A interação eletromagnética é a força dominante nos sistemas microscópicos, existindo entre todas as partículas carregadas e permitindo o estudo das suas interações em repouso e em movimento. Embora a interação eletromagnética opere na escala atômica, seus efeitos podem ser transmitidos na forma de ondas eletromagnéticas, que podem propagar através do espaço livre e de certos meios materiais (ULABY, 2005)(SADIKU, 2007).

As propriedades dielétricas e magnéticas dos materiais são, respectivamente, representadas pela permissividade elétrica ε e permeabilidade magnética μ . Os parâmetros ε e μ , junto com a condutividade elétrica σ , são frequentemente chamados de parâmetros constitutivos de um material. Diz-se que um meio é homogéneo se os seus parâmetros constitutivos são constantes ao longo do meio (ULABY, 2005).

2.3.1 Propriedades elétricas

Em geral, todos os materiais têm um comportamento característico de resistir ao fluxo de carga elétrica. Esta propriedade de resistir à passagem de corrente elétrica é conhecida como resistência e é representada pelo símbolo R. A resistência de qualquer material que contenha uma área de secção transversal uniforme A, um comprimento L, e uma resistividade elétrica ρ , pode ser expressada matematicamente por meio de:

$$R = \frac{\rho L}{A} \quad [\Omega] \tag{2.1}$$

onde a resistividade elétrica é uma propriedade intrínseca do material, e possui a unidade de $[\Omega \cdot m]$ (ALEXANDER; SADIKU, 2013).

A condutividade elétrica σ pode ser entendida como a facilidade com a qual as cargas (elétrons) podem se mover livremente pelo material, se relacionando matematicamente com ρ através de:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad \left[\frac{S}{m}\right] \qquad onde \qquad \sigma = 0 \quad (espaço \ livre) \tag{2.2}$$

e estabelecendo um dos principais critérios para a classificação dos materiais como condutores, semicondutores e dielétricos (CALLISTER; RETHWISCH, 2013). (ALEXAN-DER; SADIKU, 2013).

Um material dielétrico é considerado um material não metálico, eletricamente isolante, cujas cargas estão ligadas ao átomo, isto significa que quando uma onda incide no meio, este exibe (ou pode exibir) uma estrutura de dipolo elétrico (polarização), gerando uma separação entre uma carga elétrica positiva e uma carga elétrica negativa em uma escala molecular ou atômica e, portanto, possui a habilidade de armazenar energia quando interage com um campo elétrico externo devido à formação de dipolos(CALLISTER; RETHWISCH, 2013)(KEYSIGHT TECHNOLOGIES, 2017).

A formação de dipolos elétricos é ilustrada na Figura 2.3, onde nota-se o efeito de distorção da nuvem eletrônica em um meio material quando este encontra-se sob a influência de um campo elétrico associado a uma carga pontual e invariante no tempo. Este efeito é chamado de polarização, onde o grau de polarização depende da distância entre a origem do campo elétrico e o átomo sob influência do campo. O elétrico sempre é alongado na mesma direção do campo elétrico incidente ao longo do eixo que une os dois polos (ULABY, 2005).

Figura 2.3 - Processo de polarização devido a uma carga pontual.



Fonte: Ulaby (2005).

Devido ao campo elétrico \vec{E} associado à carga pontual q, a força elétrica \vec{F} pode ser calculada sobre qualquer ponto de observação com carga q' dentro da região de influência de \vec{E} por:

$$\vec{F} = \vec{E}q' \quad [N] \tag{2.3}$$

onde o campo elétrico \vec{E} é dado da forma:

$$\vec{E} = \hat{r} \frac{q}{4\pi\varepsilon l^2} \quad \left[\frac{V}{m}\right] \tag{2.4}$$

Aqui, \hat{r} é o vetor unitário ao longo da linha de ação da força elétrica e l é a distância entre os pontos de análise.

O deslocamento da nuvem eletrônica devido ao campo elétrico externo, representa a resposta do meio ao campo externo. Está permissão que o meio dá a ação do campo elétrico é a permissividade elétrica, descrevendo a interação de um material com um campo elétrico \vec{E} . Sua definição é dada por:

$$\vec{D} = \varepsilon \vec{E} \quad \left[\frac{C}{m^2}\right] \tag{2.5}$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r \quad \left[\frac{F}{m}\right] \tag{2.6}$$

onde \vec{D} é a densidade de fluxo elétrico, ε_r é a permissividade elétrica relativa e ε_0 é a permissividade elétrica do vácuo, definida como $\varepsilon_0 = \frac{1}{36\pi} \times 10^{-9} \left[\frac{F}{m}\right]$.

Em qualquer fenômeno físico que envolva cargas elétricas, é fundamental a presença de duas propriedades (ULABY, 2005):

(i) Lei da conservação da carga elétrica – A carga elétrica resultante não pode ser criada nem destruída;

(*ii*) Principio de superposição – O campo elétrico total em um ponto no espaço devido a um sistema de cargas pontuais, é igual à soma vetorial dos campos elétricos nesse ponto, devido as cargas elétricas individuais.

2.3.2 Propriedades magnéticas

A permeabilidade magnética descreve a interação de um material com um campo magnético externo \vec{H} , descrevendo o grau de magnetização de um material sob a

influencia de \vec{H} , sendo definida como:

$$\mu = \mu_0 \mu_r \quad \left[\frac{H}{m}\right] \tag{2.7}$$

onde μ_0 é a permeabilidade magnética do vácuo μ_0 , definida como $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \left[\frac{H}{m}\right]$ e μ_r é a permeabilidade magnética relativa.

Outra propriedade magnética importante é a densidade de fluxo magnético \vec{B} , definida como:

$$\vec{B} = \mu \vec{H} \quad [T] \tag{2.8}$$

Todos os materiais exibem, pelo menos, um tipo de magnetização. A maioria dos materiais naturais são considerados não magnéticos, pois exibem certo nível de magnetização exclusivamente quando um campo magnético é aplicado neles. Esse nível de magnetização relativa está entorno da unidade ($\mu_r \sim 1$) pelo qual é considerado sem importância prática, já que sua permeabilidade magnética fica muito próxima à do vácuo $\mu = \mu_0$. O tipo de magnetização de qualquer material é baseado na resposta dada pelos elétrons e pelos dipolos magnéticos do material, quando o meio é submetido à um campo magnético externo. A classificação destes materiais é dada da seguinte forma (CALLISTER; RETHWISCH, 2013):

- Diamagnéticos: Apresentam uma forma muito fraca de magnetismo, que é não permanente e persiste apenas enquanto estão sob a influência de um campo magnético externo. Seu magnetismo é induzido por uma mudança no movimento orbital dos elétrons devido ao campo magnético aplicado. A magnitude do momento magnético induzido é extremamente pequena e em uma direção oposta àquela do campo magnético aplicado. Este tipo de magnetismo está presente em todos os materiais, mas, por ser tão fraco, apenas pode ser observado quando outros tipos de magnetismo estão totalmente ausentes.
- Paramagnéticos: Apresentam um dipolo magnético permanente em virtude de um cancelamento incompleto do spin do elétron e/ou dos momentos magnéticos orbitais. As orientações desses momentos magnéticos atômicos são aleatórias, de modo que uma peça de material não possui uma magnetização macroscópica resultante em razão da ausência de um campo magnético externo. Este tipo de magnetismo é relativamente fraco, e surge quando os dipolos atômicos, em presença de um campo magnético externo rotacionam e se alinham, preferencialmente no mesmo sentido do campo magnético aplicado.

- Ferromagnéticos: Apresentado em certos materiais metálicos, materiais ferromagnéticos exibem um momento magnético permanente na ausência de um campo magnético externo, podendo exibir magnetizações grandes e permanentes. Estes momentos magnéticos são devido ao não cancelamento dos seus spins eletrônicos, consequência da sua estrutura eletrônica. Além disso, nestes tipos de materiais, as interações de acoplamento paralelo dos spins fazem com que os momentos magnéticos resultantes adjacentes se alinhem uns com os outros, mesmo na ausência de um campo externo. Estes alinhamentos são conhecidos como domínios e podem se estender por regiões relativamente grandes do volume do cristal.
- Ferrimagnéticos: São apresentados em certos materiais cerâmicos de forma muito similar aos materiais ferromagnéticos. Porém, a grande diferença se dá no alinhamento dos momentos magnéticos, que neste caso resulta do acoplamento antiparalelo dos spins eletrônicos e, portanto, em um cancelamento incompleto dos momentos magnéticos. De maneira semelhante aos materiais ferromagnéticos, materiais ferrimagnéticos também formam domínios, embora a saturação de magnetização seja menor que a dos ferromagnéticos.
- Antiferromagnéticos: Aparecem, geralmente, em materiais cerâmicos, onde o acoplamento dos spins eletrônicos dos átomos, ou íons vizinhos, resulta em um alinhamento antiparalelo dos momentos magnéticos. Isto causa o cancelamento dos momentos magnéticos e, como consequência, o material não possui um momento magnético resultante.

2.3.3 Propriedades eletromagnéticas

Um campo elétrico variante no tempo tem a propriedade de gerar um campo magnético variante no tempo. De forma análoga, um campo magnético variante no tempo tem a propriedade de gerar um campo elétrico variante no tempo. Assim, quando há o acoplamento entre o campo elétrico e o campo magnético como uma perturbação através do meio no qual estão propagando, seu comportamento conjunto pode ser estudado como uma onda eletromagnética. Nesta onda, os campos elétrico e magnético oscilam na mesma frequência, com uma energia do acoplamento propagando-se na direção perpendicular aos campos $\vec{E} \in \vec{H}$ com velocidade constante em cada meio (ULABY, 2005)(SADIKU, 2007)(IDA, 2015).

Para se estudar os fenômenos eletromagnéticos é necessário compreender o conjunto das equações de Maxwell, que estabelecem as condições sob as quais um campo pode ser classificado como um campo eletromagnético. As equações de Maxwell são dadas por (SADIKU, 2007)(ULABY, 2005)(IDA, 2015):

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = \rho_v \qquad (Lei \ de \ Gauss)$$
(2.9)

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0$$
 (Let de Gauss – magnetismo) (2.10)

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$$
 (Lei de Faraday) (2.11)

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}$$
 (Lei de Ampere) (2.12)

onde \vec{E} é o campo elétrico, \vec{H} é o campo magnético, \vec{J} é a densidade de corrente total e t é o tempo.

Este conjunto de equações, na sua forma diferencial, é composto pela:

- Lei de Gauss A divergência do \vec{D} é proporcional à densidade de carga do volume, conforme a Equação 2.9.
- Lei de Gauss do magnetismo A divergência do B é igual a zero, por causa da inexistência de cargas magnéticas isoladas, conforme a Equação 2.10.
- Lei de Faraday O rotacional do \vec{E} em torno de uma trajetória fechada é igual à taxa de variação do negativo de \vec{B} através dessa trajetória, conforme a Equação 2.11.
- Lei de Ampere O rotacional do \vec{H} em torno de uma trajetória fechada é igual à corrente de condução \vec{J} somada a taxa de variação do \vec{D} através dessa trajetória, conforme a Equação 2.12.

Na prática, uma onda eletromagnética é especificada em função de seu comprimento de onda (λ) ou frequência (f), de acordo com o fenômeno físico pelo qual ela é gerada. Assim, é comum especificar uma onda eletromagnética em função de seu comprimento de onda quando se cumpre a condição $\lambda < 1 mm$, o que abrange todas as ondas do espectro eletromagnético, com exceção da região de micro-ondas e radiofrequência. Consequentemente, as ondas eletromagnéticas costumam ser especificadas em função da frequência quando a condição $\lambda > 1 mm$ é satisfeita (ULABY, 2005)(POZAR, 2012). A Figura 2.4 ilustra o espectro eletromagnético que especifica a classificação padrão das ondas eletromagnéticas, conforme seus comprimentos de onda e/ou frequências (CALLISTER; RETHWISCH, 2013).



Figura 2.4 - Espectro eletromagnético.

Fonte: Callister e Rethwisch (2013).

Para se estudar a interação de uma onda eletromagnética que se propaga através de um meio, é necessário poder descrever o comportamento das suas propriedades como função do espaço e do tempo. Para este propósito, o comportamento geral de propagação para uma onda qualquer é dado por (ULABY, 2005):

$$y(x,t) = Ae^{-\alpha x} \cos\left(\frac{2\pi}{T}t - \frac{2\pi}{\lambda}x + \phi_0\right)$$
(2.13)

onde A é a amplitude, $e^{-\alpha x}$ é o coeficiente de atenuação, $\alpha \left[\frac{Np}{m}\right]$ é a constante de atenuação, T [s] é o período, λ [m] é o comprimento de onda e ϕ_0 [rad] é a fase de transferência. Adicionalmente, como forma de simplificação define-se, $\omega = \frac{2\pi}{T} = 2\pi f \left[\frac{rad}{s}\right]$ como a frequência angular e $\beta = \frac{2\pi}{\lambda} \left[\frac{rad}{m}\right]$ como constante de fase ou

número de onda, simplificando a Equação 2.13 para:

$$y(x,t) = Ae^{-\alpha x} \cos\left(\omega t - \beta x + \phi_0\right) \tag{2.14}$$

Outra propriedade importante das ondas eletromagnéticas é a velocidade de fase, ou velocidade de propagação, definida por:

$$\nu = f\lambda = \frac{\omega}{\beta} \quad \left[\frac{m}{s}\right] \tag{2.15}$$

Essa velocidade também pode ser definida em função dos parâmetros do meio no qual esta se propagando:

$$\nu = \frac{1}{\sqrt{\mu\epsilon}} \left[\frac{m}{s} \right] \tag{2.16}$$

sendo que, quando $\mu = \mu_0$ e $\varepsilon = \varepsilon_0$, o resultado é a velocidade da luz $\nu = c = 299.792.458 \left[\frac{m}{s}\right]$ (SADIKU, 2007)(ULABY, 2005).

Quando a variação temporal das propriedades elétricas $(\vec{E}, \vec{D}, \rho_v)$ e magnéticas $(\vec{H}, \vec{B}, \vec{J})$ são descritas por um comportamento senoidal, com uma frequência angular ω , sua dependência temporal pode ser desconsidera por meio da sua representação fasorial, permitindo a descrição das propriedades apenas em função do espaço, como mostrado para \vec{E} :

$$\vec{E}(x,y,z;t) = \Re\left[\tilde{E}(x,y,z)e^{jwt}\right]$$
(2.17)

onde $\tilde{E}(x, y, z)$ representa de forma explicita o fasor do campo elétrico em função das suas variáveis espaciais, para um maior entendimento de fasores refira-se ao apêndice B.

Portanto, para um meio material linear, isotrópico e homogêneo, as equações de Maxwell assumem a forma fasorial, dadas por:

$$\nabla \cdot \tilde{D} = \tilde{\rho_v} \tag{2.18}$$

$$\nabla \cdot \tilde{B} = 0 \tag{2.19}$$

$$\nabla \times \tilde{E} = -j\omega \tilde{B} \tag{2.20}$$

$$\nabla \times \tilde{H} = \tilde{J} + j\omega\tilde{D} \tag{2.21}$$

Assim, uma onda eletromagnética pode ser descrita por meio das suas componentes

de campo elétrico \vec{E} e campo magnético \vec{H} variantes no tempo, como ilustrado na Figura 2.5. Embora ambos os campos estejam acoplados, cada um deles é descrito de forma independente (ULABY, 2005).



Figura 2.5 - Representação espacial da propagação de uma onda eletromagnética plana.

Fonte: Callister e Rethwisch (2013).

Definindo a propagação da onda eletromagnética ao longo do eixo \hat{z} , e analisando apenas a componente do \tilde{E} no eixo \hat{x} , em conjunto com as equações de Maxwell, pode-se descrever, respectivamente, o comportamento de \vec{E} e \vec{H} como (SADIKU, 2007):

$$\vec{E}(z,t) = E_0 e^{-\alpha z} \cos\left(\omega t - \beta z\right) \hat{x}$$
(2.22)

$$\vec{H}(z,t) = \frac{E_0}{|\eta|} e^{-\alpha z} \cos\left(\omega t - \beta z - \theta_\eta\right) \hat{y}$$
(2.23)

onde E_0 é a amplitude da onda e η é a impedância intrínseca do meio onde a onda está se propagando. A impedância pode ser entendida como a razão de cambio do campo magnético com o campo elétrico quando uma onda eletromagnética interage com um meio, da forma (CHEN et al., 2004):

$$\eta = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \quad [\Omega] \tag{2.24}$$

onde a propagação do campo elétrico e campo magnético vai ser condicionada pelas propriedades intrínsecas do material. Assim, um resumo da classificação dos diferentes meios materiais, segundo seus parâmetros constitutivos, é apresentada na Tabela 2.1 (SADIKU, 2007).

Meio material	Parâmetros constitutivos
Espaço livre	$\sigma = 0 \ ; \ \varepsilon = \varepsilon_0 \ ; \ \mu = \mu_0$
Dielétrico sem perdas	$\sigma = 0 \text{ ou } \sigma \ll \omega \varepsilon \ ; \ \varepsilon = \varepsilon_r \varepsilon_0 \ ; \ \mu = \mu_r \mu_0$
Dielétrico com perdas	$\sigma eq 0 \hspace{0.1 in} ; \hspace{0.1 in} arepsilon = arepsilon_{r}arepsilon_{0} \hspace{0.1 in} ; \hspace{0.1 in} \mu = \mu_{r}\mu_{0}$
Condutores	$\sigma \simeq \infty \ ou \ \sigma \gg \omega \varepsilon \ ; \ \varepsilon = \varepsilon_0 \ ; \ \mu = \mu_r \mu_0$

Tabela 2.1 - Meios materiais e seus parâmetros constitutivos

A resposta dos materiais sob a influência de campos eletromagnéticos está estritamente relacionada com o deslocamento tanto de seus elétrons livres como de seus elétrons ligados pela influência dos campos elétricos e, por vez, pela orientação de seus momentos magnéticos dada pela influência dos campos magnéticos (CHEN et al., 2004). Assim, na presença de um material dielétrico com perdas como ilustrado na Tabela 2.1, o \vec{E} associado à onda eletromagnética gera uma polarização dos átomos, ou das moléculas, do material, criando uma polarização elétrica, ou momentos de dipolo elétrico $\vec{P_e}$. Consequentemente, isto aumenta a densidade de fluxo elétrico total \vec{D} , conforme mostrado em:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P}_e = \varepsilon_0 (1 + \chi_e) \vec{E} = \varepsilon \vec{E}$$
(2.25)

onde χ_e é a suscetibilidade elétrica e a polarização elétrica $\vec{P_e}$ é dada por:

$$\vec{P}_e = \varepsilon_0 \chi_e \vec{E} \tag{2.26}$$

$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon'' = \varepsilon_0 (1 + \chi_e) \tag{2.27}$$

Aqui, a permissividade elétrica torna-se uma variável complexa composta por uma parte real ε' , conhecida como constante dielétrica, e por uma parte imaginaria ε'' , conhecida como fator de perda. A parte real da permissividade representa a quantidade de energia de um \vec{E} externo armazenada no material, enquanto a parte imaginária ε'' representa a quantidade de energia dissipada pelo material em forma de calor, devido ao amortecimento da vibração dos momentos de dipolo (POZAR, 2012)(ULABY, 2005). Além disso, em um material dielétrico com condutividade $\sigma \neq 0$, assumindo que não há outras correntes no meio, o fator de perda da permissividade complexa pode ser analogamente considerado como a perda em um condutor. Deste modo, relacionando a densidade de fluxo elétrico da Equação 2.25 com a densidade da corrente de condução, dada por:

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \tag{2.28}$$

e serem substituídas na Equação 2.29 referente á lei de Ampere na sua forma fasorial, gera-se uma representação alternativa da permissividade elétrica complexa dada por (ULABY, 2005)(SADIKU, 2007):

$$\nabla \times \tilde{H} = \tilde{J} + j\omega\varepsilon\tilde{E} = (\sigma + j\omega\varepsilon)\tilde{E} = j\omega\left(\varepsilon - j\frac{\sigma}{\omega}\right)\tilde{E}$$
(2.29)

$$\varepsilon = \varepsilon - j\frac{\sigma}{w} \tag{2.30}$$

onde $\varepsilon' = \varepsilon \ e \ \varepsilon'' = \frac{\sigma}{\omega}.$

De maneira semelhante, o \vec{H} associado à onda eletromagnética cria uma polarização magnética, ou momentos de dipolo magnético \vec{P}_m alinhando os momentos de dipolo magnéticos presentes em um material magnético. A polarização magnética pode ser encontrada na forma:

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{P}_m) = \mu_0(1 + \chi_m)\vec{H} = \mu\vec{H}$$
(2.31)

onde χ_m é a susceptibilidade magnética, \vec{P}_m é dado por:

$$\vec{P}_m = \chi_m \vec{H} \tag{2.32}$$

e a permeabilidade complexa da Equação 2.31 pode ser representada como:

$$\mu = \mu' - j\mu'' = \mu_0(1 + \chi_m) \tag{2.33}$$

onde μ' é a parte real representando a quantidade de energia de um \vec{H} externo armazenada no material, e μ'' é a parte imaginária associada com as perdas do \vec{H} como resultado do processo de magnetização dos dipolos magnéticos do material.

É importante ressaltar que a permissividade e a permeabilidade complexas não são constantes. Elas podem mudar com a frequência, temperatura, pressão e estrutura molecular do material (POZAR, 2012). Contudo, a análise apresentada neste trabalho para ε e μ faz referência a materiais dielétricos lineares (\vec{D} varia linearmente com \vec{E} segundo a equação 2.25), homogêneos (ε ou σ não variam na região dentro do espaço finito do material) e isotrópicos (\vec{D} , ε , e \vec{P} estão paralelos na mesma direção) (SADIKU, 2007).

Ao serem consideradas condições para um material dielétrico com perdas conforme a Tabela 2.1 e livre de carga em uma escala macroscópica ($\rho_v = 0$), a descrição da propagação da onda eletromagnética pode ser efetuada de forma mais conveniente através do coeficiente de propagação γ , da forma (CHEN et al., 2004)(SADIKU, 2007):

$$\gamma = \alpha + j\beta \tag{2.34}$$

$$\alpha = \omega \sqrt{\frac{\mu\varepsilon}{2} \left[\sqrt{1 + \left[\frac{\sigma}{\omega\varepsilon}\right]^2} - 1 \right]}$$
(2.35)

$$\beta = \omega \sqrt{\frac{\mu\varepsilon}{2} \left[\sqrt{1 + \left[\frac{\sigma}{\omega\varepsilon}\right]^2} + 1 \right]}$$
(2.36)

onde é valido observar que as Equações 2.35 e 2.36 descrevem α e β em termos das propriedades do meio material, e estas são as mesmas que aparecem na Equação 2.14. Da mesma forma, a impedância intrínseca de um material com perdas conforme a Tabela 2.1, vai ser definida como (SADIKU, 2007)(IDA, 2015):

$$\eta = \sqrt{\frac{j\omega\mu}{\sigma + j\omega\varepsilon}} \quad [\Omega] \tag{2.37}$$

Portanto, evidenciando que uma alteração nas propriedades do meio material vai influenciar diretamente na propagação da onda.

Finalmente, para se obter a solução de uma onda eletromagnética plana, são necessárias as equações de onda ou equações de Helmholtz, que descrevem o comportamento do campo eletromagnético através de um meio e as quais são dadas por (POZAR, 2012):

$$\nabla^2 \tilde{E} - \gamma^2 \tilde{E} = 0 \tag{2.38}$$

$$\nabla^2 \tilde{H} - \gamma^2 \tilde{H} = 0 \tag{2.39}$$

Outra propriedade de grande importância é a tangente de perda (tan δ), a qual é uma relação comum para determinar a medida do fator de perdas associado ao material. Ela é obtida através da razão entre a parte imaginária ε'' , e parte real ε' da permissividade complexa, conforme:

$$\tan \delta = \frac{Energia\ dissipada\ por\ ciclo}{Energia\ armazenada\ por\ ciclo} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \tag{2.40}$$

Analogamente, a tan δ pode ser analisada como a razão entre as densidades de corrente induzida e deslocada. Uma relação similar pode ser obtida para a obtenção da tangente de perda associada com as propriedades magnéticas do material (tan δ_m)(DUAN; GUAN, 2016)(CHEN et al., 2004). Assim, ε' vai ser dominante na presença de uma condutividade muito baixa, enquanto ε'' vai ser dominante na presença de uma condutividade muito alta (IDA, 2015). A Figura 2.6 ilustra uma representação vetorial da permissividade complexa por meio da soma de suas componentes real e imaginária, as quais estão desfasadas em 90 graus. Tal vetor forma um ângulo δ com a componente real, cuja magnitude vai determinar o grau de condutividade do material. Materiais em frequências de micro-ondas são, geralmente, caracterizados pela especificação de sua permissividade real ε' e sua tangente de perda tan δ (POZAR, 2012).

Figura 2.6 - Representação vetorial da tangente de perda.



Fonte: Keysight Technologies (2017).

2.4 Engenharia de micro-ondas aplicado a MARE

O desenvolvimento da teoria eletromagnética através das equações de Maxwell trouxe consigo um grande número de aplicações práticas, como o rádio no começo do século XX e o radar na segunda guerra mundial. Após a invenção do radar, o interesse na teoria e tecnologia de micro-ondas recebeu grande atenção, onde os sistemas de comunicação foram sua principal área de aplicação. Atualmente a tecnologia de micro-ondas encontra aplicação em diversos campos, tais como: sistemas de comunicação sem fio, sistemas de segurança sem fio, radares, sensoriamento remoto, radiometria, sistemas médicos, entre outros (POZAR, 2012).

A faixa de micro-ondas do espectro eletromagnético é estabelecida tanto pelo comprimento de onda como pela frequência. Uma sub-classificação mais detalhada da faixa de micro-ondas abrange a frequência ultra-alta (*Ultra High Frequency - UHF*), frequência super-alta (*Super High Frequency - SHF*) e, finalmente, frequência extremamente-alta (*Extremely High Frequency - EHF*). A Figura 2.7 ilustra uma classificação detalhada das diferentes faixas referentes as micro-ondas (GOLIO; GO-LIO, 2008)(POZAR, 2012).

			Frequência [Hz] — 3 x 10 ⁸ —	Comprimento de onda [m]
S	Banda L (1-2 GHz)		5×10	. 1
σ	Banda S (2-4 GHz)	IHE		
σ	Banda C (4-8 GHz)	ן וויכ		
	Banda X (8-12 GHz)		-3×10^{9}	$\rightarrow 10^{-1}$
	Banda Ku (12-18 GHz)			
ų ų	Banda K (18-26 GHz)			
<u> </u>	Banda Ka (26-40 GHz)	опг		
9	Banda U (40-60 GHz)		3×10^{10}	10 ⁻²
5	Banda V (50-75 GHz)		= 5 × 10	10
. <u> </u>	Banda E (60-90 GHz)	-116		
5	Banda W (75-110 GHz)	- 11-		
<u> </u>	Banda F (90-140 GHz)		-3×10^{11}	$\rightarrow 10^{-3}$

Figura 2.7 - Classificação de bandas na faixa de frequência de micro-ondas.

2.4.1 Parâmetros-S

Uma das técnicas mais comuns para a caracterização do comportamento de dispositivos e sistemas de micro-ondas são os parâmetros-S (*Scattering Parameters - S-parameters*). Em um sistema de medição, os parâmetros-S fornecem informações das ondas eletromagnéticas transmitidas e refletidas durante o processo de medição, conforme ilustrado na Figura 2.8 (GOLIO; GOLIO, 2008).

Figura 2.8 - Análise de um sistema de micro-ondas pelo método transmissão-reflexão.



Fonte: Golio e Golio (2008).

Fonte: Pozar (2012).

Um sistema de duas portas sob análise de transmissão-reflexão é composto por quatro parâmetros-S, onde estes parâmetros são definidos pela relação matemática:

$$\begin{bmatrix} V_1^- \\ V_2^- \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} V_1^+ \\ V_2^+ \end{bmatrix}$$
(2.41)

onde os termos V_1^- e V_2^- são as componentes das ondas eletromagnéticas medidas pelas portas 1 e 2, respetivamente. Analogamente, os termos V_1^+ e V_2^+ são as componentes das ondas eletromagnéticas incidentes nas portas 1 e 2. Desta forma, cada parâmetro S pode ser definido em função destes termos, obtendo as seguintes relações:

$$S_{11} = \frac{V_1^-}{V_1^+} \bigg|_{V_2^+ = 0} = Coeficiente \ de \ reflexão \ da \ porta \ de \ entrada, \ \Gamma_1$$
(2.42)

$$S_{12} = \frac{V_1^-}{V_2^+}\Big|_{V_1^+=0} = Ganho \ ou \ perda \ na \ transmissão$$
(2.43)

$$S_{21} = \frac{V_2^-}{V_1^+}\Big|_{V_2^+=0} = Ganho \ ou \ perda \ na \ transmissão$$
(2.44)

$$S_{22} = \frac{V_2^-}{V_2^+}\Big|_{V_1^+=0} = Coeficiente \ de \ reflex \tilde{a}o \ da \ porta \ de \ entrada, \ \Gamma_2$$
(2.45)

onde S_{11} é o sinal emitido e medido na porta 1, S_{12} é o sinal emitido pela porta 2 e medido pela porta 1, S_{21} é o sinal emitido pela porta 1 e medido pela porta 2 e S_{22} é o sinal emitido e medido pela porta 2.

2.4.2 Algoritmo Nicolson Ross Weir

Existem diversos métodos para o cálculo da permissividade e permeabilidade de materiais. Um dos métodos mais utilizados para realizar este cálculo é o algoritmo Nicolson Ross Weir, também conhecido como método NRW. Este método pode ser utilizado em diferentes linhas de transmissão que utilizam diferentes modos de propagação das ondas eletromagnéticas, tal como o modo transversal eletromagnético (*Transverse Eletromagnétic - TEM*), transversal elétrico (*Transverse Elecric - TE*) ou transversal magnético (*Transverse Magnetic - TM*) (VICENTE et al., Proceedings... IEEE, 2011).

No processo de caracterização, uma amostra é inserida em uma seção da linha de transmissão de acordo com as especificações geométricas imposta pela mesma, com o objetivo de se obter a matriz de espalhamento dos parâmetros-S. Dentre as variáveis que afetam a matriz de espalhamento, encontram-se informações referentes a permissividade, permeabilidade, espessura e a localização dos planos de referência da amostra. Essas informações são, posteriormente, utilizadas e computadas pelo algoritmo NRW (CHEN et al., 2004).

Os fatores que influenciam nos parâmetros-S são representados na Figura 2.9, e descritos brevemente na Tabela 2.2. A matriz de espalhamento é dependente da espessura e dos planos de referência da amostra (CHEN et al., 2004)(AMARAL-JUNIOR, 2018). Esses fatores devem ser considerados antes que os parâmetros-S sejam computados pelo algoritmo NRW. A partir da matriz de espalhamento, calcula-se os coeficiente de reflexão e transmissão, que são usadas posteriormente para o cálculo da permissividade elétrica e permeabilidade magnética da amostra (CHEN et al., 2004)(VICENTE et al., Proceedings... IEEE, 2011).

Figura 2.9 - Parametrização de um sistema de micro-ondas para a obtenção do modelo NRW.



Fonte: Chen et al. (2004).

Parâmetro	Descrição
L_1	Distância entre o plano de referência 1 do material e a porta 1
L	Distância entre o plano de referência 1 e 2 do material
L_2	Distância entre o plano de referência 2 do material e a porta 2
$ec{E_I}$	Campo elétrico incidente na interface do material com o meio I
$ec{E_R}$	Campo elétrico refletido na interface do material com o meio I
$ec{E_T}$	Campo elétrico transmitido na interface do material com o meio III

Tabela 2.2 - Parâmetros de um sistema de micro-ondas para a obtenção do modelo NRW

Desta maneira, através do modelo NRW, definem-se os coeficientes de transmissão (T) e reflexão (Γ) , calculados com base nos parâmetros-S:

$$T = \frac{(S_{11} + S_{21}) - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma}$$
(2.46)

$$\Gamma = K\sqrt{K^2 - 1} \tag{2.47}$$

onde

$$K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \tag{2.48}$$

Devido ao resultado duplo da raiz na Equação 2.47, a condição $|\Gamma| \leq 1$ garante a escolha do valor correto. Com base nestes coeficientes, calculam-se a permissividade e permeabilidade relativas complexas:

$$\varepsilon_r = \frac{\lambda_0^2}{\mu_r [(1/\lambda_c^2) - (1/\Lambda^2)]} \tag{2.49}$$

$$\mu_r = \frac{1 + \Gamma}{(1 - \Gamma)\Lambda\sqrt{(1/\lambda_0^2) - (1/\lambda_c^2)}}$$
(2.50)

onde

$$\frac{1}{\Lambda^2} = -\left[\frac{1}{2\pi L}\ln\left(\frac{1}{T}\right)\right]^2 \tag{2.51}$$

e λ_0 e λ_c são, respetivamente, os comprimentos de onda do espaço livre e da frequência de corte da linha de transmissão (CHEN et al., 2004).

2.4.3 Linha de Transmissão e Guia de Onda

Linhas de transmissão consistem, basicamente, de dois ou mais condutores em paralelo. Dentre as diversas linhas de transmissão existentes, as mais comuns são os cabos coaxiais (utilizados frequentemente na caracterização eletromagnética de materiais) e as linhas *microstrip* (utilizadas no desenho e construção de circuitos impressos) (ULABY, 2005).

Linhas de transmissão coaxiais suportam três modos de propagação das ondas eletromagnéticas (ULABY, 2005):

- (i) TEM quando as componentes $\vec{E} \in \vec{H}$ são tranversais com relação à direção de propagação;
- (*ii*) TE quando a componente \vec{E} é transversal com relação a \vec{H} , a qual encontrase na direção de propagação e;
- (*iii*) TM quando a componente \vec{H} é transversal com relação a \vec{E} , a qual encontrase na direção de propagação.
- A Figura 2.10 ilustra a linha de transmissão coaxial no modo de propagação TEM.

Figura 2.10 - Representação da seção transversal da linha de transmissão coaxial, no modo de propagação TEM.



Fonte: Chen et al. (2004).

Guias de onda podem ser definidos como estruturas metálicas fechadas, que possuem uma seção transversal fixa na qual uma onda eletromagnética guiada se propaga. Esta estrutura apresenta baixas perdas em comparação com as linhas de transmissão coaxiais (GOLIO; GOLIO, 2008). A Figura 2.11 ilustra um guia de onda com geometria arbitrária e um guia de onda com geometria retangular, assumindo a presença de um material com propriedades $\mu \in \varepsilon$ no seu interior.

Guias de onda encontram aplicações, principalmente, em frequências micro-ondas, sendo utilizados para transmissão de potência, avaliação de sistemas de satélites, caracterização de materiais, entre outros. A diferença entre as linhas coaxiais e os guias de onda é que, devido a presença de somente um condutor na estrutura do guia de onda, a propagação das ondas são dadas nos modos TE e TM (CHEN et al., 2004)(POZAR, 2012).

Figura 2.11 - Representação de guias de onda com (a) seção transversal arbitraria, e (b) seção transversal rectangular.



Fonte: Golio e Golio (2008)Pozar (2012).

Geralmente, o número de ciclos de mudança no guia de onda retangular ao longo das dimensões a e b são dados pelos índices m e n. Estes índices são utilizados para especificar os modos de propagação TE e TM (CHEN et al., 2004). Assim, cada modo de propagação TE_{mn} e TM_{mn}, ou seja, cada combinação de m e n, tem uma frequência de corte $f_{c_{mn}}$ associada, dada por:

$$f_{c_{mn}} = \frac{k_c}{2\pi\sqrt{\mu\varepsilon}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{\mu\varepsilon}}\sqrt{\left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2}$$
(2.52)

onde m e n são números inteiros e k_c é o número de onda de corte. O modo de propagação com a menor frequência é estabelecido como o modo de propagação dominante. Dado que a > b, a menor frequência de corte ocorre quando m = 1 e n = 0, estabelecendo o modo TE₁₀ como dominante. Neste modo, a frequência de corte dada por (POZAR, 2012):

$$f_{c_{10}} = \frac{1}{2a\sqrt{\mu\varepsilon}} \tag{2.53}$$

Portanto, em uma frequência de operação f, apenas os modos possuindo $f > f_c$ vão ser propagados. Em contraste, modos com $f < f_c$, vão decair exponencialmente a

medida em que se afastam da fonte de excitação. Esses modos são conhecidos como modos evanescentes (POZAR, 2012).

2.4.4 Reflexão e Transmissão

Em diversos sistemas de micro-ondas reais, uma onda eletromagnética se propaga através de diferentes meios materiais e suas interfaces. A Figura 2.12 ilustra o caso geral da propagação de uma onda eletromagnética do meio 1 (ε_1 , μ_1 , σ_1) para um meio 2 (ε_2 , μ_2 , σ_2). O ângulo de incidência da onda eletromagnética forma 90 graus com a interface que separa os dois meios materiais, gerando, no processo, uma parcela de reflexão da onda incidente e outra parcela de transmissão (SADIKU, 2007)(IDA, 2015).

Figura 2.12 - Reflexão e transmissão numa interface dielétrica.



Fonte: Ida (2015).

Assim, a onda eletromagnética no meio 1 tem duas parcelas, a primeira com propagação incidente \hat{p}_i na direção $+\hat{z}$ e a segunda com propagação refletida \hat{p}_r na direção oposta, ou seja, ao longo de $-\hat{z}$. Estas propagações e suas variáveis associadas são presentadas pelas equações:

$$\vec{E}_1 = E_{i1}e^{-\gamma_1 z} + E_{r1}e^{+\gamma_1 z} \hat{x}$$
(2.54)

$$\vec{H}_1 = \frac{E_{i1}}{\eta_1} e^{-\gamma_1 z} + \frac{E_{r1}}{\eta_1} e^{+\gamma_1 z} \,\hat{y}$$
(2.55)

onde \vec{E}_1 é o campo elétrico, \vec{H}_1 é o campo magnético, E_{i1} e E_{r1} são, respectivamente,

as parcelas incidentes e refletida do campo elétrico, η_1 é a impedância e γ_1 é a constante de propagação do meio 1.

Quando não há um outro meio que possa causar uma segunda reflexão no meio 2, a representação da onda eletromagnética neste meio é composta unicamente pela componente referente a transmissão, dada por (IDA, 2015):

$$\vec{E}_2 = E_2 e^{-\gamma_2 z} \,\hat{x}$$
 (2.56)

$$\vec{H}_2 = \frac{E_2}{\eta_2} e^{-\gamma_2 z} \,\hat{y} \tag{2.57}$$

onde \vec{E}_2 é o campo elétrico, \vec{H}_2 é o campo magnético, E_2 é a magnitude da parcela transmitida do campo elétrico, η_2 é a impedância e γ_2 é a constante de propagação do meio 2.

Definidos os campos eletromagnéticos em cada meio material, o coeficiente de reflexão Γ é definido como a fração da magnitude da onda incidente que é refletida pela interface. De forma análoga, o coeficiente de transmissão T é definido como a razão entre as amplitudes das ondas transmitida e incidente, ou seja:

$$\Gamma = \frac{E_{r1}}{E_{i1}} \tag{2.58}$$

$$T = \frac{E_t}{E_{i1}} \tag{2.59}$$

Igualando as componentes paralelas ou tangenciais na interface z = 0, pode-se avaliar $\Gamma \in T$ igualando as definições dadas para $\vec{E} \in \vec{H}$ em cada lado da interface (meio 1 e meio 2) utilizando as Equações 2.54–2.57, obtém-se as relações gerais:

$$\vec{E}_i + \vec{E}_r = \vec{E}_2 \longrightarrow E_{i1} + \Gamma E_{i1} = T E_{i1}$$
 (2.60)

$$\vec{H}_i + \vec{H}_r = \vec{H}_2 \qquad \longrightarrow \qquad \frac{E_{i1}}{\eta_1} - \frac{\Gamma E_{i1}}{\eta_1} = \frac{T E_{i1}}{\eta_2} \tag{2.61}$$

$$1 + \Gamma = T \tag{2.62}$$

Finalmente, resolvendo para Γ e T, em função das impedâncias dos meios, obtém-se as relações adimensionais:

$$\frac{1}{\eta_1} - \frac{\Gamma}{\eta_1} = \frac{T}{\eta_2}$$
(2.63)

$$\Gamma = \frac{\eta_2 - \eta_1}{\eta_1 + \eta_2} \tag{2.64}$$

$$T = \frac{2\eta_2}{\eta_1 + \eta_2} \tag{2.65}$$

Portanto as Equações 2.64 e 2.65 representam a parcela da energia da onda incidente que foi respectivamente refletida e transmitida, onde a condição $\Gamma = 0$ descreve a não presença de uma onda refletida como consequência da igualdade entre as impedância da carga (η_2) e impedância característica da linha de transmissão (η_1). Dada a condição na qual não exista um casamento de impedâncias ($\eta_1 \neq \eta_2$), a potência gerada pela fonte não vai ser entregada em sua totalidade à carga, gerando um fator de perda conhecido como *Refletion Loss or Return Loss - RL* e definido como (POZAR, 2012)

$$RL = -20\log|\Gamma| \quad [dB] \tag{2.66}$$

Assim, estes conceitos estão diretamente associados à obtenção dos parâmetros-S para o posterior calculo das propriedades dielétricas (permissividade complexa e permeabilidade complexa) e da refletividade (*reflection loss*) do material sob analise quando efetuado no VNA. A Figura 2.13 ilustra as conexões necessárias com o kit de calibração wr90 X11644A para efetuar as medidas de refletividade e parâmetros-S para cada amostra, onde a amostra a ser analisada é alocada dentro do offset no seu extremo direito. Para uma revisão sobre o decibel (dB) e relações entre potência e Γ pode se referir ao apêndice B.

Figura 2.13 - Configurações para realizar medidas de (a) refletividade e (b) parâmetros S.



Fonte: Keysight Technologies (2017).

2.4.5 Superfície Seletora de Frequência

Superfícies seletoras de frequência (*Frequency Selective Surface - FSS*) podem ser definidas como estruturas planares que possuem aberturas periódicas com geome-

tria idêntica, formando um arranjo unidimensional ou bidimensional (SINGH et al., 2012). A Figura 2.14 ilustra algumas geometrias FSS utilizadas com maior regularidade. A capacidade da FSS de interagir com a onda eletromagnética está fortemente relacionada à geometria, ao tamanho, à periodicidade e ao ângulo de incidência da radiação eletromagnética (SINGH et al., 2012)(WU, 2005).

Quando a energia eletromagnética incide sobre a FSS, correntes são induzidas nos elementos condutores presentes, denominadas correntes induzidas, e, por sua vez, vão irradiar ondas eletromagnéticas dos elementos condutores (SINGH et al., 2012). Diversos métodos computacionais de simulação eletromagnética têm sido utilizados para análises de FSS. Dentre eles, encontram-se o método dos momentos, método de elementos finitos, método de diferenças finitas no domínio do tempo e o método de circuito equivalente. Esse último permite a modelagem da FSS como componentes indutivos ou capacitivos em uma linha de transmissão, os quais são determinados pela geometria dos elementos que compõem o arranjo. Isto permite o cálculo dos coeficientes de transmissão e reflexão através da solução de um circuito equivalente, como ilustrado na Figura 2.15. Todavia, este método é limitado para polarizações lineares e geometrias de FSS de baixa complexidade (LIU et al., 2007)(WU, 2005).

Figura 2.14 - Geometrias FSS regularmente utilizadas.



Fonte: Wu (2005).

Figura 2.15 - Arranjo de uma FSS especificando sua geometria.



Fonte: Wu (2005).

Em comparação com MAREs tradicionais sem FSS, MAREs com FSS têm mostrado melhorias em propriedades como intensidade de absorção, leveza, maior largura e filtragem de bandas de frequências. Uma das principais aplicações para essas propriedades encontram-se em sistemas de antenas com radomes, obtendo-se um maior controle das ondas transmitidas e refletidas (LIU et al., 2007)(WU, 2005).

3 SÍNTESE DO MATERIAL

Esta seção esta composta por duas etapas, a primeira etapa é focada na síntese química dos materiais; (i) espumas de carbono e (ii) carbono + $MnSO_4.H_2O.$ A segunda etapa é focada na produção de materiais compósitos, ao misturar os materiais obtidos na etapa de síntese química com matrizes estruturais de borracha de silicone ou resina epóxy. Um resumo das etapas no processamento das amostras é ilustrado na Figura 3.1.

Figura 3.1 - (a) Etapas no processamento de obtenção das amostras.



Fonte: Produção do autor.

3.1 Espumas de carbono

3.1.1 Síntese química

Para a síntese do material foram usados diversos componentes em diferentes proporções. Utilizando um béquer de vidro de 250 ml, adicionou-se, primeiramente, 100 g de licor negro. Em seguida, foram acrescentados, de forma sequencial, 15 g de resorcinol, 44 g de formaldeído e, por último, 45 g de polimetilmetacrilato (PMMA). Cada um desses elementos possui uma função específica no processo de síntese. O licor negro atua como matéria-prima principal. O resorcinol é utilizado como o agente precursor secundário mais reativo (co-monômero). O formaldeído age como agente reticulante na polimerização do material e o PMMA como agente gerador de porosidade. As porcentagens em massa, assim como a ordem de inserção no processo, são descritas na Tabela 3.1. Os componentes foram misturados utilizando um agitador magnético (Warmnest XMTD-204) e uma barra de agitação magnética. A temperatura e a velocidade média foram controladas durante todo o processo, sendo, respectivamente, 30 °C e 25 rpm. Estes parâmetros foram mantidos até a solução atingir o tempo de gel necessário para se transformar em um gel sólido. Uma vez obtido o gel, o material é deixado por um período de quinze dias sob temperatura e pressão ambientes, de forma a liberar o eventual formaldeído em excesso.

Componente	Material	Massa [g]
1	Licor negro	100
2	Resorcinol	15
3	Formaldeído	44
4	Polimetil-metacrilato(PMMA)	45

Tabela 3.1 - Componentes do processo de síntese

Visando a investigação da influência da porosidade do carbono na aplicação como MARE, o processo de síntese do material foi realizado controlando o tamanho do agente gerador de porosidade. Desta forma, o PMMA foi previamente classificado em quatro tamanhos de partículas diferentes através de peneiramento, sendo eles: $180 \ \mu m < \varnothing_1 < 250 \ \mu m; 250 \ \mu m < \varnothing_2 < 300 \ \mu m; 300 \ \mu m < \varnothing_3 < 420 \ \mu m; 420 \ \mu m < \varnothing_4 < 500 \ \mu m.$

3.1.2 Carbonização

Após síntese química, o material foi levado ao forno tubular horizontal (EDG 10P-S), Figura 3.2(a), para realização do processo de carbonização. Para tal, foi programado a curva de temperatura do forno, Figura 3.2(b), utilizando os parâmetros de temperatura (H), velocidade de aquecimento (A) e patamar (P).

Todo o processo de carbonização foi realizado sobre atmosfera inerte mantendo um fluxo constante de 200 sccm de argônio. Este procedimento tem a finalidade de deixar a pressão dentro do forno maior do que a pressão atmosférica, evitando, assim, a inserção de ar. Os parâmetros de velocidade de aquecimento A1 e A2 foram definidos como 5 °C/min por motivos de segurança do equipamento, sendo que essa velocidad certifica o perfeito funcionamento do equipamento sem que haja desgaste do mesmo. A temperatura H1 e o patamar P1 foram estabelecidos como 200 °C e 20 minutos, respectivamente, com a finalidade de efetuar a secagem da amostra por meio da evaporação da água residual. A temperatura H2 e o patamar P2 foram definidos como 900 °C e 120 minutos, respectivamente, para garantir alto rendimento de carbono na amostra final. Por último, o processo de resfriamento até

a temperatura ambiente foi programado como temperatura H3 de 20 °C, velocidade A3 de 5 °C/min e patamar P3 de 20 °C. É importante ressaltar que, nesta etapa, o fluxo de argônio foi mantido até o equipamento atingir 200 °C, para evitar que o carbono fosse oxidado pela introdução de oxigênio no forno, interferindo assim no rendimento.

Figura 3.2 - (a) Forno tubular horizontal e (b) perfil de temperatura do processo de carbonização.



Fonte: Produção do autor.

TEMPO [MIN]

3.1.3 Lavagem

O processo de lavagem é feito por meio de extração Soxhlet como se ilustra na Figura 3.3, onde as amostras são submetidas a uma exaustiva lavagem com água destilada (solvente) em um processo cíclico de, aproximadamente, 120 h. Neste processo, a água destilada é alocada em um (1) balão de fundo redondo de 2L e aquecida com uma (2) manta aquecedora. A água destilada é aquecida e evaporizada, sendo transportada até o (3) braço de destilação onde, após um processo de (4) condensação, desce para a (5) câmara central onde o (6) material carbonizado está alocado. No momento em que a câmara central estiver próxima de ser totalmente preenchida, o sifão (7) permite o escoamento do solvente para o balão, dando início a um novo ciclo do processo.



Figura 3.3 - Sistema de lavagem Soxhlet.

Fonte: Produção do autor.

Esse procedimento é realizado para retirar grande parte dos sais provenientes do processo de deslignificação, que continuam presentes nas amostras, após o processo de carbonização.

3.1.4 Classificação de particulado

A classificação do particulado de carbono poroso foi feita por meio de processo de peneiração utilizando duas peneiras, sendo uma com malha de 250 μ m e outra com malha de 425 μ m. Desta forma, o primeiro grupo de amostras possui particulados menores que 250 μ m ($\phi_1 < 250 \ \mu$ m) e o segundo grupo possui particulados entre 250 μ m e 425 μ m (250 μ m $< \phi_2 < 425 \ \mu$ m). As peneiras foram colocadas em um agitador de peneiras (Lucadema) com controle de velocidade de vibração, como se ilustra na Figura 3.4. O processo foi executado por 30 minutos com velocidade de vibração máxima durante todo o processo. Como resultado do processo de peneiração, o material final apresenta partículas de tamanho controlado contendo a porosidade e, por isto, são definidas como carbono poroso (CP).

Figura 3.4 - Agitador de peneiras e conjunto de peneiras operados.



Fonte: Produção do autor.

3.1.5 Amostras de MARE

As amostras de MARE foram confeccionadas de acordo com as dimensões do guia de ondas retangular utilizado para a caracterização eletromagnética. Como a faixa de frequência estudada encontra-se entre 8,2 e 12,4 GHz, faixa de frequência da banda X, as amostras foram feitas de forma a preencher totalmente o *offset* do kit de ca-libração WR90 X11644A (Keysight), variando apenas suas espessuras. A espessura

máxima da amostra deve obedecer ao limite de um quarto de onda do *offset*, ou seja, as amostras não podem ser maiores que 9,78 mm. Portanto, foram feitas amostras entre 1, 2 e 3 mm de espessuras, mantendo intervalos de 1 mm entre cada uma das amostras fabricadas. A altura e a largura das amostras são, respectivamente, 10,16 e 22,86 mm. A Figura 3.5 representa um esquemático do *offset* com seu dimensionamento. Informação mais detalhada sobre o kit de calibração WR90 e seus padrões podem-se encontrar no apêndice C.



Figura 3.5 - Dimensões do offset do guia WR90.

Fonte: Produção do autor.

3.1.5.1 Amostras com matriz de silicone

Utilizando o CP previamente classificado entre 250 e 425 μ m, foram confeccionadas amostras para avaliação no VNA. Por meio de um *software* CAD, foi projetado um molde para confecção das amostras, Figura 3.6. Este molde foi impresso com uma impressora 3D utilizando poliácido láctico (PLA). O molde foi projetado para permitir a produção de até cinco grupos de amostras, com variação de espessura de 1 mm, 2 mm e 3 mm.

As amostras foram feitas utilizando borracha de silicone branca (Redelease líquido) como matriz do material compósito. A cura do compósito foi acelerada através do catalisador específico para a borracha de silicone utilizada (Redelease FR). Foram utilizadas três concentrações distintas de aditivo (CP), sendo elas 5%, 10% e 20%.
Figura 3.6 - Modelo CAD do molde de fabricação das amostras com matriz de silicone.



Fonte: Produção do autor.

Determinado o valor de concentração do material aditivo no MARE, a quantidade em gramas de matriz e de catalisador a serem adicionados, são obtidos respetivamente por:

$$Silicone [g] = \frac{(CP [g])(Silicone \%)}{CP \%}$$
(3.1)

$$Catalisador [g] = (Silicone [g])(0.05)$$
(3.2)

onde a Equação 3.1 define a massa da matriz de silicone utilizada, estabelecendo uma quantidade inicial em massa de CP (CP[g]), a qual corresponde a uma percentagem de CP (5%, 10% ou 20%) no compósito que, por sua vez, é subtraída do 100% para obter-se a percentagem correspondente de Silicone (*Silicone* %) no compósito. Substituindo esses valores na Equação 3.1, obtém-se a massa de silicone necessária. A quantidade de catalisador a ser adicionado é estabelecida como sendo 5% da massa total do silicone e obtida através da Equação 3.2.

Em posse desses valores, os materiais são pesados em uma balança analítica para garantir a precisão das proporções de cada material. O silicone e o CP são combinados e misturados por, aproximadamente, 2 minutos. Após este período, mistura-se rapidamente o catalisador e, em seguida, a mistura é despejada no molde para formar amostras com espessuras diferentes. O tempo de cura a ser respeitado é de, no mínimo, 40 minutos. Na Figura 3.7 são apresentadas algumas amostras com diferentes espessuras e concentrações de CP. Figura 3.7 - Exemplo de amostras feitas em matriz de silicone variando as espessuras entre (a) 1 mm, (b) 2 mm e (c) 3 mm com concentração 5% de CP e porosidade de 300 $\mu m < \varnothing_3 < 420 \ \mu m$ e amostras de CP com espessura fixa de 3 mm, porosidade 300 $\mu m < \varnothing_3 < 420 \ \mu m$ e concentrações de CP de (d) 5%, (e) 10% e (f) 20%.



Fonte: Produção do autor.

Tabela 3.2 - Descrição das amostras utilizando borracha de silicone como matriz polimérica.

Porosidade $[\mu m]$	Concentração de CP	Espessura [mm]
$180 < \varnothing_1 < 250$	5%, 10% e 20%	1 - 3
$250 < \emptyset_2 < 300$	5%, 10% e 20%	1 - 3
$300 < \varnothing_3 < 420$	5%, 10% e 20%	1 - 3
$420 < \emptyset_4 < 500$	5%, 10% e 20%	1 - 3

No total, foram confeccionadas 36 amostras utilizando matriz de silicone, sendo elas variadas em relação a espessura (1 - 3 mm), concentração (5%, 10% e 20%) e porosidade (180 $\mu m < \emptyset_1 < 250 \ \mu m$, 250 $\mu m < \emptyset_2 < 300 \ \mu m$, 300 $\mu m < \emptyset_3 < 420 \ \mu m e 420 \ \mu m < \emptyset_4 < 500 \ \mu m$). A tabela 3.2 resume as amostras obtidas.

3.1.5.2 Amostras com estrutura FSS

Após a caracterização das amostras feitas com resina epóxi, estas foram submetidas a um tratamento para transformação em superfície seletora de frequência. Isto foi feito visando o aprimoramento das perdas por reflexão do MARE.

Primeiro, foram feitas duas aberturas de 2 mm de diâmetro utilizando uma furadeira de bancada. Entre os centros de cada furo, foi respeitado o espaçamento de 11,5 mm. Após a caracterização da FSS com este diâmetro, as aberturas foram ampliadas para 5,0 mm de diâmetro cada. A Figura 3.8 ilustra os três tipos de geometria utilizadas, sendo elas: sem FSS; com FSS de 2 mm e; com FSS de 5 mm. Figura 3.8 - Geometrias das amostras (a) sem FSS e com FSS de (b) 2,0 mm e (c) 5,0 mm.



Fonte: Produção do autor.

3.2 Carbono com adição de *MnSO*₄.*H*₂*O*

Visando a inserção de propriedade magnética no MARE, para favorecer o casamento de impedância entre o ar e a amostra, houve a adição de sulfato de manganês $(MnSO_4.H_2O)$ na mesma proporção que o PMMA (10%) durante o processo de síntese do carbono. O procedimento de síntese foi o mesmo descrito na seção 3.1.1, com a diferença da substituição do PMMA pelo sulfato de manganês. Desta forma, o material composto de carbono e manganês (C/Mn) também passa por um processo de peneiramento semelhante ao descrito na seção 3.1.4. Entretanto, foram utilizadas peneiras com malhas menores, classificando os particulados de C/Mn em: $25\mu m < \varphi_1 < 53\mu m; 53\mu m < \varphi_2 < 63\mu m$ e; $63\mu m < \varphi_3$. Considerando as mesmas dimensões de banda X para as amostras, e mantendo uma espessura fixa de 2 mm, foram fabricadas 9 amostras no total, onde as concentrações utilizadas são descritas na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Descrição das amostras de carbono com $MnSO_4.H_2O$ utilizando resina epóxi como matriz polimérica.

Particulado $[\mu m]$	Concentração de CP	Espessura [mm]
$25 < \varphi_1 < 53$	5%, 10% e 20%	2
$53 < \varphi_2 < 63$	5%, 10% e 20%	2
$63 < \varphi_3$	5%,10%e $20%$	2

3.2.1 Amostras com matriz de resina epóxi

Devido a propriedades como resistência mecânica, forte aderência e altas resistividades térmica e elétrica, a resina epóxy tem estado presente no setor aeronáutico e aeroespacial faz muito tem atrás, tendo como uma de suas principais funcionalidades servir como matriz estrutural para MAREs (JIN et al., 2015). Por tal motivo é fundamental incluir o beneficio das suas propriedades como matriz estrutural neste trabalho.

Como consequência da forte adesão da resina epóxi com algumas superfícies, nesse caso, com o PLA, fez-se necessário a fabricação de um molde diferente do que foi utilizado para a fabricação das amostras com matriz de silicone. Sendo assim, foi fabricado um molde utilizando borracha de silicone azul, feito através de um molde negativo de silicone vermelho. Os moldes de silicone utilizados para a fabricação das amostras com resina epóxi são mostrados na Figura 3.9.

Figura 3.9 - Moldes em borracha de silicone para fabricação das amostras MARE em resina epóxi.



Fonte: Produção do autor.

As amostras feitas em matriz de resina epóxi seguem o mesmo procedimento de fabricação descrito na seção anterior. Para estas amostras, foram utilizados a matriz de resina epóxi (ABCol LR 200 F) e seu respectivo catalisador (ABCol LE 10). Assim como nas amostras em matriz de silicone, a concentração de Carbono+ Mn_SO_4 . H_2O utilizada foram 5%, 10% e 20%, onde o peso de cada componente foi calculado

usando a equação:

$$Resina \ ep\acute{o}xi \ [g] = \frac{(Carbono + Mn_SO_4.H_2O \ [g])(Resina \ ep\acute{o}xi \ \%)}{Carbono + Mn_SO_4.H_2O \ \%}$$
(3.3)

da mesma forma, a proporção do catalisador para a resina epóxi também foi de 5% da massa total e calculada segundo a equação:

$$Catalisador [g] = (Resina \ epóxi \ [g])(0.05)$$
(3.4)

Para evitar a formação de bolhas, a mistura dos componentes é feita de forma manual e lenta, até que se atinja a homogeneidade desejada. A Figura 3.10 ilustra três amostras fabricadas com matriz de resina epóxi com diferentes concentrações de Carbono $+Mn_SO_4.H_2O$.

Figura 3.10 - Amostras de Carbono+ $Mn_SO_4.H_2O$ em matriz de resina epóxi com particulado 63 $\mu m < \varphi_3$, espessura fixa de 2 mm e concentrações de (a) 5%, (b) 10% e (c) 20%.



Fonte: Produção do autor.

Esta seleção de parâmetros com concentrações de de Carbono+ Mn_SO_4 . H_2O e espessuras das amostras MARE em resina espóxi, teve como base os melhores resultados obtidos com as amostras feitas com matriz de silicone. Desta forma, pode se investigar a influência que a matriz utilizada causa nas propriedades dielétricas do compósito.

4 ANÁLISE DE RESULTADOS

4.1 Carbono Poroso como Absorvedor de Radiação Eletromagnética

4.1.1 Difratometria de raios-X

O difratograma apresentado na Figura 4.1 faz referência ao CP que, independentemente da sua porosidade, apresenta um padrão similar ao caraterístico de uma estrutura de carbono amorfo, Podem-se evidenciar dois picos alargados com intensidades em torno de 25 e 44 graus, os quais correspondem aos planos atômicos (002) e (101) com ficha padrão (00-021-1170), respetivamente. Por outro lado, a presença dos picos restantes com larguras e intensidades menores, encontrados na sua maioria entre os picos característicos do carbono, foram identificados como picos referentes à presença de $KCaCl_3$ (Chlorocalcita) com ficha padrão (00-021-1170), uma matéria inorgânica típica encontrada em biomassa (VASSILEV et al., 2013). Os picos restantes podem ser um indicativo da irregularidade, ou falta de periodicidade, da estrutura atômica, evidenciando a estrutura amorfa que rege o material (CULLITY; STOCK, 2014).

Figura 4.1 - Difratograma do carbono poroso.



Fonte: Produção do autor.

4.1.2 Raman

А espectroscopia Raman é analisada com o auxilio do equipamento Horiba Scientific LabRAM HR Evolution, com um feixe de laser de 514 nm obtendo o espectrograma da Figura 4.2, o qual é analisado na faixa de deslocamento Raman de 800 cm^{-1} a 2000 cm^{-1} , onde observam-se dois picos principais localizados aproximadamente em 1362 cm^{-1} (banda D) e 1601 cm^{-1} (banda G), associados ao grau de desordem (defeitos) e ordenamento (grafitização) do material, respectivamente (AMARAL-JUNIOR, 2018). Adicionalmente, as larguras apresentadas pelos picos são associadas às estruturas atômicas características de carbono amorfo, lembrando que o grau de desordem atômico do material também pode ser obtido pela razão das intensidades destes picos da forma I_D/I_G (~ 0, 929), fornecendo uma aproximação do grau de desordem da estrutura atômica do material (QIU et al., 2016)(LI et al., 2017).

Figura 4.2 - Espectro Raman do carbono poroso.



Fonte: Produção do autor.

4.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

A morfologia do material é estudada com o auxilio do microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo *FEG-MEV TESCAN VEGA 3*, com o objetivo de evidenciar a geometria de cada um dos quatro particulados obtidos, e avaliar o padrão e o estado da porosidade gerada em cada um deles, segundo os ranges de PMMA (180 $\mu m < \emptyset_1 < 250 \ \mu m, 250 \ \mu m < \emptyset_2 < 300 \ \mu m, 300 \ \mu m < \emptyset_3 < 420 \ \mu m$ e 420 $\mu m < \emptyset_4 < 500 \ \mu m$) escolhidos para esse propósito. As amostras foram previamente fixadas em suportes com a ajuda de fita adesiva de carbono e metalizadas com ouro antes da análise morfológica de cada material.

A Figura 4.3 ilustra as quatro tipos de amostras com suas diferentes porosidades, segundo os quatro diferentes intervalos de PMMA previamente estabelecidos. Podese perceber que nos quatro materiais, foram desenvolvidas concavidades porosas bem definidas na escala micrométrica. Adicionalmente, ilustram-se os indicadores referentes as concavidades com maior diâmetro presentes na região de estudo, com o objetivo de fazer uma analise estatística, calculando o valor médio e o desvio padrão das medições de um conjunto de dez medições para cada tipo de porosidade. Os valores das medições efetuadas, assim como o cálculo de seus respetivos valores médios e desvios padrões são apresentados na Tabela 4.1 para cada intervalo de porosidade gerado no material.

Medição	$\varnothing_1 \left[\mu m \right]$	$\varnothing_2 \left[\mu m \right]$	$\varnothing_3 \left[\mu m \right]$	$\varnothing_4 \left[\mu m \right]$
L1	145,00	133,81	123,00	287,89
L2	168,03	$159,\!49$	160,84	$285,\!65$
L3	104,34	110,83	189,22	$95,\!96$
L4	$101,\!63$	110,86	$168,\!95$	$164,\!38$
L5	134,15	$163,\!54$	170,30	148,68
L6	112,47	$116,\!06$	150,03	$117,\!59$
L7	$119,\!25$	$145,\!27$	$174,\!36$	139,21
L8	126,48	90,56	116,24	132,46
L9	109,76	139,21	$235,\!11$	101,31
L10	$101,\!63$	$127,\!05$	$140,\!57$	$101,\!55$
Desvio padrão	$122,\!27$	$129,\!67$	$162,\!86$	$157,\!47$
Valor médio	$43,\!23$	$49,\!02$	$64,\!20$	88,80

Tabela 4.1 - Valor médio e desvio padrão obtidos de um grupo de dez medidas para cada intervalo de porosidade gerado.

Figura 4.3 - Imagens MEV do material com porosidade de (a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425 μ m e (d) 425 μ m a 500 μ m.



Fonte: Produção do autor.

Assim, para o PMMA com tamanho de particulado $180 \ \mu m < \varnothing_1 < 250 \ \mu m$, foram obtidas concavidades porosas circulares, ou celas, com um diâmetro médio de $122,27 \pm 43,23 \ \mu m$, de forma análoga, para os particulados PMMA de $250 \ \mu m < \varnothing_2 < 300 \ \mu m$, $300 \ \mu m < \varnothing_3 < 420 \ \mu m$, e $420 \ \mu m < \varnothing_4 < 500 \ \mu m$, obtiveram-se diâmetros médios de $129,67 \pm 49,02 \ \mu m$, $162,86 \pm 64,20 \ \mu m$, e $157,47 \pm 88,80 \ \mu m$, respectivamente. Tal comportamento é esperado devido à contração do volume durante o processo de carbonização, o qual pode acarretar em até 50% de perda com relação a seu volume original como foi validado com medidas efetuadas antes e depois do processo de carbonização.

A morfologia superficial do material na escala nanométrica, foram obtidas com ampliações maiores, como é ilustrado na Figura 4.4. Esse tipo de morfologia pode ser encontrado ao longo de diferentes regiões no material, como na armação, nas celas, e nas paredes de cela, assemelhando-se a morfologias nanométricas características de aérogeis e xerogéis de carbono, esta morfologia é inerente ao processo de síntese química do material (SZCZUREK et al., 2011)(AMARAL-LABAT et al., 2012).

Figura 4.4 - Imagens MEV da espuma de carbono evidenciando a presença de porosidade nanométrica.



Fonte: Produção do autor.

4.1.4 Espectroscopia de raios-X por dispersão em energia EDX

A composição química do material foi analisada com o auxilio do detetor EDS associado ao microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo FEG-MEV utilizado na seção 4.1.3. O espectograma resultante é observado na Figura 4.5, o qual corrobora a presença de carbono em maior proporção, com 71,2%, seguido de oxigênio com 26,8% e uma pequena proporção de sódio 2,0%. Este último é proveniente do processo de polpação Kraft, inserido no processo para a solubilização da lignina. Observa-se ainda, a presença de mais um pico (não identificado na figura) referente ao ouro depositado no material através do processo prévio de metalização.





Fonte: Produção do autor.

4.1.5 Permissividade complexa e permeabilidade complexa

A medição das propriedades dielétricas complexas do material foram efetuadas com o auxilio do Analisador de Rede Vetorial (*Vector Network Analyzer - VNA*) modelo N5230C PNA-L (10 MHz - 20 GHz, 2 portas).

A Figura 4.6 mostra os valores experimentais da permissividade real obtidos para cada uma das porosidades de CP, cujo tamanho de partícula foi mantido fixo na faixa de $250\mu m - 425\mu m$. O gráfico da Figura 4.6 ilustra o comportamento de ε' associado a cada amostra em função das suas espessuras (1 - 3 mm) e concentrações (5%, 10% e 20%). Os resultados mostram que os valores permanecem aproximadamente constante para as mesmas amostras, porém variam em função da concentração de CP. Uma tendência no aumento de ε' é observada quando a concentração de CP é aumentada, independentemente da porosidade e da espessura associada à amostra. Por outro lado, mantendo a concentração de CP fixa, o resultado mais significativo de ε' , ou seja, um maior armazenamento foi obtido para as amostras com menor espessura.

Figura 4.6 - Parte real da permissividade complexa do material com porosidade de (a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425 μ m e (d) 425 μ m a 500 μ m.



Fonte: Produção do autor.

Finalmente, pode-se concluir que as amostras com maiores concentrações de CP (20%), menor espessura (1 mm) conseguiram armazenar eficientemente níveis maiores de energia, independentemente da porosidade. Esse comportamento pode estar relacionado ao volume associado a cada amostra. Portanto, para maiores concentrações de material ocupando um volume fixo, a onda eletromagnética terá de modo recíproco, uma maior facilidade para a geração e orientação dos momentos de dipolo no material. O resultado mais significativo obtido para a permissividade complexa na sua componente real ε' foi para a amostra com 1 mm de espessura, 20% de CP

e porosidade na faixa de 250 $\mu m < \emptyset_2 < 300 \ \mu m$, conforme ilustrado na Figura 4.6 (b). No entanto, os valores encontrados para as demais porosidades, nestas mesmas condições, estão relativamente próximos.

A permissividade complexa, na sua componente imaginaria ε'' se ilustra na Figura 4.7, onde pode-se evidenciar uma clara classificação dos resultados nas amostras com baixas concentrações de CP (5% e 10%), nos quais o efeito dissipativo basicamente é negligenciável durante toda a faixa de frequência analisada. As amostras com alta concentração de CP (20%) apresentam valores significativos relativos ao efeito dissipativo, porém com uma tendência na diminuição da sua magnitude conforme a frequência aumenta. É importante ressaltar a uniformidade presente nos resultados, pois as quatro porosidades desenvolvidas no material apresentam um padrão de comportamento muito similar.

Os valores de ε'' mostram maiores níveis de dissipação de energia para as porosidades de 180 $\mu m < \emptyset_1 < 250 \ \mu m$ e 420 $\mu m < \emptyset_4 < 500 \ \mu m$ e menores níveis para 250 $\mu m < \emptyset_2 < 300 \ \mu m$ e 300 $\mu m < \emptyset_3 < 420 \ \mu m$. A semelhança de resultados entre os pares de porosidade pode estar relacionada com a capacidade de formação de corrente elétrica destes materiais e consequentemente sua dissipação de energia. Com relação à espessura das amostras, a energia dissipada atingiu seus valores máximos para a espessura de 1 mm. Este tipo de comportamento pode estar associado ao volume de cada amostra, pois para volumes menores os particulados possivelmente apresentam uma maior proximidade e, portanto, uma maior facilidade na geração de corrente de condução e dissipação de energia. Portanto, para maiores concentrações de material ocupando um volume fixo, a onda eletromagnética terá, de modo recíproco, uma maior facilidade para a geração de caminhos que permitam a condução de corrente. O resultado com o maior valor de permissividade imaginária foi para o amostra com 1 mm de espessura, 20% de CP, e porosidade na faixa de 180 $\mu m < \emptyset_1 < 250 \ \mu m$, conforme ilustrado na Figura 4.7 (a).

Figura 4.7 - Parte imaginaria da permissividade complexa do material com porosidade de (a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425 μ m e (d) 425 μ m a 500 μ m.



Fonte: Produção do autor.

A permeabilidade magnética complexa, na sua componente real μ' , e na sua componente imaginaria μ'' , são apresentadas na Figura 4.8 e Figura 4.9, respectivamente.

Os valores experimentais obtidos para a permeabilidade mostram que as propriedades magnéticas do material são negligenciáveis, pois a magnitude da permeabilidade complexa das amostras, independentemente da concentração de CP, porosidade ou espessura da amostra, aproxima-se ao valor da permeabilidade magnética do vácuo ($\mu_r = 1$), considerado como um critério para classificar um material como não magnético (SADIKU, 2007).





Fonte: Produção do autor.

Figura 4.9 - Parte imaginaria da permeabilidade complexa do material com porosidade de (a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425 μ m e (d) 425 μ m a 500 μ m.



Fonte: Produção do autor.

4.1.6 Refletividade

A análise da refletividade do material é realizada com a amostra apoiada em uma placa metálica, com o objetivo de alcançar uma reflexão total da onda eletromagnética incidente. As configurações destas medidas são detalhadas no apêndice C.

A perda por reflexão (*Reflection Loss - RL*) é apresentada na Figura 4.10 para as amostras com espessuras entre (1 - 3 mm), concentrações de CP (5%, 10% e 20%) e com tamanho de partícula fixo na faixa de $250\mu m - 425\mu m$. Os resultados mostram que o conjunto de dados apresentam um comportamento padrão, ou seja, a maior perda é observada para as amostras com espessura de 2 mm e concentração de 20% de CP para as quatro porosidades estudadas. Os resultados mais significativos são encontrados para as porosidades de 250 $\mu m < \emptyset_1 < 300 \ \mu m \in 300 \ \mu m < \emptyset_2 < 425 \ \mu m$, os quais apresentaram valores similares de perda. Isto pode estar associado ao fato que ambos os materiais possuem uma faixa de porosidade com valores médios e desvios padrões muito próximos. A principal diferença é constatada na faixa de frequência da intensidade máxima refletida, conforme demonstrado na Tabela 4.2, onde \emptyset_1 e \emptyset_2 encontram-se alocadas em 10,27 GHz (-23,42 dB) e 9,79 GHz (-24,96 dB), respectivamente. Por outro lado, o material com porosidade $425\mu m < \emptyset_4 < 500\mu m$ apresentou a menor intensidade da onda refletida quando comparada aos outros materiais, 10,03 GHz (-17,46 dB). Este comportamento pode estar relacionado ao efeito dissipativo deste material, apresentando uma maior influência no processo de interação com a onda eletromagnética. De forma análoga, o resultado obtido para o material com porosidade $300\mu m < \emptyset_3 < 425\mu m$ pode estar relacionado ao mesmo efeito, porém de forma inversa, apresentando um valor máximo de perda de refletividade em 9,87 GHz (-33,34 dB). Neste caso, o efeito capacitivo teria maior influência no processo de interação com a onda eletromagnética, contudo, nesse material a ε' não apresentou diferença significativa em comparação com os outros materiais. No entanto, estas amostras apresentaram os menores valores de ε'' somados a uma porosidade de tamanho maior, 162,86 μm (Tabela 4.1). Estas propriedades podem estar relacionadas com a melhor performance deste material como MARE.

Porosidade	Frequência [GHz]	RL [dB]	ε'	ε''	$\varepsilon''/\varepsilon'$	δ [°]
\varnothing_1	10,27	-23,42	10,18	2,53	0,2485	13,96
$\overline{\varnothing_2}$	9,79	-24,96	11,87	2,09	0,1760	9,98
$\overline{\varnothing_3}$	9,87	-33,34	11,45	1,50	0,1310	7,46
\varnothing_4	10,03	-17,46	11,00	3,27	0,2973	16,56

Tabela 4.2 - Parâmetros referentes aos melhores resultados na refletividade.



Figura 4.10 - Refletividade do material com porosidade de (a) 180 μ m a 250 μ m, (b) 250 μ m a 300 μ m, (c) 300 μ m a 425 μ m e (d) 425 μ m a 500 μ m.

Fonte: Produção do autor.

4.2 Carbono Poroso com Superfícies Seletoras de Frequência

Para o estudo de superfícies seletoras de frequência FSS foram fabricados amostras utilizando resina epóxi como matriz estrutural e CP como aditivo. Neste caso, a espessura das amostras foram mantidas em 2 mm e apenas os valores extremos de porosidade foram estudados por apresentarem uma faixa de poros distinta entre eles. As variáveis de concentração de CP (5%, 10% e 15%), estruturas FSS (sem FSS, FSS de 2,0 mm e FSS de 5,0 mm) e tamanho do particulado do CP ($\phi_1 < 250 \ \mu m$,

e 250 $\mu m < \phi_2 < 425 \ \mu m$) foram avaliados. Portanto, a classificação para fabricação dos DUT é baseada segundo seus tamanhos de partícula e porosidade, como se ilustra na Tabela 4.3.

Classificação	Tamanho de particula $[\mu m]$	Range de porosidade $[\mu m]$
C_1	$\phi_1 < 250$	$180 < \varnothing_1 < 250$
C_2	$\phi_1 < 250$	$425 < \varnothing_4 < 500$
C_3	$250 < \phi_2 < 425$	$180 < \emptyset_1 < 250$
C_4	$250 < \phi_2 < 425$	$425 < \varnothing_4 < 500$

Tabela 4.3 - Classificação das amostras por porosidade e tamanho de partícula.

4.2.1 Permissividade complexa

A Figura 4.11 ilustra os valores experimentais da permissividade complexa na sua componente real obtidos para cada uma das estruturas FSS adicionadas às amostras. As curvas demonstram o comportamento de ε' associado a cada amostra em função das variáveis estudadas.

As curvas evidenciam uma relação linear constante entre a concentração do material e o efeito capacitivo das amostras para as quatro classificações estudadas (C_1, C_2, C_3, eC_4) , ou seja, melhores resultados para ε' são observados quando a concentração de CP é aumentada. Pode-se, ainda, observar um comportamento praticamente constante ao longo da faixa de frequência analisada, com exceção das amostras com FSS de 5,0 mm. Estes últimos apresentam uma certa descontinuidade quando atingem um valor próximo a 10 GHz. A diminuição dos valores de ε' para frequências maiores pode estar associado ao fato do FSS conseguir uma maior efetividade na propriedade dissipativa das amostras. O melhor resultado, independente da FSS utilizada, foi obtido para a classificação $C_3(15\%)$. É interessante verificar que, para as amostras sem FSS, os valores de ε' das amostras C_4 são maiores quando comparados com C_3 para as proporções de aditivos entre 5% e 10%. No entanto, a permissividade real ε' para a amostra $C_3(15\%)$ é maior que para a amostra $C_4(15\%)$. Portanto, o carbono poroso C_3 apresenta uma maior possibilidade de possuir uma elevada porosidade interna, comparada ao C_4 , pois as esferas de PMMA são menores que 250 μm , proporcionando a formação de um maior volume de poros. Além disso, os tamanhos das partículas são maiores que 250 μm , ou seja, favorável para manter os poros formados dentro de cada partícula. Contrariamente, C_4 foi sintetizado com esferas de PMMA maiores que $425 \ \mu m$ e, possivelmente, a quantidade de ar dentro do carbono C3 é maior. Consequentemente, essas amostras possuem densidade aparente menor que C_4 . Desta forma, o volume de uma proporção de 15% em peso de carbono C_3 seria maior que C_4 , resultando em uma maior proporção de aditivo. Por outro lado, a melhor resposta em dissipação de energia foi da amostra (C_4 - 15%) como se ilustra na Figura 4.12, com características de maior granulometria e menor porosidade, além da maior concentração de material, indicando que a amostra de C_4 é mais condutora que a C_3 .

Figura 4.11 - Parte real da permissividade complexa para o material (a) sem FSS (b) com FSS de 2,0 mm e (c) com FSS de 5,0 mm.



Fonte: Produção do autor.



Figura 4.12 - Parte imaginaria da permissividade complexa para o material (a) sem FSS (b) com FSS de 2,0 mm e (c) com FSS de 5,0 mm.

Fonte: Produção do autor.

A amostra de C_3 -15% apresentou o valor mais elevado de permissividade complexa na sua parte imaginária para amostras com FSS de 2,0 mm e FSS de 5,.0 mm, seguido da amostra C_1 -15%. Visto que as amostras foram confeccionadas com o mesmo material, apresentando a geometria FSS como a única diferença, as mudanças entre os resultados C_1 e C_4 é claramente devido ao efeito da estrutura FSS. Além disso, é importante observar que a ε' é reduzida de forma progressiva com a inserção da FSS.

A permissividade imaginária para as restantes amostras é apresentada na Figura 4.12, onde as suas curvas evidenciam uma relação linear entre a concentração do material com o efeito dissipativo das amostras, ou seja, maiores resultados para ε'' são obtidos quando a concentração de CP é aumentada.

Pode-se observar que as amostras sem FSS e com FSS de 2,0 mm apresentam um comportamento semelhante e contínuo ao longo da faixa de frequência analisada. Os melhores resultados nestes gráficos foram $C_4(15\%)$, $C_1(15\%)$ e $C_3(15\%)$, respectivamente. Portanto, é plausível afirmar que os materiais C_4 e C_1 são melhores condutores que C_3 . Através dos efeitos dissipativos ilustrados no gráfico para amostras com FSS de 2,0 mm, pode-se observar uma mudança de comportamento entre $C_4(15\%)$ e $C_1(15\%)$ ocorrido nos resultados dos efeitos capacitivos.

As amostras com FSS de 5,0 mm evidenciam um aumento nos seus valores capacitivos conforme a faixa de frequência é aumentada, e este comportamento é melhor evidenciado para as amostras com maiores concentrações de CP, corroborando os resultados obtidos para as mesmas amostras quando o comportamento de ε' foi analisado.

Assim, pode-se concluir que a porosidade e o tamanho da partícula influenciaram nos valores de ε' e ε'' , onde os resultados mais significativos foram obtidos para a faixa de porosidade $180\mu m < \emptyset_1 < 250\mu m$ e tamanho de partícula $250\mu m < \phi_2 < 425\mu m$, para a amostra C_3 . Além disso, as propriedades eletromagnéticas de algumas amostras podem ser controladas pela adição de geometrias de FSS no compósito, melhorando sua capacidade dispersiva e diminuindo seu desempenho capacitivo. Os resultados mais significativos para ε' e ε'' sempre estiveram associados com as maiores concentrações de CP (15%), estes resultados se encontram de forma resumida nas Tabelas 4.4 e 4.5.

	$\phi_1 < 250$	$250 < \phi_2 < 425$
	8,75 - Não FSS	
$180 < \varnothing_1 < 250$	9,25 - FSS 2,0 mm	
	7,75 - FSS 5,0 mm	
		11,5 - Não FSS
$180 < \varnothing_1 < 250$		11,0 - FSS 2,0 mm
		9,5 - FSS 5,0 mm
	8,25 - Não FSS	
$425 < \emptyset_1 < 500$	8,0 - FSS 2,0 mm	
	$6{,}75$ - FSS 5,0 mm	
		9,75 - Não FSS
$425 < \emptyset_1 < 500$		8,5 - FSS 2,0 mm
		7,0 - FSS 5,0 mm

Tabela 4.4 - Classificação dos resultados mais significativos para ε' .

Tabela 4.5 - Classificação dos resultados mais significativos para $\varepsilon''.$

	$\phi_1 < 250$	$250 < \phi_2 < 425$
	1,70 - Não FSS	
$180 < \emptyset_1 < 250$	$3{,}45$ - FSS 2,0 mm	
	$3,\!25$ - FSS 5,0 mm	
		1,25 - Não FSS
$180 < \varnothing_1 < 250$		1,26 - FSS 2,0 mm
		1,24 - FSS 5,0 mm
	3,30 - Não FSS	
$425 < \varnothing_1 < 500$	3,32 - FSS 2,0 mm	
	$3{,}62$ - FSS 5,0 mm	
		3,65 - Não FSS
$425 < \varnothing_1 < 500$		1,50 - FSS 2,0 mm
		1,60 - FSS 5,0 mm

4.2.2 Refletividade

A perda por reflexão, é apresentada na Figura 4.13. Através das curvas, pode-se observar para amostra sem FSS, uma intensidade de RL de -19 dB obtida para a amostra $C_3(15\%)$ em 11,7 GHz, indicando que a atenuação mais significativa de onda está associada a um maior tamanho de partícula (250 $\mu m < \phi_2 < 425 \ \mu m$), uma maior concentração de material (15%) e a um menor tamanho de poros (180 $\mu m < \emptyset_1 < 250 \ \mu m$). Além disso, outros picos de atenuação abaixo de -10 dB também são evidenciados, como -16 dB para $C_4(10\%)$, -15 dB para $C_4(15\%)$, -14,5

dB para $C_1(15\%)$ e -15 dB para $C_2(15\%)$. Todas as amostras com maior concentração de CP (15%) apresentaram RL menor que -10 dB e apenas a amostra $C_4(10\%)$, apresentou RL comparável com resultados obtidos para concentração máxima de aditivo. Os maiores índices de perdas eletromagnéticas (permissividade imaginária) estão relacionados à maiores concentrações de CP, o que justifica o fato de todos os resultados de RL obtidos abaixo de -10 dB apresentarem $\varepsilon'' > 1,25$.

Figura 4.13 - Refletividade para o material (a) sem FSS (b) com FSS de 2,0 mm e (c) com FSS de 5,0 mm.



Fonte: Produção do autor.

O gráfico referente as amostras com FSS de 2,0 mm apresenta uma variação não muito significativa nas magnitudes de RL quando comparada com o gráfico das amostras sem FSS, com exceção da amostra $C_1(10\%)$ que mostra um melhor RL do que a amostra $C_4(10\%)$ Novamente, este fato pode ser justificado pela permissividade imaginária destas amostras (maiores que 1,25). Da mesma forma, é interessante notar que todas as amostras apresentaram um deslocamento de frequência. A amostra $C_1(15\%)$ mostra uma tendência de deslocamento para uma frequência mais baixa, enquanto as amostras $C_2(15\%)$, $C_3(15\%)$ e $C_4(15\%)$ são deslocadas para frequências mais altas. Este comportamento é ainda mais notável nas amostras com FSS de 5,0 mm, e explicado pela geometria, pois este é um parâmetro crucial para as estruturas FSS (CHEN, 1973). A Tabela 4.6 apresenta um resumo dos resultados mais significativos com base a refletividade.

Tabela 4.6 - Parâmetros referentes aos resultados mais significativos na refletividade.

Material	FSS	Freq. [GHz]	RL [dB]	arepsilon'	ε''	arepsilon''/arepsilon'	δ [°]
$C_3 - 15wt\%$	N/A	11,79	-18,86	11,25	3,368	0,2994	16,67
$C_3 - 15wt\%$	2 mm	12,4	-18,84	10,78	3,379	0,3134	17,4
$C_1 - 15wt\%$	$5 \mathrm{mm}$	11,78	-16,68	$7,\!359$	3,559	$0,\!4836$	25,81

4.3 Carbono+ $MnSO_4$. H_2O como Absorvedor de Radiação Eletromagnética

4.3.1 Difração de raios-X

O difratograma do material sintetizado, conforme descrito no item 3.2, é apresentado na Figura 4.14 e mostra a presença de carbono amorfo (00-044-0558). Além disso, foram detectados a presença de diferentes picos associados ao óxido de manganês $(Mn_3O_4)(00-024-0734)$ e ao manganês puro (Mn)(00-032-0637).



Figura 4.14 - Difratograma de Carbono + $Mn_3O_4 + Mn$.

Fonte: Produção do autor.

4.3.2 Raman

O espectrograma da Figura 4.15 mostra o comportamento do material analisado na faixa de deslocamento Raman de 800 cm^{-1} à 2000 cm^{-1} . Como esperado, a curva apresenta um comportamento semelhante ao das espumas de carbono na seção 4.1.2, lembrando que a composição dos dois materiais é muito similar, pois ambos possuem

grande quantidade de carbono, diferindo apenas pelo componente manganês. Dois picos principais, referentes ao carbono, são encontrados em 1362 cm^{-1} (banda D) e 1601 cm^{-1} (banda G), associados ao grau de desordem (defeitos) e ordenamento (grafitização) do material, respetivamente. Neste caso, evidencia-se uma mudança na razão de intensidades das bandas I_D/I_G (~ 1,218) devido ao aumento do grau de desordem da estrutura atômica do material. Além disso, comparando estes dados com as espumas de carbono puras, há uma diminuição na intensidade das duas bandas, o que está diretamente associado à inserção de Mn_3O_4 no material.



Figura 4.15 - Espectro Raman de Carbono + $Mn_3O_4 + Mn$.

Fonte: Produção do autor.

4.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

A morfologia do material foi avaliada com o objetivo de evidenciar a geometria dos três partículados obtidos e validar a presença de partículas com o dimensionamento estabelecido no processo de classificação (25 $\mu m < \varphi_1 < 53 \mu m$,

53 $\mu m < \varphi_2 < 63 \ \mu m$, e 63 $\mu m < \varphi_3$). A Figura 4.16 ilustra o tamanho de partículado e a morfologia do material com as classificações previamente determinadas. A presença de partículados menores $(25\mu m < \varphi_1 < 53\mu m)$ podem ser observados nas três faixas de tamanhos de partículas estudadas, evidenciando que o tamanho dos partículados predominante estão centrados nesta faixa. No entanto, esta proporção é reduzida com o aumento do tamanho dos particulados. Finalmente, é importante ressaltar sobre o formato dos particulados, pois, independentemente de seu tamanho apresentam geometria irregular.

Figura 4.16 - Imagens MEV de Carbono + Mn_3O_4 + Mn peneirado em (a) 25 μ m a 53 μ m, (b) 53 μ m a 63 μ m e (c) maior a 63 μ m.





Fonte: Produção do autor.

4.3.4 Espectroscopia de raios-X por dispersão em energia EDS

A composição química do material se ilustra na Figura 4.17, mostrando o espectograma resultante e evidenciando a presença de carbono em maior proporção (64,1 wt%) seguido de oxigénio (10,5 wt%), manganês (9,3 wt%) e enxofre (3,3 wt%). O teor mínimo de enxofre presente é proveniente dos sais inorgânicos adicionados no processo de polpação para extração da lignina. Estes inorgânicos são removidos, em sua grande maioria, pela lavagem utilizando o sistema Soxhlet, logo após a carbonização do material. Por fim, a presença de ouro no material é devido ao processo de metalização, realizado previamente para uma melhor visualização das imagens obtidas.



Figura 4.17 - Imagem EDS de Carbono + $Mn_3O_4 + Mn$.

Fonte: Produção do autor.

4.3.5 Permissividade complexa e permeabilidade complexa

A permissividade complexa, nas suas componentes real ε' e imaginaria ε'' , são apresentadas na Figura 4.18. Os resultados são referentes as amostras preparadas com espessura fixa de 2 mm, variando-se o tamanho de partícula ($25 \ \mu m < \varphi_1 < 53 \ \mu m$, $53 \ \mu m < \varphi_2 < 63 \ \mu m$, e $63 \ \mu m < \varphi_3$) e as concentrações de material (5%, 10% e 20%).

As curvas de ε' mostram um comportamento linear entre o efeito capacitivo e a

concentração de material, ou seja, um incremento pode ser observado conforme a concentração de material é aumentada. Nas concentrações de 5% e 10% o ε' descreve um comportamento quase constante ao longo da faixa de frequência analisada, enquanto na concentração de 20% observa-se uma leve diminuição desta propriedade conforme a frequência de análise é aumentada. O resultado mais significativo obtido foi o referente ao material com tamanho de partículas na faixa de 63 $\mu m < \varphi_3$, apresentando um valor médio de ε' de 15,8. Isto indica que particulados de tamanho maior apresentaram uma melhor interação com a onda eletromagnética e, portanto, a formação de momentos de dipolo foi alcançada com maior facilidade em comparação aos particulados menores.

Figura 4.18 - Permissividade complexa do Carbono + $Mn_3O_4 + Mn$ na sua componente (a) real, e (b) imaginaria.



Fonte: Produção do autor.

Analogamente, no gráfico referente a ε'' , evidencia-se um comportamento linear entre a concentração de carbono + Mn_3O_4 + Mn e a permissividade imaginária. Apenas as amostras com concentração 20% e tamanho de partícula 63 $\mu m < \varphi_3$ apresentou um aumento na sua propriedade dissipativa em função da frequência.

Portanto, pode se concluir que, embora as diferentes amostras sejam compostas pelo mesmo material, parâmetros como concentração e tamanho de partícula têm um efeito fundamental no aprimoramento das propriedades eletromagnéticas. Nestas amostras, a presença de particulados maiores, mas em menores quantidades, conseguiram armazenar e dissipar, a energia das ondas eletromagnéticas de forma mais eficiente que partículados menores em maiores proporções.

A permeabilidade magnética complexa das amostras preparadas, na sua componente real μ' e imaginária μ'' é apresentada na Figura 4.19.

Figura 4.19 - Permeabilidade complexa do Carbono + $Mn_3O_4 + Mn$ na sua componente (a) real, e (b) imaginaria.



Fonte: Produção do autor.

Os valores de permeabilidade magnética obtidos para o Carbono + Mn_3O_4 + Mnsão muito similares aos resultados obtidos para o CP na seção 4.1.5, ou seja, as propriedades magnéticas no processo de interação com a radiação eletromagnética são negligenciáveis, pois a magnitude desta propriedade é próxima de 1. Portanto, os teores de Mn acrescentados ao material não influenciaram significativamente nas suas propriedades magnéticas.

4.3.6 Refletividade

A refletividade das amostras obtidas é apresentada na Figura 4.20. O conjunto de curvas obtidas nos diferentes gráficos mostram três padrões de comportamento: (i) As maiores perdas podem ser associadas às amostras com maiores concentrações de Carbono + Mn_3O_4 + Mn (20%), independentemente do tamanho de particulado;

(ii) independentemente da concentração, as perdas mais significativas por reflexão foram obtidas para particulados maiores, ou seja, no intervalo 63 $\mu m < \varphi_3$; (iii) as amostras com maiores concentrações de material (20%) apresentaram um deslocamento da refletividade para frequências menores em função do aumento do particulado, apresentando suas máximas intensidades em 10,8 GHz, 10,2 GHz e 8,4 GHz para os particulados de 25 $\mu m < \varphi_1 < 53 \ \mu m$, 53 $\mu m < \varphi_2 < 63 \ \mu m$ e 63 $\mu m < \varphi_3$, respectivamente.

Figura 4.20 - Refletividade do carbono + Mn_3O_4 + Mn de (a) $25 \ \mu m < \varphi_1 < 53 \ \mu m$, (b) $53 \ \mu m < \varphi_2 < 63 \ \mu m$, e (c) $63 \ \mu m < \varphi_3$.



Fonte: Produção do autor.

A Tabela 4.7 mostra os parâmetros relativos aos valores máximos de refletividade para cada material com seu tamanho de particulado associado.

O resultado mais significativo obtido apresentou uma refletividade de -18,5 dB em 8,4 GHz, o que corresponde a absorção de ~98,5% de radiação incidente, conforme pode ser verificado com as tabelas de comparação do apendice B. Este resultado pode estar diretamente relacionado ao tamanho do particulado, pois a onda eletromagnética incidente parece ser absorvida com maior eficiência quando encontra um obstáculo maior ($63\mu m < \varphi_3$).

Particulado	Frequência [GHz]	RL [dB]	ε'	ε''	arepsilon''/arepsilon'	δ [°]
φ_3	8,40	-18,37	16,26	3,08	0,1894	10,73
φ_2	10,2	-4,31	9,70	0,70	0,072	4,12
φ_1	10,8	-8,01	10,66	1,93	0,1811	10,26

Tabela 4.7 - Parâmetros referentes aos melhores resultados na refletividade.

5 CONCLUSÕES

Os resultados apresentados mostraram a possibilidade de desenvolvimento de novos materiais de origem sustentável com aplicação na área aeroespacial. Materiais carbonosos foram sintetizados a partir da reutilização integral do resíduo da indústria de papel e celulose, conhecido como licor negro, através de um processo de fabricação relativamente simples. A estrutura, composição e morfologia dos materiais sintetizados foram avaliadas. As propriedades eletromagnéticas e sua performance como MARE no intervalo de frequência de 8,2 - 12,4 GHz também foram exploradas.

A performance como MARE dos materiais sintetizados foi avaliada através do estudo das propriedades eletromagnéticas como a permissividade elétrica, permeabilidade magnética e perda por reflexão. Os resultados mais significativos de MARE foram obtidos para os compósitos preparados com maiores concentrações de material carbonoso e maiores tamanhos de poros para as espessuras de 2 mm, obtendo como maior valor de perda de reflexão (-33,34 dB) em 9,87 GHz, o qual corresponde a 99,95% de absorção da energia da onda eletromagnética incidente.

As estruturas de FSS avaliadas em amostras de MARE mostraram uma sintonização na frequência de RL e da permissividade imaginária em função do diâmetro FSS. O melhor resultado de RL para o FSS com furos de 2,0 mm foi -19 dB em 12,4 GHz enquanto que para o FSS com furos de 5,0 mm foi -17 dB em 11,8 GHz. A estrutura sem FSS teve um RL de -19 dB em 11,7 GHz. Estes resultados indicam que cerca de 98,8% onda eletromagnética incidida foi atenuada.

Por outro lado, as amostras preparadas com adição de carbono + Mn_3O_4 + Mnforam avaliadas segundo suas propriedades eletromagnéticas, por modificação dos parâmetros como concentração de material e tamanho de particulado. Os resultados mais relevantes foram obtidos para maiores concentrações de material e maior tamanho de particulado. Além disso, as faixas de frequência podem ser ajustadas com o tamanho de particulado utilizado. O maior valor de perda por reflexão (-18,37 dB) em 8,40 GHz corresponde a uma absorção de ~98,42% da energia da onda incidente. Obtendo bons resultados de absorção embora a adição de Mn não tenha tido o incremento esperado na permeabilidade do material.

Os resultados de MARE dos compostos preparados neste trabalho, utilizando materiais de origem sustentável, podem ser comparados com MAREs tradicionais de alto custo encontrados na literatura como ferrita e ferrocarbonila. Portanto, estes resultados mostram o potencial tanto do desenvolvimento quanto da utilização de materiais porosos sustentáveis, na sector aeroespacial, satisfazendo as exigências tecnológicas, as necessidades sócio-econômicas do mercado atual e, ao mesmo tempo, apresentando a qualidade de ser ambientalmente amigável.
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGILENT TECHNOLOGIES. De-embedding and embedding S-parameter networks using a vector network analyzer: application note 1364-1. USA, 2001. 24 p. 93, 94

_____. In-fixture measurements using vector network analyzers: application note. USA, 2006. 32 p. 93

ALEXANDER, C. K.; SADIKU, M. N. O. Fundamentals of electric circuits. [S.l.]: New York: McGraw-Hill, 2013. 12, 13, 95, 96

AMARAL-JUNIOR, M. A. Obtenção e caracterização de compósitos á base de fibra de carbono e fibra de carbonoativada aplicados a materiais absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de frequência de 8.2-12.4 GHz. 2018. 173 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais) — Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2018. 27, 50

AMARAL-LABAT, G.; GOURDON, E.; FIERRO, V.; PIZZI, A.; CELZARD, A. Acoustic properties of cellular vitreous carbon foams. **Carbon**, v. 58, p. 76–86, 2013. 2, 8, 9

AMARAL-LABAT, G.; SZCZUREK, A.; FIERRO, V.; STEIN, N.; BOULANGER, C.; PIZZI, A.; CELZARD, A. Pore structure and electrochemical performances of tannin-based carbon cryogels. **Biomass and Bioenergy**, v. 39, p. 274–282, 2012. 8, 9, 53

BERTAUD, F.; TAPIN-LINGUA, S.; PIZZI, A.; NAVARRETE, P.; PETIT-CONIL, M. Development of green adhesives for fibreboard manufacturing, using tannins and lignin from pulp mill residues. **Cellulose Chemistry and Technology**, v. 46, n. 7-8, p. 449–455, 2012. 6

BRAGHIROLI, F.; FIERRO, V.; IZQUIERDO, M.; PARMENTIER, J.; PIZZI, A.; CELZARD, A. Nitrogen-doped carbon materials produced from hydrothermally treated tannin. **Carbon**, v. 50, n. 15, p. 5411–5420, 2012. 9

BRYDSON, R. Aberration-corrected analytical transmission electron microscopy. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2011. 89

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. Materials science and engineering: an introduction. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2013. 2, 13, 15, 18, 20, 85 CALVO-FLORES, F. G.; DOBADO, J. A. Lignin as renewable raw material. ChemSusChem, v. 3, n. 11, p. 1227–1235, 2010. 5, 7

CHEN, C.; KENNEL, E. B.; STILLER, A. H.; STANSBERRY, P. G.; ZONDLO, J. W. Carbon foam derived from various precursors. **Carbon**, v. 44, n. 8, p. 1535–1543, 2006. 9

CHEN, C.-C. Transmission of microwave through perforated flat plates of finite thickness. **IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques**, v. 21, n. 1, p. 1–6, 1973. 68

CHEN, L.-F.; ONG, C.; NEO, C.; VARADAN, V.; VARADAN, V. K. Microwave electronics: measurement and materials characterization. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2004. 1, 20, 21, 23, 27, 28, 29, 30

CHRISTOPOULOS, C. Principles and techniques of electromagnetic compatibility. [S.l.]: CRC press, 2007. 11

CHUNG, H.; WASHBURN, N. R. Chemistry of lignin-based materials. Green Materials, v. 1, n. 3, p. 137–160, 2012. 2, 7

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. Elements of X-ray diffraction. [S.l.]: Pearson Education, 2014. 49, 85, 86

DUAN, Y.; GUAN, H. Microwave absorbing materials. [S.l.]: Pan Stanford, 2016. 11, 23

GARRON, A.; ARQUILLIERE, P. P.; MAKSOUD, W. A.; LARABI, C.; WALTER, J.-J.; SANTINI, C. C. From industrial black liquor to pure phenolic compounds: a combination of catalytic conversion with ionic liquids extraction. **Applied Catalysis A: General**, v. 502, p. 230–238, 2015. 5

GINDL-ALTMUTTER, W.; FÜRST, C.; MAHENDRAN, A. raj; OBERSRIEBNIG, M.; EMSENHUBER, G.; KLUGE, M.; VEIGEL, S.; KECKES, J.; LIEBNER, F. Electrically conductive kraft lignin-based carbon filler for polymers. **Carbon**, v. 89, p. 161–168, 2015. 6

GOLIO, J.; GOLIO, M. **RF** and microwave applications and systems. [S.l.]: CRC press, 2008. 25, 29, 30

GOUVEIA, S.; FERNÁNDEZ-COSTAS, C.; SANROMÁN, M.; MOLDES, D. Polymerisation of kraft lignin from black liquors by laccase from myceliophthora thermophila: effect of operational conditions and black liquor origin. **Bioresource Technology**, v. 131, p. 288–294, 2013. 5

GRISHECHKO, L.; AMARAL-LABAT, G.; SZCZUREK, A.; FIERRO, V.; KUZNETSOV, B.; PIZZI, A.; CELZARD, A. New tannin–lignin aerogels. Industrial Crops and Products, v. 41, p. 347–355, 2013. 6

IDA, N. Engineering electromagnetics. [S.l.]: Springer, 2015. 12, 16, 17, 23, 24, 31, 32

INAGAKI, M.; KANG, F.; TOYODA, M.; KONNO, H. Advanced materials science and engineering of carbon. [S.l.]: Butterworth-Heinemann, 2013. 8

INAGAKI, M.; QIU, J.; GUO, Q. Carbon foam: preparation and application. Carbon, v. 87, p. 128–152, 2015. 8, 9

IRIMIA-VLADU, M. "Green" electronics: biodegradable and biocompatible materials and devices for sustainable future. **Chemical Society Reviews**, v. 43, n. 2, p. 588–610, 2014. 2, 5

JANA, P.; FIERRO, V.; PIZZI, A.; CELZARD, A. Thermal conductivity improvement of composite carbon foams based on tannin-based disordered carbon matrix and graphite fillers. **Materials & Design**, v. 83, p. 635–643, 2015. 9

JIN, F.-L.; LI, X.; PARK, S.-J. Synthesis and application of epoxy resins: A review. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, Elsevier, v. 29, p. 1–11, 2015. 46

JÖNSSON, A.-S.; NORDIN, A.-K.; WALLBERG, O. Concentration and purification of lignin in hardwood kraft pulping liquor by ultrafiltration and nanofiltration. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 86, n. 11, p. 1271–1280, 2008. 7

KEYSIGHT TECHNOLOGIES. Network analyzer basics: training deliverable. USA, 2014. 94 p. 91, 92, 94

_____. Basics of measuring the dielectric properties of materials: application note. USA, 2017. 34 p. 13, 24, 33, 92, 99, 100, 101

KORONIS, G.; SILVA, A.; FONTUL, M. Green composites: a review of adequate materials for automotive applications. **Composites Part B: Engineering**, v. 44, n. 1, p. 120–127, 2013. 5

LABAT, G. A. A.; GONÇALVES, A. R. Oxidation in acidic medium of lignins from agricultural residues. In: MIELENZ J. R.; KLASSON, K. A. W. S. M. J. D. E. (Ed.). **Biotechnology for fuels and chemicals**. [S.l.]: Springer, 2007. p. 669–679. 6, 8

LENG, Y. Materials characterization: introduction to microscopic and spectroscopic methods. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2013. 89, 90

LI, Z.; DING, X.; LI, F.; LIU, X.; ZHANG, S.; LONG, H. Enhanced dielectric loss induced by the doping of sic in thick defective graphitic shells of ni@ c nanocapsules with ash-free coal as carbon source for broadband microwave absorption. Journal of Physics D: Applied Physics, v. 50, n. 44, p. 445305, 2017. 50

LIU, H.-T.; CHENG, H.-F.; CHU, Z.-Y.; ZHANG, D.-Y. Absorbing properties of frequency selective surface absorbers with cross-shaped resistive patches. Materials & Design, v. 28, n. 7, p. 2166–2171, 2007. 34, 35

MESFUN, S.; LUNDGREN, J.; GRIP, C.-E.; TOFFOLO, A.; NILSSON, R. L. K.; ROVA, U. Black liquor fractionation for biofuels production–a techno-economic assessment. **Bioresource Technology**, v. 166, p. 508–517, 2014. 5

MOURITZ, A. P. Introduction to aerospace materials. [S.l.]: Elsevier, 2012. 1, 10, 11

OTT, H. W. Electromagnetic Compatibility Engineering. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2009. 2, 11

OURA, K.; LIFSHITS, V.; SARANIN, A.; ZOTOV, A.; KATAYAMA, M. Surface science: an introduction. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2013. 88, 89

PAUL, C. R. Introduction to electromagnetic compatibility. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2006. 2

PIZZI, A. Natural phenolic adhesives i: Tannin. Handbook of Adhesive Technology, v. 2, p. 573–587, 2003. 7

POZAR, D. M. Microwave engineering. [S.l.]: New York: Wiley, 2012. 17, 21, 22, 23, 24, 25, 30, 31, 33

QIU, S.; LYU, H.; LIU, J.; LIU, Y.; WU, N.; LIU, W. Facile synthesis of porous nickel/carbon composite microspheres with enhanced electromagnetic wave

absorption by magnetic and dielectric losses. ACS Applied Materials & Interfaces, v. 8, n. 31, p. 20258–20266, 2016. 50

RANA, S.; FANGUEIRO, R. Advanced composite materials for aerospace engineering: processing, properties and applications. [S.l.: s.n.], 2016. 9

RIVIERE, J. C.; MYHRA, S. Handbook of surface and interface analysis: methods for problem-solving. [S.l.]: CRC Press, 2009. 88, 90

SADIKU, M. N. O. Elements of electromagnetics. [S.l.]: Oxford University Press, 2007. 12, 16, 17, 19, 20, 22, 23, 31, 58

SEDRA, A. S.; SMITH, K. C. Microelectronic circuits. [S.l.]: New York: Oxford University Press, 2015. 1, 11

SEO, J.; PARK, H.; SHIN, K.; BAECK, S. H.; RHYM, Y.; SHIM, S. E. Lignin-derived macroporous carbon foams prepared by using poly (methyl methacrylate) particles as the template. **Carbon**, v. 76, p. 357–367, 2014. 8, 9

SINGH, D.; KUMAR, A.; MEENA, S.; AGARWALA, V. Analysis of frequency selective surfaces for radar absorbing materials. **Progress in Electromagnetics Research**, v. 38, p. 297–314, 2012. 34

SINGH, H.; JHA, R. M. Active radar cross section reduction. [S.l.]: Cambridge University Press, 2015. 11

SMITH, E.; DENT, G. Modern Raman spectroscopy: a practical approach.[S.l.]: John Wiley & Sons, 2005. 86, 87

SZCZUREK, A.; AMARAL-LABAT, G.; FIERRO, V.; PIZZI, A.; MASSON, E.; CELZARD, A. The use of tannin to prepare carbon gels. part i: carbon aerogels. **Carbon**, v. 49, n. 8, p. 2773–2784, 2011. 8, 53

TANAKA, N. Scanning transmission electron microscopy of nanomaterials. [S.l.]: World Scientific, 2015. 89, 90

TEPPATI, V.; FERRERO, A.; SAYED, M. Modern RF and microwave measurement techniques. [S.l.]: Cambridge University Press, 2013. 1, 91

THAKUR, V. K.; THAKUR, M. K. Recent advances in green hydrogels from lignin: a review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 72, p. 834–847, 2015. 2, 7

TITIRICI, M.-M.; WHITE, R. J.; BRUN, N.; BUDARIN, V. L.; SU, D. S.; MONTE, F. del; CLARK, J. H.; MACLACHLAN, M. J. Sustainable carbon materials. **Chemical Society Reviews**, v. 44, n. 1, p. 250–290, 2015. 5

TONDI, G.; JOHANSSON, M.; LEIJONMARCK, S.; TREY, S. Tannin based foams modified to be semi-conductive: Synthesis and characterization. **Progress** in Organic Coatings, v. 78, p. 488–493, 2015. 9

TONG, X. C. Advanced materials and design for electromagnetic interference shielding. [S.l.]: CRC press, 2009. 11

ULABY, F. T. Electromagnetics for engineers. [S.l.]: Pearson/Prentice Hall, 2005. 12, 13, 14, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 29, 95

VANDENABEELE, P. **Practical Raman spectroscopy: an introduction**. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2013. 87, 88

VASSILEV, S. V.; BAXTER, D.; ANDERSEN, L. K.; VASSILEVA, C. G. An overview of the composition and application of biomass ash. part 1. phase–mineral and chemical composition and classification. **Fuel**, v. 105, p. 40–76, 2013. 49

VICENTE, A. N.; DIP, G. M.; JUNQUEIRA, C. The step by step development of NRW method. In: MTT-S INTERNATIONAL MICROWAVE AND OPTOELECTRONICS CONFERENCE, 2011. Brasil, Proceedings... IEEE, 2011. p. 738–742. 26, 27

WASEDA, Y.; MATSUBARA, E.; SHINODA, K. X-Ray diffraction crystallography: introduction, examples and solved problems. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2011. 85

WU, T.-K. Encyclopedia of RF and microwave engineering: frequency selective surfaces. [S.l.]: Wiley Online Library, 2005. 34, 35

APÊNDICE A - TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

A.1 Analise estrutural DRX/RAMAN

A.1.1 Difração de raios-X

O principal objetivo da difração de raios-X nos materiais é conhecer as condições particulares nas quais os raios-X espalhados pelos átomos e os raios-X incidentes condizem completamente em fase, podendo se reforçar entre eles suficientemente para produzir um sinal detectável (CALLISTER; RETHWISCH, 2013).

O objetivo dos raios-X é o estudo da estrutura interna dos materiais através do espalhamento da onda pelo material (WASEDA et al., 2011). Assim, pode-se dizer que dois raios-x estão completamente em fase sempre que seus comprimentos de trajeto percorrido difiram ou por zero ou por um número inteiro de comprimento de onda. Contudo, um feixe difratado pode ser definido como um feixe composto por um grande número de raios-X dispersos, que se reforçam mutuamente (CULLITY; STOCK, 2014).

A Figura A.1 ilustra o modelo geométrico descrevendo a interação dos raios-X com a estrutura atômica do material, evidenciando que: (i) o feixe incidente a linha normal ao plano de difração e o feixe difratado sempre são coo-planares e; (ii) o ângulo entre o feixe incidente e o feixe difratado é sempre 2θ (ângulo de difração).

Figura A.1 - Difração de raios-x por um material cristalino.



Fonte: Cullity e Stock (2014).

Portanto, sabendo que, geralmente, o comprimento de onda do feixe incidente deve estar na mesma ordem de magnitude da distancia repetida entre os centros de espalhamento (átomos), pode-se estabelecer, por meio da lei de Bragg, que $sen(\theta)$ não pode ser maior que 1, conforme:

$$\frac{n\lambda}{2d'} = \sin(\theta) < 1 \tag{A.1}$$

Da mesma forma, $n\lambda$ deve ser menor que 2d', lembrando que n(ordem da difração) deve ser entendido como o número de comprimentos de onda de diferença na trajetoria entre o feixe incidente e o feixe difratado. Para que a difração aconteça em qualquer ângulo 2θ observável, é necessario que o valor mínimo de n seja igual a 1, devido a n = 0 fazer referencia à situação na qual o feixe difratado tem a mesma direção que o feixe incidente, fazendo-o inobservável. Portanto, deve-se cumprir que $\lambda < 2d'$. Assim, a lei de Bragg pode ser rescrita como:

$$\lambda = \frac{2d'\sin(\theta)}{n} \tag{A.2}$$

Sendo o coeficiente de λ igual a 1 (n = 1), a reflexão de qualquer ordem pode ser considerada como uma reflexão de primeira ordem proveniente dos planos espaçados por uma distancia $\frac{1}{n}$ do espaçamento prévio, obtendo-se a seguinte forma geral da equação de Bragg (CULLITY; STOCK, 2014):

$$d = \frac{d'}{n} \longrightarrow \lambda = 2dsen(\theta)$$
 (A.3)

A.1.2 Espalhamento Raman

Na interação da radiação eletromagnética (fótons) com a matéria, os fótons podem ser absorvidos, espalhados, ou não interagir com o material e passar através dele. A absorção acontece quando a energia do fóton incidente corresponde a energia do estado da brecha entre os estados fundamental e excitado da molécula. Assim, o fóton pode ser absorvido e, como consequência, a molécula é promovida para um estado de excitação superior. A diferença (perda) de energia da radiação do feixe incidente é a variável medida. Em contrapartida, não e necessário no espalhamento que o fóton tenha uma equivalência da sua energia com a energia da brecha entre os dois estados da molécula. Assim, a radiação espalhada pela molécula, tendo uma energia diferente do feixe da radiação incidente, é a variável medida (SMITH; DENT, 2005).

A espectroscopia Raman é baseada no espalhamento Raman ou efeito Raman da radiação eletromagnética pelas moléculas. Em dito espalhamento a luz interage com a molécula e distorce (polariza) a nuvem de elétrons ao redor dos núcleos para formar um estado temporário conhecido como "estado virtual", este estado não é estável e o fóton e rapidamente re-irradiado. Se apenas a distorção da nuvem de elétrons estiver envolvida no espalhamento, os fótons serão espalhados com mudanças de frequência muito pequenas (espalhamento Rayleigh), já que os elétrons são comparativamente leves. No entanto, se algum movimento nuclear fosse induzido durante o processo de espalhamento, certa quantidade de energia será transferida do fóton incidente para a molécula (espalhamento anti-Stokes) ou da molécula para o fóton espalhado (espalhamento Stokes). Nesses casos, o processo é inelástico (espalhamento Raman) e a energia do fóton espalhado é diferente daquela do fóton incidente por uma unidade vibracional como se observa na Figura A.2. O espalhamento Raman inerentemente é considerado um processo fraco no qual um de cada $10^6 - 10^8$ fótons vai ser espalhado mas issa insensibilidade é compensada por causa de modernos lasers e microscopios con densidades de poder muito altas que conseguem atingir amostras minúsculas (SMITH; DENT, 2005)(VANDENABEELE, 2013).



Figura A.2 - Processos de espalhamento Rayleigh e Raman.

Fonte: Smith e Dent (2005).

A perda de energia ou ganho experimentado por um fóton na interação com uma molécula é característico dos modos vibracionais de uma ligação particular naquela molécula. Nem todos os modos serão observáveis com a espectroscopia Raman (dependendo da simetria da molécula), mas informações suficientes geralmente estarão presentes para permitir uma identificação e caracterização definitivas da estrutura molecular. Assim, a mudança de energia para uma ligação C - H é diferente daquela encontrada para uma ligação C - O, e diferente da outra associada à ligação metal - O (RIVIERE; MYHRA, 2009). Portanto, a propriedade chave de uma molécula com relação ao espalhamento de um fóton é a polarização, \vec{P} , que em função das frequências de vibração da molecula v_v e da radiação incidente v_0 , é dado por:

$$\vec{P} = \vec{P}(v_0) + \vec{P}(v_0 + v_v) + \vec{P}(v_0 - v_v)$$
(A.4)

onde as três componentes na expressão xx fazem referencias respetivamente aos espalhamentos Rayleigh, anti-Stokes, e Stokes (VANDENABEELE, 2013)(RIVIERE; MYHRA, 2009).

No mundo experimental da espectroscopia Raman, um intenso, feixe monocromático de radiação eletromagnética (usualmente um laser) é focado na amostra de interesse, a intensidade da luz espalhada é medida em função de seu comprimento de onda. A diferença de frequência (diferença entre as frequências da radiação incidente espalhada) usualmente num espectro Raman é chamado de numero de onda ou deslocamento Raman em $[cm^{-1}]$ e representado por:

$$w = \frac{v_m}{c} - \frac{v_0}{c} \tag{A.5}$$

onde v_m e v_0 representam as frequências da radiação espalhada (medida) e incidente, respectivamente, e c é associado à velocidade da luz.

A.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microscopia de análise de superfícies tem como alvo principal produzir imagens ampliadas do material, permitindo observar na superficie; cristalografia (organização dos átomos), morfologia (forma, tamanho e caraterísticas topográficas) e composição (elementos e compostos químicos presentes) (OURA et al., 2013). Existem diversas técnicas usadas na ciência de superfícies, das quais, neste trabalho de pesquisa foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Scannning Electron Microscopy - SEM).

Na tecnica MEV da mesma forma que na tecnica MET, um feixe de elétrons é emitido através de um canhão de elétrons, que para sistemas mais avançados podem incluir uma fonte de emissão de campo (*Field Emission Gun - FEG*) devido a que permite gerar feixes de elétrons com um brilho maior incrementando a qualidade das

imagens obtidas. A voltagem na generação do feixe de elétrons convencionalmente esta no intervalo de 1 - 40 keV, o qual é uma ordem de grandeza menor que a da tecnica MET (LENG, 2013).

O feixe de elétrons gerado é focado por um sistema de lentes eletromagnéticas num pequeno ponto ($\sim 1 - 10$ nm) sobre a amostra. O feixe focalizado varre a amostra por um sistema de bobina de deflexão ou bobinas de varredura em sincronismo com um feixe de elétrons de um tubo de vídeo, que é usado como um visor ótico. Ambos os feixes são controlados pelo mesmo gerador de varredura e a ampliação é apenas a razão de tamanho da tela de visualização e da área digitalizada na superfície da amostra (OURA et al., 2013). O objetivo principal das lentes eletromagnéticas utilizadas na SEM é a formação da sonda de elétrons que varre a superfície (LENG, 2013). A estrutura e principio de operação da técnica MEV pode-se observar na Figura A.3 (BRYDSON, 2011)(TANAKA, 2015).





Fonte: Brydson (2011)Tanaka (2015).

Assim, as principais características do principio de operação do processo de obtenção de imagens por meio da tecnica MEV podem ser resumidas em (TANAKA, 2015):

• As imagens são obtidas pelos elétrons emitidos da mesma superfície da onde são incididos.

• A formação da imagens é feita pelo varrimento de uma área começando do canto superior esquerdo para o canto inferior direito.

• As imagens são obtidas principalmente por elétrons inelasticamente espalhados (elétrons secundários) com energia menores a 50 eV.

• A espessura das amostras têm menos relevância devido à aquisição de imagens pelo modo de reflexão.

A.2 Analise da composição química EDS

A espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS ou EDX) (do inglês, *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) é uma técnica que nas ultimas décadas vem se implementado como parte de uma analise complementar para MEV devido a sua relativa simplicidade como técnica de medição composicional para diversos materiais, permitindo realizar uma analise da composição química do material (amostra) por meio da detecção dos raios-X característicos emitidos pelo material para seu posterior analise em função da sua energia caracteristica (LENG, 2013)(RIVIERE; MYHRA, 2009).

Quando um elétron passa através da nuvem eletrônica associada a um átomo do material, o mesmo pode perder energia na interação e consequentemente gerar dois tipos de raios-X dependendo de se o átomo é ionizado (raios-X característicos) ou não (efeito Bremsstrahlung). A probabilidade de emissão de raios-X é dependente do numero atómico do elemento e a camada eletrônica ionizada(RIVIERE; MYHRA, 2009). Um detetor de lítio dopado com silício Si(Li) é o mais comum na hora da aquisição dos fótons (raios-X) sendo classificados conforme seu nível de energia, seguido da sua conversão em níveis de voltagem, amplificação dos mesmos, e finalmente o tratamento computacional dos dados (quantificação e geração dos espectrogramas). A Figura A.4 mostra o principio de funcionamento do EDS como analise complementar num analise de MEV.





Fonte: Produção do autor.

A.3 Analise eletromagnética VNA

O analisador de redes vetoriais (*Vector Network Analizer - VNA*) é um instrumento de medição muito sensivel (~ -50 dB), com a capacidade básica de medir os parâmetros—S (e quantidades relacionadas) de dispositivos e componentes (passivos e ativos) RF ou microondas. Os parâmetros—S podem ser apresentados em diferentes formatos de acordo com a aplicação do usuário (TEPPATI et al., 2013). Portanto, o analise de redes executado no VNA esta diretamente relacionado com a medição precisa das razões entre sinais refletidos com sinais incidentes, e sinais transmitidos com sinas incidentes, para determinar as propriedades e/ou performance dos dispositivos e componentes sob teste na sua interação com energia eletromagnética no range de frequência de RF (300 MHz — 300 GHz) (KEYSIGHT TECHNOLOGIES, 2014).

Analisadores de rede são usados para medir componentes, dispositivos, circuitos e

submontagens. Na sua estrutura pode-se encontrar uma fonte e vários receptores, exibindo informações de razões entre amplitude e fase (frequência ou varredura de potência). Um analisador de rede está sempre olhando para um sinal conhecido (em termos de frequência), já que é um sistema de estímulo/resposta. A Figura A.5 ilustra o diagrama de blocos do processamento dos sinais incidente, refletido e transmitido no VNA, o analisador de redes classifica esse processamento de senais em quatro seçoes; (i) fonte de estimulo, (ii) hardware de separação de sinais, (iii) receptores e detectores que convertem os sinais, e (iv) processador e display para calcular e revisar os resultados. Cada seção mencionada é brevemente descrita na Tabela A.1 (KEYSIGHT TECHNOLOGIES, 2014)(KEYSIGHT TECHNOLOGIES, 2017).



Figura A.5 - Diagrama de blocos no processamento de sinais pelo VNA.

Fonte: Keysight Technologies (2014).

Tradicionalmente dispositivos RF e microondas tem sido desenhados em estruturas com interfaces coaxiais, como consequência, sistemas complexos podiam ser fabricados com facilidade por meio da conexão em serie de dispositivos coaxiais individuais. A tecnologia de RF e microondas esta mudando rapidamente, renunciando a dispositivos e componentes com interfaces coaxiais custosas para sistemas baseados em placas de circuito impresso (*Printed Circuit Board - PCB*) e tecnologia de montagem em superfície (*Surface Mount Technology - SMT*), gerando dificuldades

Seção	Descrição
	A fonte do sinal fornece o estímulo para o sistema de
Fonte	teste de estímulo-resposta. Pode-se configurar para var-
	rer a sua frequência ou seu nível de potência.
	O hardware conhecido usualmente como conjunto de
	teste (<i>Test set</i>) pode-se encontrar embutido no VNA ou
	como um dispositivo aparte, a funcionalidade do mesmo
Separação de sinais	e subdividida em duas estapas; (i) medir uma parte do
	sinal incidente para fornecer uma referência para a ra-
	zão, (ii) separar o sinal incidente (direta) e o sinal refle-
	tido (reversa) na entrada do DUT.
	O receptor é sintonizado no estimulo (frequência) da
Recentor / Detector	fonte para detectar os sinais refletidos e transmitidos do
neceptor/Detector	material. A resposta medida produz os dados de magni-
	tude e fase nessa frequência.
	Nesta seção final dados de reflexão e transmissão são
Processador/Display	formatados para facilitar a interpretação dos resultados
	das medidas. Alguns desses formatos são varrido linear
	ou logarítmico, representação polar, Smith charts, entre
	outros. A fonte e habilitada para a geração do seguinte
	sinal de frequência e o processo e repetido para esse novo
	estimulo para gerar os correspondentes valores de trans-
	missão e reflexão.

Tabela A.1 - Seçoes de processamento dos sinais no VNA.

no momento de ensamblar sistemas com dispositivos baseados em novas tecnologias (sem interface coaxial) e dispostivos com tecnologias que requerem uma interface coaxial (AGILENT TECHNOLOGIES, 2001).

Dispositivos sem conectores coaxiais são difíceis de medir e testar, pois é necessário algum tipo de dispositivo de teste para fornecer a conexão elétrica e mecânica entre o dispositivo sub teste (DUT) e o equipamento de teste baseado num conector coaxial. Portanto, o equipamento de teste requer uma interface para o meio de transmissão através de um dispositivo de fixação (AGILENT TECHNOLOGIES, 2001). Uma conexão transparente (sem perdas) entre um equipamento de teste e um DUT poderia ser obtida através de um dispositivo de fixação "*ideal*", além disso, padrões de calibração dos dispositivos de fixação geralmente são necessários para atingir o nível de precisão de medição exigido por muitos dos dispositivos atuais (AGILENT TECHNOLOGIES, 2006).

O equipamento de teste normalmente usado para caracterizar componentes, dispo-

sitivos e sistemas de RF e microondas é o VNA, que usa interfaces coaxiais padrão de 50 ou 75 ohms nas suas portas de teste. Consequentemente, quando o VNA é calibrado na sua interface coaxial usando qualquer kit de calibração padrão, o teste de caracterização do DUT inclui os efeitos do dispositivo de fixação associado (AGILENT TECHNOLOGIES, 2001)(KEYSIGHT TECHNOLOGIES, 2014).

APÊNDICE B - REPRESENTAÇÃO FASORIAL, DECIBEL E POR-CENTAGEM DE ABSORÇÃO

B.1 ANÁLISE FASORIAL

A análise fasorial é uma ferramenta matemática bastante útil na hora de lidar com sistemas lineares excitados com alguma forma de função periódica, sendo a mais habitual, uma função sinusoidal. Assim, através de esta ferramenta se possibilita a representação de um sistema ao ser desconsiderada sua dependência temporal, permitindo obter uma representação complexa da magnitude e fase de uma sinusoide. A análise fasorial só aplica quando a frequência do sinal de excitação se mantém constante (ULABY, 2005)(ALEXANDER; SADIKU, 2013).

Portanto dada uma função sinusoidal da forma:

$$v(t) = V_m \cos\left(\omega t + \phi\right) = \Re\left(V_m e^{j(wt+\phi)}\right)$$
(B.1)

onde V_m é a amplitude, ω é a frequência angular, t é o tempo e ϕ é a fase de referência, pode ser rescrita da forma:

$$v(t) = \Re\left(\tilde{V}e^{jwt}\right) \tag{B.2}$$

onde

$$\tilde{V} = V_m e^{j\phi} = V_m \angle \phi \tag{B.3}$$

a qual é a representação fasorial da função sinusoidal v(t), assim, onde for usada esta representação, o termo $e^{j\omega t}$ estará de forma implícita. É importante ressaltar que em caso seja usada uma função seno em lugar de uma função cosseno, o desfasamento em $\pi/2$ deve ser somado na referência de fase, e que o fasor ao ser uma quantidade complexa, pode ser representado em forma rectangular (z = x + jy), polar ($|z| \angle \phi$) ou exponencial ($e^{j\phi}$), portanto, as diferentes propriedade de quantidades complexas têm aplicabilidade (ULABY, 2005)(ALEXANDER; SADIKU, 2013).

Assim, a representação fasorial pode ser obtida seguindo as seguintes etapas (ALE-XANDER; SADIKU, 2013):

- (i) Adotar o cosseno como referência $v(t) = V_m \cos(\omega t + \phi)$.
- (*ii*) Expressar as variáveis dependentes do tempo como fasores $z(t) = \Re \left(\tilde{Z} e^{jwt} \right)$.
- *(iii)* Em caso de houver termos diferenciais e integrais, reformular suas represen-

tações para fasores da forma $\frac{d}{dt}(z(t)) = j\omega \tilde{Z} \in \int z(t) dt = \frac{1}{j\omega} \tilde{Z}.$

- (iv) Resolver a expressão no domínio fasorial.
- (vi) Encontrar o valor instantâneo $z(t) = \Re(\tilde{Z}e^{j\omega t}).$

B.2 DECIBEL (dB)

Principalmente em sistemas de telecomunicações para determinar a razão de potência entre dois níveis de sinais ou o ganho de potência entre dos sistemas ou dispositivos, a unidade bel e definida como (ALEXANDER; SADIKU, 2013):

$$G = \log_{10} \left(\frac{P_2}{P_1}\right) \quad N \'umero \ de \ bels \tag{B.4}$$

assim o decibel (dB) fornece a mesma relação mas em uma magnitude de $\frac{1}{10}$ do bel, representado como:

$$G_{dB} = 10\log_{10}\left(\frac{P_2}{P_1}\right) \tag{B.5}$$

Portanto, uma representação do ganho na potência será evidenciado se o valor de G_{dB} é positivo. De forma similar, uma representação de perda na potência será evidenciado se o valor de G_{dB} é negativo.

Alternativamente, G_{dB} pode ser representada em termos da razão da corrente ou da voltagem através das suas relações com a potência, conforme:

$$P = I^2 R$$
 ; $G_{dB} = 20 \log_{10} \left(\frac{I_2}{I_1}\right)$ (B.6)

$$P = \frac{V^2}{R} \quad ; \quad G_{dB} = 20 \log_{10} \left(\frac{V_2}{V_1}\right) \tag{B.7}$$

B.3 PORCENTAGEM DE ABSORÇÃO

Em esta seção se apresentam algumas relações de bastante utilidade na hora de analisar e compreender os resultados na análise experimental da refletividade, de igual forma a Tabela B.1 permite relacionar equivalências entre os diferentes parâmetros.

• Coeficiente de reflexão (Γ):

$$\Gamma = 10^{(-RL/20)} \tag{B.8}$$

$$\Gamma = (VSWR - 1)/(VSWR + 1) \tag{B.9}$$

• Reflection Loss (RL):

$$RL = -20\log|\Gamma| \quad [dB] \tag{B.10}$$

$$RL = -20\log[(VSWR - 1)/(VSWR + 1)] \quad [dB]$$
(B.11)

• Relação de onda estacionaria (Voltage Standing Wave Ratio - VSWR):

$$VSWR = [1 + 10^{(-RL/20)}] / [1 - 10^{(-RL/20)}]$$
(B.12)

$$VSWR = (1 + |\Gamma|)/(1 - |\Gamma|)$$
 (B.13)

• Outras relações de importância:

Perda por cazamento
$$(ML) = 10 \log(1 - \Gamma^2)$$
 [dB] (B.14)

$$Potência \ refletida \ (\%) = 100 * \Gamma^2 \tag{B.15}$$

$$Potência entregada (\%) = 100 * (1 - \Gamma^2)$$
(B.16)

RL[dB]	VSWR	Г	ML[dB]	Pot. Refletida [%]	Pot. Entregada [%]
1	17,39	0,891	6,868	79,43	$20,\!57$
2	8,72	0,794	4,239	63,10	36,90
3	5,85	0,708	3,021	50,12	49,88
4	4,42	0,631	2,205	39,81	60,19
5	3,57	0,562	1,651	31,62	68,38
6	3,01	0,501	1,256	25,12	74,88
7	2,61	0,447	0,967	19,95	80,05
8	2,32	0,398	0,749	15,85	84,15
9	2,10	0,355	0,584	12,59	87,41
10	1,92	0,316	$0,\!458$	10,00	90,00
11	1,78	0,282	0,359	7,94	92,06
12	1,67	0,251	0,283	6,31	93,69
13	1,58	0,224	0,223	5,01	94,99
14	1,50	0,200	0,176	3,98	96,02
15	1,43	0,178	0,140	3,16	96,84
16	1,38	0,158	0,110	2,51	97,49
17	1,33	0,141	0,088	2,00	98,00
18	1,29	0,126	0,069	1,58	98,42
19	1,25	0,112	0,055	1,26	98,72
20	1,22	0,100	0,044	1,00	99,00
21	1,20	0,089	0,035	0,79	99,21
22	1,17	0,079	0,027	0,63	$99,\!37$
23	1,15	0,071	0,022	0,50	99,50
24	1,13	0,063	0,017	0,40	99,60
25	1,12	0,056	0,014	0,32	99,68
26	1,11	0,050	0,011	$0,\!25$	99,75
27	1,09	0,045	0,009	0,20	99,80
28	1,08	0,040	0,007	0,16	99,84
29	1,07	0,035	0,005	0,13	$99,\!87$
30	1,07	0,032	0,004	$0,\!10$	99,90
31	1,06	0,028	0,003	0,08	99,92
32	1,05	0,025	0,003	0,06	99,94
33	1,05	0,022	0,002	0,05	$99,\!95$
34	1,04	0,020	0,002	0,04	99,96
35	1,04	0,018	0,001	0,03	$99,\!97$
36	1,03	0,016	0,001	0,03	99,97
37	1,03	0,014	$0,\!001$	0,02	$99,\!98$
38	1,03	0,013	0,001	0,02	99,98
39	1,02	0,011	0,001	0,01	99,99
40	1,02	0,010	0,000	0,01	99,99

Tabela B.1 - Tabela de equivalência para Reflection Loss - % Potência.

APÊNDICE C - KIT DE CALIBRAÇÃO KEYSIGHT WR90 X11644A

А precisão das medidas obtidas pelo analisador vetorial de redes (Vector Network Analizer - VNA) estão sujeitas a vários parâmetros como. precisão dos padrões de calibração, modelo de calibração utilizado, precisão e estabilidade dos instrumentos de medida, fatores ambientais, e características atuais do dispositivo baixo teste - DUT (Device Under Test), ou material baixo teste - MUT (*Material Under Test*) (KEYSIGHT TECHNOLOGIES, 2017).

O kit de calibração tem consigo um conjunto de dispositivos físicos chamados de *padrões*, onde cada um destes, tem uma conhecida ou previsível resposta em magnitude e fase, como função da frequência, além disto, possuem definições precisas sobre seu atraso elétrico, impedância, e perda. Esses padrões para o kit de calibração WR-90 X11644A são ilustrados na Figura C.1, e descritos brevemente na Tabela C.1. Para o VNA conseguir usar esses padrões, cada padrão precisa ser relacionado dentro de uma *classe padrão*, a qual corresponde ao método de calibração usado pelo VNA. O VNA armazena esses dados para seu uso posterior no calculo de termos para a correção de erros. Assim, durante o processo de calibração, o VNA mede os padrões, e matematicamente compara os resultados obtidos com as suas definições (modelos ideais) de esses padrões. As diferenças nos valores são classificadas como erros, os quais vão ser posteriormente removidos das medidas, através de um processo de correção de erros.

Padrão	Impedância na terminação
SHORT/REFLECT	Zero
OPEN	Infinita
LOAD	Impedância do sistema (Z_0)
THRU/LINE	Sem impedância

Tabela C.1 - Tipos padrão na calibração



Figura C.1 - Padrões do kit de calibração X11644A WR-90.

Fonte: Keysight Technologies (2017).

Adicionalmente, é importante definir os *tipos padrão*, os quais definem a forma ou estrutura do modelo a implementar com o padrão. Os quatro tipos padrão básicos são apresentados na Figura C.2 e descritos brevemente na tabela C.2 (KEYSIGHT TECHNOLOGIES, 2017).

Os tipos padrão mostrados nesse apêndice, são utilizados quando efetua-se um processo de calibração sob a técnica de calibração TRL (Thru-Reflect-Line), por qualquer um dos métodos de calibração, o GUIADO, que não incorpora o tipo padrão LOAD, ou NÂO GUIADO, que incorpora os quatro tipos padrão. Assim, o objetivo de efetuar a calibração do equipamento é poder aprimorar a precisão das medições, já que, está elimina os possíveis erros sistemáticos que se apresentem, utilizando uma equação conhecida como *modelo de erro*, que junto com a medição dos padrões de alta qualidade, permite ao equipamento ajustar os termos de erro na equação, ao comparar a resposta atual com valores predefinidos de resposta em magnitude e fase como função da frequência.

Tabela	C.2 -	Padrões	do	kit	de	calibração
--------	-------	---------	----	----------------------	---------------	------------

Dispositivo	Descrição
Curto	Conectado diretamente à porta de teste, ou utilizado
	como offset de curto quando é combinado com a secção
	$\lambda/4.$
Carga	Conectado diretamente à porta de teste, ou utilizado
	como offset de carga quando é combinado com a secção
	$\lambda/4.$
secção $\lambda/4$ (offset)	Sempre vai seguido por o curto, carga, ou a segunda
	porta de teste.
Secção padrão	Sua funcionalidade é a de verificar a operação do sistema
	uma vez completada a calibração, vai conectada entre as
	duas portas de teste.
Adaptador	Tem por objetivo adaptar o kit de calibração ao VNA,
	através da sua conexão aos cabos coaxiais de 7 mm.

Figura C.2 - Tipos padrão do kit de calibração X11644A WR-90.



Fonte: Keysight Technologies (2017).

ANEXO A - TRABALHOS EM CONGRESSOS

- a) LOPES, B. H. K.; R. C. PORTES ; VERGARA, D. E. F. ; MARCUZZO, J. S. ; AMARAL-LABAT, G. ; SILVA, G. F. B. L. ; QUIRINO, S. F. ; BALDAN, M. R. ANÁLISE DA INTERAÇÃO ELETROMAGNÉTICA DE MATERIAL COMPÓSITO A BASE DE CARBONO COM ESTRUTURA ESPONJOSA EM MATRIZES DIELÉTRICA. 2017. (Apresentação de Trabalho/Simpósio).
- b) PORTES, R. C. ; LOPES, B. H. K. ; VERGARA, D. E. F. ; OLIVEIRA, A. P. ; QUIRINO, S. F. ; BALDAN, M. R. Experimental verification of the relationship between graphite particle size in flakes and the shielding effectiveness of the composite based on silicone in the X-band frequency. Santa Rita do Sapucaí. MOMAG, 2018.
- c) OLIVEIRA, A. P. S. ; RODRIGUES, A. C. ; QUIRINO, S. F. ; VERGARA, D. E. F. ; PINTO, S. ; REZENDE, M. ; BALDAN, M. R. . Estudo da influência do tamanho do particulado de ferro carbonila como material absorver de radiação eletromagnética na faixa de frequência de 12.4 a 18 GHz (Banda Ku). Santa Rita do Sapucaí. MOMAG, 2018.
- d) VERGARA, D. E. F. ; LOPES, B. H. K. ; PORTES, R. C. ; Quirino S ; Guilherme F. B. Lenz e Silva ; AMARAL LABAT, G. A. ; Mauricio R Baldan . ELECTROMAGNETIC WAVE ABSORPTION PROPERTIES OF C-Mn MI-CROPARTICLES/EPOXY RESIN FOR AEROSPACE SHIELDING. Natal -RN. XVII Brazilian MRS meeting, 2018.
- e) AMARAL LABAT, G. A.; Quirino S ; VERGARA, D. E. F. ; Mauricio R Baldan ; Guilherme F. B. Lenz e Silva . Kraft Black Liquor: a sustainable waste on the production of porous carbon materials for electromagnetic shielding application.Natal - RN. XVII Brazilian MRS meeting, 2018.
- f) PINHEIRO, B. S. ; AMARAL JUNIOR, M. A. ; MARCUZZO, J. S. ; RODRI-GUES, A. C. ; VERGARA, D. E. F. ; QUIRINO, S. F. ; MATSUSHIMA, J. T. ; BALDAN, M. R. Electromagnetic shielding behavior using cobalt oxide electrodeposited onto activated carbon fiber felt. Natal - RN. XVII Brazilian MRS meeting, 2018.
- g) LOPES, B. H. K.; VERGARA, D. E. F. ; PORTES, R. C. ; GAMA, A. M. ; QUIRINO, S. F. ; BALDAN, M. R. . A comparative study between ferrite MnZn and Iron carbonyl composites in the dieletric matrix for the application

of electromagnetic shielding on the X-Band (8,2-12,4GHz). Natal - RN. XVII Brazilian MRS meeting, 2018.

- h) VERGARA, D. E. F. ; PORTES, R. C. ; LOPES, B. H. K. ; AMARAL JU-NIOR, M. A. ; QUIRINO, S. F. ; SILVA, G. F. B. L. E. ; AMARAL-LABAT, G. ; BALDAN, M. R. Propriedades de absorção micro-ondas na banda X de espumas carbonosas de origem sustentável encapsuladas em resina Fenólica utilizadas como Superfície Seletiva de Frequência. Foz do Iguaçu - PR. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, 2018.
- i) PORTES, R. C. ; LOPES, B. H. K. ; VERGARA, D. E. F. ; AMARAL JU-NIOR, M. A. ; MARCUZZO, J. S. ; QUIRINO, S. F. ; BALDAN, M. R. . Caracterização eletromagnética de particulados de Grafite dispersos em matriz dielétrica de Silicone na faixa de frequência da Banda-X (8,2 à 12,4 GHz). Foz do Iguaçu - PR. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, 2018.
- j) AMARAL LABAT, Gisele; FLOREZ VERGARA, Diego E; QUIRINO, Sandro F; BOSS, Alan F.N; BALDAN Mauricio R; LENZ E SILVA, Guilherme F.B. Espuma de carbono de origem sustentável como material atenuador de microondas (Banda X). São Paulo - SP. Nanomateriais de carbono, 2019.

ANEXO B - ARTIGOS ACEITOS E PUBLICADOS

- a) OLIVEIRA, A. P. S. ; RODRIGUES, A. C. ; QUIRINO, S. F. ; VERGARA, D. E. F. ; PINTO, S. ; REZENDE, M. C. ; BALDAN, M. R. Study of the influence of Carbonyl iron particulate size as an electromagnetic radiation absorbing material in 12.4 to 18 GHz (Ku) Band. JOURNAL OF MICROWAVES, OP-TOELECTRONICS AND ELECTROMAGNETIC APPLICATIONS, v. 17, p. 619-627, 2018 (Publicado).
- b) FLOREZ-VERGARA, D. E. ; LOPES, B. H. K. ; QUIRINO, S. F. ; SILVA, G. F. B. L. E. ; BOSS, Alan F.N; AMARAL-LABAT, G. ; BALDAN, M. R. Frequency selective surface properties of microwave new absorbing porous carbon materials embedded in epoxy resin. MATERIALS RESEARCH, 2019 (Aceito).

ANEXO C - TRABALHOS FUTUROS

- Os notáveis resultados obtidos para o material (carbono poroso) na sua avaliação como MARE, permitem expandir seu estudo para outras bandas do espectro eletromagnético (banda C, Ku, K), lembrando que alguns dos resultados apresentaram uma tendência de deslocamento para bandas vizinhas.
- Com o objetivo de aprimorar ainda mais a interação do material (carbono + $MnSO_4.H_2O$) com a onda eletromagnética, a concentração de $MnSO_4.H_2O$ pode ser incrementada para teores maiores do usado (10%), permitindo um incremento mais significativo na permeabilidade magnética do material, achando seu limite de saturação.
- Os materiais desenvolvidos (carbono poroso e carbono $+ MnSO_4.H_2O$) podem ser combinados conjuntamente com outros materiais, possibilitando a formação de absorvedores multicamadas, permitindo variar a permissividade e permeabilidade do material de forma gradativa ao longo da sua espessura.

PUBLICAÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS EDITADAS PELO INPE

Teses e Dissertações (TDI)

Teses e Dissertações apresentadas nos Cursos de Pós-Graduação do INPE.

Notas Técnico-Científicas (NTC)

Incluem resultados preliminares de pesquisa, descrição de equipamentos, descrição e ou documentação de programas de computador, descrição de sistemas e experimentos, apresentação de testes, dados, atlas, e documentação de projetos de engenharia.

Propostas e Relatórios de Projetos (PRP)

São propostas de projetos técnicocientíficos e relatórios de acompanhamento de projetos, atividades e convênios.

Publicações Seriadas

São os seriados técnico-científicos: boletins, periódicos, anuários e anais de eventos (simpósios e congressos). Constam destas publicações o Internacional Standard Serial Number (ISSN), que é um código único e definitivo para identificação de títulos de seriados.

Pré-publicações (PRE)

Todos os artigos publicados em periódicos, anais e como capítulos de livros.

Manuais Técnicos (MAN)

São publicações de caráter técnico que incluem normas, procedimentos, instruções e orientações.

Relatórios de Pesquisa (RPQ)

Reportam resultados ou progressos de pesquisas tanto de natureza técnica quanto científica, cujo nível seja compatível com o de uma publicação em periódico nacional ou internacional.

Publicações Didáticas (PUD)

Incluem apostilas, notas de aula e manuais didáticos.

Programas de Computador (PDC)

São a seqüência de instruções ou códigos, expressos em uma linguagem de programação compilada ou interpretada, a ser executada por um computador para alcançar um determinado objetivo. Aceitam-se tanto programas fonte quanto os executáveis.