



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

## **CERÂMICAS DE NANOTITANATO DE BÁRIO PARA APLICAÇÃO COMO RESSOADORES DIELÉTRICOS EM MICROONDAS**

**RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA  
(PIBIC/CNPq/INPE)**

**Solange Tamara da Fonseca (UNIVAP, Bolsista PIBIC/CNPq)  
E-mail: [solange@las.inpe.br](mailto:solange@las.inpe.br)**

**Dra. Maria do Carmo de A. Nono (LAS/CTE/INPE, Orientadora)  
E-mail: [maria@las.inpe.br](mailto:maria@las.inpe.br)**

**Dr. Pedro José de Castro (LAC/CTE/INPE, Co-orientador)  
E-mail: [castro@plasma.inpe.br](mailto:castro@plasma.inpe.br)**

**Junho de 2002**

## ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO.....	2
1.1. OBJETIVO .....	2
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	2
2.1. RESSOADOR DIELÉTRICO .....	2
3. MATERIAIS E MÉTODOS .....	5
3.1. COMPOSIÇÃO MOLAR.....	5
3.2. MÉTODO DE MOAGEM.....	6
3.3. MÉTODO DE SECAGEM.....	7
3.4. MÉTODO DE Prensagem.....	7
3.5. MÉTODO DE SINTERIZAÇÃO .....	8
3.6. MÉTODO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X .....	8
3.7. MÉTODO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) .....	8
3.8. MÉTODO DE ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS).....	9
3.9. MÉTODO DAS MEDIDAS EM MICROONDAS.....	9
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	10
4.1. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA .....	10
4.2. ANÁLISE POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA .....	11
4.3. ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	13
4.4. MEDIÇÃO DE PARÂMETROS DIELÉTRICOS EM MICROONDAS .....	13
5. CONCLUSÕES.....	14
6. OUTRAS ATIVIDADES REALIZADAS .....	14
6.1. ESTUDOS E AULAS TEÓRICAS .....	14
6.2. SEMINÁRIOS .....	15
6.3. TREINAMENTOS EM TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS .....	15
7. BIBLIOGRAFIA.....	15
8. AGRADECIMENTO .....	16
APÊNDICE I.....	17

# 1. INTRODUÇÃO

Neste trabalho é proposto o desenvolvimento de ressoadores dielétricos. Tais dispositivos poderão ser usados como oscilador local de um Satélite de Telecomunicações que operará na banda C, em cuja construção o INPE estará envolvido.

Vários tipos de cerâmicas especiais tem sido desenvolvidos para aplicação como ressoadores dielétricos (RDs) em telecomunicações. Estes RDs devem possuir para um bom desempenho alto valor da constante dielétrica, elevado fator de qualidade (que é inversamente proporcional à tangente de perdas) e baixo coeficiente de temperatura da frequência de ressonância

Vários óxidos de perovskita hexagonal (cristais ferroelétricos) mostram que estes sistemas tem propriedades dielétricas em microondas bastante interessante e dentro deste grupo temos as cerâmicas com base em titanato de bário e de titânio ( $\text{BaTi}_4\text{O}_9$ ,  $\text{BaTi}_5\text{O}_{11}$  e  $\text{Ba}_2\text{Ti}_9\text{O}_0$ ) que apresentam boas propriedades dielétricas no que esperamos obter para a realização deste trabalho [1-4]. No entanto, além da composição adequada de fases cristalinas estas cerâmicas precisam apresentar uma alta densidade relativa, ou seja, um alto grau de densificação, pois a quantidade de poros presentes afeta os parâmetros dielétricos de interesse em microondas.

O presente trabalho tenciona estudar RDs confeccionados de nanotitanato de bário ( $\text{Ba}_2\text{Ti}_9\text{O}_{20}$ ) a partir de matérias-primas brasileiras, como também o efeito de pequenas adições de nióbio verificando assim as características e propriedades obtidas em microondas a partir desta adição. Sabe-se que as adições de Nb, Ca ou Ta na cerâmica  $\text{Ba}_2\text{Ti}_9\text{O}_{20}$  melhoram suas características dielétricas em microondas [1-4].

## 1.1. OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é desenvolver RDs altamente seletivos e estáveis em frequência para aplicação em osciladores de microondas com o propósito de alcançar os seguintes parâmetros.

- Constante dielétrica ( $\epsilon_r \sim 40$ )
- Fator de qualidade devido às perdas dielétricas ( $Q_d \geq 8.000$ )
- Coeficiente de variação da frequência de ressonância com a temperatura ( $\tau_f \sim 0 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ )

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1. RESSOADOR DIELÉTRICO

Reduzir o custo de circuitos de microondas está diretamente ligado a redução dos seus tamanhos. Neste sentido linhas de transmissão do tipo “microstrip” e “stripline” têm sido eliminadas principalmente pela dimensão e rigidez de linhas coaxiais na grande maioria de sistemas de microondas. Somente em algumas aplicações

muito específicas, tais como transmissão de alta potência ou filtros de baixa-perda, é que guias de onda ainda são usados.

Um dos mais recentes avanços em miniaturização de circuitos de microondas foi o aparecimento do ressoador dielétrico de baixa-perda e estáveis em temperatura. Estes RDs são usados para substituir filtros de guias de onda em aplicações exigentes, como satélite de comunicação, porque os guias de ondas e o ressoador de "stripline" não podem ser usados devido à alta perda inerente. Além disso, osciladores de microondas cuidadosamente projetados que utilizam RDs podem proporcionar alta estabilidade em frequência e temperatura [9].

O tamanho de um ressoador dielétrico é consideravelmente menor do que o de uma cavidade metálica ressonante que opera à mesma frequência, porquanto a constante dielétrica relativa do material de que é feito o RDs tem um valor substancialmente maior do que a de um com cavidade ressonante metálica. Só recentemente, materiais que têm uma constante dielétrica entre 30 a 40, com boa estabilidade de temperatura e baixas perdas dielétricas ficaram disponíveis. Um ressoador dielétrico geralmente é cilíndrico, mas podemos também encontrá-lo na forma tubular, esférica e como paralelepípedo [9].

Um modo ressonante geralmente usado em ressoadores dielétricos cilíndricos é denotado  $TE_{018}$ . É esboçada a intensidade do campo magnético para este modo na Figura 1. Para um observador distante este modo se aparece com um dipolo magnético, e por isto alguns autores chamam isto de "modo de dipolo magnético", em vez de usar o termo  $TE_{018}$  introduzido por Cohn. As linhas de campo elétricas são círculos simples, concêntricos com o eixo do cilindro. Quando a constante dielétrica relativa é em torno de 40, mais de 95% da energia elétrica é armazenada no modo  $TE_{018}$ , e a energia magnética armazenada (tipicamente mais de 60%) fica concentrada dentro do cilindro. A energia restante é distribuída no ar ao redor do ressoador, decaindo rapidamente com a distância da superfície do ressoador [9].

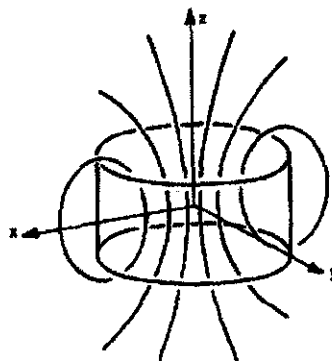


Figura 1 Linhas do campo magnético de um ressoador no modo  $TE_{018}$  [9].

Os ressoadores são componentes importantes em circuitos de microondas. Eles filtram, selecionam e sintonizam frequências de oscilação e amplificam sinais eletromagnéticos. Campos eletromagnéticos no interior de um ressoador armazenam energia de frequência ressonante, onde energias elétricas e magnéticas acontecem igualmente. A impedância de contribuição à ressonância é puramente real desde que

reatância seja proporcional à diferença entre armazenamento de energia elétrica e magnética.

A constante dielétrica é a medida da capacidade de um material dielétrico armazenar potencial elétrico sob a influência de um campo elétrico.

O fator de qualidade é uma característica importante para um circuito ressonante. O fator de qualidade relaciona a capacidade de um circuito ressonador armazenar energia eletromagnética com sua dissipação de energia por calor. Fatores de qualidade em microondas podem ser tão altos quanto 10.000 ou até mais. Nas mais baixas frequências, o fator de qualidade está normalmente entre 50 e 500. A tangente de perdas é inversamente proporcional ao fator de qualidade. Assim, alto valor do fator de qualidade relaciona ressonador com tangente de perdas baixa.

O coeficiente de temperatura também é muito importante para um ressonador, ele indica a variação de frequência em partes por milhão para cada grau de variação da temperatura.

A Figura 2 mostra o comportamento dos principais parâmetros de um ressonador dielétrico em microondas como função da densidade da cerâmica de  $Ba_2Ti_9O_{20}$ . Como pode ser observado nestas cerâmicas a presença de poros na sua microestrutura influencia os parâmetros dielétricos. Portanto para esta aplicação as cerâmicas devem ser o mais densas possíveis.

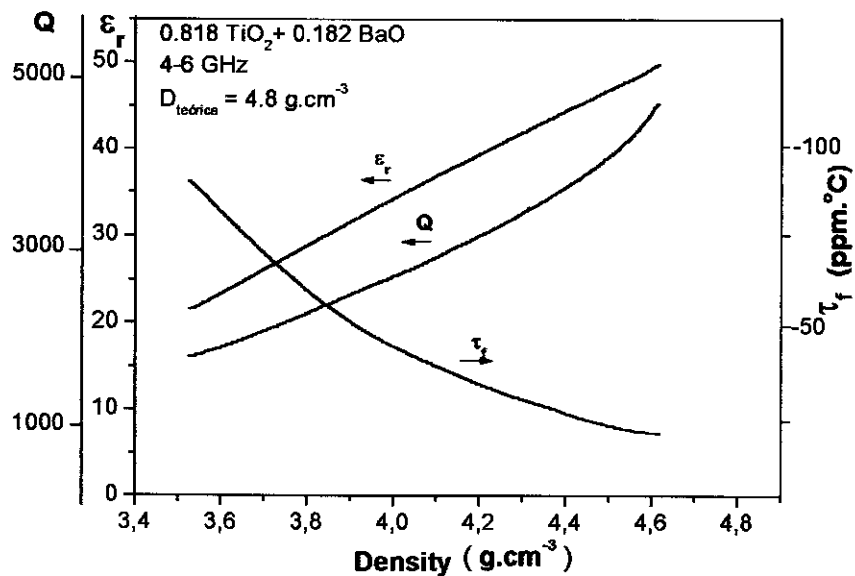


Figura 2 Curvas que mostram o comportamento da constante dielétrica, fator de qualidade e variação da frequência de ressonância em função da densidade da cerâmica de  $Ba_2Ti_9O_{20}$  [2].

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

As matérias-primas utilizadas neste trabalho para a preparação do  $Ba_2Ti_9O_{20}$  com adição de nióbio são:  $BaCO_3$ ,  $TiO_2$  e  $Nb_2O_5$  fornecidas pela Empresa Certronic S.A, Diadema, SP.

Durante a produção deste material foram utilizados ainda álcool polivinílico e álcool etílico, que são responsáveis pela lubrificação e resistência mecânica a verde.

As amostras de cerâmicas foram caracterizadas por Difração de Raios X, Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS.

#### 3.1. COMPOSIÇÃO MOLAR

Para definir a composição molar a ser utilizada, é necessário montar a reação termoquímica e verificar o diagrama de fases do sistema  $BaO-TiO_2$  (Figura 3).

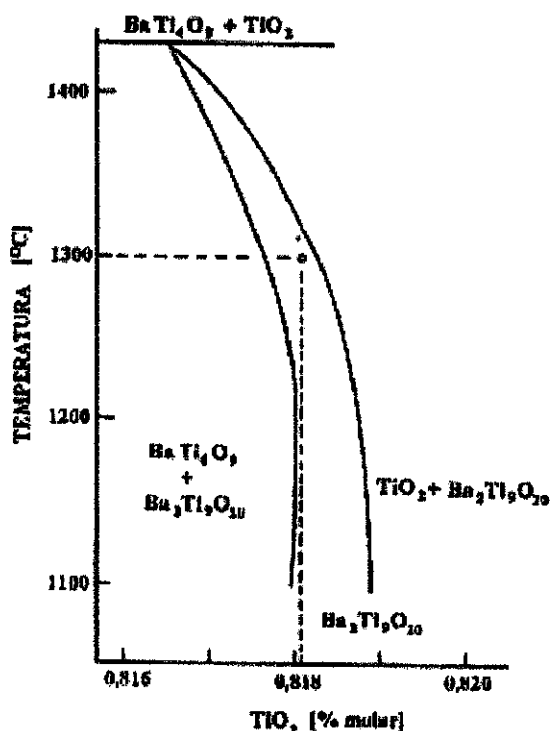
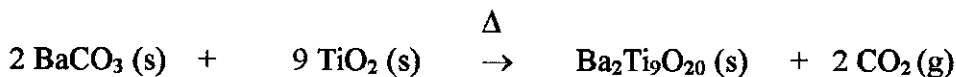


Figura 3 Região de estabilidade para  $Ba_2Ti_9O_{20}$  entre 1100 e 1400°C, no diagrama de equilíbrio de fases do sistema  $BaO-TiO_2$  [2]

De acordo com o diagrama de equilíbrio de fases do sistema BaO-TiO<sub>2</sub> (Figura 3), a região de estabilidade da fase Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub> ocorre numa faixa estreita de composição. Para temperaturas menores do que 1300°C e 81,8% molar de TiO<sub>2</sub> e 18,8% molar de BaO é impossível se obter somente a fase Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub>. Para teores maiores do que 81,8% molar de TiO<sub>2</sub>, a temperatura de tratamento térmico é menor que 1300°C, mas são necessários cuidados para não obter a fase Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub> + TiO<sub>2</sub>, o que seria indesejável para a pesquisa em estudo.

Para a preparação de Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub> foi utilizada a composição molar de 18,2% BaO + 81,8% TiO<sub>2</sub> sem e com adição de vários teores Nióbio (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 0,2 e 0,4% em mol).

Para a preparação de Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub> + Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, foram utilizadas as seguintes composições molares:

0%Nb – 18,2% BaO + 81,8% TiO<sub>2</sub>

0,2%Nb – 18,2% BaO + 81,8% TiO<sub>2</sub> + 0,2% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

0,4%Nb – 18,2% BaO + 81,8% TiO<sub>2</sub> + 0,4% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Para os cálculos de massa do BaCO<sub>3</sub> é necessário considerar o gás carbônico que será dissociado durante a sinterização, ou seja, a massa molar de 18,2% de BaO deverá ser elevada na cerâmica a verde, porque após a sinterização deverá ter somente 18,2% de BaO.

### 3.2. MÉTODO DE MOAGEM

O objetivo de qualquer processo de moagem é a diminuição dos tamanhos das partículas de um material sólido, tendo em vista o aumento da superfície específica para melhorar a velocidade de reação de determinada matéria-prima. A mistura de vários materiais é obtida de forma mais uniforme além de permitir a obtenção de um pó com características ideais de utilização. Sabe-se também que o tamanho das partículas exerce uma influência determinante nas propriedades e comportamento dos materiais ao longo do processo, como por exemplo: no comportamento reológico, na conformação, na queima e nas características finais do produto [8].

De um modo geral, o rendimento da moagem é influenciado pelas características da própria matéria-prima:

- dimensão e forma inicial das partículas;
- dureza do material;
- estrutura homogênea e heterogênea;
- umidade e higroscopicidade;
- sensibilidade à variação de temperatura;
- tendência à aglomeração.

A moagem em moinho de bolas é a técnica mais comum para a obtenção de granulometrias finas. Na moagem por via úmida as partículas são expostas, mais frequentemente, à superfície de moagem, obtendo assim, um diâmetro esférico menor do que à obtida por via seca [1].

Os pós iniciais de BaCO<sub>3</sub> e TiO<sub>2</sub> com ou sem adição de Nióbio, mais o aditivo de compactação PVAL (1 a 2% da massa em peso), foram misturados em moinho de bolas, a úmido (álcool etílico), por cerca de 4 horas, obtendo assim, uma granulometria média de 100mesh.

### 3.3. MÉTODO DE SECAGEM

Devido à moagem a úmido todo o pó deverá passar por um processo de secagem, que neste trabalho foi por evaporador rotativo, com velocidade de 180rpm e temperatura média de 70°C (temperatura de evaporação do álcool etílico).

A função do evaporador rotativo é realizar a secagem total do pó, retornando-o para seu estado de origem.

A principal propriedade que devemos considerar para um produto seco é a resistência mecânica a verde, que permite ainda um manuseio antes da queima. Como os materiais magnéticos e ferroelétricos, conformados por prensagem, normalmente são bastante frágeis, pois suas composições não levam em consideração as argilas plastificantes ou outros materiais coloidais, é necessário acrescentar na moagem o álcool polivinílico.

### 3.4. MÉTODO DE PRENSAGEM

O processo de compactação dos pós é uma etapa muito importante e consiste na prensagem do pó em um molde, formando um corpo sólido. É necessário que a compactação seja adequada, para minimizar os gradientes de densidade, devido às próprias características do processo e ao estado de aglomeração dos pós.

A compactação é necessária para se colocar as partículas do pó tão próximas quanto possível, com o objetivo de se reduzir ao máximo a porosidade residual durante a sinterização. Pressões baixas de compactação fazem com que o corpo cerâmico não atinja a densidade final prevista, e pressões excessivas podem introduzir defeitos na microestrutura, como falhas de empacotamento de partículas, em função da não-homogeneidade na distribuição de tensões.

Neste trabalho foram utilizadas dois tipos de prensagens, a uniaxial e a isostática.

- Prensagem uniaxial é bastante utilizada devido à sua praticidade e consiste na aplicação da pressão unidirecional sobre o pó. Normalmente a pressão aplicada causa grande atrito entre o pó e as paredes da matriz, dificultando a movimentação do pó e distribuindo de forma irregular a pressão, por isso, é incorporado um lubrificante ao pó para minimizar os efeitos de atrito entre as partículas e a parede do molde, facilitando o deslizamento e rearranjo durante a prensagem [5, 6].

A prensagem uniaxial foi requerida neste trabalho somente para uma pré-compactação do pó.

- Prensagem isostática resulta em um composto compacto de alta uniformidade, o pó pode ser conformado por diversas técnicas para conferir a forma da peça, com resistência mecânica adequada ao manuseio do compacto. Em seguida, o compactado é colocado em um saco de borracha especial e prensado isostaticamente com a pressão de compactação final [7]. A compactação isostática acontece dentro de um vaso de pressão, sendo que o compactado encapsulado fica imerso em um fluido. Como a pressão é distribuída uniformemente por toda a superfície do compactado, o gradiente de pressão é quase que totalmente eliminado, resultando numa alta densidade e homogeneidade do corpo cerâmico.



### **3.5. MÉTODO DE SINTERIZAÇÃO**

É um tratamento térmico do corpo compactado.

A sinterização tem por objetivo aglomerar as partículas formando uma massa coerente. As operações de sinterização trazem alterações bastante significantes ao produto cerâmico:

- Redução na área específica total;
- Redução no volume aparente total; e
- Aumento na resistência mecânica.

Durante a sinterização, as partículas se unem em um contato mais íntimo, o que reduz a porosidade. A força motriz é conseguida pela diminuição da energia superficial total, devido ao contato e crescimento entre os grãos. Os átomos dos grãos pequenos são transferidos para os maiores, e os poros são substituídos por materiais sólidos [1].

Neste trabalho a sinterização foi realizada na temperatura de 1360°C de acordo com o diagrama de fases apresentado na Figura 3.

### **3.6. MÉTODO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X**

A difração de raios X é uma técnica experimental para análise de estruturas cristalinas. Esta técnica permite a identificação de elementos dos compostos químicos e fases cristalográficas presentes em materiais cristalinos, podendo ser utilizadas principalmente por análises qualitativas e semi-quantitativas de fases presentes nos materiais.

O uso da Lei de Bragg em conjunto com as regras da reflexão permite uma medida precisa da distância interplanar na estrutura do cristal.

As amostras foram preparadas da seguinte forma:

- Todo o material utilizado na preparação da amostra foi previamente limpo, prevenindo possíveis contaminações da amostra;
- A superfície da amostra estava devidamente plana e limpa.

As amostras foram colocadas dentro da câmara de raios X, presas e devidamente posicionadas para receber o feixe de raio.

O gráfico obtido na difração de raios X, apresenta a estrutura cristalina do material. Cada pico mostrado representa um plano (hkl) característico do material.

### **3.7. MÉTODO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)**

Consiste na análise da topografia da superfície da amostra, com excelente resolução da imagem obtida. A imagem é obtida por reflexão de feixe de elétrons pela superfície da amostra. No entanto, é necessário que esta superfície seja condutora. As amostras de materiais não-condutores necessitam de recobrimento com uma fina camada de um metal condutor (0 a 0,5nm) e pouco suscetível à oxidação (geralmente ouro).

### 3.8. MÉTODO DE ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

Está técnica permite a análise dos elementos químicos presentes nas amostras analisadas.

O sistema de detecção por EDS, quando opera em conjunto com o microscópio eletrônico de varredura (MEV), fornece um espectro ordenado que permite a identificação de um grande número de elementos eventualmente presentes. Este espectro é também chamado de curva espectral.

As curvas espectrais baseiam-se normalmente em uma curva que mostra picos de intensidade dos elementos identificados conforme sua energia de geração de raios X. Os resultados das análises dos espectros, cujos cálculos são feitos em um programa específico, fornece valores das quantidades dos elementos presentes no material analisado.

### 3.9. MÉTODO DAS MEDIDAS EM MICROONDAS

Está técnica permite medir todos os parâmetros de microondas exigidos neste trabalho.

Essas medidas foram obtidas através de uma caixa de teste feita de latão. O dispositivo em teste consiste em um cilíndrico dielétrico colocado entre duas placas metálicas paralelas, como apresentado na Figura 4. Esta configuração permite que o RD possa operar no modo ressonante  $TE_{011}$ . O modo  $TE_{011}$  (ou sua variante  $TE_{01\delta}$ ) é o tipo de oscilação que carrega consigo a maior porção de energia, e por isso, é o mais adequado para aplicações em telecomunicações.

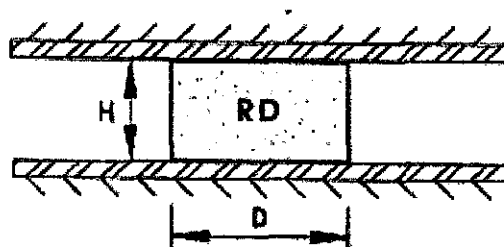


Figura 4 Representação do RD entre placas metálicas paralelas [2].

As medidas em frequências de microondas foram realizadas conforme a montagem experimental mostrada na Figura 5. O ressoador é excitado por meio de uma sonda elétrica com um acoplamento ótimo. Uma outra sonda é usada como um dispositivo receptor para detectar o sinal irradiado pelo ressoador.

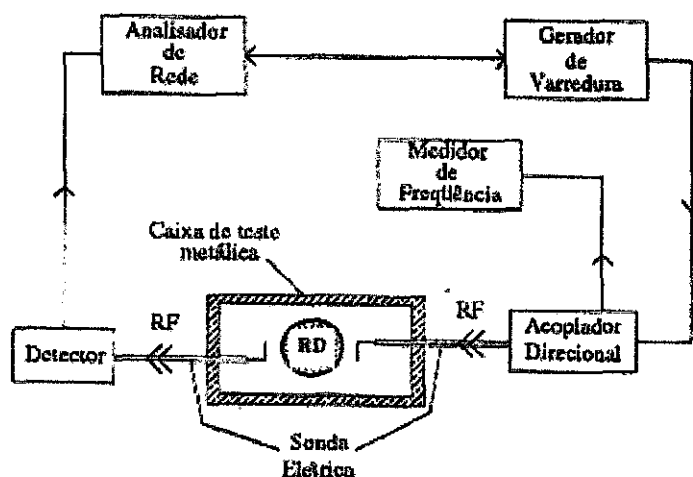


Figura 5 Montagem experimental para medição das características dos RDs em microondas [2].

Com o valor da medida da frequência de ressonância determina-se a constante dielétrica. Esse cálculo pode ser feito pelo aplicativo “Mathematica” num microcomputador. A precisão do valor da constante dielétrica depende da precisão das medidas da frequência de ressonância e das dimensões do RD (altura e raio).

O fator  $Q$  é definido com a relação entre a energia armazenada e a energia dissipada por ciclo. Nos experimentos o fator de qualidade medido é o  $Q$  carregado ( $Q_c$ ), baseado nas medidas de frequência nos pontos de meia-potência do espectro do modo detectado. Neste trabalho não foi possível medir o fator  $Q$  não carregado ( $Q_o$ ), que corresponde ao inverso da tangente de perdas do material dielétrico ( $Q_o = 1/\text{tg } \delta$ ), pelo fato de que equipamentos adequados não eram disponíveis em nosso laboratório, como um analisador de rede vetorial. O fator  $Q_o$  está relacionado com o  $Q_c$  através da relação:  $Q_o = (1 + \beta Q_c)$ , onde  $\beta$  é o coeficiente de acoplamento entre o ressonador e o circuito externo de microondas.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Todos os materiais analisados foram recobertos por um camada condutora de ouro para permitir a interação entre o feixe de elétrons e a superfície da amostra para observação em MEV.

Esta técnica foi utilizada para observação da forma e dos tamanhos de poros e grau de densificação da microestrutura da cerâmica em estudo [1-4].

Na Figura 6 são mostradas as microestruturas das cerâmicas de  $\text{Ba}_2\text{Ti}_9\text{O}_{20}$  analisadas, com vários teores de nióbio. Neste caso, estes materiais apresentam poucos poros grandes, mas muitos poros pequenos. Os resultados das análises dos dados

obtidos mostraram um maior grau de densificação das cerâmicas produzidas neste trabalho, quando comparado com RD produzido pela Trans-Tech. Não foi observada a influência do teor de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  na densidade e nos tamanhos de grãos destas cerâmicas.

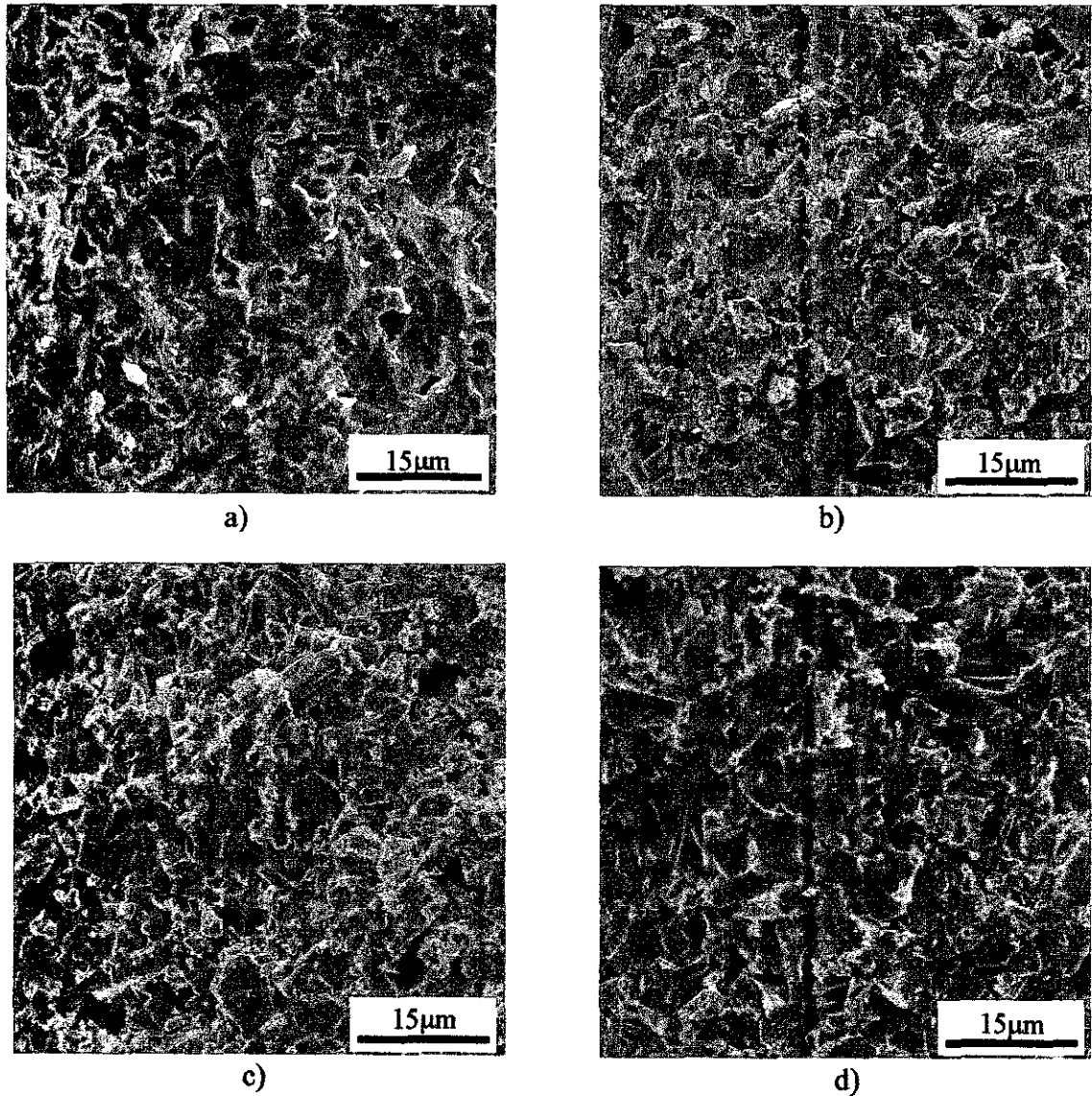


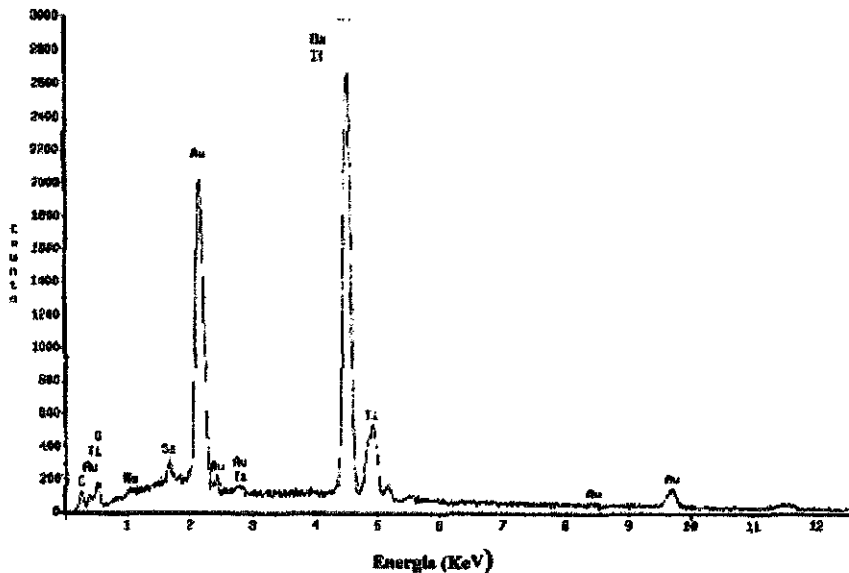
Figura 6 Fotomicrografias obtidas em MEV das superfícies das cerâmicas de  $\text{Ba}_2\text{Ti}_9\text{O}_{20}$  a) produzida pela Trans Tech , b) sem adição de dopantes, c) com adição de 0,2% Nióbio e d) com adição de 0,4% Nióbio

#### 4.2. ANÁLISE POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA

O espectro EDS resultante da análise da amostra de cerâmica de  $\text{Ba}_2\text{Ti}_9\text{O}_{20}$  é mostrado na Figura 7, onde pode ser observado a presença dos elementos químicos C, Na, Si, Au, Ba, Ti e O. O ouro é proveniente da camada condutora depositada, e não faz

parte da composição da cerâmica. C, Na, Si são impurezas comuns neste tipo de material.

Na Tabela 1 são mostrados os resultados das análises dos elementos presentes no espectro mostrado na Figura 7. Os valores mostrados na Tabela 2 foram calculados com base nos resultados da Tabela 1.



#### Dados de Operação do MEV/EDS

Coluna:	JEOL. Pioneer	Voltagem de aceleração	15
Ângulo de extração:	19.5942	Aumento	100
Tipo de aquisição	eds	Carga	100
Tempo de geração	102/01/31 15:00	Corrente de feixe	1
Tempo de vida	100	Dimensão do feixe pontual	0
Tempo de decaimento	31.456	Posição do feixe	0,0
Canais	2048	Distância de trabalho	22
Amplitude do canal	10	Posição X	0
Tipo de janela	norvar	Posição Y	0
Tipo de detector	Silício/Lítio	Posição Z	0
Material de revestimento	Al	Posição de inclinação	0
Espessura de revestimento	0.04	Posição de rotação	0
Material de contato	Au	Material contaminado	Nenhum
Espessura de contato	0.02	Espessura de contaminação	0
Espessura do cristal	3		

Figura 7 Espectro resultante da análise por EDS da imagem mostrada na Figura 6 b, com a composição típica da cerâmica de  $Ba_2Ti_9O_{20}$ .

Tabela.1 Apresentação dos resultados da análise por EDS em porcentagem atômica

Elemento/Camada	Porcentagem Atômica (%)	Porcentagem em Peso (%)
O – K	68,24	36,94
Na – K	0,54	0,41
Si – K	2,18	2,04
Ti – K	23,65	38,05
Ba – L	4,89	22,56

Tabela.2 Apresentação dos resultados da análise por EDS em porcentagem dos compostos na forma de óxidos.

Composto	Porcentagem em Peso (%)
SiO <sub>2</sub>	4,66
Na <sub>2</sub> O	0,59
TiO <sub>2</sub>	67,82
BaO	26,92

### 4.3. ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Foi utilizada, para a identificação dos compostos químicos mono e policristalinos (fases cristalinas presentes) a análise dos difratogramas de raios X mostrados na Figura 8.

Os resultados desta análise indicam a presença majoritária do composto cristalino Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub> que é desejado nestas cerâmicas e a presença de outros compostos cristalinos formado por o Ba, Ti, O e Nb que ainda não foram adequadamente identificados por falta de padrão de referência.

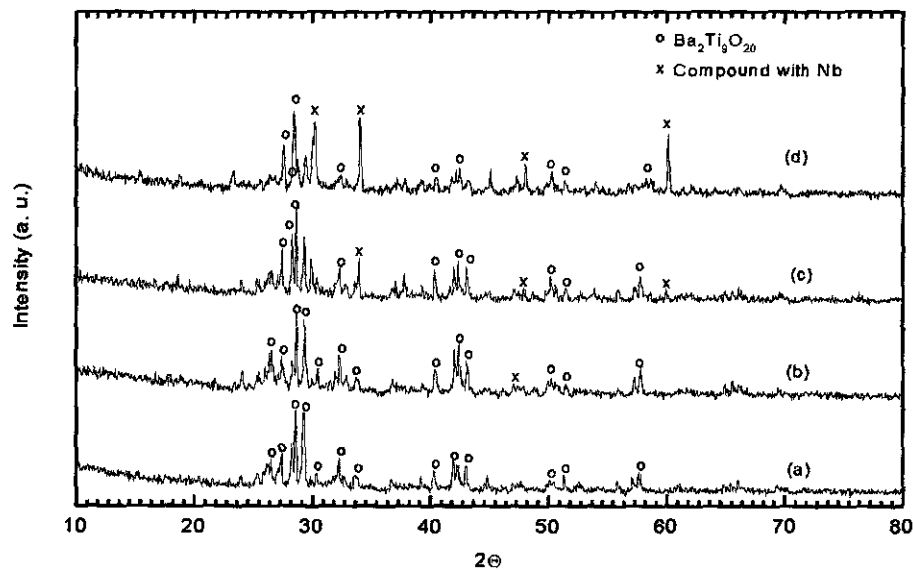


Figura 8 Difratogramas de raios X para as cerâmicas investigadas: (a) RD da Trans-Tech, b) sem adição de Nb, (c) com 0,2% de Nb e (d) com 0,4% de Nb

### 4.4. MEDIÇÃO DE PARÂMETROS DIELÉTRICOS EM MICROONDAS

Os resultados das medidas em microondas para os RDs analisados são apresentados na Tabela 3. A sigla 00Nb representa a amostra de Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub> puro, 02Nb representa a amostra de Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub> + 0,2% de Nb e 04Nb representa a amostra de Ba<sub>2</sub>Ti<sub>9</sub>O<sub>20</sub> + 0,4% Nb.

O RD 04Nb apresentou um valor do  $Q_c$  mais alto do que os outros confeccionados, provavelmente devido ao fato da cerâmica apresentar uma maior quantidade do composto formado entre o Ba, Ti, O e Nb.

Por outro lado, ambos 02Nb e 04Nb, que tem adições de Nb, apresentaram uma constante dielétrica maior do que a do 00Nb. Este fato pode ser devido à presença da fase cristalina rica em Nb nestes RDs.

Tabela.3 Valores medidos dos parâmetros dos RDs produzidos neste trabalho

RD Sigla	H $\pm$ 0,01 [mm]	A $\pm$ 0,01 [mm]	f $\pm$ 3,0x10 <sup>-3</sup> [GHz]	Q <sub>c</sub> (máx.)	$\epsilon \pm$ 0,3
00Nb	5,71	6,67	5,78987	1.365	35,4
02Nb	5,51	6,74	5,90985	1,372	35,3
04Nb	5,65	6,90	6,06077	1,708	32,0

## 5. CONCLUSÕES

Os resultados preliminares obtidos foram muito promissores, porém não houve tempo hábil para estudo sobre o comportamento destes RDs em relação à variação da frequência com a temperatura. Estes testes serão realizados na próxima etapa deste projeto juntamente com o estudo da influência de outros teores de nióbio (0,6% a 1% em mol) e também a influência do estrôncio e da mistura de Nb e Sr na proporção de 50:50 % de cada elemento.

Pretende-se alterar alguns parâmetros do processamento destas cerâmicas com a finalidade de diminuir as suas porosidades e, conseqüentemente, obter uma maior densidade e, assim, contribuir para o aumento dos valores do fator de qualidade e uma diminuição do coeficiente de temperatura em valor absoluto.

## 6. OUTRAS ATIVIDADES REALIZADAS

As atividades realizadas nestes dois meses, além do treinamento em técnicas experimentais de caracterização e de processamento dos ressoadores dielétricos, foram estudos completos em Ciência e Engenharia de Materiais e Seminários.

### 6.1. ESTUDOS E AULAS TEÓRICAS

- Estudos de textos complementares em Ciência e Engenharia de Materiais.
- Estudos de textos relacionados ao projeto.
- Aulas teóricas de ressoadores ministrada pelo co-orientador Dr. Pedro José de Castro.

## 6.2. SEMINÁRIOS

- “Materiais cerâmicos porosos”, seminário ministrado pelo doutorando da Pós-Graduação da ETE/INPE Sergio Luiz Mineiro.
- “Técnicas e caracterização de porosidade em cerâmicas”, seminário ministrado pelo bolsista de PCI Carlos Kuranaga.
- “O comportamento de materiais em ambientes de microgravidade”, seminário ministrado pelo Dr. Chen Ying An.
- “A importância do material no processo de fabricação de peças estruturais aeronáuticas por usinagem”, seminário ministrado pelo MSc. Eng. Paulo Celso Pires.
- “Eletrodos em diamante CVD para estudos eletroquímicos”, seminário ministrado pela Dra. Leide Lili G. da Silva Vieira.
- “Breve resumo da telefonia no Brasil”, seminário ministrado pelo Dr. Janir Aloísio dos Santos.

## 6.3. TREINAMENTOS EM TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

Treinamentos experimentais em caracterização de cerâmica por:

- Difração de Raios X em um difratômetro de raios X convencional – Marca Philips – 1840 –LAS/CTE.
- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e análises químicas por EDS em um microscópio eletrônico de varredura com EDS acoplado – Marca JEOL JSM – 5310 – LAS/CTE.

## 7. BIBLIOGRAFIA

- [1] VAN VLACK, L. H. *Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais*. Editora Campus, 5ª edição, Rio de Janeiro, 1994.
- [2] NONO, M. C. A.; CASTRO, P. J. “Ressonadores Dielétricos para Microondas de  $Ba_2Ti_9O_{20}$ : Processamento, Síntese e Caracterização”. *Anais do 36º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, Caxambu, MG, Brasil, v.2, p. 609-616, Jun. 1992.
- [3] CASTRO, P. J.; NONO, M. C. A. “Ressonadores dielétricos de cerâmicas especiais e sua caracterização em microondas”. *Anais do Congresso Brasileiro de Microondas e Optoeletrônica (SBMO-2000)*, 7-11 agosto de 2000, João Pessoa, PB, Brasil, p. 465-469.
- [4] NONO, M. C. A.; CASTRO, P. J. “Influência de  $Nb_2O_5$  na formação de fases cristalinas, na microestrutura e nas características em microondas de ressonadores de  $Ba_2Ti_9O_{20}$ ”. *Anais do 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (14º CBECIMAT)*, 6 a 9 de dezembro de 2000. São Carlos, DEMa-UFSCar, 2001, p. 07601-9.



- [5] SUBHASH, G.; NEMAT-NASSER, S. "Uniaxial stress behaviour of Y-TZP". *Journal of Materials Science*, v.28, 1993, p.5949-5952.
- [6] TSENG, W. J.; LIU, D.; HSU, C. "Influence of stearic acid on suspension structure and green microstructure of injection-molded zirconia ceramics". *Ceramics International*, 25, 1999, p.191-195.
- [7] PIORINO, F. N. "Sobre as variáveis que afetam a avaliação do módulo de ruptura em ensaios de flexão". São Carlos, UFSCar, 1990 (*Tese de Doutorado*).
- [8] "Almanaque Cerâmica" Centro Tecnológico da Cerâmica e do Vidro. *Kerâmica*, p. 111-112, nº 227, JAN/FEV de 1998.
- [9] KAIFEZ, D.; GUILLON, P. *Dielectric Resonators*, N.Y., Artech House, 1987.

## **8. AGRADECIMENTO**

Venho expressar meus profundos agradecimentos ao CNPq pela concessão de bolsa (PIBIC) que permitiu a realização deste trabalho.

## APÊNDICE I

### I.1. PLANO DE TRABALHO DO BOLSISTA:

1. Aulas teóricas e treinamento experimental básico
2. Preparação e caracterização das cerâmicas
  - Caracterização química e física dos pós (realizado)
  - Estudo da compactabilidade (a verde) dos pós
  - Sintetização/sinterização da cerâmica, caracterização das fases presentes e da microestrutura das cerâmicas sinterizadas
3. Caracterização dos ressoadores dielétricos em microondas
4. Elaboração do relatório

### I.2. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES:

ATIVIDADE	1º SEMESTRE	2º SEMESTRE
1. Aulas teóricas e treinamento experimental básico	XX	XX
2. Preparação e caracterização das cerâmicas		
- Caracterização química e física dos pós	XX	
- Estudo da compactabilidade (a verde) dos pós	XX	
- Sintetização/sinterização da cerâmica, caracterização das fases presentes e da microestrutura das cerâmicas sinterizadas	XXXXXX	
3. Caracterização dos ressoadores dielétricos em microondas	XX	XXX
4. Elaboração do relatório		XXX