

Desenvolvimento de substratos cerâmicos de dióxido de titânio com alta permissividade para aplicações em antenas

Development of titanium dioxide ceramic substrates with high permissivities for antenna applications

A. E. Freitas^{1,2}; T. M. Manhobosco², A. R. Costa¹
F. G. S. Araújo¹; H. X. Araújo³, A. K. R. Segundo¹
R. C. A. Freitas¹; J. C. Pinto¹

¹Universidade Federal de Ouro Preto

Campus Universitário Morro do Cruzeiro s/n - Bauxita, Ouro Preto - MG

²Universidade Federal de São João del Rei

Campus Alto Paraopeba - Rod.: MG 443, KM 7 Ouro Branco - MG

³Universidade Federal do Tocantins

Quadra 109 Norte, Avenida NS15, ALCNO-14 - Plano Diretor Norte, Palmas - TO
aefreitas@ufsj.edu.br

Resumo

Neste trabalho foram obtidas pastilhas cerâmicas de Dióxido de titânio sinterizadas a 1150, 1200, 1250 e 1300 °C durante 4 ou 6 horas, para futuras aplicações como substrato dielétrico de antenas de microfita. A caracterização morfológica dos substratos foi obtida através de imagens de microscopia eletrônica por varredura, por cálculo do tamanho de grão e porosidade através do ImageJ e por medição da densidade das amostras. Evidenciou-se que a sinterização avança à medida que a temperatura sobe (crescimento dos grãos, diminuição da porosidade e aumento da densidade), chegando a uma boa morfologia para a temperatura de 1300 °C, atingindo a finalização do processo de sinterização. A caracterização eletromagnética foi feita pela medição dos valores de permissividade relativa (média de 35) e tangente de perdas (média de 0,039), valores que credenciam os substratos cerâmicos serem utilizados na miniaturização de antenas de microfita.

Palavras chave: *substrato cerâmico, permissividade, sinterização*

Abstract

In this work, titanium dioxide ceramic tablets sintered at 1150, 1200, 1250 and 1300 °C for 4 or 6 hours were obtained for future applications as dielectric substrate of microfite antennas. The morphological characterization of the substrates was obtained by scanning electron microscopy images, by calculating the grain size and porosity through ImageJ and by measuring the density of the samples. It was evidenced that the sintering progresses as the temperature rises (grain growth, porosity decrease and density increase), reaching a good morphology for the temperature of 1300 °C, reaching the completion of the sintering process. The electromagnetic characterization was made by measuring the relative permittivity (mean of 35) and loss tangent (mean of 0.039), values that accredited the ceramic substrates to be used in the miniaturization of microfite antennas.

Keywords: *ceramic substrate, permittivity, sintering*

INTRODUÇÃO

A aplicação de materiais dielétricos em dispositivos de telecomunicações foi inicialmente realizada em circuitos de microondas tais como filtros, amplificadores e osciladores. Posteriormente esses materiais foram utilizados em antenas proporcionando um desenvolvimento importante na comunicação de dados em enlaces de rádio, sistemas móveis, satélites e eletrônica militar.

A utilização de cerâmicas dielétricas revolucionou os diversos setores industriais das comunicações sem fio, pois reduziram consideravelmente os custos e os tamanhos de filtros, de osciladores e de antenas, apresentando-se como materiais com excelentes propriedades eletromagnéticas. Tais propriedades dos materiais são determinadas pelos parâmetros constitutivos permissividade elétrica (ϵ) e permeabilidade magnética (μ). Esses parâmetros determinam a resposta do material quando uma onda eletromagnética se propaga através do mesmo.

Dentre as antenas que podem ser construídas sobre substratos cerâmicos destacam-se as de microfita, inicialmente propostas por Deschamps [1], em 1953. No entanto, pesquisas sobre as características das antenas planares (microfita) ganharam força a partir da década de 70 [2]. A partir da década de 90, as pesquisas foram se intensificando com aplicações práticas.

A estrutura de uma antena de microfita é definida por uma camada fina de metal (*patch*), um substrato e o plano terra. O *patch* é uma camada de fina espessura de metal na parte superior do substrato, sendo efetivamente o radiador do sinal eletromagnético. O plano terra é também composto por uma camada de fina espessura de metal podendo recobrir todo o substrato ou parte dele. Essa espessura é tipicamente de 9 a 35 micrometros e o material comumente utilizado é o cobre. Um exemplo de antena de microfita é observado na Figura 1.

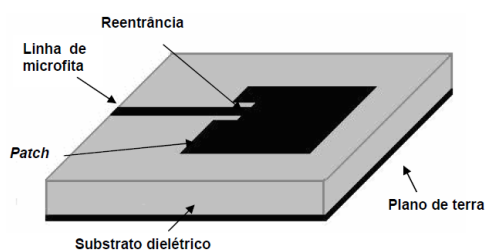


Figura 1 – Antena de microfita retangular [3]

Diversos tipos e estruturas de antenas podem ser utilizadas nas redes de telecomunicações. As antenas planares de microfita com dimensões reduzidas são

promissoras, uma vez que, proporcionam um bom desempenho em uma estrutura leve. Entretanto, algumas desvantagens como a largura de banda limitada, baixo ganho e baixa potência, devem ser consideradas.

As limitações das antenas planares poderiam inviabilizar sua utilização em determinadas aplicações, porém existem formas de minimizar esses fatores e fazer com que as características dessas antenas satisfaçam a aplicação desejada. Uma dessas formas é a utilização de novos substratos cerâmicos. Entre as características das antenas de microfita que se pode alterar com novos tipos de substratos cerâmicos estão as dimensões e a largura de banda. O uso de substratos com alta permissividade elétrica relativa pode proporcionar uma redução nas dimensões da antena, enquanto baixas perdas dielétricas acarretam um aumento na largura de banda da antena. Também se pode assegurar uma melhor seletividade da frequência de ressonância para reduzir ruídos e interferências, para tanto é necessário ter um alto fator de qualidade, o que significa redução nas perdas dielétricas.

O substrato cerâmico pode ser obtido através de vários óxidos ou de misturas de alguns deles. São exemplos de óxidos utilizados o niobato de bismuto [3], o pentóxido de nióbio [4], o titanato de zircônia [5] e o dióxido de titânio [6]. Tais estudos revelam a produção de substratos cerâmicos com permissividades relativas (ao vácuo) variando entre 25 e 80 e perdas eletromagnéticas próximas de zero. Quanto maior a permissividade relativa maior redução de dimensões na construção da antena de microfita pode ser obtida [7, 8].

Uma boa alternativa de produção dos substratos cerâmicos é a sinterização em estado sólido, onde os óxidos formadores da cerâmica são previamente prensados e levados a aquecimentos em fornos de alta temperatura. Como resultado da sinterização a cerâmica obtém resistência mecânica e adquire determinada microestrutura. Sabe-se que a qualidade das antenas está atrelada a uma microestrutura que apresenta pequena granulometria e homogeneidade de grãos.

Dessa forma, o presente trabalho avalia a influência da microestrutura produzida a diferentes temperaturas de sinterização nas características das antenas de microfita.

MATERIAIS E MÉTODOS

O óxido utilizado como matéria prima para a obtenção dos substratos cerâmicos é o dióxido de Titânio, (fase rutila 99,7% de pureza) com tamanho médio de partícula de 2,5 micrômetros, comercializado pela AlfaAESAR.

A etapa inicial da produção do substrato cerâmico é a mistura do óxido comercial para eliminação de eventuais grânulos formados por umidade ou por forças de coesão. Essa mistura foi feita por maceração e por misturador automático em frascos com adição de bolas de alumina para aumento da superfície de contato. Estudos realizados indicaram a necessidade de adição de elemento ligante nesta etapa para dar mais coesão ao corpo verde. Para a presente pesquisa optou-se pelo álcool poli-vinílico PVA diluído em água (80g/kg).

A próxima etapa é a prensagem do material feita de forma uniaxial em uma prensa Ribeiro, sendo a conformação feita através de uma matriz cônica de aço ferramenta. O êmbolo da matriz tem diâmetro de 30 mm, sendo a espessura do corpo verde diretamente proporcional à massa de material utilizado.

O valor de pressão que garantiu resistência mecânica mínima ao corpo verde, permitindo seu manuseio, foi de 10 toneladas. Isto equivale a uma pressão de 138,6 MPa, pela conversão feita em (A), onde g é a aceleração da gravidade e r o raio do corpo verde (15 mm).

$$p = \frac{F}{A} = \frac{mg}{\pi r^2} \quad (A)$$

Posteriormente foi feita a sinterização em um forno elétrico com temperatura controlada. Uma curva de aquecimento tem três patamares foi utilizada. O primeiro patamar, a 150 °C por uma hora, foi realizado para eliminar a umidade; o segundo, a 450 °C por uma hora, foi realizado para a completa degradação do PVA e o terceiro patamar foi realizado na temperatura de sinterização desejada. No presente estudo foram utilizadas as temperaturas de 1150 °C, 1200 °C, 1250 °C e 1300 °C para a sinterização. O período de sinterização variou entre 4 e 6 horas, sempre com uma taxa de aquecimento de 5 °C por minuto. Exemplos de substratos cerâmicos obtidos são visualizados na Figura 2, onde a pastilha mais a esquerda foi sinterizada a 1300 °C e as demais em ordem decrescente de temperatura, respectivamente. Visualmente verifica-se uma maior densificação à medida que a temperatura de sinterização aumenta.



Figura 2 – Substratos cerâmicos produzidos

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a caracterização dos substratos cerâmicos foi considerado o aspecto morfológico bem como o eletromagnético. O aspecto morfológico foi observado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV), enquanto que o aspecto eletromagnético foi avaliado por medidas de permissividade elétrica e tangente de perdas.

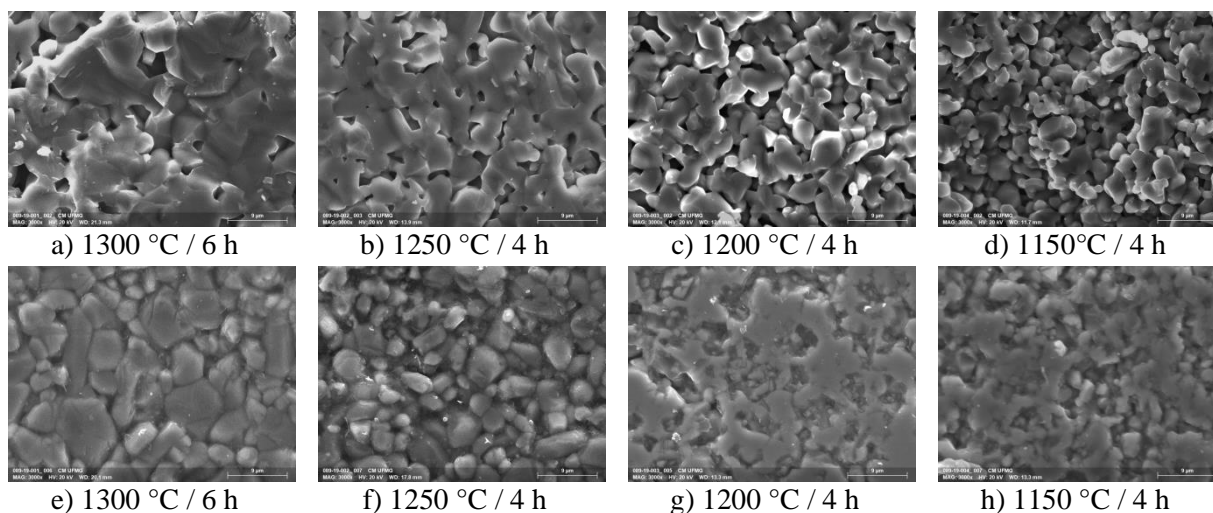


Figura 3 – Imagens de MEV dos substratos cerâmicos de TiO_2 . Superfície de fratura - alíneas a-d.
Superfície polida - alíneas e-h.

Na Figura 3 as alíneas a), b), c), e d) referem-se às imagens de fratura das cerâmicas obtidas com aumento de 3000 vezes. Já as alíneas e), f), g), e h) referem-se às imagens de superfície polida com o mesmo aumento.

Na sinterização a 1150 °C {Figura 3 d) e h)} observam-se diversas partículas e a formação de pescoço entre as mesmas, o que induz à conclusão de que a sinterização não chegou ao seu estágio final para esta temperatura. À medida que a temperatura de sinterização aumenta, observa-se um aumento do tamanho de grão e, a 1300 °C, obteve-se a microestrutura mais densa entre as temperaturas testadas. O aumento da densificação à medida que a temperatura de sinterização aumenta também pode ser verificado nas imagens apresnetadas na Figura 2.

A temperatura de fusão do pó é de 1823 °C, segundo o fabricante, e a melhor temperatura de sinterização dentre as estudadas foi de 72% da temperatura de fusão. Além disso, nas temperaturas estudadas, visualmente os substratos apresentaram aspecto morfológico macroscópico homogêneo, sem bolhas, como evidenciado na Figura 2.

De posse das imagens ao MEV procedeu-se à uma análise estatística da distribuição dos tamanhos de grão e nível de porosidade.

Para a análise do tamanho de grão utilizou-se o *software* ImageJ, o qual trata-se de plataforma livre disponível na Internet e classicamente utilizada para este tipo de investigação [9]. Os valores encontrados para o tamanho de grão médio (em μm) e os respectivos desvios padrão são mostrados na Tabela I.

Tabela I – Tamanho médio de grão (μm), desvio padrão e porosidade

Substrato (temperatura)	1150		1200		1250		1300	
	Fratura	superfície	Fratura	Superfície	fratura	superfície	fratura	Superfície
Tamanho grão	3,59	2,98	4,79	3,42	7,63	4,75	8,96	5,85
Desvio Padrão	1,52	1,26	1,75	1,33	2,80	1,42	5,20	2,47
Porosidade (%)	9,94		6,45		5,94		3,12	

As imagens da Figura 3 foram transformadas para codificação de pixel em escala de cinza de 8 bits, onde os pixels mais escuros receberam valor 0 e os mais claros 255 enquanto o restante recebe valores intermediários. Definiu-se uma região da imagem caracterizada por uma porosidade (preto) e analisou-se o histograma da codificação dos pixels. Estabeleceu-se dessa forma, por observação, um limiar (codificação 41) onde tons mais escuros, ou seja codificados abaixo de 41, seriam considerados porosidade [10]. O ImageJ processa então a imagem e calcula a porcentagem dos pixels que estão abaixo do limiar escolhido, ou seja, representam a cor preta, medindo assim a porcentagem bidimensional da porosidade. Estes valores (médios) também estão expressos na Tabela I. Observa-se que a porosidade diminui com o aumento da temperatura, visto que o processo de difusão é intensificado e mais partículas se agregam, formando grãos maiores e eliminando as porosidades.

O tamanho de grão também cresceu com o aumento da temperatura de sinterização, comportamento esperado considerando-se a minimização da energia livre devido à redução do contorno de grão. O aumento do tamanho de grão também foi acompanhado de maior variabilidade nos tamanhos desses grãos, confirmada pelo aumento do desvio padrão da Tabela I. Essa variabilidade dos valores de tamanho de grão é melhor visualizada através dos histogramas mostrados na Figura 4, obtidos no ImageJ, optando-se por apresentar os resultados das imagens de fratura. Esta variabilidade pode ser atribuída a crescimento inhomogêneo dos grãos.

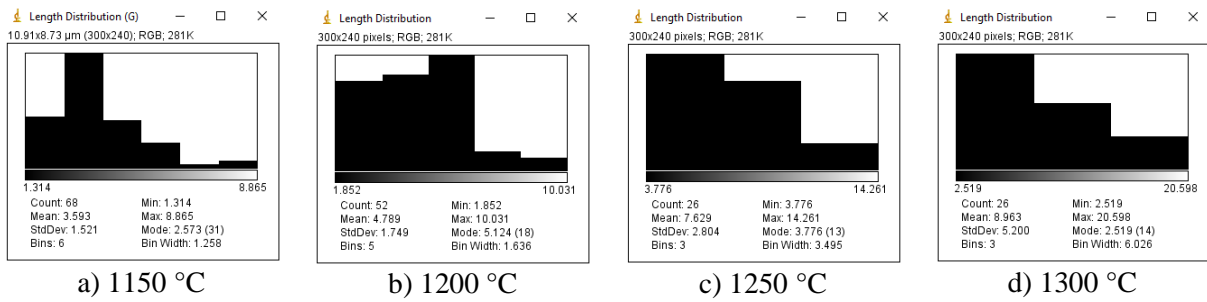


Figura 4 – Histograma Tamanho de Grão – Imagens de Fratura

A fim de se avaliar a densificação das amostras e ter uma ideia indireta da porosidade, procedeu-se ao cálculo das densidades de cada um dos substratos utilizando-se a Equação B.

$$\rho = \frac{m}{d\pi r^2} \quad (B)$$

Os resultados médios, realizados para vários substratos a cada temperatura, são visualizados na Tabela II. Observa-se que a densidade aumenta com o aumento da temperatura de sinterização, indicando uma maior densificação e redução da porosidade.

Tabela II – Densidades substrato cerâmico

Substrato (temperatura de sinterização)	1150	1200	1250	1300	Corpo Verde
Densidade (g/cm ³)	3,44	3,62	3,83	3,98	3,02

Apesar da imprecisão decorrente do processo de medição das dimensões dos substratos, os resultados de densidade foram coerentes com as imagens observadas na Figura 3. Os substratos sinterizados a temperaturas mais elevadas apresentaram maiores densidades, corroborando a observação de avanço do processo de sinterização com o aumento da temperatura, confirmando assim uma sinterização adequada para a finalidade desejada.

Para a caracterização eletromagnética foi utilizado um Impedancímetro que fornece a permissividade relativa e a tangente de perdas. O equipamento introduz uma onda conhecida no material, em faixa de frequência de interesse, e através da defasagem e atenuação da onda refletida são calculados os parâmetros. Os resultados para os substratos sinterizados a 1250 e 1300°C são visualizados na Figura 6.

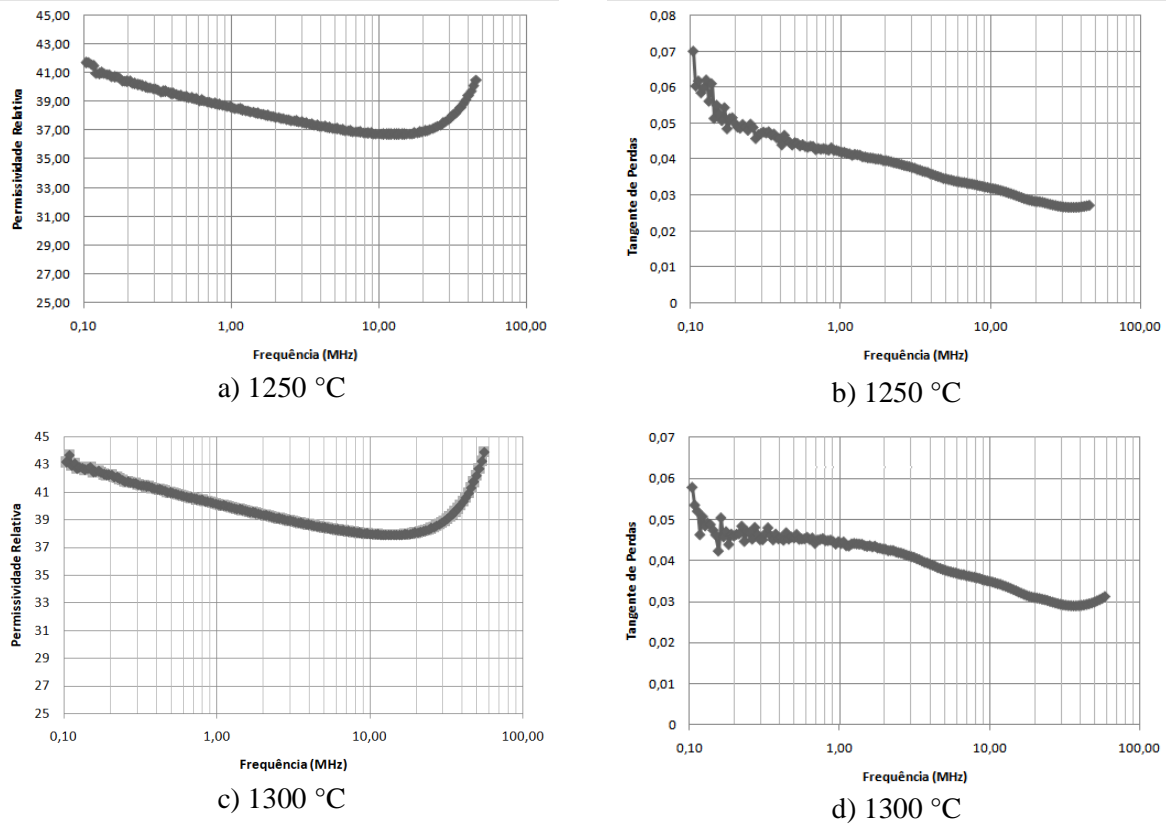


Figura 6 – Permissividade relativa e tangente de perdas

Os valores médios de permissividade relativa e de tangente de perdas, para as diferentes amostras produzidas, são apresentados na Tabela III.

Tabela III – Densidades substrato cerâmico

Substrato (temperatura de sinterização)	1150	1200	1250	1300
Permissividade Relativa	31,1	35,1	38,4	39,3
Tangente de Perdas	0,0389	0,0395	0,0391	0,0399

Comparando com o valor de permissividade relativa de substratos comerciais, verifica-se que os valores medidos foram superiores. Também a tangente de perda apresentou resultados esperados, ou seja, próximos de zero [11]. Dentre todos os substratos obtidos, o sinterizado a 1300 °C teve os melhores resultados, pois alcançou a maior permissividade relativa e a menor tangente de perdas, indicando este substrato ser o mais adequado para a aplicação em antenas.

CONCLUSÕES

A observação do comportamento da densidade relativa, da porosidade e do tamanho de grão mostraram que os substratos sinterizados a 1150 °C não atingiram o estágio final de sinterização, nos quais a retração linear e a densificação foram pequenas. Na sinterização parte da redução da energia ocorre pela eliminação de superfícies internas associadas a porosidades e criação de superfície de contorno de grão. Já os substratos sinterizados a 1300 °C foram os que apresentaram a menor porosidade, da ordem de 3%, e a maior densidade. Ou seja, em termos morfológicos o substrato com melhores características foi o sinterizado a 1300 °C, apesar do substrato sinterizado a 1250 °C também apresentar bons resultados. As análises das imagens ao MEV também evidenciam o isolamento das porosidades para estas duas últimas temperaturas.

Os valores médios de tamanho de grão e as imagens de MEV também apontam para um crescimento anormal dos grãos para a temperatura de 1300 °C. Alguns grãos sofreram um crescimento acelerado, o que aumentou o desvio padrão apontando para uma maior variabilidade no tamanho médio de grão.

A caracterização eletromagnética mostrou que todos os substratos obtidos apresentam-se como boa alternativa para construção de antenas de microfita. Os valores médios de tangente de perdas foram todos próximos de zero o que garante eficiência energética à futura antena. Já os valores de permissividades relativas foram todos superiores a 31. Isso garante que as dimensões das futuras antenas construídas sobre estes substratos possam ser menores que as construídas sobre substratos comerciais. Isso pode refletir-se em economia e eficiência na fabricação dos dispositivos móveis que utilizarem os substratos aqui desenvolvidos.

Maiores temperaturas resultaram em maiores permissividades relativas, o que propicia uma maior miniaturização das antenas. As maiores densidades e menores porosidades podem estar associadas a este comportamento.

AGRADECIMENTOS

Meus sinceros agradecimentos à Universidade Federal de São João Del Rei, Universidade Federal de Ouro Preto, CAPES, CNPq e FAPEMIG.

REFERÊNCIAS

- [1] G. A. Deschamps. “Microstrip microwave antenas”.3rd USAF Symposium on Antennas, 1953.
- [2] J. Q. Howell. “Microstrip antennas”. IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. 23, No. 1, pp. 90-93, Jan 1975.
- [3] R. C. Filho. Desenvolvimento de substrato cerâmico BiNbO₄ para antenas de microfita de sistemas de comunicação sem fio. Tese (Doutorado em Engenharia Elétrica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte - 2010.
- [4] J. H. A. Silveira. Antena discreta com Patch Circular confeccionada sobre substrato dielétrico cerâmico à base de pentóxido de nióbio. Dissertação de Mestrado Universidade Federal Rural do Semi-Árido UFERSA – 2015
- [5] E. E. C. Oliveira. Desenvolvimento de Antenas de Microfita e antenas DRA Broadband/UltraWideBand para Sistemas de Comunicação sem fio Utilizando pós Cerâmicos Nanoestruturados. Tese de Doutorado Universidade Federal do Rio Grande do Norte - 2011.
- [6] J. L. G. Medeiros A. G. d’Assunção and L. M. Mendonça. Microstrip fractal patch antennas using high permittivity ceramic substrate. Antennas and Propagation Society International Symposium (APSURSI), 2012 IEEE.
- [7] Z. Li, J. Wu. Novel titanium dioxide ceramics containing bismuth and antimony. Journal of Materiomics 2017 The Chinese Ceramic Society.
- [8] H. X. Araujo, S. Barbin, L. C. Kretly. Conceitos de Metamateriais Aplicados em Dispositivos de Micro-ondas.Momag 2012, João Pessoa, Brasil, Agosto, 2012.
- [9] R. F. Marcomini, D. M. P. F de Souza. Caracterização microestrutural de materiais cerâmicos utilizando o programa de processamento digital de imagens Image . Cerâmica 57 (2011) 100-105
- [10] S. S. Silva, M. V. L. Pereira, L. C. Araújo, A. Alves Neto, J. P. H. SANSÃO. Identificação Visual Automática da Granulometria de Fragmentos de Rochas. In: Simpósio Brasileiro de Automação Inteligente (SBAI), 2015, Natal. Simpósio Brasileiro de Automação Inteligente (SBAI), 2015.
- [11] J. A. M. Souza. Efeitos do Uso de Substrato de Alta Permissividade Dielétrica em Diversos Tipos de Antenas de Micro-Ondas Tese de Doutorado CETUC- PUC - RJ - 2014