



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA

INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21d/2024/06.18.11.48-TDI

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES
ELETROMAGNÉTICAS DE XEROGÉIS DE CARBONO
COM ADITIVOS NANOESTRUTURADOS NA FAIXA
DE FREQUÊNCIA DE 8,2-18 GHZ**

Nila Cecília de Faria Lopes Medeiros

Tese de Doutorado 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 10 de
maio de 2024.

URL do documento original:

[<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/4BG4P5B>](http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/4BG4P5B)

INPE

São José dos Campos

2024

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE
Coordenação de Ensino, Pesquisa e Extensão (COEPE)
Divisão de Biblioteca (DIBIB)
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 INTELLECTUAL DO INPE - CEPPII (PORTARIA Nº 176/2018/SEI-INPE):**Presidente:**

Dra. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Coordenação-Geral de Ciências da Terra (CGCT)

Membros:

Dra. Ieda Del Arco Sanches - Conselho de Pós-Graduação (CPG)
Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação-Geral de Engenharia, Tecnologia e Ciência Espaciais (CGCE)
Dr. Rafael Duarte Coelho dos Santos - Coordenação-Geral de Infraestrutura e Pesquisas Aplicadas (CGIP)
Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

BIBLIOTECA DIGITAL:

Dr. Gerald Jean Francis Banon
Clayton Martins Pereira - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:

Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:

Ivone Martins - Divisão de Biblioteca (DIBIB)
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA

INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21d/2024/06.18.11.48-TDI

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES
ELETROMAGNÉTICAS DE XEROGÉIS DE CARBONO
COM ADITIVOS NANOESTRUTURADOS NA FAIXA
DE FREQUÊNCIA DE 8,2-18 GHZ**

Nila Cecília de Faria Lopes Medeiros

Tese de Doutorado 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 10 de
maio de 2024.

URL do documento original:

[<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/4BG4P5B>](http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/4BG4P5B)

INPE

São José dos Campos

2024

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Medeiros, Nila Cecília de Faria Lopes.

M467a Avaliação das propriedades eletromagnéticas de xerogéis de carbono com aditivos nanoestruturados na faixa de frequência de 8,2-18 GHz / Nila Cecília de Faria Lopes Medeiros. – São José dos Campos : INPE, 2024.

xxvi + 129 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21d/2024/06.18.11.48-TDI)

Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2024.

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

1. Tanino. 2. Nanotubo de carbono. 3. Óxido de grafeno.
4. Grafeno. Sustentabilidade. 5. Refletividade. I. Título.

CDU 620.1



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](#).



MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÃO



INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS
Serviço de Pós-Graduação - SEPGR

DEFESA FINAL DE TESE DE NILA CECÍLIA DE FARIA LOPES MEDEIROS
REG. 71833/2019, BANCA Nº075/2024

No dia 10 de maio de 2024, às 14h00 em teleconferência, o(a) aluno(a) mencionado(a) acima defendeu seu trabalho final (apresentação oral seguida de arguição) perante uma Banca Examinadora, cujos membros estão listados abaixo. O(A) aluno(a) foi **APROVADO(A)** pela Banca Examinadora, por unanimidade, em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de Doutora em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, com a exigência de que o trabalho final a ser publicado deverá incorporar as correções sugeridas pela Banca Examinadora, com revisão pelo(s) orientador(es).

Novo Título: "AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES ELETROMAGNÉTICAS DE XEROGÉIS DE CARBONO COM ADITIVOS NANOESTRUTURADOS NA FAIXA DE FREQUÊNCIA DE 8,2-18 GHz".

Membros da banca:

Dr. Maurício Ribeiro Baldan - Presidente/Orientador - INPE

Dra. Gisele Aparecida Amaral Labat - Orientadora – INPE

Dr. Isaías de Oliveira - Membro Interno - INPE

Dr. Guilherme Frederico Bernardo Lenz e Silva - Membro Externo - USP

Dr. Alan Fernando Ney Boss - Membro Externo – USP



Documento assinado eletronicamente por **Gisele aparecida amaral labat (E), Usuário Externo**, em 15/05/2024, às 09:22 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Isaías de Oliveira, Tecnologista**, em 15/05/2024, às 09:32 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Alan Fernando ney boss (E), Usuário Externo**, em 15/05/2024, às 09:57 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **gUILHERME Frederico Bernardo IENZ E Silva (E), Usuário Externo**, em 15/05/2024, às 17:09 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Mauricio Ribeiro Baldan, Pesquisador**, em 16/05/2024, às 10:19 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.mcti.gov.br/verifica.html>, informando o código verificador **11933238** e o código CRC **F8D8603B**.

Referência: Processo nº 01340.003710/2024-89

SEI nº 11933238

“Na vida, não existe nada a temer, mas a entender”.

Marie Curie

Dedico essa Tese de Doutorado a Deus e a todas as pessoas que me apoiaram durante esse processo. A meus pais e familiares que sempre me incentivaram a estudar e seguir em frente.
Aos meus irmãos e meu afilhado. A meu marido por todo amor, incentivo, dedicação e compreensão nos dias mais turbulentos.

AGRADECIMENTOS

A Deus o dom da Vida e a oportunidade de aprender.

Ao meu marido Leonardo pelo incentivo, companhia e por toda dedicação para a realização dessa Tese de Doutorado.

Aos meus Pais Nilo e Cecília Jussara, meus irmãos Nilo Júnior e Naira, meu afilhado João Guilherme e familiares pelo incentivo de sempre em estudar para constante aprendizado.

Aos meus orientadores Dr. Maurício Ribeiro Baldan e Dra. Gisele Aparecida Amaral-Labat por anos de ensinamentos científico e de vida, pela nossa amizade e confiança.

À Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC) pelo incentivo na progressão de carreira de Professora desta Instituição, e ao Instituto Nacional de Pesquisas (INPE) por oportunizar o estudo na pós-graduação.

Ao colega André Ferreira Sardinha pelo ensinamento científico relacionado a síntese de grafeno.

Aos meus colegas de grupo que contribuíram para execução do meu trabalho de Doutorado: Newton Adriano, Talita, Bráulio, Inês, Beatriz, Felipe, Rodrigo Gabbas.

Aos meus colegas que contribuíram para execução dos experimentos e caracterização: Camila, Laís, José, Javier, João Paulo, José Paulo, Edson.

Aos profissionais e amigos da oficina mecânica do INPE: Pelógia, Fábio, Mário.

À Tayra Brazil que apoiou nas análises de DRX.

RESUMO

Materiais carbonosos porosos são promissores para a produção de materiais absorventes de micro-ondas de baixo custo, leves e sustentáveis. Atualmente, a redução do impacto ambiental tornou-se uma prioridade no desenvolvimento de materiais "verdes" ou renováveis, derivados de precursores não tóxicos e sustentáveis. Ao mesmo tempo, há um estímulo crescente em todo o mundo para a produção de materiais sustentáveis devido à escassez de recursos naturais, às alterações climáticas e ao aquecimento global. Este estudo investiga o desenvolvimento de materiais carbonosos como absorvedores de radiação eletromagnética por uma rota simples e de baixo custo. Foi explorada a produção de xerogel de carbono (XC) poroso puro derivado de uma fonte natural, o polifenólico tanino, combinados com aditivos nanoestruturados, nanotubo de carbono (NTC) e óxido de grafeno reduzido (RGO) para aplicação na área aeroespacial na faixa de frequência das bandas X e Ku. O XC sustentável foi sintetizado a partir do tanino em substituição a precursores sintéticos tóxicos e de alto custo, usando o processo sol-gel secagem subcrítica a condições ambientais seguido do processo de pirólise para obtenção do material do carbono poroso sustentável. O nanotubo de carbono (NTC) foi sintetizado pelo método CVD deposição química a partir da fase vapor e o óxido de grafeno reduzido (RGO) sintetizado pelo método Hummers modificado. Os materiais carbonosos sintetizados foram incorporados em uma matriz de silicone, para produzir compósitos sustentáveis e flexíveis, em diferentes concentrações de massa. As concentrações usadas foram de 5, 10 e 15% em massa de xerogel de carbono e 0,1% em massa de NTC ou RGO. A morfologia dos materiais carbonosos foi investigada por microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV-FEG), enquanto a análise estrutural foi realizada por espectroscopia Raman, difração de raios X (DRX). As propriedades texturais foram avaliadas por isotermas de adsorção-dessorção de N₂ e porosimetria de mercúrio. O XC exibiu uma típica morfologia de géis fenólicos, com aglomerados granulares interconectados e superfície rugosa. O NTC apresentou uma estrutura de nanofios emaranhados sem orientação preferencial. O RGO misturado com o XC apresentou-se como um revestimento homogêneo, envolvendo todas as superfícies do xerogel. Os resultados estruturais revelaram grau de grafitação e presença de defeitos, além de picos e planos de reflexão característicos de XC, NTC e RGO. A análise das propriedades texturais do XC indicaram uma área superficial de 3 m².g⁻¹. A caracterização eletromagnética dos compósitos foi obtida por um analisador de redes vetorial (VNA) na faixa de frequência de 8,2 (Banda X) a 18 GHz (Banda Ku). Foram destacados os resultados mais significativos da análise de todos os compósitos analisados nas concentrações de 5%, 10% e 15% de XC. Os resultados demonstraram que com aumento na concentração de XC nos compósitos aumentou a perda por reflexão. A concentração de 15 % em massa de XC em todos os compósitos, tanto na banda X quanto na banda Ku, contribuíram com atenuação da onda eletromagnética. Na banda X, o resultado do compósito com concentração de 15% de XC com adição de NTC se destacou, alcançando um resultado de RL de

-18,60 dB (10 GHz), -17,57 dB (11 GHz) e - 10,47 dB (12,4 GHz). Na banda Ku, o compósito 15XC0,1RGO, apresenta uma redução de 99 % na atenuação da onda EM com RL de -22,5 dB (14,5 GHz) e uma atenuação superior a 90 % alcançando - 12,6 dB (12,4 GHz). O compósito mais destacado nesta mesma banda de frequência foi o 15XC0,1NTC, que apresentou uma atenuação máxima da onda eletromagnética de 99,99%, com valores de RL de -43,19 dB em 13,79 GHz e - 40,17 dB em 16,36 GHz, demonstrando resultados altamente significativos. Os resultados demonstram a eficácia do carbono poroso sustentável, tanto em sua forma pura quanto com a adição de aditivos, para aplicação em revestimentos destinados à atenuação de ondas eletromagnéticas. Esses materiais oferecem características leves e flexíveis, adequadas para aplicações na área aeroespacial.

Palavras-chave: Tanino. Nanotubo de Carbono. Óxido de Grafeno. Sustentabilidade. Refletividade. MARE.

EVALUATION OF THE ELECTROMAGNETIC PROPERTIES OF CARBON XEROGELS WITH NANOSTRUCTURED ADDITIVES IN THE FREQUENCY BAND 8.2-18 GHz

ABSTRACT

Porous carbonaceous materials are promising to production of low-cost, lightweight and sustainable microwave absorbing materials. Currently, reducing environmental impact has become a priority in the development of "green" or renewable materials, derived from non-toxic and sustainable precursors. At the same time, there is a growing stimulus around the world to production of sustainable materials due to the scarcity of natural resources, climate change and global warming. This study investigates the development of carbonaceous materials as absorbers of electromagnetic radiation through a simple and low-cost route. The production of pure porous carbon xerogel (CX) derived from a natural source, the polyphenolic tannin, was explored, combined with nanostructured additives, carbon nanotube (CNT) and reduced graphene oxide (OGR) was explored for application in the area aerospace in the range of frequency of the X and K_u bands. Sustainable CX was synthesized from tannin replacing toxic and high-cost synthetic precursors, using the sol-gel process, subcritical drying at ambient conditions followed by the pyrolysis process to obtain the sustainable porous carbon material. The carbon nanotube (CNT) was synthesized by the CVD chemical deposition vapor phase method and the reduced graphene oxide (OGR) was synthesized by the modified Hummers method. The synthesized carbonaceous materials were incorporated into a silicone matrix, to produce sustainable and flexible composites, in different weight concentrations. The concentrations used were 5, 10 and 15 %wt. of carbon xerogel and 0.1 %wt. of CNT or OGR. The morphology of the carbonaceous materials was investigated by field emission scanning electron microscopy (SEM-FEG), while the structural analysis was carried out by Raman spectroscopy, X-ray diffraction (XRD). Textural properties were evaluated by isotherms N₂ adsorption-desorption and mercury porosimetry. The CX exhibited a typical phenolic gel morphology, with interconnected granular agglomerates and a rough surface. The CNT presented a structure of entangled nanowires without preferential orientation. The OGR mixed with CX appeared as a homogeneous coating, covering all xerogel surfaces. The structural results revealed a degree of graphitization and the presence of defects, in addition to reflection peaks and planes characteristic of CX, CNT and OGR. Analysis of the textural properties of the CX indicated a surface area of 3 m²g⁻¹. The electromagnetic characterization of the composites was obtained by a vector network analyzer (VNA) in the frequency range of 8.2 (X Band) to 18 GHz (K_u Band). The most significant results from the analysis of all composites analyzed at concentrations of 5%, 10% and 15 %wt. CX. The results demonstrated that with an increase in the CX

concentration in the composites, the reflection loss increased. The concentration of 15 wt% of CX in all composites, both in the X and K_u bands, contributed to the attenuation of the electromagnetic wave. In the X band, the result of composite with a concentration of 15%wt. with addition of CNT, reaching RL results of -18.60 dB (10 GHz), -17.57 dB (11 GHz) and -10.47 dB (12.4 GHz). In the K_u band, the 15XC0,1RGO composite presents a 99% reduction in EM wave attenuation with an RL of -22.5 dB (14.5 GHz) and an attenuation greater than 90% reaching -12.6 dB (12.4 GHz). The most outstanding composite was 15XC0,1NTC, which presented a maximum attenuation of the electromagnetic wave of 99.99 %, with RL values of -43.19 dB at 13.79 GHz and -40.17 dB at 16.36 GHz, demonstrating highly significant results. The results demonstrate the effectiveness of sustainable porous carbon, both in its pure form and with the addition of additives, for application in coatings designed to attenuate electromagnetic waves. These materials offer lightweight and flexible characteristics, suitable for aerospace applications.

Keywords: Tannin. Carbon Nanotube. Graphene Oxide. Sustainability. Reflectivity. RAM.

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 1.1 - Espectro eletromagnético de rádio.	2
Figura 1.2 - Diagrama de Ashby.....	6
Figura 2.1 - Ilustração esquemática do processo sol-gel e os produtos obtidos.	12
Figura 2.2 - Estrutura química da unidade flavonoide do tanino condensado (a); Mecanismos de reação de um monômero de tanino condensado com formaldeído resultando em pontes metileno (b).	14
Figura 2.3 - Ilustração esquemática do processo sustentável de produção de material carbonoso.....	18
Figura 2.4 - Ilustração de alguns alótropos do carbono: Grafite (a), Grafeno (b), Nanotubo de Carbono de Parede Múltiplas(c).	20
Figura 2.5 - Ilustração da produção química de GO a partir de grafite.....	23
Figura 2.6 - Estruturas típicas de guias de ondas de geometrias: circular(a), retangular(b).....	30
Figura 2.7 - Diferenças entre os três tipos de ondas (a) TEM, (b) TE, (c) TM..	31
Figura 2.8 - Sistema de coordenadas do guia de ondas.	31
Figura 2.9 - Representação esquemática da Rede de 2 portas e sistema de reflexão e transmissão.	34
Figura 2.10 - Representação esquemática da amostra posicionada no guia de ondas e a distribuição do campo elétrico incidente, refletido e transmitido nas regiões I, II, III.....	35
Figura 2.11 - Representação esquemática do método de medição do compósito para Refletividade.	39
Figura 3.1 - Síntese do xerogel de tanino em agitador magnético (a), solução de tanino em frasco com tampa selada (b), formação de gel de tanino em estufa (c).	42
Figura 3.2 - Gel de tanino (a); xerogel de tanino(b-c).....	43
Figura 3.3 - Xerogel orgânico de tanino (a), processo de pirólise do xerogel (b), xerogel de carbono (c).	43

Figura 3.4 - Peneira para classificar o tamanho do XC (a); XC em pó (b).	44
Figura 3.5 - Sistema para síntese de NTC (a), câmara de evaporação de reagentes (b).....	45
Figura 3.6 - Síntese do GO em reator químico de vidro encamisado.....	47
Figura 3.7 - Processo de lavagem da reação.....	48
Figura 3.8 - Imagem da síntese de dispersão do óxido de grafeno em água deionizada.	49
Figura 3.9 - Imagem do forno tubular para redução térmica do GO.....	50
Figura 3.10 - Dispersão do NTC.....	51
Figura 3.11 - Preparo do compósito XC em matriz polimérica usando misturador mecânico.....	52
Figura 3.12 - Impressora 3D (a); Molde para fabricação do compósito(b).	53
Figura 3.13 - Compósitos de XC e nanoestruturados em matriz polimérica. ...	53
Figura 3.14 - Caracterização eletromagnética: analisador de rede vetorial (VNA) acoplado aos cabos transmissores (a), Offset (b), condutor elétrico perfeito (c) guia de onda retangular (d).	55
Figura 4.1 – Micrografia obtida por MEV SE (elétrons secundários) do XC puro.	57
Figura 4.2 – Micrografia obtida por MEV SE do XC puro (a) e do NTC puro (b-c).	58
Figura 4.3 – Micrografia obtida por MEV SE do NTC de fabricação própria. ...	59
Figura 4.4 – Micrografia obtida por MEV: XC/NTC (a), NTC (b).....	60
Figura 4.5 – Micrografia obtida por MEV SE: GO (a), XC/GO (b).	61
Figura 4.6 – Micrografia obtida por MEV SE: XC/RGO (a-b).....	62
Figura 4.7 - Espectros Raman do XC, NTC e RGO.	63
Figura 4.8 - Espectro Raman do XC/RGO.	64
Figura 4.9 - Difrátogramas de Raio-X do XC (a), NTC (b), RGO (c).	66
Figura 4.10 - Adsorção-dessorção N ₂ (símbolos sólidos e abertos, respetivamente) isothermas de NTC e XC.....	67
Figura 4.11 - Distribuição do tamanho dos poros do NTC.	68
Figura 4.12 - Porosimetria de mercúrio de XC: curva de intrusão-extrusão (a); distribuição de tamanho de poros correspondente (b).	70

Figura 4.13 - Permissividades complexas dos compósitos de XC em matriz polimérica: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).	71
Figura 4.14 - Permissividades complexas dos compósitos de XC em matriz polimérica: 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).	73
Figura 4.15 - Compósito de XC/RGO em matriz polimérica: Permissividades complexas 5XC/0,1RGO (a); 10XC/0,1RGO (b); 15XC/0,1RGO(c).	75
Figura 4.16 - Compósito de XC em matriz polimérica: Refletividades 5XC (a); 10XC (b); 15XC(c).....	78
Figura 4.17 - Compósito de XC com aditivo de NTC em matriz polimérica: Refletividades 5XC/0,1NTC (a); 10XC/0,1NTC (b); 15XC/0,1NTC(c).	80
Figura 4.18 - Refletividades dos compósitos: 5XC/0,1RGO (a); 10XC/0,1RGO (b); 15XC/0,1RGO(c).....	82
Figura 4.19 - Permissividades complexas dos compósitos: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).	85
Figura 4.20 - Compósito XC/NTC em matriz polimérica: Permissividades complexas 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).....	87
Figura 4.21 - Permissividade Complexas dos Compósitos: 5XCRGO (a); 10XCRGO (b); 15XCRGO (c).....	89
Figura 4.22 - Refletividade dos compósitos: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).	91
Figura 4.23 - Refletividade dos Compósitos em matriz polimérica: 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).....	93
Figura 4.24 - Ilustração dos mecanismos de absorção onda EM no compósito XC/NTC.....	95
Figura 4.25 - Refletividade dos compósitos: 5XC0,1RGO (a); 10XC0,1RGO (b); 15XC0,1RGO (c).	97
Figura 4.26 - Relação entre os picos de RL e a espessura calculada dos compósitos 15XC, 15XC0,1NTC, 15XC0,1RGO (banda X) e 15XC, 15XC0,1NTC e 15XC0,1RGO (banda Ku), em função da frequência.	99

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 2.1 - Percentual de energia absorvida.....	39
Tabela 3.1 - Parâmetros do processo de carbonização do gel de tanino.....	44
Tabela 3.2 - Compósitos de XC puro.	54
Tabela 3.3 - Compósitos de XC/nanoestruturados.....	54
Tabela 4.1 - Área superficial BET (S_{BET}), volume total de poros ($V_{\text{total } 0,99}$), volume de microporos (V_{DR}) e volume de mesoporos (V_{meso}).....	68
Tabela 4.2 - Densidade aparente (ρ_b), densidade esquelética (ρ_s), porosidade (ϕ), volume total de poros (V_{Hg}), área total de poros (A_{total}) obtidos pela porosimetria de mercúrio.....	69
Tabela 4.3 - Propriedades eletromagnéticas de géis de carbono.	106

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

Ar	Argônio
BET	<i>Brunauer-Emmett-Teller</i>
C	Carbono
cos	Cosseno
CVD	Deposição Química a partir da fase Vapor
DRX	Difração de Raio-X
FEG	<i>Field Emission Gun</i>
GHz	Giga-hertz
GO	Óxido de Grafeno
MARE	Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
N_2	Nitrogênio
NRW	Nicolson-Ross-Weir
NTC	Nanotubo de Carbono
NTCPS	Nanotubo de Carbono de Parede Simples
NTCPD	Nanotubo de Carbono de Parede Dupla
NTCPM	Nanotubo de Carbono de Parede Múltipla
O	Oxigênio
PDMS	Polidimetilsiloxano
PEC	Perfeito Elétrico Condutor ou <i>Perfect Conductor Electrical</i>
PECVD	Deposição de vapor químico aprimorada por plasma
PLA	Ácido polilático
RF	Radiofrequência
RGO	Óxido de Grafeno Reduzido
RL	Perda por refletividade ou <i>Reflection Loss</i>
rpm	Rotações por minuto
sccm	<i>Standard cubic centimeters per minute</i>
sen	Seno
Si	Silício
TE	Onda elétrica transversal

TM	Onda magnética transversal
TEM	Ondas eletromagnéticas transversais
VNA	<i>Vector Network Analyzer</i>
XC	Xerogel de Carbono

LISTA DE SÍMBOLOS

ε	Permissividade elétrica complexa
ε'	Parcela capacitiva da permissividade elétrica
ε''	Parcela dissipativa da permissividade elétrica
ε_r	Permissividade elétrica relativa
ε_0	Permissividade elétrica do vácuo
μ	Permeabilidade magnética complexa
μ'	Parcela dissipativa da permissividade elétrica
μ''	Parcela dissipativa da permeabilidade magnética
μ_r	Permeabilidade magnética relativa
μ_0	Permeabilidade magnética do vácuo
σ	Condutividade elétrica
ω	Velocidade angular
λ	Comprimento de onda
ρ_v	Densidade de fluxo elétrico ao longo do volume analisado
∇	Nabla
Γ	Coeficiente de reflexão
T	Coeficiente de transmissão
J	Densidade de corrente por unidade de área
E	Campo elétrico
H	Campo magnético
D	Densidade do campo elétrico
B	Densidade do campo magnético
$\vec{E}$	Campo elétrico
$\vec{D}$	Densidade de fluxo elétrico
$\vec{B}$	Densidade de fluxo magnético
$\vec{J}$	Densidade de corrente de condução
η	Impedância intrínseca
β	Constante de fase
f_{mn}	Frequência de corte
u_p	Velocidade de fase

k	Número de onda médio
k_c	Número de corte da onda eletromagnética
σ_{ac}	Condutividade elétrica em regime alternado
S_{ij}	Parâmetro S
S_{BET}	Área superficial
V_{DR}	Volume de microporos
V_{meso}	Volume de mesoporos
ϕ	Porosidade
ρ_s	Densidade esquelética
ρ_b	Densidade do bulk ou aparente
V_{Hg}	Volume total de poros
A_{total}	Área total
μm	Micrometro
kV	Quilovolt
K_u	Faixa de frequência da banda K_u
X	Faixa de frequência da banda X
AC	Corrente contínua
c	Velocidade da luz
MPa	Mega Pascal
dB	decibel
t_m	Espessura do absorvedor
f_m	Frequência de pico
E_{ext}	Campo elétrico externo
f	Frequência
I	Energia emitida
R	Energia refletida
E_i	Energia incidente
E_r	Energia refletida
E_t	Energia transmitida
γ	Constante de propagação
γ_0	Constante de propagação no vácuo
λ_c	Comprimento de onda de corte
Z_{in}	Impedância de entrada
Z_0	Impedância no espaço livre

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Justificativa	5
1.2 Objetivo geral.....	7
1.2.1 Objetivos específicos	8
1.3 Organização da Tese.....	8
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	10
2.1 Processo sol-gel	10
2.2 Tanino.....	12
2.3 Carbonização de materiais porosos	16
2.4 Sustentabilidade	17
2.5 Nanotubo de carbono	19
2.6 Grafeno, óxido de grafeno e óxido de grafeno reduzido	22
2.7 Borracha de silicone	25
2.8 Propriedades eletromagnéticas	26
2.8.1 Propagação de onda eletromagnética no meio material	26
2.8.2 Propriedades EM do meio material condutor e dielétrico	27
2.8.3 Guia de ondas.....	29
2.8.3.1 Guias de ondas retangular	30
2.8.4 Parâmetro S.....	33
2.9 Método Nicolson-Ross-Weir	35
2.10 Refletividade	38
2.11 Mecanismos de perda dielétrica	40
3 METODOLOGIA.....	42
3.1 Síntese do xerogel de tanino	42
3.2 Síntese de xerogel de carbono	43
3.3 Síntese do nanotubo de carbono.....	44
3.4 Síntese óxido de grafeno reduzido	46
3.5 Caracterização morfológica, estrutural e eletromagnética	50
3.6 Preparo do compósito xerogel de carbono em matriz polimérica	51

3.7 Caracterização eletromagnética	54
4 Resultados e discussões	56
4.1 Análise morfológica dos materiais carbonosos.....	56
4.2 Análises estruturais dos materiais carbonosos.....	62
4.3 Propriedades eletromagnéticas dos materiais	70
4.3.1 Propriedades dielétricas e refletividade dos compósitos na banda X	70
4.3.1.1 Propriedades dielétricas dos compósitos XC, XC/NTC e XC/RGO	70
4.3.1.2 Refletividades dos compósitos XC, XC/NTC e XC/RGO.....	77
4.3.2 Propriedades dielétricas e refletividade dos compósitos na banda Ku	84
4.3.2.1 Propriedades dielétricas dos compósitos XC, XC/NTC, XC/RGO..	84
4.3.2.2 Refletividade dos compósitos XC, XC/NTC e XCRGO.....	90
4.3.2.3 Influência da espessura dos compósitos XC, XC/NTC e XC/RG ...	98
5 CONCLUSÃO.....	107
6 TRABALHOS FUTUROS	109
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	110
APÊNDICE A – PRODUÇÃO CIENTÍFICA	124

1 INTRODUÇÃO

A exploração de Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética (MARE) teve início na década 1930, após o advento do radar. Posteriormente em 1936 na Holanda, aconteceu o registro da primeira patente (LEDERER, 1986; QIN; BROSSEAU, 2012a) e no período da Segunda Guerra Mundial, a Alemanha desenvolveu um absorvedor na faixa de frequência da banda X, composto de material polimérico leve com carga de negro de fumo e alumínio para aplicação em veículos aéreos e marítimos (QIN; BROSSEAU 2012a).

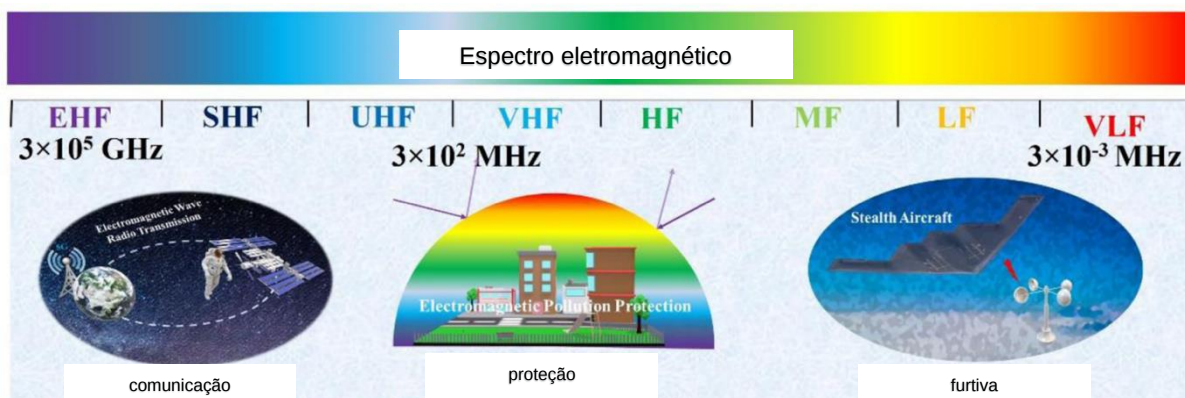
Após 1950, as pesquisas foram intensificadas envolvendo outros materiais absorvedores que foram usados como preenchimento de estruturas ou revestimento como, por exemplo, fibras, particulados carbonosos ou a base de grafite que, para a época era o candidato favorito como absorvedor, até a descoberta do nanotubo de carbono (NTC) por volta de 1990 e posteriormente o grafeno (QIN; BROSSEAU 2012A).

Com o desenvolvimento das tecnologias sem fio, dispositivos eletrônicos, tecnologias como o 5G e outras inovações, sistemas de comunicação, radares, tecnologia furtiva entre outras aplicações, surge a ampla necessidade de pesquisar novos materiais capazes de diminuir ou impedir a poluição por interferência eletromagnética, que também pode ser prejudicial à saúde humana (FAN et al., 2021; MAHANI; MOTAHARI; NAYYERI, 2018; SANI et al., 2023; TAN et al., 2021; WANG et al., 2022a).

A necessidade e o avanço no desenvolvimento de materiais com capacidade para absorver ou blindar a radiação eletromagnética representam um campo de pesquisa dinâmico e em expansão nas últimas décadas, encontrando diversas aplicações (XIA; FENG; ZHAO, 2022) tanto na área civil como também na área militar (Figura 1.1). O interesse tem sido impulsionado principalmente pela demanda por soluções que ofereçam redução de peso, custo acessível e características sustentáveis. Os materiais podem ser projetados ou desenvolvidos para absorver e dissipar a energia da radiação eletromagnética por meio de mecanismos magnéticos e/ou dielétricos (DA SILVA et al., 2009),

abrangendo uma ampla faixa de frequências, que inclui micro-ondas, infravermelho, luz visível e radiação ultravioleta (Figura 1.1).

Figura 1.1 - Espectro eletromagnético de rádio.



Fonte: Adaptado de Xia, Feng e Zhao (2022).

Uma variedade de materiais, como metais, ferromagnéticos, óxidos cerâmicos, polímeros condutores, entre outros, tem sido objeto de pesquisa em diferentes combinações para a fabricação de compósitos voltados para absorção ou blindagem contra interferências eletromagnéticas. Esses materiais, são empregados para essas aplicações devido suas propriedades elétricas e/ou magnéticas favoráveis. Embora apresentem vantagens, como perda magnética, boa condutividade elétrica e permeabilidade, eles também enfrentam desafios significativos, como alta densidade, baixa resistência à corrosão, custos elevados de modificação superficial, e complexidades no processamento, além de instabilidades físicas e químicas, conforme discutido por vários autores (AMARAL JUNIOR, 2018; LOPES, 2020; SAEED et al., 2024; VERGARA, 2019; WANG et al., 2023).

Há algumas décadas, o Brasil iniciou sua jornada espacial com o lançamento dos seus primeiros satélites, o SCD1, relativamente leve, pesando aproximadamente 115 kg. Este marco teve como objetivo de impulsionar a pesquisa científica e tecnológica no país. Desde então, satélites com tecnologias mais avançadas, e peso consideravelmente maior, foram lançados em órbita, empregando sistemas de comunicação entre os satélites e os centros de controle

em radiofrequência (RF) na banda S e banda Ku, enquanto a transmissão de imagens foi sintonizada na banda X. Neste contexto, a utilização de materiais leves, especialmente aqueles à base de carbono, surge como uma solução avançada e inovadora para prevenir problemas de interferência eletromagnética, podendo ser usados em aplicações aeroespaciais nas bandas X e Ku, por exemplo, como revestimento em dispositivos que podem ser embarcados em satélites.

Desta forma os materiais carbonosos, como xerogel de carbono, nanotubos de carbono, óxido de grafeno reduzido, fibras de carbono, negro de fumo, desempenham um papel fundamental na redução de peso e na eficiência da absorção de micro-ondas. Os materiais carbonosos amorfos porosos demonstram potencial na absorção de micro-ondas devido às suas propriedades dielétricas ajustáveis, à presença de partículas carbonosas porosas com interfaces heterogêneas entre partícula e ar (LIU et al., 2021) e à existência de defeitos na estrutura de interface, promovendo mecanismos de perda dielétrica eficazes na atenuação de ondas eletromagnéticas. No entanto, apesar dos avanços nas pesquisas, ainda é um desafio desenvolver com propriedades magnéticas a base de carbono considerando algumas propriedades, como a condutividade elétrica em carbonos amorfos (SANI et al. 2023).

A condutividade elétrica do material é uma das propriedades eletromagnéticas importantes, podendo ser ajustada pela inserção de aditivos nanoestruturados carbonosos no compósito (SAEED et al., 2024). Além disso, a baixa densidade de grande parte dos materiais carbonosos também favorece seu uso nesse campo. Suas propriedades distintas são essenciais para atender às crescentes demandas em dispositivos eletrônicos na área de telecomunicações (QIN; BROSSEAU, 2012), especialmente na área aeroespacial e militar. Materiais absorvedores carbonosos ou dielétricos convertem o componente elétrico da onda eletromagnética em energia térmica principalmente por meio de perdas de polarização e condução (SAEED et al., 2024).

Esse conjunto de propriedades torna os materiais de carbono poroso ideais para aplicações como absorção de micro-ondas ou blindagem eletromagnética. Nos

últimos anos, diversas pesquisas foram realizadas avaliando as propriedades eletromagnéticas para possíveis aplicações usando espuma de carbono a base de grafite (MOGLIE et al., 2012), espuma de carbono a base de tanino (LETELLIER et al., 2015), espuma de carbono de estrutura porosa (LETELLIER et al., 2017), aerogel de carbono (ABOLGHASEMI MAHANI; MOTAHARI; NAYYERI, 2018), espuma de carbono bimodal (SZCZUREK et al., 2018), carbono poroso (FLÓREZ VERGARA et al., 2019), xerogel de carbono-grafeno (BISPO et al., 2021), nanopartícula de carbono e nanopartícula de carbono poroso com multi-casca (TAO et al., 2021), aerogel de carbono nanoporoso (WANG et al. 2022c). No entanto, ainda é desafio o uso de espumas de carbono ou xerogel de carbono puros como absorvedores de micro-ondas, uma vez que estes materiais possuem propriedades intrínsecas de baixa condutividade elétrica e baixa área superficial (LAN et al., 2024). Essas características limitam o uso como revestimento absorvedor de ondas EM para a solução de problemas de interferência eletromagnética.

Os nanoestruturados, como os NTC de parede múltipla, demonstram propriedades semicondutoras (ALMEIDA, 2013), baixa densidade e boa condutividade elétrica. Essas características possibilitam o movimento eficiente de elétrons ao longo da sua geometria tubular. Além disso, o grafeno ou óxido de grafeno reduzido (SAEED et al., 2024), que se apresenta como uma rede bidimensional em formato de favo de mel, é flexível e exibe boa condutividade elétrica (PENG et al., 2022). Isso torna esses tipos de materiais carbonosos adequados para ser utilizado como absorvedor de ondas eletromagnéticas. Diversas pesquisas são realizadas e mostram o uso de compósitos como MARE incluindo as diferentes configurações, como rede condutora semelhante a um cordão de azul da prússia-CoFe-NTC (WANG et al. 2022b), rede condutora de óxido de ferro (Fe_2O_3) revestido de carbono e ancorado no NTC (WANG et al., 2019b), compósito de Ni-MOF@NTC (JINXIAO et al., 2020), compósito de NTC/ferrocarbonila revestido de SiO_2 (GE et al., 2018), nanocompósito de ferrita de bário/NTC (POURABDOLLAHI; ZAREI, 2020). Outras pesquisas também são realizadas explorando o grafeno ou óxido de grafeno reduzido como absorvedores de radiação eletromagnética: espuma de óxido de grafeno

reduzido (LIU et al., 2023), estrutura porosa de GO/NTC (GONZÁLEZ; BASELGA; POZUELO, 2016), compósitos de nanopartículas de Ni/RGO (LIU et al., 2014), compósito de polipropileno/GO (ZHANG et al., 2019a), compósitos de policarbonato/GO dopado com nanopartículas de ferrita (BISWAS et al., 2017), estrutura porosa de nanocompósitos de CoFe_2O_4 /óxido de grafeno reduzido (LIU et al., 2018). Entretanto, os compósitos nanoestruturados ainda não foram explorados em combinação com um componente de carbono sustentável. Em vez disso, metais, MOFs (Metal Organic Framework) e óxidos cerâmicos foram adicionados à formulação, resultando em materiais puramente sintéticos e frequentemente acarretando custos elevados para a produção do compósito. Portanto, para resolver estas limitações, o uso de compósito envolvendo um carbono de menor custo adicionado de um carbono nanoestruturado, pode ser uma solução viável.

1.1 Justificativa

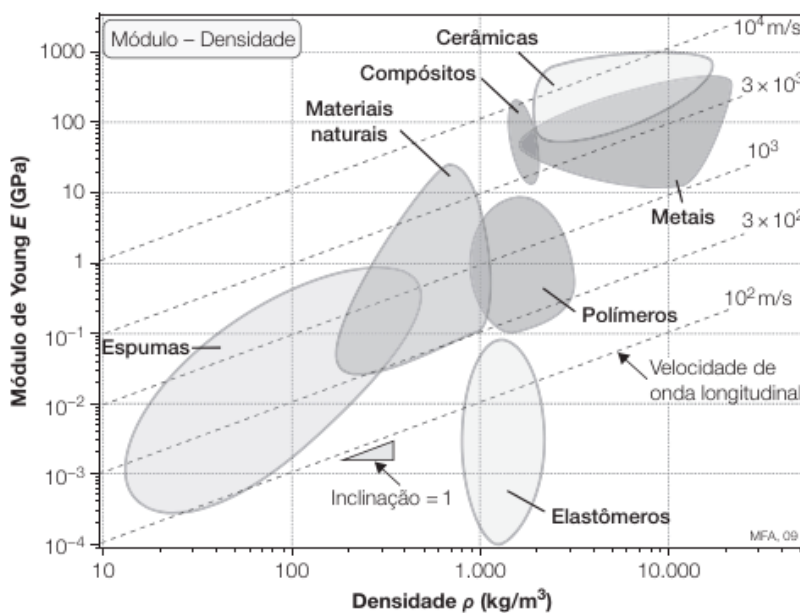
Atualmente, a mitigação do impacto ambiental tornou-se uma prioridade, principalmente devido às políticas de redução de resíduos e à utilização de materiais naturais de fontes renováveis, derivados e subprodutos. Esse enfoque é particularmente relevante no desenvolvimento de materiais “verdes” ou renováveis. Há um estímulo crescente em todo o mundo para a produção de materiais sustentáveis devido à escassez de recursos naturais, às alterações climáticas e ao aquecimento global, conforme abordado pela COP 26 (ALLAM et al., 2022).

Neste contexto, o tanino é um material fenólico natural encontrado em plantas em diferentes proporções e não representa nenhuma toxicidade ao ser humano, nem por absorção ou mesmo por ingestão. Atualmente, este fenólico natural apresenta uma grande relevância na produção de materiais porosos de carbono, como aerogéis, criogéis e xerogéis, devido sua abundância e natureza atóxica (BRAGHIROLI et al., 2019); VERA; URBANO, 2021), além de destacar seu uso na produção de espumas de carbono para aplicações eletromagnéticas (LETELLIER et al., 2015).

Os aerogéis de carbono tem sido pesquisados principalmente para aplicações de armazenamento de energia, como adsorventes (CHHAJED et al., 2022; DILAMIAN; NOROOZI, 2021), além disso, o processo de obtenção é oneroso pois requer excessivas troca de solventes e secagem em condições supercríticas. Em contraste, o xerogel de carbono a partir do polifenólico natural tanino pode ser produzido por uma rota sustentável simples e de baixo custo.

Os xerogéis de carbono a partir do tanino, possuem uma estrutura tridimensional baseada em partículas esféricas (CASTRO-GUTIÉRREZ et al., 2019) interligadas e envoltas por porosidade. Esses nódulos que compõem a estrutura são denominados “colar de pérolas”, onde o tamanho da pérola e compactação depende diretamente da sua síntese, fator que influencia diretamente na densidade do material final. A estrutura do material, bem como a densidade, pode ser ajustada por algumas variáveis de síntese como pH da solução inicial, concentração dos reagentes (precursor e agente reticulante), o uso do surfactante, o qual vai preservar a porosidade do material, além da forma de secagem (AMARAL-LABAT et al., 2013a). Os materiais naturais estão entre os materiais leves, após as espumas como pode ser observado na Figura 1.2.

Figura 1.2 - Diagrama de Ashby.



Fonte: Adaptado de Ashby (2012).

O xerogel de carbono poroso, portanto, destaca-se como um material estratégico por sua simples síntese e ser de baixo custo, além de permitir que ajustes das propriedades finais sejam feitas e permitir que o material seja utilizado na forma de pó ou ainda na forma de monólitos. Desta forma, materiais cujas características podem ser ajustadas durante os processos de síntese são aliados fundamentais na obtenção de MAREs. No entanto, a baixa condutividade do xerogel de carbono ainda não favorece sua aplicação de forma pura neste campo. Portanto, o xerogel de carbono, NTC e o RGO, quando combinados em compósitos, podem apresentar propriedades físico-químicas que favorecem a correspondência de impedância e a atenuação de ondas EM (PENG et al., 2021), explorando diferentes mecanismos de perda (SANI et al., 2023). Desta forma a combinação desses materiais pode apresentar características físico-químicas favoráveis para atenuar ondas eletromagnéticas.

Neste trabalho, esses materiais foram desenvolvidos para exibir características atraentes e ideais, como leveza, elevada condutividade elétrica e porosidade, buscando otimizar as características que permitam sua eficácia na atenuação da onda eletromagnéticas, com aplicações tanto nas áreas civil, militar e aeroespacial. Além disso, o material utilizado em maior proporção possui síntese elaborada por uma metodologia simples, ou seja, de fácil escalonação em larga escala, baixo custo e caráter sustentável. Ademais, a utilização de compósitos de carbono na matriz polimérica flexível demonstra eficácia ao aumentar a moldabilidade para revestimento de superfícies.

Assim, esta pesquisa aborda as propriedades eletromagnéticas do material compósito de estrutura carbonosa em matriz de silicone, revelando potencial promissor no desenvolvimento de um absorvedor de radiação eletromagnética flexível, sustentável e de baixo custo. Essas propriedades são particularmente relevantes para as faixas de frequência nas bandas X e Ku, podendo ser aplicadas em dispositivos das tecnologias atuais e futuras.

1.2 Objetivo geral

O principal objetivo desse trabalho é avaliar as propriedades eletromagnéticas de xerogéis de carbono puros e na presença de aditivos nanoestruturados,

(nanotubo de carbono, óxido de grafeno reduzido) em função das suas propriedades porosas e estruturais.

1.2.1 Objetivos específicos

- Sintetizar os xerogéis de carbono a partir de um polifenólico natural (tanino);
- Projetar, fabricar e ajustar o sistema para síntese do aditivo nanotubo de carbono;
- Sintetizar os aditivos nanotubo de carbono e óxido de grafeno reduzido;
- Avaliar as propriedades físico-químicas dos xerogéis de carbono e comparar após a adição dos aditivos;
- Avaliar o comportamento eletromagnético dos materiais antes e após adição de nanoestruturas de carbono (NTC, RGO) na estrutura porosa;
- Caracterizar materiais desenvolvidos na faixa de frequência 8,2 a 18 GHz (bandas X e Ku) e comparar com dados da literatura.

1.3 Organização da tese

Os Capítulos da Tese estão organizados da seguinte maneira:

- No Capítulo 1, Introdução, é apresentada uma breve contextualização histórica sobre o MARE, abordando a progressão no desenvolvimento de materiais leves aplicados a essa área. Além disso, são contextualizados os materiais, como xerogel de carbono, nanotubo de carbono e óxido de grafeno;
- Capítulo 2: A base teórica dessa Tese está fundamentada no processo sol-gel para fabricação da resina, destacando a sustentabilidade dos materiais, como o tanino. É abordado também os principais materiais carbonosos usados neste estudo: o xerogel de tanino/carbono, o nanotubo de carbono, o grafeno e o óxido de grafeno reduzido. Além disso, abrange as teorias relacionadas às propriedades eletromagnéticas;
- Capítulo 3: Neste capítulo, é apresentada a metodologia empregada para a síntese dos materiais utilizados nesta tese, abrangendo a produção do xerogel de tanino, xerogel de carbono, nanotubo de carbono e óxido de

grafeno (GO) e posterior redução pelo método térmico, produzindo o RGO. Também são detalhadas as análises morfológicas e estruturais dos materiais carbonosos, juntamente com a caracterização eletromagnética dos compósitos carbonosos incorporados em uma matriz polimérica;

- Capítulo 4: Os Resultados e Discussões deste estudo são apresentados, abrangendo as caracterizações morfológicas, estruturais dos materiais carbonosos, além das análises eletromagnéticas dos compósitos, incluindo o xerogel de carbono puro e com aditivos nanoestruturados em matriz polimérica;
- Capítulo 5: Nesse Capítulo, é apresentado a Conclusão da Tese;
- Capítulo 6: Sugestões para trabalhos futuros.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A fundamentação teórica está baseada nos principais assuntos que serão abordados. Está dividida em tópicos com o objetivo de apresentar aspectos teóricos que serão entendidos e aplicados no desenvolvimento da tese.

2.1 Processo sol-gel

O processo sol-gel (ou método sol-gel) foi empregado em escala industrial em 1939 (HIRATSUKA; SANTILLI; PULCINELLI, 1995). Nesse processo, o produto final é formado por reações químicas irreversíveis (polimerização, envelhecimento e secagem) e, é realizado em baixas temperaturas (geralmente menores que 100°C) e no estado líquido (BOKOV et al. 2021). O termo sol é definido como dispersão de partículas coloidais estáveis em um fluido. Enquanto o gel é o sistema formado pela estrutura rígida de partículas coloidais (gel coloidal) ou de cadeias poliméricas (gel polimérico) que imobiliza a fase líquida nos seus interstícios (HIRATSUKA; SANTILLI; PULCINELLI, 1995).

Neste meio reacional, a adição é a primeira reação entre o precursor principal e o agente reticulante resultando em espécies reativas, que se condensam em oligômeros de baixo peso molecular. Essas espécies reativas crescem por reações de policondensação liberando moléculas de água ou álcool, dependendo do precursor. Ao se ramificar, as cadeias poliméricas vão continuamente crescendo até a rede sólida ocupar todo o volume e o sistema formar um gel e este passa a se comportar como um sólido (AMARAL-LABAT, 2018). Os géis coloidais, portanto são formados por partículas sólidas que formam a rede tridimensional, e macroscopicamente podem ter aparência esférica (MEJIA SANCHEZ, 2014).

A transição sol-gel é dependente das condições do meio (temperatura e pH) e ocorre quando a macromolécula formada se torna insolúvel e se transforma em um gel. A gelatinização é observada quando a solução se torna um sistema viscoso de caráter sólido-elástico (SATOSHI, 1995) e normalmente é visualizada a olho nu, somente com a inclinação do recipiente em que a solução original foi estocada, em um ângulo de 45°. O gel resultante é um material de ampla porosidade, formada por uma rede sólida tridimensional e contínua que aprisiona

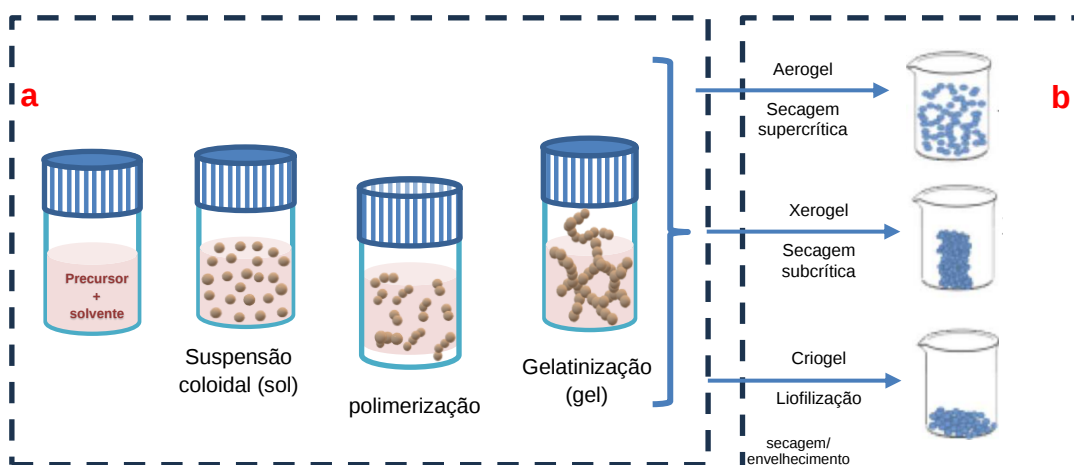
o solvente nos seus interstícios, ou seja, na estrutura de “nódulos” interconectados (AMARAL-LABAT, 2018). A estrutura nodular formada é característica de géis, principalmente oriundos de precursores fenólicos e normalmente denominada como “colar de pérolas”. O gel formado é denominado aquagel ou hidrogel quando se usa água como solvente, ou alcoolgel quando o um solvente é um álcool. Outros solventes como acetona e etanol também podem ser usados, por exemplo, em síntese de xerogel com objetivo de reduzir a força capilar e diminuir o colapso da estrutura do material durante a secagem.

Efetivamente a etapa mais crítica na preservação da porosidade do material final é a etapa de secagem do gel úmido, onde ocorre a substituição do líquido presente na estrutura tridimensional por ar, através da remoção do solvente. A evaporação do líquido nos poros ocorre de forma que uma fina camada de líquido que permanece na porosidade do sólido é evaporada. Neste momento de secagem, forças capilares podem não ser evitadas provocando retração dos poros (AMARAL-LABAT, 2018). Alguns tipos de métodos de secagem de géis são conhecidos e tem suas peculiaridades e impactos na formação da estrutura e porosidade do material. O método de secagem subcrítica, ou seja, em condições de pressão atmosférica é o mais almejado por ser simples e de baixo custo, comparado aos outros métodos existentes, porém o produto formado, normalmente sofre muita retração durante a secagem, perdendo grande parte da porosidade. Neste caso o produto gerado é denominado xerogel. Os outros dois métodos de secagem do hidrogel são a liofilização no qual o hidrogel é congelado e liofilizado, produzindo o criogel, um produto que possui muitas fissuras e baixa resistência mecânica quando usado em monólito e a secagem supercrítica, onde ocorre a elevação da temperatura e pressão do solvente que ocupa a porosidade acima do ponto crítico, gerando o aerogel, normalmente um material com grande parte da porosidade preservada. No entanto, esses dois métodos possuem desvantagens como a repetida troca de solventes, a dificuldade de implementação em larga escala e o último ainda requer o uso de elevadas temperaturas e pressão, dependendo do solvente utilizado.

Neste trabalho é aplicado a técnica de secagem subcrítica, utilizando condições ambientes de temperatura e pressão para secagem do xerogel de tanino. Desta

forma, a evaporação direta do líquido em condições de temperatura ambiente vai além dos poucos trabalhos apresentados na literatura, que não usam pressão, porém a temperatura é uma variável obrigatória. Ademais, o presente trabalho propõe a utilização de um fenólico natural, ao invés dos fenólicos sintéticos, tóxicos e onerosos, como o resorcinol e o fenol, que são explorados de forma intensa na literatura. O esquema da transição sol-gel e os três tipos de secagem é mostrado na Figura 2.1.

Figura 2.1 - Ilustração esquemática do processo sol-gel e os produtos obtidos.



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

Atualmente, o componente fenólico natural, o tanino, é amplamente pesquisado na produção de géis orgânicos e géis de carbono (AMARAL-LABAT et al., 2013a; BRAGHIROLI et al., 2019; CASTRO-GUTIÉRREZ et al., 2019; GRISHECHKO et al., 2016; REY-RAAP et al., 2016). Neste trabalho, o tanino é utilizado como precursor de hidrogel através do uso do processo sol-gel e secagem pelo método de secagem subcrítica, com finalidade de produzir um xerogel sustentável.

2.2 Tanino

Os taninos originam de fonte natural e são compostos versáteis de grupos polifenólicos condensados encontrados em abundância na natureza (REY-RAAP et al., 2016) e de grande interesse nas indústrias. O tanino é a segunda fonte natural de compostos fenólicos depois da lignina. São solúveis em água e estão

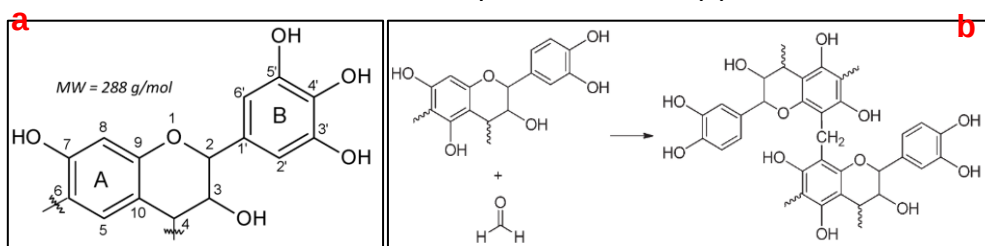
presentes em frutos ou várias partes da planta (VERA; URBANO, 2021) e cascas de árvores, os quais podem ser transformados em precursores de materiais carbonosos. A extração de extrato de tanino mimosa, uma das maiores fontes mundiais de extratos de tanino comercial, vem sendo processada desde o século XX. É uma extração muito lucrativa, em torno de 28 a 33 % do peso original da casca da árvore ou da madeira (BRAGHIROLI et al., 2019). O processo de extração consiste na lixiviação aquosa da casca. A extração do tanino é baseada em utilização de solvente aquoso, normalmente recuperados em temperaturas amenas (50-110 °C). Após a extração, a solução é concentrada por evaporação para recuperação do tanino, um recurso aromático natural e abundante que o torna como fonte renovável e pode ser usado em diversas aplicações.

As maiores concentrações de taninos podem ser extraídas em cascas de árvores, incluindo casca de mimosa (*Acácia mearnsii* e *Acácia mollissima*), casca de pinheiro (*Pinus radiata* e *Pinus nigra*), madeira de quebracho (*Schinopsis balansae* e *Schinopsis lorentzii*) e madeira de castanheiro (*Castanea sativa*) (BRAGHIROLI et al., 2019; VERA; URBANO, 2021). Os taninos extraídos dos vegetais é uma alternativa sustentável e normalmente são usados como agente de curtimento transformando peles em couro, e ainda podem ser empregados na fabricação de alimentos, cosméticos, na indústria farmacêutica, na produção de resinas fenólicas, e na produção de materiais porosos. Neste último, o uso do tanino é favorecido devido a presença, quantidade e localização dos grupos fenólicos OH encontrados na estrutura fenólica do tanino, permitindo que a reação de polimerização tenha elevado rendimento. Para tal, as reações de polimerização são realizadas na presença do formaldeído ou ainda como aditivos para aprimorar as propriedades de novos materiais, destacando principalmente vantagem ambiental (VERA; URBANO, 2021).

Neste trabalho vamos enfatizar como principal precursor do gel de carbono, o tanino da acácia mimosa (*Acácia mearnsii*) juntamente com o surfactante Pluronic-F127, no intuito de diminuir as tensões de superfície durante a secagem. O tanino é um material de interesse se tratando de sustentabilidade, além de ser renovável, barato e não tóxico podendo ser usado por exemplo na

produção de vinhos tintos. Os taninos podem ser classificados como: hidrolisáveis e condensados (VERA; URBANO, 2021). O tanino mimosa é classificado como condensado exibindo uma estrutura complexa e heterogênea, com sítios altamente reativos em sua composição, os quais propiciam a polimerização e condensação sob condições ácidas ou alcalinas. Os taninos condensados são baseados em diferentes unidades de flavonoides derivados do flavan-3-ols ou flavan-3,4-diols (ARBENZ; AVÉROUS, 2015). No extrato de tanino de acácia, o principal composto é a prorobitidina Figura 2.2a.

Figura 2.2 - Estrutura química da unidade flavonoide do tanino condensado (a); Mecanismos de reação de um monômero de tanino condensado com formaldeído resultando em pontes metileno (b).



Fonte: Adaptado de Amaral-Labat et al., (2013a); Arbenz; Avérous, (2015) e Braghirolli et al. (2019).

No anel A (Figura 2.2b) pode conter um ou dois grupos hidroxila nas posições 3, 7. O anel B pode ter dois ou três grupos OH nas posições 3', 4', 5' (AMARAL-LABAT et al., 2013a; SZCZUREK et al., 2011). Na síntese de gel de tanino, o agente reticulante mais frequentemente empregado é o formaldeído para a produção do gel. A polimerização acontece devido a posição dos grupos OH nas unidades flavonoides dos taninos condensados, especialmente com flavonoides presentes no anel A, por meio de ligações de pontes de metileno ($-\text{CH}_2-$). Os anéis B são capazes de promover reação com o formaldeído em um meio mais reativo, ou seja, em condições mais ácidas ou mais alcalinas (BRAGHIROLI et al., 2019). Após a formação de pontes de metileno, a espécie por sua vez reagirá com outra molécula de tanino para a formação da macromolécula. A formação da rede tridimensional reticulada diminui com a polimerização e o aumento da macromolécula impedindo sua mobilidade, devido ao tamanho e configuração da molécula, e dificultando a formação de novas ligações cruzadas (ARBENZ;

AVÉROUS, 2015). Por esse motivo, a etapa de “envelhecimento” do gel é um estágio importante, pois garante que o maior número de ligações seja estabelecido. Após a síntese, o material deve ser seco sob condições que preservem a porosidade. Neste trabalho a secagem subcrítica conforme explicado na Seção 2.1, ou seja, secagem em condições ambientes foi realizada com o intuito da simples produção do material e favorecimento de uma produção futura do material em larga escala.

Após a etapa de secagem esses géis podem ser transformados em materiais porosos de carbono após o processo de pirólise ou carbonização (ELKHATAT; AL-MUHTASEB, 2011). Durante esses processos, o gel poroso é convertido em material carbonoso sob as condições de temperatura e atmosfera controlada de N_2 ou Ar. Esses materiais possuem propriedades interessantes como boa resistência mecânica, condutividade elétrica, armazenamento de energia entre outras. Essas propriedades estão sendo exploradas continuamente em aplicações que envolvem materiais de carbono poroso, como por exemplo, revestimento para proteção contra ondas eletromagnéticas usadas na área aeroespacial, eletrodo de bateria, supercapacitores ou célula combustível devido sua capacidade de armazenar energia. Também podem ser usados como adsorventes na remoção de poluentes de água, quando funcionalizados como catalisador na produção de biocombustível ou em reações de purificação e síntese de produto químico. Uma outra condição é fabricação de compósitos combinando com polímeros para aumentar a resistência mecânica, rigidez e para uso de isolamento térmico.

Neste trabalho o tanino é usado como precursor principal de carbono não somente devido ao baixo custo e as características sustentáveis, mas também devido a baixa massa específica resultando em diminuição de peso e na manufatura de compósitos, o que caracteriza um grande potencial para aplicação como absorvedor de radiação eletromagnética ou para aplicação em blindagem de interferência eletromagnética. Além disso, dependendo do método de preparação, da natureza, concentração e composição química dos precursores, a estrutura porosa final do material pode ser controlada (MATOS et al., 2006; REY-RAAP; ANGEL MENÉNDEZ; ARENILLAS, 2014). Para algumas

aplicações a produção de compósitos de carbono também pode ser uma alternativa na tentativa de potencializar algumas características, visando uma otimização da resposta na aplicação final. Portanto, neste trabalho, optamos pela síntese e adição de materiais carbonosos nanoestruturados, como o nanotubo de carbono e o óxido de grafeno no xerogel de carbono poroso.

2.3 Carbonização de materiais porosos

Materiais carbonosos derivados de biomassa ou ainda outros materiais nanoestruturados como o grafeno e os nanotubos de carbono podem ser sintetizados e são explorados por ter propriedades de boa condutividade elétrica (TANG et al., 2014), estrutura porosa ajustável, estabilidade química e térmica (YIN et al., 2023) e tem propriedades favoráveis para aplicações como proteção contra radiação de ondas eletromagnéticas (CASTRO-GUTIÉRREZ et al., 2019; CELZARD; FIERRO, 2020; MEDEIROS et al., 2022), armazenamento de energia térmica (ZHONG et al., 2010), célula combustível (TANG et al., 2014), baterias de lítio (SULTANOV et al., 2023), supercapacitores (YIN et al., 2023) entre outras.

Alguns métodos de produção de materiais carbonosos derivados de biomassa ou nanoestruturados são destacados (ZHANG et al., 2019b). Os materiais de carbono podem ser produzidos via processo termoquímico: por pirólise, carbonização hidrotérmica ou deposição química a partir da fase vapor (CVD). A determinação do método a ser utilizado para conversão em material carbonoso depende da biomassa selecionada e do tipo de propriedade desejada no material final. Nesse trabalho, nos limitamos ao processo de pirólise e deposição química a partir da fase vapor (CVD).

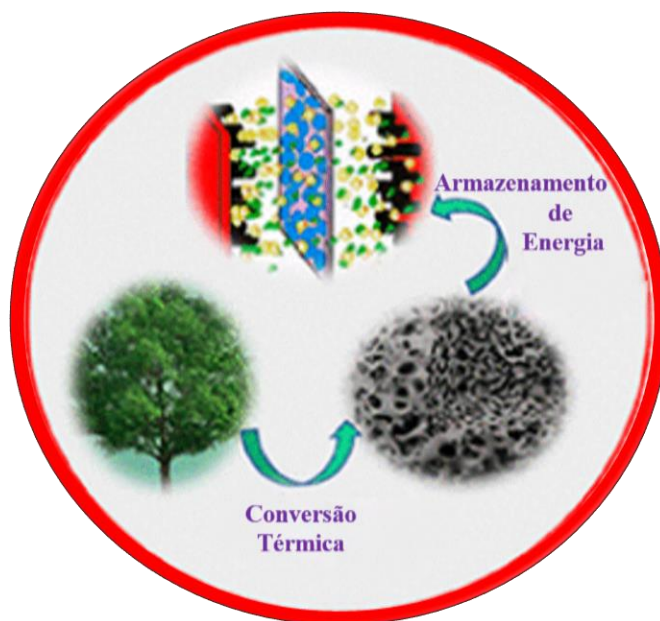
O processo termoquímico de pirólise decompõe a biomassa sob atmosfera inerte e temperaturas elevadas, geralmente entre 350° C e 1100°C por período em aproximadamente 1-2 horas. A biomassa pode ser convertida em gases, bio-óleo, biocarvão (TAN et al., 2021). A pirólise ou carbonização pelo método convencional ocorre em um forno tubular, onde o calor é gerado transferido para a biomassa. Este é o processo com baixo teor de umidade.

2.4 Sustentabilidade

A sustentabilidade ainda é um desafio global. A crescente demanda por materiais sustentáveis tem motivado pesquisadores em busca de alternativas que possam substituir materiais que causam impactos ambientais negativos. Neste contexto, materiais nanoestruturados de origem natural, renovável e sustentável são promissores e relevantes.

O uso de recursos naturais ou fonte renováveis de maneira consciente é uma alternativa que vem sendo praticada e pode evitar degradação ambiental irreversível ou até mesmo inviabilidade econômica. O bio-fenólico tanino é encontrado em diversas fontes naturais extraído da lasca ou casca da madeira com soluções aquosas quente e secas por *spraydryer* (CELZARD; FIERRO, 2020). É um bio-recurso de boa reprodutibilidade, tem custo baixo e está disponível comercialmente. Esse tipo de material, tem caráter renovável, possui ausência de toxicidade, tem alta reatividade na presença de alguns aldeídos, é solúvel em água e, além de possuir um alto rendimento de carbono, oferece benefícios notáveis como a substituição do uso de materiais sintéticos e tóxicos como o resorcinol e o fenol, pois apresenta um custo de cerca de 39 e 86 vezes mais barato comparado a estes sintéticos, respectivamente (AMARAL-LABAT et al., 2021). O tanino condensado é uma alternativa biodegradável precursora para obter um material de carbono com estrutura porosa, de peso leve, é de grande interesse e podem ser usados em soluções tecnológicas (CELZARD; FIERRO, 2020). A Figura 2.3 ilustra um processo sustentável de produção de material carbonoso.

Figura 2.3 - Ilustração esquemática do processo sustentável de produção de material carbonoso.



Fonte: Adaptado de Yin et al. (2023).

Os materiais de carbono são amplamente aplicados em diversas áreas para contribuir de forma versátil com a preservação do meio ambiente, eficiência energética (CHEN et al., 2020) e solução de problemas de interferência eletromagnética. Materiais ecologicamente corretos possuem propriedades que se destacam e são desejáveis em aplicações na área aeroespacial, militar e civil. Esses materiais desempenham um papel fundamental, principalmente na absorção de ondas eletromagnéticas, e eficiente na blindagem eletromagnética (GU et al., 2021). Devido as novas leis ambientais, existe uma necessidade contínua de utilizar materiais mais sustentáveis para limitar o impacto ambiental. Alguns exemplos incluem o emprego de carvão ativado oriundos de resíduos de biomassa, aerogel, criogel ou xerogel de taninos, bem como os materiais porosos produzidos a partir do licor negro. Esses materiais são produzidos de forma "verde" e utilizados na fabricação de materiais carbonosos sustentáveis (TITIRICI et al., 2015). O desenvolvimento de novos materiais usando recursos renováveis incluindo a biomassa de lignina, celulose entre outras fontes e

sínteses mais flexíveis se tornou cada vez mais atraente e significativo (TITIRICI et al., 2015).

O processo de pirólise assistida por micro-ondas é uma alternativa energeticamente eficiente e que economiza tempo, pois gera calor localizado (BARRA et al., 2022). Um processo alternativo é a carbonização hidrotérmica, onde o teor de umidade é mais elevado. A decomposição ocorre em presença de água e biomassa em autoclave aquecida a temperatura entre 150 °C e 350 °C, sob pressão autógena. É uma técnica econômica e ecológica. Este método de conversão de material “verde” pode favorecer características do material carbonoso, como área superficial, porosidade, grupos funcionais ou até hidrofobicidade (FONSECA, 2023), porém dependem de fatores, como tipo de precursor, características e tamanho das partículas, além de condições de reação como temperatura, taxa de aquecimento e tempo de permanência (CHEN et al., 2020).

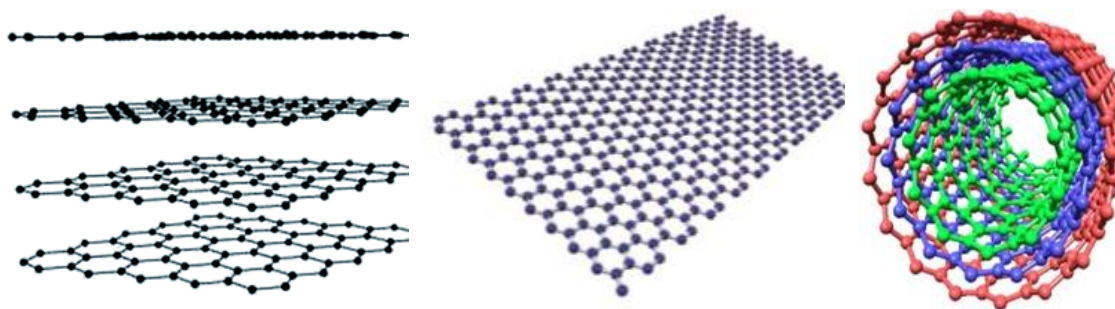
2.5 Nanotubo de carbono

O Carbono (C) é o elemento químico mais abundante na biosfera, depois do oxigênio (QIN; BROSSEAU, 2012a; TITIRICI et al., 2015). Em suas diferentes formas alotrópicas, o carbono puro ocorre de diversas formas, incluindo diamante, grafite, fulereno e nanotubos de carbono (NTCs) (QIN; BROSSEAU, 2012^a; RATHINAVEL; PRIYADHARSHINI; PANDA, 2021). Em 1975, Endo observou pela primeira vez o Nanotubo de Carbono (NTC). Posteriormente, em 1991 Sumiolijima conduziu sua primeira tentativa de sintetizar NTC de parede múltipla pelo método de evaporação por arco (ALI et al., 2023; LIU et al., 2023; RATHINAVEL; PRIYADHARSHINI; PANDA, 2021), resultando em uma descoberta de grande importância (DRESSELHAUS et al., 2004). Os nanotubos são classificados em três tipos principais: Nanotubos de Carbono de Parede Simples (NTCPS), Nanotubos de Carbono de Parede Dupla (NTCPD) e Nanotubos de Carbono de Paredes Múltiplas (NTCPM), dependendo no número de camadas de grafeno presentes em suas estruturas (GAO et al., 2023).

O nanotubo de carbono tem sua morfologia de formato cilíndrico com característica interna oca e parede composta de camadas simples ou múltiplas

de folhas de grafeno (RATHINAVEL; PRIYADHARSHINI; PANDA, 2021). Basicamente o grafeno é produzido a partir do grafite. O nanotubo de carbono é formado a partir do grafite 2D (grafeno) (ANTUNES, 2007) que é um arranjo de átomos de carbono e sua estrutura é disposta em camadas planas arranjadas em formato hexagonal (RATHINAVEL; PRIYADHARSHINI; PANDA, 2021). A folha de grafeno é enrolada mantendo um raio interno, formando NTC como representando na Figura 2.4:

Figura 2.4 - Ilustração de alguns alótropos do carbono: Grafite (a), Grafeno (b), Nanotubo de Carbono de Parede Múltiplas(c).



Fonte: Qin; Brosseau, (2012a), Rathinavel; Priyadharshini; Panda, (2021) e Singh; Kumar; Singh (2016).

Neste estudo é enfatizado a síntese do nanotubo de carbono de paredes múltiplas, que normalmente possuem diâmetros nanométricos e comprimento da ordem de micron. O NTC de parede múltipla tem boa capacidade de perda dielétrica e capacidade de absorção de micro-ondas (DELFINI et al., 2018; QIN; BROSSEAU, 2012a).

Os nanotubos de carbono são amplamente pesquisados devido às suas excelentes propriedades físico-químicas (LIANG et al., 2018). As propriedades desse material nanoestruturado, tornam o NTC favorável para uma ampla gama de aplicações. Essas incluem áreas como blindagem eletromagnética, armazenamento e conversão de energia, bem como a utilização em sensores. (GAO et al., 2023). A morfologia dos nanotubos de carbono varia de acordo com o método de obtenção, as condições de temperatura, tempo e pressão, além dos reagentes precursores gases ou sólidos de carbono e os catalisadores utilizados (PANDEY; THOSTENSON, 2012).

Materiais com perdas dielétricas, como os carbonosos, normalmente são empregados como material absorvedor de micro-ondas contra interferência eletromagnética (FAN et al., 2021). Esses materiais são eficientes na absorção de ondas eletromagnéticas e usam normalmente mecanismos de perda, como por exemplo, perda por polarização de elétrons, perda por polarização interfacial dentre outros mecanismos para alcançar a atenuação da onda (ZENG et al., 2020). Uma forma de bloquear ondas eletromagnéticas por meio de absorção tem sido amplamente estudada. Neste contexto, os nanotubos de carbono tem propriedades que podem favorecer em diversas aplicações devido a boa propriedade mecânica, baixa densidade, fácil processamento (FAN et al., 2021; GUPTA; TAI, 2019), alta área de superfície específica, boa condutividade elétrica e térmica (JIANG et al., 2023) e estabilidade química (FAN et al., 2022).

Algumas técnicas para síntese do nanotubo de carbono utilizadas são: deposição química via fase vapor (do inglês *Chemical Vapor Deposition CVD*), descarga de arco elétrico, ablação a laser, processo de síntese térmica, crescimento na fase de vapor, síntese de chama e deposição de vapor químico aprimorada por plasma (PECVD) e método eletroquímico (GUPTA; TAI, 2019; RATHINAVEL; PRIYADHARSHINI; PANDA, 2021). O método de síntese CVD pode produzir em grande quantidade o NTC, um rendimento em torno de 90 %, alta pureza, baixo custo e pode formar nanotubos de formas variadas incluindo pó, alinhado, emaranhado, reto, curvo, e entre outras (LIM et al., 2021). A síntese CVD de nanotubos utiliza um catalisador metálico que afeta a qualidade e pode aprimorar as características desejadas dos nanotubos. As partículas catalisadoras atuam como locais de nucleação, decompondo os hidrocarbonetos no calor e promovendo a formação dos nanotubos de carbono por meio de nova nucleação (POURABDOLLAHI; ZAREI, 2020). Em um forno aquecido a temperatura de 700 a 900 °C, na presença de um substrato, é adicionado gradualmente uma mistura catalisadora que podem ser compostas por gases acetileno, metano ou etileno, onde esses hidrocarbonetos se decompõem e os gases de arraste são argônio e hidrogênio (RATHINAVEL; PRIYADHARSHINI; PANDA, 2021; TOLEDO, 2022).

Neste trabalho, o método de síntese dos nanotubos de carbono é o CVD térmico. Ele envolve a decomposição térmica de um precursor sólido, como a cânfora, que atua como fonte de carbono. O ferroceno é utilizado como catalisador metálico, essencial na síntese do NTC, podendo ser gerado *in situ* ou deposição em substrato (ALMEIDA, 2013).

2.6 Grafeno, óxido de grafeno e óxido de grafeno reduzido

O óxido de grafite é o material mais usado para síntese de grafeno na atualidade (SINGH; KUMAR; SINGH, 2016). O grafeno também é um dos principais alótropos do carbono (SINGH; KUMAR; SINGH, 2016). Possui estrutura bidimensional, composto por uma camada atômica de átomos de carbono com hibridização sp^2 , e tem propriedades de alta área superficial, boa flexibilidade, estabilidade química, alta condutividade elétrica e térmica, que torna o material promissor em algumas aplicações (SARDINHA, 2022).

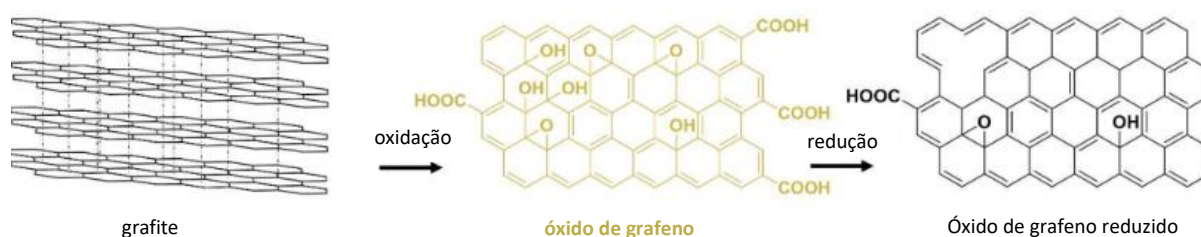
Materiais envolvendo grafeno e seus derivados de óxido de grafeno ou óxido de grafeno reduzido tem atraído interesse nas pesquisas de Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética (MARE) e materiais para blindagem eletromagnética, devido sua baixa densidade, alta condutividade elétrica, propriedades dielétricas (LIU et al., 2023; RUIZ-PEREZ et al., 2022). O grafeno é um material que se destacou rapidamente no campo da ciência e da pesquisa dos materiais (CHEN; FENG; LI, 2012). É composto por uma folha planar de carbono com apenas um átomo de espessura, apresentando uma estrutura cristalina do tipo colmeia de abelha, composta exclusivamente por átomos de carbono com ligações tipo sp^2 (ADETAYO; RUNSEWE, 2019; CHEN; FENG; LI, 2012; COMPTON; NGUYEN, 2010; SINGH; KUMAR; SINGH, 2016).

O óxido de grafeno é amplamente utilizado na preparação de filmes de grafeno reduzido (DIDEIKIN; VUL', 2019) devido à uma síntese simples. No entanto, pesquisas mostraram que os materiais derivados do óxido de grafeno podem apresentar imperfeições devido aos defeitos durante o processo de redução (ELMAHAISHI et al., 2022). Apesar disso, estudos revelaram potencial aplicação promissora do nanomaterial óxido de grafeno em tecnologias verdes, incluindo

por exemplo o armazenamento de energia, devido suas propriedades químicas, ópticas e eletrônicas (DIDEIKIN; VUL', 2019; SINGH; KUMAR; SINGH, 2016).

O óxido de grafeno é um precursor do grafeno (CHEN; FENG; LI, 2012) sintetizado a partir de óxido de grafite. Este GO é geralmente obtido por oxidação do pó de grafite natural com vários oxidantes em meio ácido (SINGH; KUMAR; SINGH, 2016). A síntese do grafeno pode ser baseada por processos químicos, térmicos ou de redução por micro-ondas (SINGH; KUMAR; SINGH, 2016). Uma ilustração esquemática do grafite, óxido de grafeno e óxido de grafeno reduzido (RGO) é mostrado na Figura 2.5.

Figura 2.5 - Ilustração da produção química de GO a partir de grafite.



Fonte: Adaptado de Barra et al. (2022).

Existem alguns métodos para a síntese de grafeno de alta qualidade, como a esfoliação micromecânica de grafite altamente ordenado, o crescimento epitaxial e a deposição química de vapor (CVD) (SINGH; KUMAR; SINGH, 2016). No entanto, para a produção de GO, existe um método mais simples e econômico disponível. O óxido de grafeno pode ser obtidos por esfoliação ou sintetizados por via seca ou úmida (SARDINHA, 2022). Durante a síntese, o grafite em pó passa por esfoliação e oxidação ácida, usando técnicas já descritas na literatura por Brodie (1859), Staudenmaier (1898), Hummers e Offeman (1958) e Tour Marcano et al., (2010), bem como métodos modificados e melhorados dessas abordagens.

Em 1859, Brodie (HUMMERS; OFFEMAN, 1958) apresentou a primeira síntese de óxido de grafite, na qual ele conseguiu oxidar um material de grafite. Ele adicionou grafite com cloreto de potássio ($KClO_3$) e solubilizou a mistura em

ácido nítrico fumegante (HNO_3) para oxidar a grafite (SINGH; KUMAR; SINGH, 2016).

Buscando aprimorar a síntese a partir do primeiro método, Staudenmaier em 1898 adicionou excesso de agente oxidante e ácido sulfúrico (H_2SO_4) com objetivo de aumentar a acidez da mistura, além de adicionar algumas frações de KClO_3 durante o curso da reação. O produto obtido foi um material grafítico mais oxidado. Tanto no método de Brodie quanto no método de Staudenmaier, o inconveniente é que ambos geram gases ClO_2 , que são tóxicos e explosivos, além de ter metodologia que levam um tempo maior para sintetizar (SINGH; KUMAR; SINGH, 2016), mais de 1 semana para se obter o produto. Os métodos de síntese apresentam suas vantagens e desvantagens.

Em 1937, Hoffeman introduziu outro método, no qual utilizou cloreto de potássio combinado com ácido sulfúrico e ácido nítrico concentrados. Essa combinação serviu como fonte *in situ* de dioxigênio, formando uma espécie reativa no processo.

Em busca de um método mais seguro, sem liberação de gás tóxico e com um menor tempo de síntese, Hummers e Offeman em 1958 resolveram por uma rota química misturar o grafite, nitrato de sódio e permanganato de potássio e ácido sulfúrico (HUMMERS; OFFEMAN, 1958). Depois esta solução foi diluída com água e em seguida o Peróxido de Hidrogênio foi adicionado para reduzir permanganato e dióxido de manganês residual. O material obtido foi centrifugado e seco a 40°C . Atualmente, esse é o método mais utilizado para sintetizar óxido de grafeno (MARCANO et al., 2010; SINGH; KUMAR; SINGH, 2016; YANG et al., 2014). Sintetizar o óxido de grafeno é vantajoso uma vez que a sua produção pode acontecer em larga escala, além de ser de fácil processamento (YU et al., 2020).

O óxido de grafeno reduzido (RGO) pode ser obtido por meio de métodos de redução do GO (SARDINHA, 2022), que incluem processos químico, eletroquímico e térmico (LIANG et al., 2018). A redução térmica do GO pode ser realizada em vácuo ou em atmosfera inerte. Normalmente é produzido sob aquecimento rápido do GO seco em temperatura alta e na presença do gás de

nitrogênio ou argônio (PEI; CHENG, 2012). A taxa de aquecimento rápida e o tempo de redução acelerado podem alterar o volume do óxido de grafeno (GO), além da área de superfície específica (YU et al., 2020). O RGO apresenta, aumento da condutividade elétrica (SINGH; KUMAR; SINGH, 2016) defeitos estruturais, alteração nos grupos funcionais do material, tornando esse material promissor na aplicação em materiais absorvedores de radiação eletromagnética (LIANG et al., 2018). Neste trabalho o método de síntese do óxido de grafeno utilizado foi por Hummers modificado devido ao fácil processamento. Posteriormente o óxido de grafeno foi reduzido termicamente.

Portanto, materiais carbonosos, como nanotubos de carbono, grafeno e óxido de grafeno reduzido (RGO), podem ser empregados como absorvedores de ondas eletromagnéticas. Esses materiais possuem propriedades que permitem aumentar a capacidade de absorção de micro-ondas (RUIZ-PEREZ et al., 2022).

2.7 Borracha de silicone

A borracha de silicone ou polidimetilsiloxano (PDMS) foi descoberta no início do século XX (LOPES, 2020). É um material isolante e dielétrico usado em aplicações de engenharia (ABD-ELHADY et al., 2023).

O silicone é um material polimérico semi-orgânico/inorgânico, composto por cadeia principal de siloxano e cadeia lateral de metila (WANG et al., 2021b), resultando em uma cadeia heterogênea composta por átomos de silício (Si) e oxigênio (O) intercalados. Essa estrutura apresenta grupos laterais metil ligados ao silício, o que confere estabilidade à cadeia e, conseqüentemente, proporciona ao silicone uma notável resistência química (LOPES, 2020).

A borracha de silicone possui uma cadeia polimérica que torna o material vantajoso como isolante elétrico, devido a ligação Si-O ter uma energia de ligação maior se comparado a energia da ligação C-C, tornando o material com capacidade principalmente de estabilidade térmica favorecendo a resistência quando exposto a fontes de energia, além da estabilidade química (CARNEIRO, 2018).

O silicone tem diversas aplicações, como na indústria automotiva, aeroespacial, (WANG et al., 2020, 2021b; ZHAO et al., 2018) e em revestimentos orgânicos. Além disso, possui potencial para ser utilizado como material de proteção térmica em espaçonaves (WANG et al., 2021b), entre outras aplicações. Suas propriedades favoráveis incluem estabilidade química e térmica (ZHAO et al., 2018), alta hidrofobicidade, flexibilidade (Chrusciel, 2015) e biocompatibilidade, além de boa propriedade dielétrica (EDUOK; FAYE; SZPUNAR, 2017). Atualmente, novas tecnologias na área de micro-ondas despertam interesse pelos materiais compósitos de substratos flexíveis (ISLAM et al., 2023), portanto, neste trabalho optou-se pela utilização de silicone como matriz polimérica com o intuito de obter um material flexível e moldável em diferentes configurações.

2.8 Propriedades eletromagnéticas

As propriedades elétricas e magnéticas do meio material são representadas pela permissividade elétrica ϵ , permeabilidade magnética μ e condutividade σ . Os parâmetros ϵ , μ e σ são denominados como propriedades intrínsecas de um material. Quando os parâmetros constitutivos são constantes, o meio material é homogêneo (ULABY, 2007).

2.8.1 Propagação de onda eletromagnética no meio material

As propriedades eletromagnéticas dos materiais estudados neste trabalho são caracterizadas com base na teoria que fundamenta o eletromagnetismo. As ondas EM são basicamente um meio de transportar energia (SADIKU, 2015). Em uma onda eletromagnética o campo elétrico variável no tempo produz um campo magnético e vice-versa, resultando na propagação de energia (WENTWORTH, 2006). Em um meio material, as ondas eletromagnéticas se propagam com perdas ou sem perdas (ULABY, 2016). Este padrão cíclico geralmente resulta em ondas eletromagnéticas se propagando através do espaço livre e no meio material. Quando uma onda se propaga através de um meio homogêneo sem interagir com obstáculos ou interfaces materiais, diz-se que é ilimitado. A propagação de ondas ocorre nos meios materiais, tais como, espaço livre onde $\sigma = 0, \epsilon = \epsilon_0, \mu = \mu_0$, dielétricos sem perdas ($\sigma = 0, \epsilon =$

$\varepsilon_r \varepsilon_0, \mu = \mu_r \mu_0$ ou $\sigma \ll \omega \varepsilon$), dielétricos com perdas ($\sigma \neq 0, \varepsilon = \varepsilon_r \varepsilon_0, \mu = \mu_r \mu_0$), bons condutores ($\sigma \approx \infty, \varepsilon = \varepsilon_0, \mu = \mu_r \mu_0$ ou $\sigma \gg \omega \varepsilon$), onde ω é a frequência angular das ondas. A interação ou propagação de ondas EM no meio material pode ser baseada a partir das quatro relações fundamentais (Equações 2.1 a 2.4) denominadas equações de Maxwell (ULABY, 2016):

$$\nabla \cdot D = \rho_v \quad (2.1)$$

$$\nabla \times E = -\frac{\partial B}{\partial t} \quad (2.2)$$

$$\nabla \cdot B = 0 \quad (2.3)$$

$$\nabla \times H = J + \frac{\partial D}{\partial t} \quad (2.4)$$

onde E e H são campo elétrico e magnético respectivamente, ρ_v é a densidade de carga elétrica por unidade de volume e J é a densidade de corrente por unidade de área.

2.8.2 Propriedades EM do meio material condutor e dielétrico

Os materiais podem ser classificados como condutor (metais) ou dielétricos (isolantes) de acordo com as magnitudes das suas condutividades. Em um material condutor os elétrons são livres, fracamente ligados aos átomos, e podem migrar de um átomo para o outro por meio da estrutura cristalina do material. Os elétrons estão ligados nas camadas mais externas de seus átomos. Na ausência de um campo elétrico externo, esses elétrons livres se movem em direções aleatórias e com velocidades variáveis. Seu movimento aleatório produz corrente média zero através do condutor. Ao aplicar um campo elétrico externo, no entanto, os elétrons migram de um átomo para o próximo na direção oposta à do campo externo (ULABY, 2016). Enquanto em um material dielétrico os elétrons das últimas camadas dos átomos estão fortemente ligados aos átomos (ULABY, 2016). Neste caso, se um campo elétrico externo for aplicado (E_{ext}), o material não apresenta o efeito de migração em massa de carga, no entanto o campo pode polarizar os átomos ou moléculas no material movendo o centro da nuvem de elétrons para longe do núcleo. Esse átomo polarizado é

denominado dipolo elétrico. Quando o deslocamento da corrente é muito maior que a corrente de condução o meio se comportará como um dielétrico, ou seja, $\omega\epsilon \ll \sigma$ ou $\sigma \approx 0$. Se $\sigma = 0$, então temos um dielétrico perfeito sem perdas (KRAUSS; FLEISCH, 2000) e se $\sigma = \infty$, tem-se um condutor perfeito.

Basicamente, as propriedades do material dielétrico podem ser caracterizadas em sua constante dielétrica (ou permissividade relativa, ϵ_r), permeabilidade magnética (μ_r) e sua condutividade (σ). Quando um material dielétrico apresenta perdas, suas propriedades podem ser caracterizadas principalmente pela permissividade e condutividade (IDA, 2015).

A relação entre as densidades de fluxo e os campos elétricos e magnéticos em um meio material é influenciada pelas propriedades desse meio, que são caracterizadas pela permissividade elétrica (ϵ) e pela permeabilidade magnética (μ) (IDA, 2015; LOPES, 2020). Essa relação pode ser expressa por meio das Equações 2.5 e 2.6:

$$\vec{D} = \epsilon \cdot \vec{E} \quad (2.5)$$

$$\vec{B} = \mu \cdot \vec{H} \quad (2.6)$$

Onde a excitação externa dos campos elétricos e magnéticos são dados por $\vec{E}, \vec{H}$, respectivamente. E a resposta no interior do material é dada pelas densidades de fluxo elétrica e magnética $\vec{D}, \vec{B}$, respectivamente. Em um material com condutividade, $\vec{J}$ é o vetor densidade de corrente de condução Pozar, (2011).

$$\vec{J} = \sigma \cdot \vec{E} \quad (2.7)$$

Os materiais absorvedores de micro-ondas se destacam por suas propriedades intrínsecas, como a permissividade elétrica e a permeabilidade magnética (ELMAHAISHI et al., 2022), que são caracterizadas no meio material pela interação dos campos elétrico e magnéticos da onda eletromagnética. Assim, ambas as propriedades descrevem os fenômenos capacitivos e dissipativos que ocorrem no interior do material, sendo expressas por componentes reais e imaginários (LOPES, 2020), respectivamente. A permissividade relativa

complexa é expressa pela Equação 2.8 utilizada para descrever como um material dielétrico interage com a energia eletromagnética em alta frequência (MENSAH et al., 2019).

$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (2.8)$$

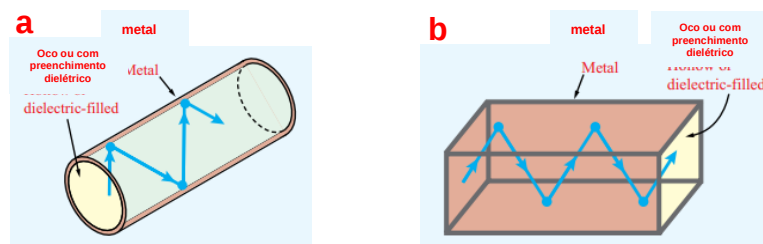
A parte real da permissividade (ε') representa a capacidade do material de armazenar a energia das ondas EM com a interação do campo elétrico que pode estar polarizado. A parte imaginária (ε'') está relacionada com a capacidade do material em absorver das ondas eletromagnéticas (SANI et al., 2023), seja por dissipação da energia ou perda por reflexão, devido ao alinhamento de dipolos, ressonância e condução (RUIZ-PEREZ et al., 2022; ZHANG et al., 2018).

2.8.3 Guia de ondas

Um dos primeiros marcos na engenharia de micro-ondas foi o desenvolvimento do guia de ondas e linhas de transmissão para baixa-perda de transmissão de potência a alta frequência. Inicialmente, acreditava-se na possibilidade da onda EM propagar em tubo oco fechado, porém a ideia foi rejeitada, pois dois condutores seriam necessários para a transferência da energia eletromagnética. Mais tarde, em torno de 1897, Lord Rayleigh conseguiu provar matematicamente que a propagação de ondas em guias de onda era possível tanto para seções transversais circulares (tipo coaxial) e retangulares. Após comprovação experimental, em 1936 foi publicado um artigo com referência ao guia de ondas (POZAR, 2011).

O comportamento eletromagnético do meio material pode ser caracterizado por propagação da onda eletromagnética guiada que percorre em um sistema delimitado por seção transversal retangular ou circular (Figura 2.6).

Figura 2.6 - Estruturas típicas de guias de ondas de geometrias: circular(a), retangular(b).



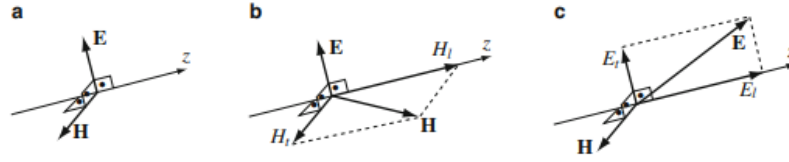
Fonte: Adaptado de Ulaby (2016) e Ida (2015).

A propagação da onda eletromagnética pode ser definida por diferentes tipos e modos. No tipo Linha de Transmissão, incluindo coaxial, linhas de placas paralelas, fibras óticas, quando dois ou mais condutores podem suportar as ondas eletromagnéticas transversais é denominado modo Ondas Eletromagnéticas Transversais (**TEM**). Nesta situação, as intensidades dos campos elétrico (**E**) e magnético (**H**) são sempre transversais ou perpendiculares entre si e estão na direção de propagação.

2.8.3.1 Guias de ondas retangular

Em um guia de onda retangular, os campos elétrico ou magnético podem possuir componentes na direção de propagação. Quando uma onda tem intensidade do **E** totalmente perpendicular à direção de propagação, mas com uma componente da intensidade do **H** na direção de propagação, esse modo é denominado de Onda Elétrica Transversal (**TE**). Do mesmo modo, se a intensidade do **H** for inteiramente perpendicular à direção de propagação e a intensidade do **E** tiver um componente na direção de propagação, denominamos modo da Onda Magnética Transversal (**TM**). A Figura 2.7 ilustra as diferenças entre os três tipos de ondas:

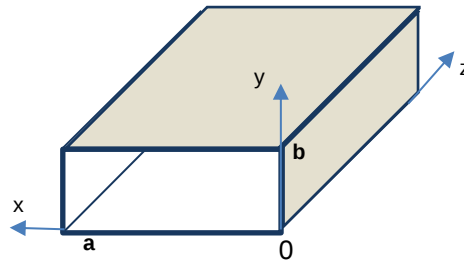
Figura 2.7 - Diferenças entre os três tipos de ondas (a) TEM, (b) TE, (c) TM.



Fonte: Ida (2015).

A Figura 2.8 mostra o sistema de coordenada considerado para o caso, por exemplo, do modo TE onde a propagação da onda EM ocorre na direção $\hat{z}$.

Figura 2.8 - Sistema de coordenadas do guia de ondas.



Fonte: Adaptado de Ulaby (2016).

O campo transversal no domínio fasorial das componentes E_x, E_y, H_x, H_y está em função de H_z . Portanto, para os campos $\mathbf{E}$ e $\mathbf{H}$ no domínio fasorial:

$$\tilde{\mathbf{E}} = \hat{x}\tilde{E}_x + \hat{y}\tilde{E}_y + \hat{z}\tilde{E}_z \quad (2.9)$$

$$\tilde{\mathbf{H}} = \hat{x}\tilde{H}_x + \hat{y}\tilde{H}_y + \hat{z}\tilde{H}_z \quad (2.10)$$

As componentes de $\mathbf{E}$ e $\mathbf{H}$ dependem de x, y, z . Uma onda viajando ao longo da direção $+z$ exibe uma dependência de z da forma $e^{-j\beta z}$, onde β denomina a constante de fase. Assim, adotamos que:

$$\tilde{E}_x(x, y, z) = \tilde{e}_x(x, y)e^{-j\beta z} \quad (2.11)$$

Em um meio sem perdas, como o interior de um guia de onda, caracterizado por permissividade ε , permeabilidade μ , condutividade $\sigma = 0$, as equações rotacionais de Maxwell são dadas por:

$$\nabla \times \tilde{E} = -j\omega\mu\tilde{H} \quad (2.12)$$

$$\nabla \times \tilde{H} = j\omega\varepsilon\tilde{E} \quad (2.13)$$

Para o modo TE a onda eletromagnética não tem a componente do campo elétrico ao longo da direção z ($\tilde{E}_z = 0$). As propriedades de onda para o modo TE_{mn} em um guia de onda retangular com seção transversal ($a \times b$). Este modo suporta a propagação da onda em campos distintos com configurações (ordem do modo) especificados pelos números inteiros m e n , onde m corresponde ao número de variações de meia onda do campo na direção x e n é o número de variações de meia onda na direção y (WENTWORTH, 2006). Assumindo que o guia de ondas é preenchido com um material dielétrico e tem parâmetros constitutivos ε e μ . As equações são definidas por Ulaby (2016):

$$\tilde{E}_x = \frac{j\omega\mu}{k_c^2} \left(\frac{n\pi}{b}\right) H_0 \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-j\beta z} \quad (2.14)$$

$$\tilde{E}_y = \frac{-j\omega\mu}{k_c^2} \left(\frac{m\pi}{a}\right) H_0 \sin\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-j\beta z} \quad (2.15)$$

$$\tilde{H}_x = \frac{j\beta}{k_c^2} \left(\frac{m\pi}{a}\right) H_0 \sin\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-j\beta z} \quad (2.16)$$

$$\tilde{H}_y = \frac{j\beta}{k_c^2} \left(\frac{n\pi}{b}\right) H_0 \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-j\beta z} \quad (2.17)$$

$$\tilde{H}_z = H_0 \cos\left(\frac{m\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{b}\right) e^{-j\beta z} \quad (2.18)$$

Onde $k = \omega\sqrt{\mu\varepsilon}$ define o número de onda médio, e k_c é o número de corte da onda eletromagnética. Para o modo TE_{mn} a frequência de corte definida por:

$$f_{mn} = \frac{u_{p0}}{2} \sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2} \quad (2.19)$$

Onde u_{p0} é a velocidade de fase, considerando que a onda pode se propagar através do guia somente se a frequência $f > f_{mn}$ para que β seja real. A velocidade de fase pode ser definida como:

$$u_p = \frac{\omega}{\beta} = \frac{u_{p0}}{\sqrt{1 - \left(\frac{f_{mn}}{f}\right)^2}} \quad (2.20)$$

E a constante de fase β em função de f_{mn} é dada por:

$$\beta = \sqrt{k^2 - k_c^2} = \sqrt{\omega^2 \mu \epsilon - \left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 - \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2} \quad (2.21)$$

$$\beta = \frac{\omega}{u_{p0}} \sqrt{1 - \left(\frac{f_{mn}}{f}\right)^2} \quad (2.22)$$

Neste trabalho o estudo foi baseado no modo dominante TE_{10} onde a frequência de corte é de ordem mais baixa (POZAR, 2011), e assumindo que $a > b$, este modo pode ser definido como:

$$TE_{10} = \frac{\tilde{E}_x}{\tilde{H}_y} = -\frac{\tilde{E}_y}{\tilde{H}_x} = \frac{\eta}{\sqrt{1 - \left(\frac{f_{mn}}{f}\right)^2}} \quad (2.23)$$

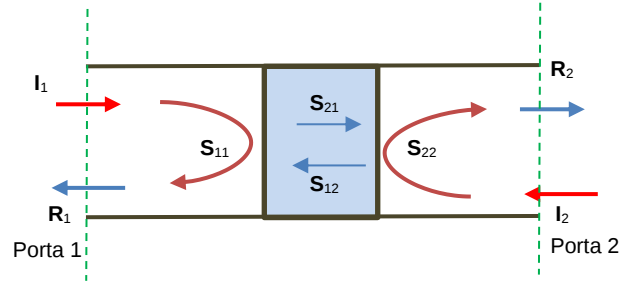
Onde $\eta = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}}$ é a impedância intrínseca do material que preenche o guia de ondas.

2.8.4 Parâmetro S

Os parâmetros de dispersão (*Scattering Dispersion*) conhecido como parâmetros S podem ser caracterizados por um número equivalente dos parâmetros em um circuito, como matriz de transferência, de impedância, admitância e espalhamento (ORFANIDIS, 2004).

Em um guia de ondas, a corrente ou a tensão se desloca na forma de ondas eletromagnéticas alcançando a amostra e caracterizando os parâmetros de espalhamento. A Figura 2.9 representa uma rede típica de duas portas.

Figura 2.9 - Representação esquemática da Rede de 2 portas e sistema de reflexão e transmissão.



Fonte: Adaptado de Orfanidis (2004).

No analisador de rede vetorial (VNA) de duas portas o parâmetro S é denominado pela razão entre a energia emitida (I) e a energia medida (R). Os parâmetros de reflexão das portas 1 e porta 2 são caracterizados por S_{11} e S_{22} . Os parâmetros de transmissão são caracterizados por S_{12} e S_{21} , onde o primeiro indica a porta receptora do sinal transmitido ou refletido e o segundo índice representa a porta emissora do sinal. As equações do parâmetro S são:

$$S_{11} = \frac{R_1}{I_1} \quad (2.24)$$

$$S_{21} = \frac{R_2}{I_1} \quad (2.25)$$

$$S_{12} = \frac{R_1}{I_2} \quad (2.26)$$

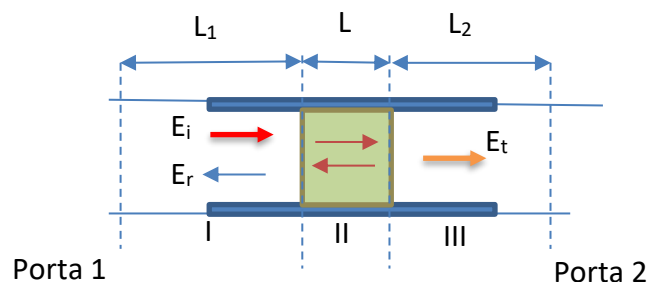
$$S_{22} = \frac{R_2}{I_2} \quad (2.27)$$

Onde o sinal medido pela porta 1 é R_1 , o sinal emitido pela porta 1 é I_1 , o sinal medido pela porta 2 é R_2 e o sinal emitido pela porta 2 é I_2 (SOUZA, 2021).

2.9 Método Nicolson-Ross-Weir

Nicolson-Ross e Weir desenvolveram um algoritmo ou modelo matemático conhecido como Método Nicolson-Ross-Weir (NRW) ou método de transmissão e reflexão. Este método é expresso em função dos parâmetros de espalhamento que são fundamentais para obter dos coeficientes de reflexão (S_{11}) e transmissão (S_{21}). Em um guia de ondas posicionado uma amostra a ser analisada usando o método NRW, através de sinais de ondas emitidos, transmitidos ou refletidos pode ser obtido os coeficientes de reflexão (Γ) e transmissão (T) possibilitando a determinação das propriedades eletromagnéticas do material denominado permissividade complexa (ϵ) e permeabilidade complexa (μ). No VNA a amostra é inserida em um segmento de linha de transmissão usando o método NRW, no qual é obtido também as componentes reais e imaginárias das propriedades de ϵ e μ . A parte real da permissividade e permeabilidade representadas por ϵ' , μ' . Já a componente imaginária representadas por ϵ'' , μ'' . Para a utilização do método NRW é fundamental que estabeleça uma configuração. Na medição, a onda eletromagnética interage com as interfaces da amostra submetido a um campo eletromagnético incidente, mostrado no esquema da Figura 2.10.

Figura 2.10 - Representação esquemática da amostra posicionada no guia de ondas e a distribuição do campo elétrico incidente, refletido e transmitido nas regiões I, II, III.



Fonte: Adaptado de Baker-Jarvis (1990) e Neo et al. (2017).

As equações de espalhamento podem ser obtidas a partir da medida realizada onde acontece a dispersão do campo elétrico na amostra posicionada em um

guia de ondas usando o modo TE₁₀ em função temporal de $\exp^{j\omega t}$ considerando as regiões I, II, III (Figura 2.10).

$$E_I = \exp(-\gamma_0 x) + C_1 \exp(\gamma_0 x) \quad (2.28)$$

$$E_{II} = C_2 \exp(-\gamma x) + C_3 \exp(\gamma x) \quad (2.29)$$

$$E_{III} = C_4 \exp(-\gamma_0 x) \quad (2.30)$$

Onde C_i (1,2,3,4...) é constante e pode ser determinada a partir das condições de contorno no campo elétrico que define a continuidade da componente tangencial nas interfaces (BAKER-JARVIS, 1990), x é a distância entre a onda incidente e o plano de referência (SOUZA, 2021). As constantes de propagação no vácuo (γ_0) e constante de propagação no material (γ) é dada por:

$$\gamma_0 = j \sqrt{\left(\frac{\omega}{c}\right)^2 - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2} \quad (2.31)$$

$$\gamma = j \sqrt{\frac{\omega^2 \mu_r \epsilon_r}{c^2} - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2} \quad (2.32)$$

Onde $j = \sqrt{-1}$, ω é a frequência angular, c velocidade da luz no vácuo, λ_c é o comprimento de onda de corte do guia, μ_r e ϵ_r são as permeabilidade e permissividade complexas relativas no vácuo, respectivamente (NEO et al., 2017; ORFANIDIS, 2004). Em um guia de ondas de duas portas, os parâmetros de espalhamento podem ser obtidos pelas equações:

$$S_{11} = R_1^2 \cdot \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \quad (2.33)$$

$$S_{21} = R_1 R_2 \cdot \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \quad (2.34)$$

Onde R_1 e R_2 são transformações do plano de referência em duas portas expressas por:

$$R_i = \exp(-\gamma_0 L_i) \quad i = 1, 2, 3 \dots \quad (2.35)$$

E os coeficientes de reflexão e transmissão podem ser definidos por:

$$\Gamma = \frac{\frac{\gamma_0}{\mu_0} - \frac{\gamma}{\mu}}{\frac{\gamma_0}{\mu_0} + \frac{\gamma}{\mu}} \quad (2.36)$$

$$T = e^{-\gamma L} \quad (2.37)$$

Nicolson Ross e Weir, combinaram o equacionamento dos parâmetros de espalhamento (S_{11} e S_{21}) para definir a permissividade e permeabilidade. No algoritmo NRW, o coeficiente de reflexão (Γ) é definido por (NEO et al., 2017; ORFANIDIS, 2004):

$$\Gamma = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \quad (2.38)$$

Onde

$$K = \frac{(S_{11}^2 - S_{21}^2) + 1}{2S_{11}} \quad (2.39)$$

E o coeficiente de transmissão (T) é dado por:

$$T = \frac{(S_{11} + S_{21}) - \Gamma}{1 - (S_{11} - S_{21})\Gamma} \quad (2.40)$$

As permissividade e permeabilidade relativas dos materiais podem ser calculadas por:

$$\epsilon_r = \frac{\lambda_0^2}{\mu_r} \left[\frac{1}{\lambda_c^2} - \left[\frac{1}{2\pi L} \ln(T^{-1}) \right]^2 \right] \quad (2.41)$$

$$\mu_r = \frac{1 + \Gamma}{(1 - \Gamma)\Lambda \sqrt{\frac{1}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad (2.42)$$

$$\frac{1}{\Lambda^2} = - \left[\frac{1}{2\pi L} \ln(T^{-1}) \right]^2 \quad (2.43)$$

Onde λ_0 é o comprimento de onda no espaço livre e λ_c é comprimento de onda de corte.

A análise eletromagnética dos materiais direciona a resultados do comportamento do campo elétrico e magnético em um meio material. A interação da onda eletromagnética com este meio material vai depender de atributos intrínsecos do material para determinar se o material tem carácter dielétrico ou magnético. Essas propriedades podem explicar parâmetros denominados permissividade elétrica (ϵ), permeabilidade magnética (μ) e condutividade (σ) do meio material.

A permissividade normalmente é especificada em função da permissividade relativa que pode ser definida por:

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (2.44)$$

Onde ϵ_0 é a permissividade no espaço livre.

2.10 Refletividade

A avaliação do desempenho de absorção de micro-ondas do material pode ser realizada por meio da refletividade ou perda por reflexão (RL), que é definida como a diferença entre o sinal de resposta devido à reflexão ($E_{\text{Refletida}}$) e o sinal incidente ($E_{\text{Incidente}}$), representando o potencial de absorção do material (LOPES, 2020; SOUZA, 2021). Os valores de RL podem ser calculados pelas Equações 2.45 e 2.46 (LIN et al., 2023; SHEN et al., 2023; ZHANG et al., 2020):

$$RL(dB) = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (2.45)$$

$$Z_{in} = Z_0 \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh \left(j \frac{2\pi f d}{c} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right) \quad (2.46)$$

$$Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \quad (2.47)$$

onde f é a frequência da onda EM, d é a espessura dos compósitos, c é a velocidade da luz no vácuo no espaço livre ($\sim 3 \times 10^8 \text{ m s}^{-1}$), Z_0 e Z_{in} são a impedância do espaço livre ($\sim 377 \Omega$) e a impedância de entrada, ϵ_r e μ_r são a permissividade e permeabilidade complexa relativa, respectivamente. Quando a largura de banda de absorção efetiva (EAB), em uma faixa de frequência, onde os valores de RL são inferiores a -10 dB, significa que mais de 90% da onda eletromagnética é absorvida (CHANG et al., 2022; SHEN et al., 2023).

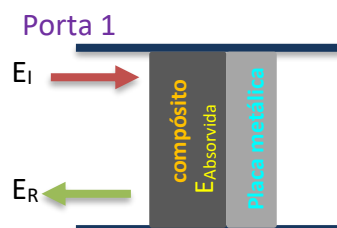
A perda por reflexão está relacionada a energia absorvida, conforme é apresentado na Tabela 2.1 (RUIZ-PEREZ et al., 2022):

Tabela 2.1 - Percentual de energia absorvida.

Perda por Reflexão (dB)	Onda incidente absorvida (%)
0	0
-3	50
-10	90
-15	97
-20	99
-25	99,7
-30	99,9
-40	99,99

A montagem do experimento para medida da refletividade se baseia no posicionamento do compósito flexível dentro de um guia de ondas, com uma placa metálica posicionada atrás do compósito para evitar a transmissão da onda eletromagnética, conforme o esquema de montagem na Figura 2.11.

Figura 2.11 - Representação esquemática do método de medição do compósito para Refletividade.



Essa configuração da placa posicionada atrás do compósito impede que o sinal seja transmitido, garantindo que apenas a resposta refletida seja recebida pela porta emissora do sistema.

2.11 Mecanismos de perda dielétrica

Um material dielétrico é caracterizado como um isolante elétrico que exibe ou pode ser produzido de modo a exibir uma estrutura de dipolo elétrico em nível molecular ou atômico. Nessa estrutura, há separação entre entidades positivas e negativas eletricamente carregadas (CALLISTER; RETHWISCH, 2012).

A atenuação da onda eletromagnética pode ser explicada por meio de mecanismos de perdas dielétricas. Alguns estudos fundamentam o uso de mecanismos conhecidos na literatura que contribuem para atenuação da onda eletromagnética (LAN et al., 2021; QIN; ZHANG; WU, 2022).

A caracterização da propriedade intrínseca do material é fundamental para analisar a capacidade dos materiais em absorver ou atenuar ondas eletromagnéticas que incidem diretamente no meio material quando submetidos ao VNA. Com base nessa análise, é possível obter a constante dielétrica do material, que indica a resposta do material a campos elétricos, caracterizando uma condição natural dos meios.

Os principais mecanismos de perda em materiais que apresentam perda dielétrica incluem: perdas por condução, polarização interfacial, polarização de dipolos e polarização por indução de defeitos (QIN; ZHANG; WU, 2022). Outros mecanismos, como polarização eletrônica, atômica e iônica não serão abordados neste trabalho, pois não são aplicáveis na faixa de frequência de 2 a 18 GHz (QIN; ZHANG; WU, 2022).

Os materiais carbonosos podem ser ajustados para induzir perdas por dissipação de energia, por meio da modulação das interfaces, inserção de defeitos ou porosidade, aumento da condutividade do material, podendo esses contribuir para atenuação da onda eletromagnética (SAEED et al., 2024). Zhao et. al. desenvolveram um material carbonoso derivado de biomassa com capacidade de atenuar a onda eletromagnética. Eles destacaram que a estrutura

porosa pode representar uma estratégia eficaz para aprimorar a impedância do material, resultando na diminuição da permissividade efetiva. Além disso, a presença de uma estrutura porosa pode formar interfaces entre o meio material e o ar (ZHAO et al., 2019), favorecendo a perda dielétrica.

Um dos mecanismos de polarização em meios heterogêneos é denominado efeito de polarização interfacial, também conhecido como efeito Maxwell-Wagner-Sillars (FAN et al., 2021; QIN; ZHANG; WU, 2022). A polarização interfacial é comum em sistemas heterogêneos, resultando no acúmulo desigual de carga espacial na interface para absorver a energia da onda eletromagnética incidente (ZENG et al., 2020). Essa polarização pode ocorrer em interfaces sólidos/ar devido às diferentes propriedades dielétricas dos materiais envolvidos (GAI et al., 2022). As disparidades nas características dielétricas e condutividades elétricas contribuem para a redistribuição de carga e a polarização interfacial (QIN; ZHANG; WU, 2022).

A polarização de dipolo ocorre quando dipolos em moléculas, sejam polares ou não polares, se movem em resposta a mudanças no campo eletromagnético (QIN; ZHANG; WU, 2022). A polarização de dipolo pode ocorrer devido a presença de defeitos no carbono e átomos de oxigênio na estrutura carbonosa, resultando em um aumento das perdas dielétricas (YANG et al., 2021).

A perda condutiva pode ser observada em materiais carbonosos com boa condutividade, como nanotubos de carbono ou grafeno. Essa perda ocorre quando a energia da onda eletromagnética é transformada em corrente elétrica, gerando calor por efeito joule e consequentemente consumindo a energia das ondas eletromagnéticas (QIN; ZHANG; WU, 2022).

3 METODOLOGIA

A pesquisa se fundamenta na composição de materiais carbonosos (xerogel de carbono, nanotubo de carbono e óxido de grafeno reduzido), que são misturados para formar compósitos, visando desenvolver materiais com propriedades eletromagnéticas específicas para utilização em absorvedores de micro-ondas. Inicialmente, o xerogel de tanino é sintetizado por meio do processo sol-gel, seguido de processo de carbonização formando o xerogel de carbono. Os materiais nanoestruturados, nanotubo de carbono e óxido de grafeno são obtidos pelos métodos CVD químico e método Hummers modificado (YANG et al., 2014).

3.1 Síntese do xerogel de tanino

O gel foi preparado por rota simples de policondensação em processo sol-gel (AMARAL-LABAT et al., 2013a). Em um béquer (Figura 3.1a), o surfactante Pluronic F-127 (1,5 g) foi dissolvido em 18 g de água deionizada: álcool etílico (1:1). Em seguida foram adicionados 3 g de tanino em pó (base do xerogel) e 6 g de formaldeído (agente reticulante) sob agitação magnética por um período de 30 minutos até obter uma solução homogênea de cor marrom, com pH inicial aproximado de 4,9.

Figura 3.1 - Síntese do xerogel de tanino em agitador magnético (a), solução de tanino em frasco com tampa selada (b), formação de gel de tanino em estufa (c).

a. A mistura de reagentes com agitação magnética por 30 min



b. Mistura homogênea vertida em vidro selado



c. A solução foi deixada para gelificar a 85 °C



A solução foi transferida para um frasco reagente selado (Figura 3.1b) e mantida em estufa a 85 °C por 5 dias para gelificação e envelhecimento seguido da polimerização (Figura 3.1c) e por mais 5 dias em condições de temperatura e

pressão ambiente para secar completamente. A Figura 3.2a apresenta o gel de tanino na fase de polimerização.

Figura 3.2 - Gel de tanino (a); xerogel de tanino(b-c).



Os xerogéis obtidos (Figura 3.2b) apresentaram-se como monólitos com uma coloração marrom opaca (Figura 3.2c). Posteriormente, o xerogel de tanino, foi levado para o processo de carbonização, produzindo o xerogel de carbono (XC).

3.2 Síntese de xerogel de carbono

O xerogel orgânico (conforme ilustrado na Figura 3.3a) foi inserido em um forno tubular horizontal (modelo EDG10P-S, como mostrado na Figura 3.3b) e transformado em material carbonoso por meio de um simples tratamento térmico.

Figura 3.3 - Xerogel orgânico de tanino (a), processo de pirólise do xerogel (b), xerogel de carbono (c).



O xerogel de carbono resultante (Figura 3.3c) foi obtido através de um processo de pirólise realizado sob atmosfera de nitrogênio (N_2), mantendo o ambiente interno do tubo de aço inoxidável isento de oxigênio. Uma curva de temperatura foi estabelecida e programada, utilizando os parâmetros do forno, incluindo temperatura (H), taxa de aquecimento (A), e patamar (P), conforme descrito na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Parâmetros do processo de carbonização do gel de tanino.

	1	2
Temperatura (H)	200 °C	900 °C
Taxa de aquecimento (A)	10 °C/min.	10 °C/min.
Patamar (P)	20 min.	120 min.

Inicialmente o parâmetro H_1 foi ajustado para 200 °C, com uma taxa de aquecimento (A_1) de 10 °C/minuto, durante um período (P_1) de 20 minutos, com objetivo de promover a evaporação da água residual presente no gel de tanino. Em seguida os parâmetros de temperatura e patamar H_2 e P_2 foram configurados para 900 °C e 120 minutos, respectivamente, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/minuto. O material resultante, xerogel de carbono, apresentou-se com características porosas.

Figura 3.4 - Peneira para classificar o tamanho do XC (a); XC em pó (b).



Na Figura 3.4, é apresentado o xerogel de carbono após ser macerado em almofariz. Em seguida foi feita a classificação do tamanho da partícula em peneira (3.4a) de malha 100 mesh (150 µm). Posteriormente, o XC foi submetido a análises morfológicas e estruturais, antes de ser incorporado à matriz polimérica de silicone para formar o composto destinado à análise eletromagnética.

3.3 Síntese do nanotubo de carbono

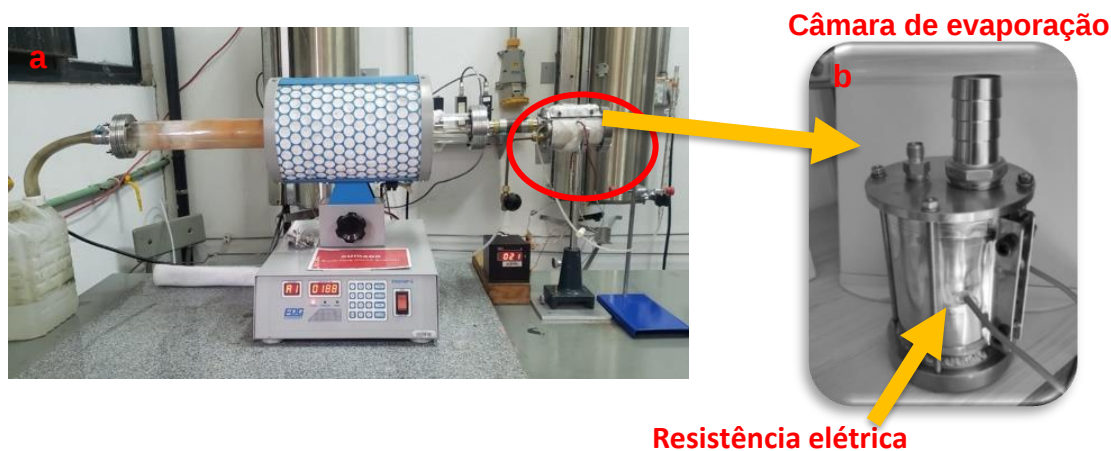
Alguns métodos de pirólise convencional adicionais podem ser empregados na produção de materiais carbonosos como o nanotubo de carbono. A síntese do NTC normalmente ocorre em um reator térmico de deposição química em fase vapor (CVD), utilizando o método de catalisador flutuante em atmosfera inerte,

operando a uma elevada temperatura de 850 °C. O catalisador, mantido a uma determinada temperatura, é transportado por um fluxo constante de gás em direção à região central do forno, onde a alta temperatura favorece a produção do NTC (TOLEDO, 2022).

O sistema de produção de nanotubos de carbono, mostrado na Figura 3.5, foi projetado, dimensionado e fabricado. O projeto incluiu considerações sobre o fluxo de N₂, as dimensões e o volume da câmara de evaporação, todos adaptados às características do tubo de quartzo integrado ao sistema do reator.

Nessa tese, para a fabricação do nanotubo de carbono, um forno tubular horizontal (modelo EDG10P-S) é utilizado, conforme ilustrado na Figura 2.16a. O processo envolve o uso de um tubo de quartzo aquecido e um fluxo de um gás constante. A câmara de evaporação dos reagentes precursores para a formação do NTC, é apresentada na Figura 3.5b.

Figura 3.5 - Sistema para síntese de NTC (a), câmara de evaporação de reagentes (b).



Nesse contexto, a câmara de evaporação é mantida a uma determinada temperatura, que é aquecida por uma resistência dimensionada especificamente para essa aplicação, controlada por um Variac (variador de tensão) ajustado a tensão da resistência elétrica a aproximadamente 90 V. O gás empregado no processo é o Nitrogênio (N₂), com um fluxo de 200 sccm, utilizado para transportar a mistura dos reagentes envolvidos na formação do NTC.

A composição dos reagentes foi preparada nas proporções de 84% de cânfora ($C_{10}H_{16}O$), 16% de ferroceno ($Fe(C_5H_5)_2$) e uma concentração de 250 g/L de solvente. A mistura é agitada por banho de ultrassom por 10 minutos, até alcançar a homogeneidade adequada. Em gotejamento do precursor/catalisador, essa mistura passa pela câmara de evaporação que está mantida a 200 °C. Em atmosfera inerte, o nitrogênio gasoso é responsável por transportar o catalisador evaporado até a zona de ativação térmica do forno tubular com tubo de quartzo. A formação do nanotubo de carbono ocorre a temperatura do forno de 850 °C e em aproximadamente 30 minutos.

3.4 Síntese óxido de grafeno reduzido

O grafite é o material de partida para sintetizar o óxido de grafeno. Baseado no método de Hummers modificado (YANG et al., 2014), a esfoliação e oxidação do grafite promove a separação das camadas de grafeno, usando oxidantes que são fundamentais para produzir o GO (BARRA et al., 2022). Depois, por processo térmico de pirólise o GO é reduzido termicamente, em atmosfera controlada e temperatura que pode variar de 600 °C a 1000 °C, por período de 1 hora, resultando na produção do óxido de grafeno reduzido (RGO).

O banho termostático foi ajustado para manter a temperatura da água de refrigeração do reator químico de vidro próximo de 0 °C. Foram adicionados 1,5 g de nitrato de sódio ($NaNO_3$) e 3,0 g de grafite em pó a uma solução contendo 72 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) previamente armazenado a 0 °C. A mistura é agitada a uma velocidade de aproximadamente 300 rpm. Neste reator de vidro encamisado (Figura 3.6), a solução preparada de GO foi sempre mantida a uma temperatura abaixo de 20 °C.

Figura 3.6 - Síntese do GO em reator químico de vidro encamisado.



O grafite é esfoliado ao adicionar 3,0 g de permanganato de potássio (KMnO_4) sob agitação vigorosa, sendo incorporados gradualmente (0,5 g a cada 5 minutos) para manter a temperatura de suspensão abaixo de $20\text{ }^\circ\text{C}$. Antes de adicionar o permanganato de potássio à mistura, a temperatura é verificada com o auxílio de um termômetro de vidro.

O sistema de reação é posteriormente mantido no reator a temperatura em $35\text{ }^\circ\text{C}$ e agitado por 60 minutos. Após esse período, 138 ml de água deionizada são misturados na solução e agitados a $98\text{ }^\circ\text{C}$ durante 15 minutos. O banho termostático é desligado até que a solução atinja a temperatura ambiente. Em seguida, 420 ml de água deionizada são adicionados à solução, seguidos por uma adição gradual de 30 ml de peróxido de hidrogênio H_2O_2 (30%), interrompendo a reação.

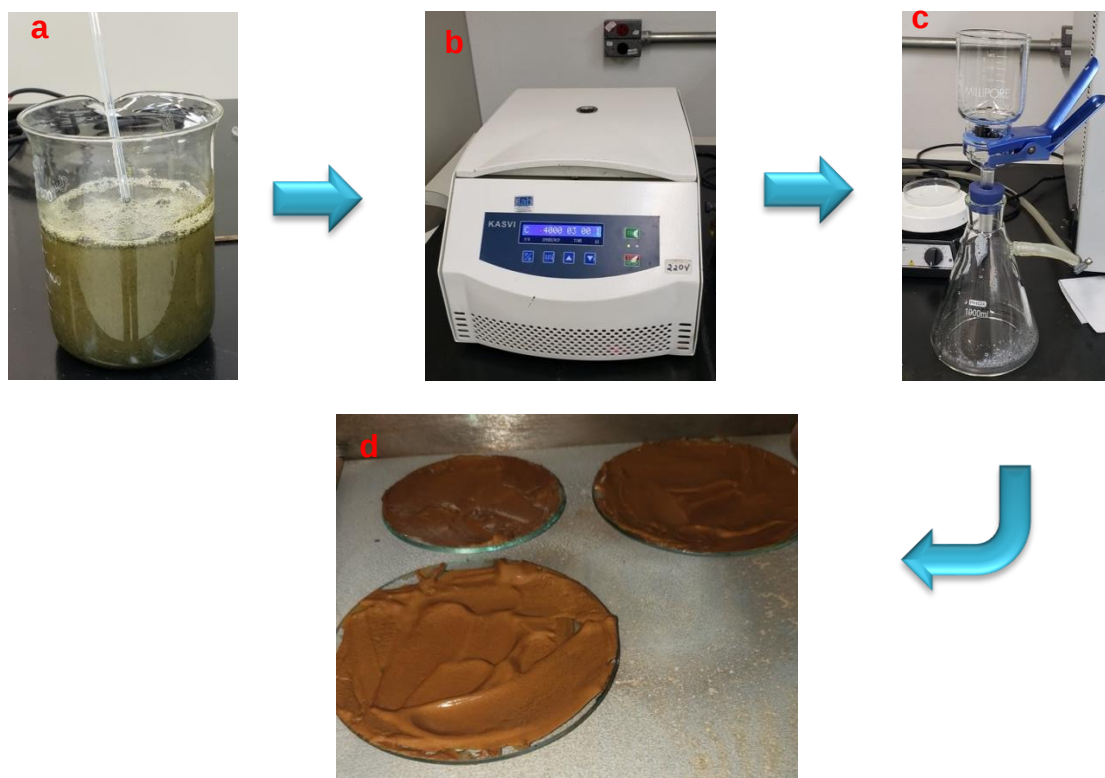
Após a reação pronta, uma solução é preparada na proporção de 1 litro de água deionizada em 50 ml de ácido clorídrico 5% (HCl) com objetivo de lavagem da reação e limpeza de íon de sulfato (Figura 3.7a). A solução obtida é vertida em tubo tipo “falcon” e centrifugada (Figura 3.7b) em uma rotação de 4000 rpm por 15 minutos, onde foi separado o sobrenadante do precipitado. Após centrifugação, a mistura foi passada no sistema de filtração (Figura 3.7c) com

uma solução de HCl (5%) para lavagem dos precipitados, tantas vezes necessário, até que os íons sulfato não puderam ser detectados.

Para detecção dos íons de sulfato, uma solução de 5% molar de cloreto de bário (BaCl_2) foi preparada. Após a centrifugação, o GO é separado do líquido sobrenadante, que tem a presença de íons de sulfato. Este líquido é testado com uma solução de cloreto de bário. Se os íons de sulfato estiverem presentes, o sobrenadante ficará branco; caso contrário, permanecerá transparente após o processo de lavagem.

O GO mostrado na Figura 3.7d, é levado para a estufa a vácuo por 12 h a 40 °C para completa secagem.

Figura 3.7 - Processo de lavagem da reação.



Inicialmente foi realizado uma tentativa de incorporar o GO manualmente com o XC, porém não foi possível devido a dificuldade de transformar o GO em pó. Portanto, foi utilizada a dispersão em meio aquoso, devido a natureza hidrofílica das camadas oxigenadas do grafeno. Sendo assim, a redução térmica do óxido

de grafeno iniciou pelo processo de dispersão do GO em ponta de ultrassom de alta energia (Figura 3.8). Foram dispersos 0,18 g de GO em 30 ml de água deionizada, em condições de 65 % de potência do equipamento de ultrassom da marca Ecosonics durante 3 minutos.

Figura 3.8 - Imagem da síntese de dispersão do óxido de grafeno em água deionizada.



Posteriormente, o material GO disperso em água deionizada foi manualmente misturado com o pó de XC. O XC em pó incorporado à solução dispersa de GO, foi levado para secar em estufa a 40 °C por 12 horas.

Após a secagem, o material foi inserido em um forno tubular (Figura 3.9) para redução térmica do óxido de grafeno a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min e temperatura de 1000 °C, por 60 minutos em atmosfera de argônio. O resultado é o xerogel de carbono envelopado com óxido de grafeno reduzido.

Figura 3.9 - Imagem do forno tubular para redução térmica do GO.



3.5 Caracterização morfológica, estrutural e eletromagnética

A morfologia das partículas de XC, NTC e RGO foi avaliada através de microscopia eletrônica de varredura de alta resolução com emissão de campo (MEV-FEG; Mira3-Tescan).

A grafitação foi analisada por espectroscopia Raman (Horiba-LabRam HR Evolution) usando um laser verde com um comprimento de onda de 514,5 nm.

Os padrões de difração de raios X (DRX) foram realizados para medir os materiais carbonosos em um difratômetro Rigaku Ultima IV, usando Radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=0,15418$ nm), gerada a 40 kV e a corrente do filamento de 30 mA. A radiação dispersa foi detectada na faixa de 2θ variando entre 10° a 90° a uma taxa de varredura de $1^\circ/\text{min}$.

A área de superfície específica e o volume de microporos das amostras XC e NTC foram determinados usando o Brunauer-Emmet-Teller (BET) (BRUNAUER; EMMETT; TELLER, 1938) e Dubinin-Radushkevich (DUBININ, 1989) através de isotermas de adsorção/dessorção de N_2 a -196°C , usando um Micromeritics ASAP 2020 Plus para amostras previamente desgaseificadas por 24 horas em 200°C . Além disso, a textura porosa do XC também foi realizada por curvas de intrusão-extrusão por porosimetria de mercúrio (0,0035 MPa a 414 MPa) usando o Instrumento Micromeritic Corp, AutoPore III.

As propriedades eletromagnéticas dos compostos foram avaliadas por um analisador de rede vetorial (VNA; N5235A Keysight Technologies), usando um kit de guia de onda de seção transversal retangular das Bandas X (X11644A) e K_u (P11644A) faixa de frequência de 8,2 a 12,4 GHz e 12,4 a 18 GHz. As

propriedades dielétricas ($\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$) (CASTRO-GUTIÉRREZ et al., 2019; JAYALAKSHMI et al., 2019; LIN et al., 2023; SOUZA, 2021) foram obtidas usando o método Nicolson-Ross-Weir (NRW), enquanto a refletividade foi medida pelo VNA usando uma placa metálica (MEDEIROS et al., 2021).

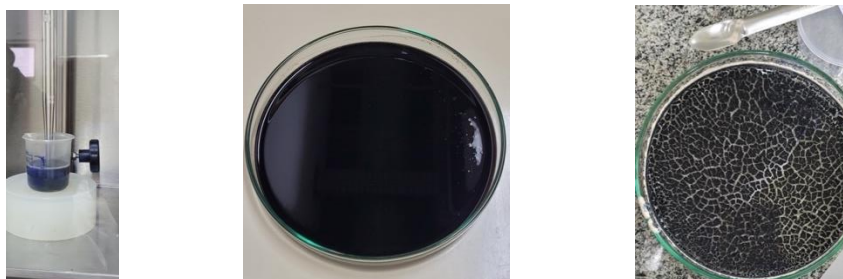
3.6 Preparo do compósito xerogel de carbono em matriz polimérica

As propriedades eletromagnéticas dos compósitos (XC/silicone e XC/aditivos nanoestruturados/silicone) foram analisadas nas faixas de frequências das bandas X e Ku.

O XC foi classificado por peneiramento de 100 mesh, antes do processo de fabricação das amostras na matriz polimérica. A preparação dos compósitos consistiu na mistura manual do pó de XC puro ou com aditivos nanoestruturados (NTC e RGO), seguida da incorporação dessa mistura à borracha de silicone.

A mistura do XC com o NTC ocorreu em duas etapas: inicialmente, o NTC foi submetido a uma dispersão utilizando uma gota de um surfactante aniônico denominado Triton-X-100 em água. Esse surfactante permite uma dispersão eficaz do NTC. Para isto, o NTC foi disperso na proporção de 0,18 g de NTC em 30 ml de água deionizada usando ultrassom de alta energia por 3 minutos a uma potência de 65%. Em seguida, o NTC foi adicionado ao XC e levado para secagem em estufa a 40 °C por 12 horas. A Figura 3.10 mostra o processo de dispersão do NTC usando o surfactante.

Figura 3.10 - Dispersão do NTC.



Durante o processo de fabricação dos compósitos flexíveis, os materiais carbonosos e silicone foram misturados em um béquer (Figura 3.11) com um misturador mecânico por 5 minutos.

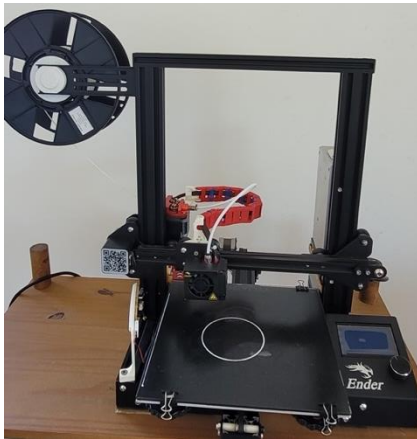
Figura 3.11 - Preparo do compósito XC em matriz polimérica usando misturador mecânico.



As misturas resultantes dos materiais carbonosos e matriz polimérica foram envazadas em moldes de fabricação própria específicos para a banda X com dimensões de 10,16 mm x 22,86 mm representando o comprimento e largura, respectivamente, e espessura máxima de 9,77 mm do offset do kit de guia de ondas e da banda K_u com dimensões de 15,80 mm x 7,95 mm e espessura máxima de 6,50 mm.

Os moldes utilizados para fabricar os compósitos foram produzidos por meio de uma impressora 3D, utilizando filamento termoplástico PLA (Ácido Polilático), conforme mostrado nas Figuras 3.12a-b. As dimensões de cada banda foram preservadas e a espessura foi variada com o intuito de obter diferentes compósitos e avaliar o efeito da espessura na refletividade.

Figura 3.12 - Impressora 3D (a); Molde para fabricação do compósito(b).



Os compósitos sustentáveis (Figura 3.13) foram produzidos com borracha de silicone em diferentes proporções de material carbonoso e moldados em espessuras variadas de aproximadamente 2 a 9 mm para a Banda X e 2 a 6 mm para a Banda K_u.

A concentração máxima de carga (15% em massa de XC) foi definida como o ponto de saturação. Concentração superior a 15 %m/m de XC impediam a cura do silicone, impossibilitando a fabricação dos compósitos. Os compósitos de XC puro foram nomeados de acordo com suas concentrações 5XC, 10XC e 15XC, assim como os compósitos contendo carbonos nanoestruturados, de forma que o número que antecede as letras é sempre referente a proporção de material usado no compósito. As proporções são listadas nas tabelas 3 e 4. Os compósitos contendo nanotubos de carbono foram denominadas 5XC0,1NTC, 10XC0,1NTC e 15XC0,1NTC. Os compósitos contendo óxido de grafeno reduzido 5XC0,1RGO, 10XC0,1RGO e 15XC0,1RGO.

Figura 3.13 - Compósitos de XC e nanoestruturados em matriz polimérica.



Na Tabela 3.2 estão apresentadas as proporções de XC puro incorporado na matriz de borracha de silicone:

Tabela 3.2 - Compósitos de XC puro.

Compósito	XC	Silicone
5XC	5%	95%
10XC	10%	90%
15XC	15%	85%

Na Tabela 3.3, são apresentadas as proporções dos materiais usados para fabricação dos compósitos de XC/NTC, e XC/RGO:

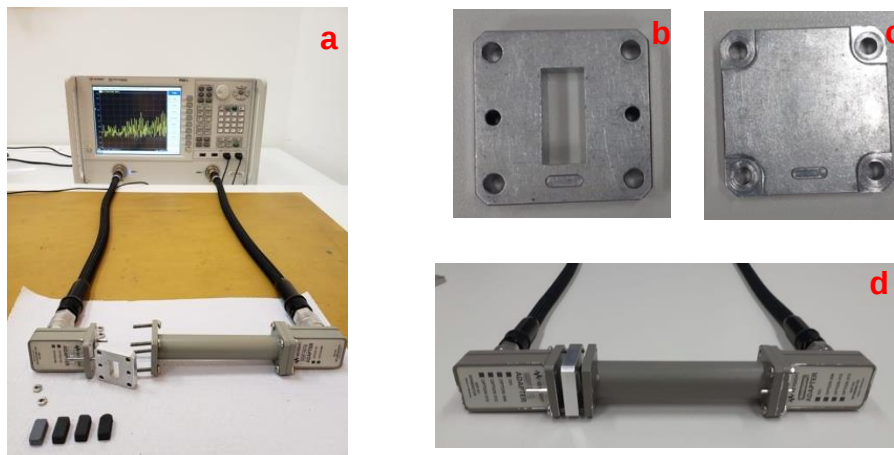
Tabela 3.3 - Compósitos de XC/nanoestruturados.

Compósito	XC	NTC	RGO	Silicone
5XC0,1NTC	5%	0,1%	-	94,9%
10XC0,1NTC	10%	0,1%	-	89,9%
15XC0,1NTC	15%	0,1%	-	84,9%
5XC0,1RGO	5%	-	0,1%	94,9%
10XC0,1RGO	10%	-	0,1%	89,9%
15XC0,1RGO	15%	-	0,1%	84,9%

3.7 Caracterização eletromagnética

Utiliza-se um analisador de rede vetorial (*Vector Network Analyzer* - VNA), ilustrado na Figura 3.14a, para avaliar as propriedades eletromagnéticas dos compósitos de XC e XC/aditivos nanoestruturados em matriz polimérica. Isso permite a análise da condutividade elétrica (σ_{AC}), permissividade complexa (propriedade dielétrica) e refletividade do material.

Figura 3.14 - Caracterização eletromagnética: analisador de rede vetorial (VNA) acoplado aos cabos transmissores (a), Offset (b), condutor elétrico perfeito (c) guia de onda retangular (d).



O compósito de material carbonoso é colocado no porta amostra (offset) (Figura 3.14b) do guia de ondas retangular (Figura 3.14d), com uma face do compósito alinhada à porta 1 como ponto de referência, quando obtido os parâmetros S.

O modo de propagação da onda eletromagnética usado para análise é o TE_{10} . As medições da permissividade elétrica foram realizadas utilizando o algoritmo NRW, disponível no software fornecido pelo fabricante do equipamento VNA, Keysight Technologies. A medida de refletividade foi obtida usando uma placa metálica (Figura 3.14c), conhecida como um condutor elétrico perfeito (*Perfect Conductor Electrical - PEC*) (QIN; BROSSEAU, 2012a). O compósito foi posicionado nesta placa metálica afastado da porta 1 usada como referência da onda incidente.

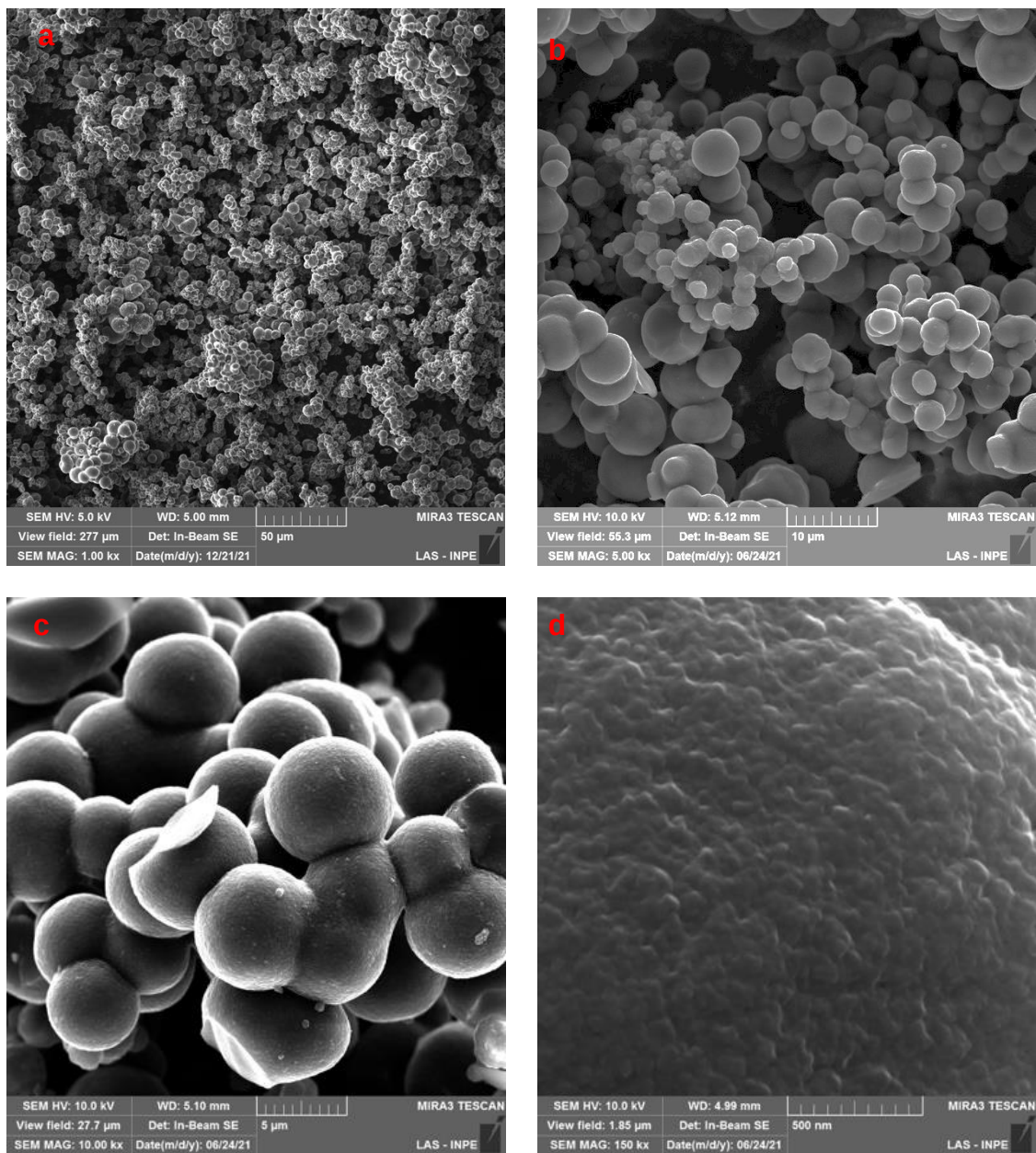
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para fins de organização, os estudos estão divididos em etapas de trabalho, começando com a síntese do xerogel de tanino e posterior processo de carbonização para a produção de material carbonoso. Em seguida, são descritos os processos de síntese e caracterização dos aditivos nanoestruturados de carbono, abrangendo análises morfológicas, estruturais e eletromagnéticas. O objetivo é sintetizar e caracterizar tanto o material carbonoso sustentável quanto os aditivos nanoestruturados, a fim de compreender suas características morfológicas, estruturais e eletromagnéticas.

4.1 Análise morfológica dos materiais carbonosos

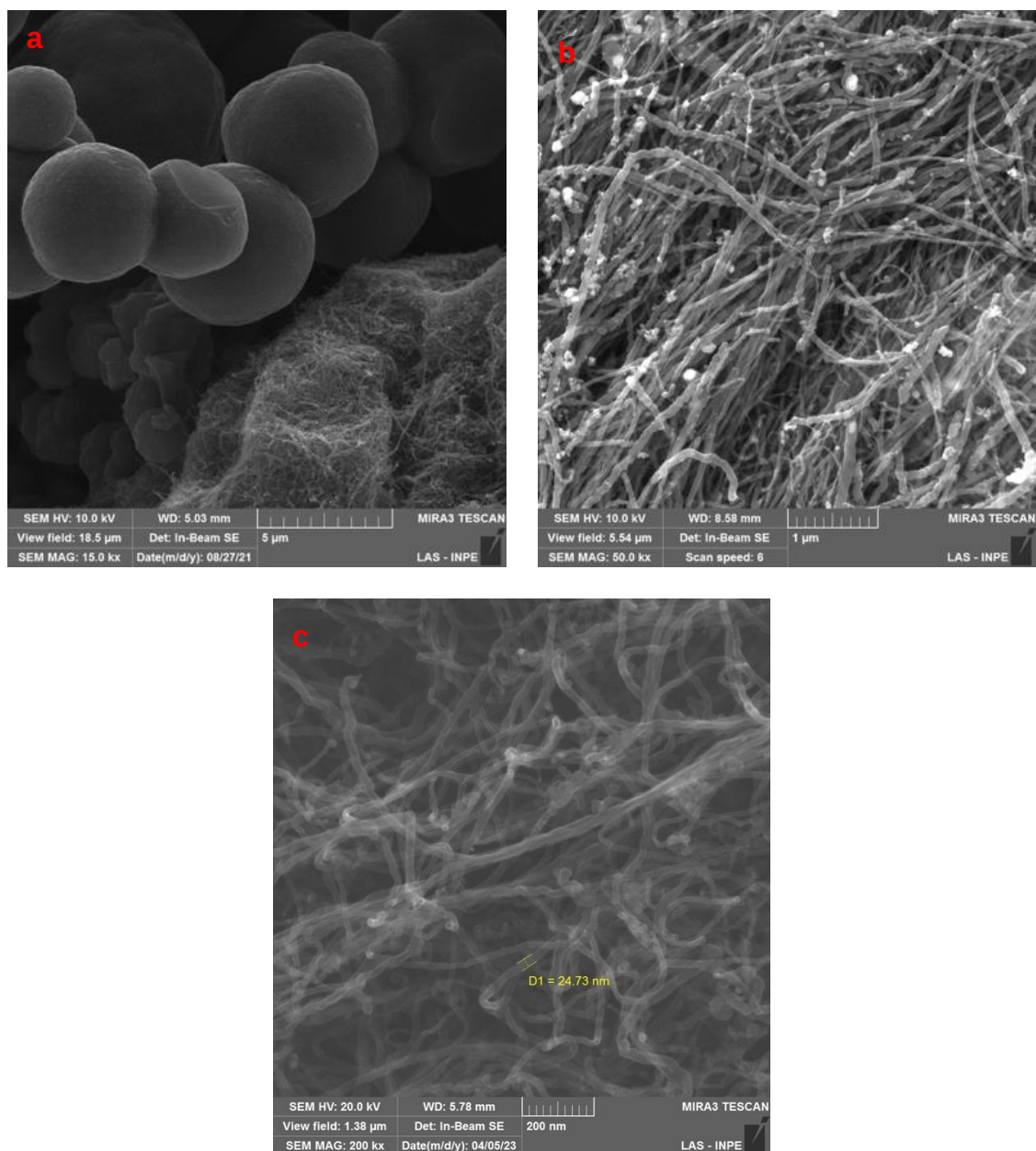
Após a carbonização, o XC resultou em um material carbonoso com porosidade aparente, sobretudo devido a sua aparente leveza no manuseio do material obtido. A morfologia e a porosidade do XC de origem sustentável, do NTC e do RGO foram avaliadas pela técnica MEV-FEG através da observação de imagens em diferentes ampliações. As Figuras 4.1a-d apresentam a morfologia do XC puro. As imagens mostram pequenos aglomerados com estrutura granular e distribuição de nódulos esféricos interconectados, estrutura característica de géis fenólicos sintéticos e naturais (GALLEGOS-SUÁREZ et al., 2012; SZCZUREK et al., 2011; ZUBIZARRETA et al., 2008) apresentando diâmetros variados Figura 4.1a-b. Com o aumento da ampliação pode-se observar uma superfície do XC muito rugosa (Figura 4.1c-d), normalmente associada a materiais porosos.

Figura 4.1 – Micrografia obtida por MEV SE (elétrons secundários) do XC puro.



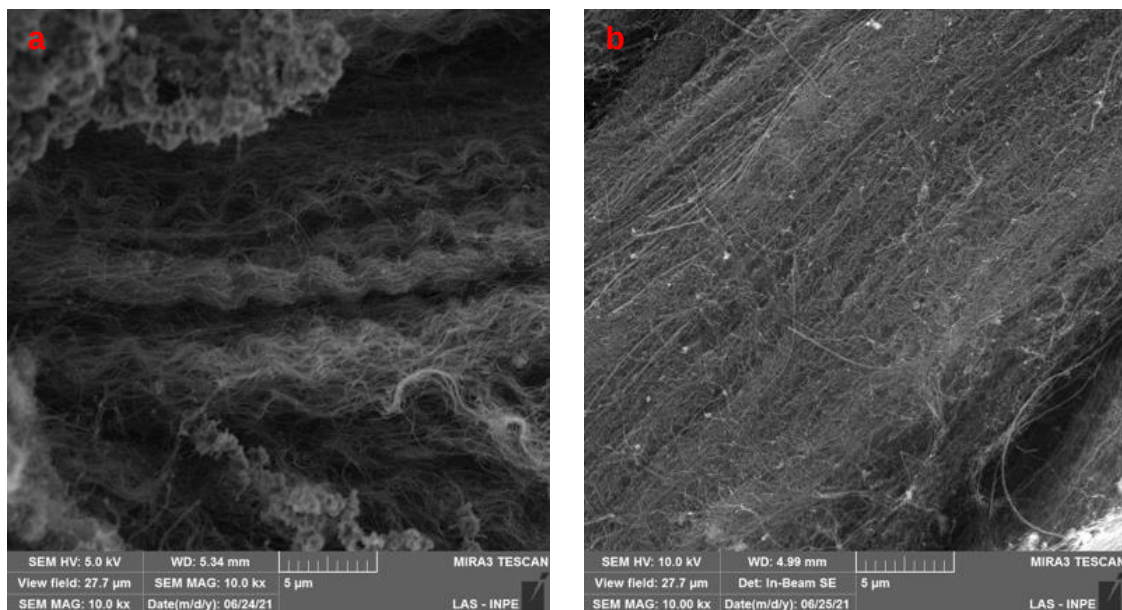
A mistura do XC e NTC são apresentados na Figura 4.2a. Após mistura mecânica do material carbonoso sustentável o XC, é observado que não ocorreu a dispersão homogênea do NTC. Sugere-se que a energia aplicada durante a mistura dos materiais carbonosos pode ser insuficiente garantir a dispersão do NTC.

Figura 4.2 – Micrografia obtida por MEV SE do XC puro (a) e do NTC puro (b-c).



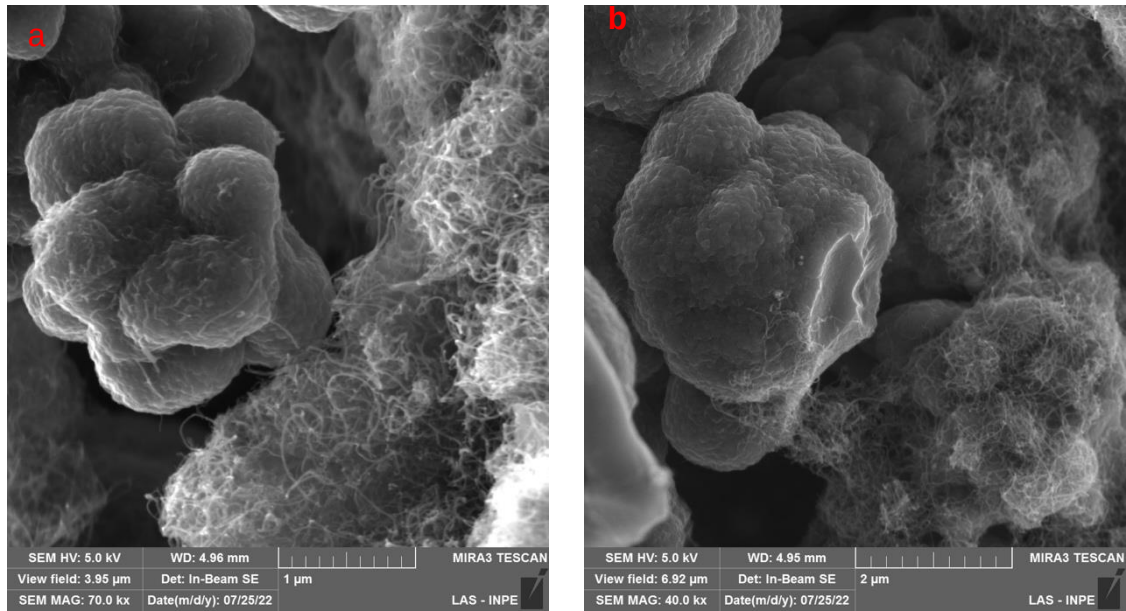
O NTC foi sintetizado através da técnica CVD (*Chemical Vapor Deposition*), utilizando o ferro proveniente da pirólise do ferroceno como partícula catalisadora. A cânfora foi empregada para fornecer o carbono necessário à formação dos nanotubos. As Figuras 4.2b-c e 4.3a-b mostram a estrutura de nanofios emaranhados sem orientação preferencial.

Figura 4.3 – Micrografia obtida por MEV SE do NTC de fabricação própria.



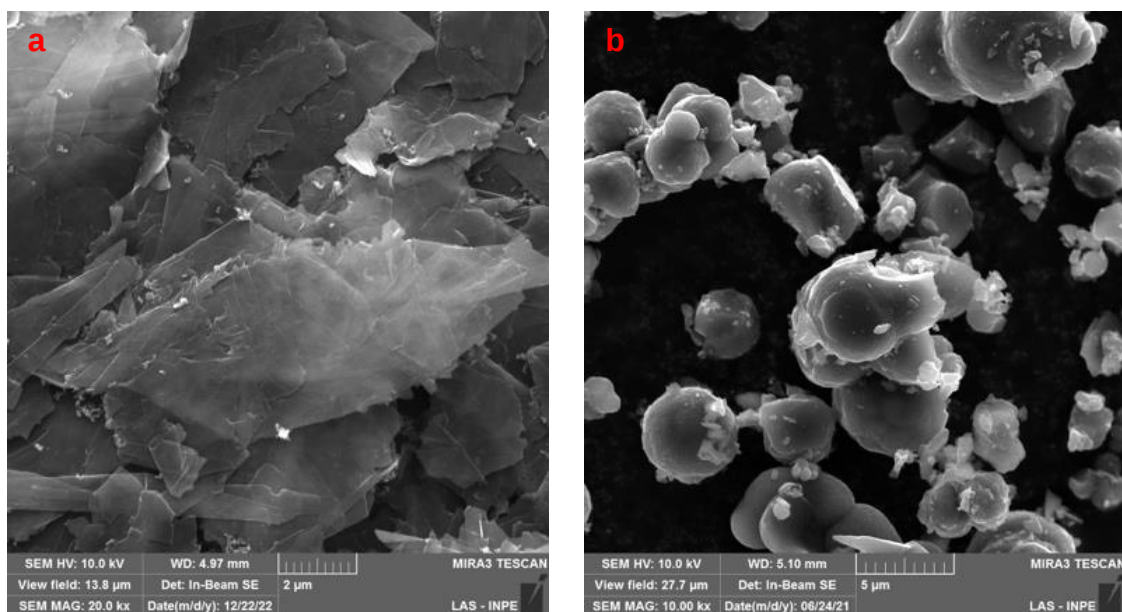
Para garantir uma distribuição melhor do nanotubo de carbono no xerogel de carbono, a dispersão do NTC foi realizada pelo uso de um surfactante diluído em solução aquosa. As Figuras 4.4a-b, revelam aglomerados de XC, com sua superfície sutilmente envolvida por fios de NTC e com emaranhados de NTC em volta das partículas na estrutura do XC, evidenciando que o método empregado de mistura resultou em melhor dispersão do material nanoestruturado no XC.

Figura 4.4 – Micrografia obtida por MEV: XC/NTC (a), NTC (b).



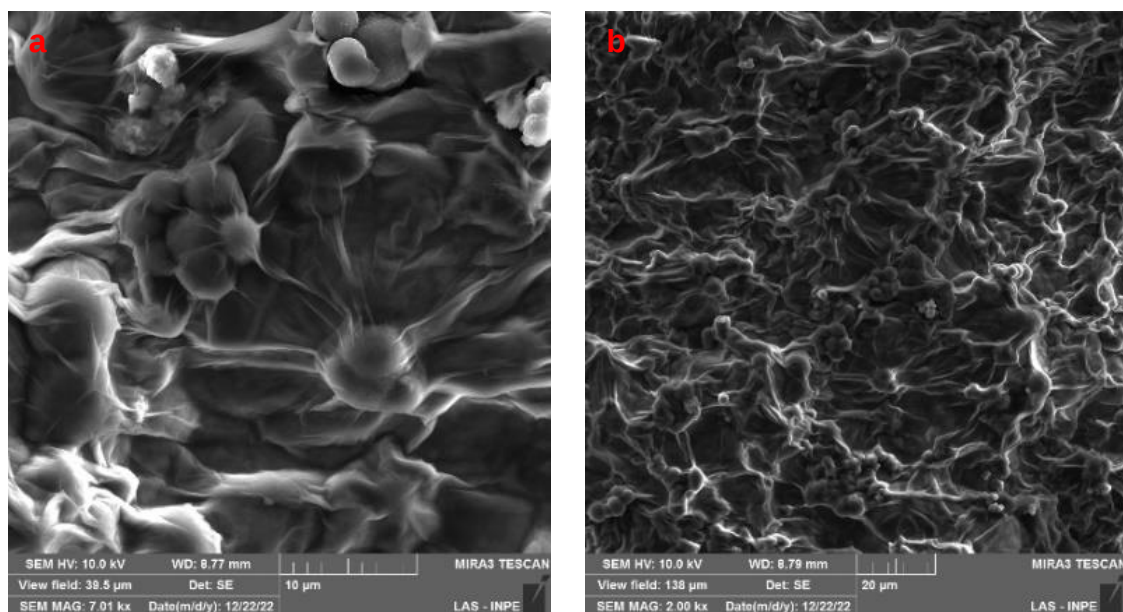
O óxido de grafeno usado neste estudo é de fabricação própria, obtido pelo método *Hummers* modificado (YANG et al., 2014). Inicialmente uma mistura manual de XC e GO foi realizada, e conforme pode ser observado na Figura 4.5a, aglomerados de folhas de GO são encontradas no material. A Figura 4.5b evidencia que a proporção de 0,1 % em massa de GO misturado manualmente ao XC resulta em uma mistura não homogênea. Além disso, os resultados da análise das propriedades eletromagnéticas do compósito XC/GO demonstraram um desempenho insatisfatório e não são mostrados neste trabalho.

Figura 4.5 – Micrografia obtida por MEV SE: GO (a), XC/GO (b).



Portanto, o GO sintetizado foi disperso em solução aquosa e, em seguida levado para redução térmica, transformando em RGO. Este processo proporcionou a mistura e dispersão homogênea do RGO em XC. A eficácia na redução térmica do óxido de grafeno a 1000 °C em atmosfera controlada, normalmente favorece o aumento da condutividade elétrica do material Becerril et al., (2008) o que potencializa as propriedades de absorção de micro-ondas do material. As Figuras 4.6a-b apresentam as imagens do material XC envelopado com óxido de grafeno reduzido. É possível observar que o RGO foi distribuído homogeneamente sobre as partículas de XC, na forma de folhas transparentes que encobrem o material com uma textura que se assemelha a um “lençol de seda”.

Figura 4.6 – Micrografia obtida por MEV SE: XC/RGO (a-b).

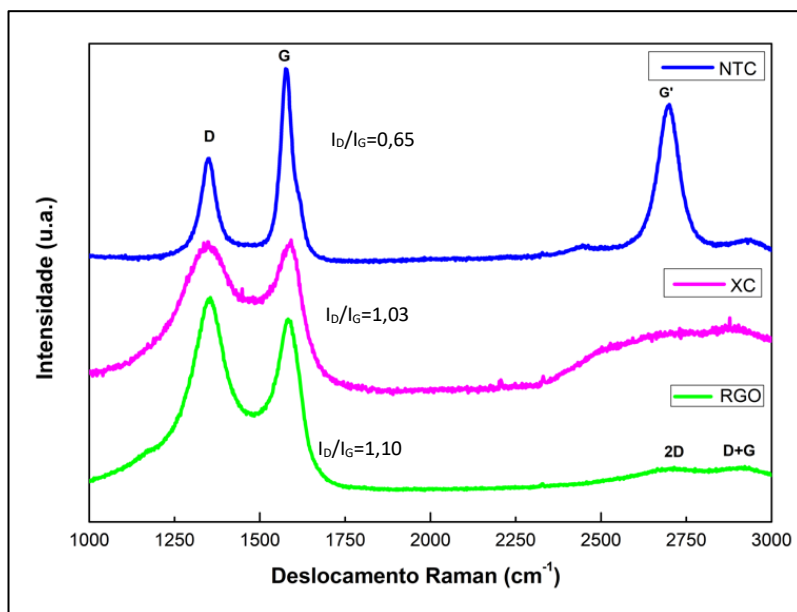


4.2 Análises estruturais dos materiais carbonosos

A análise estrutural dos materiais carbonosos foi realizada com a caracterização utilizando a espectroscopia de espalhamento Raman. Os espectros Raman apresentam curvas características do XC, NTC e RGO (Figura 4.7).

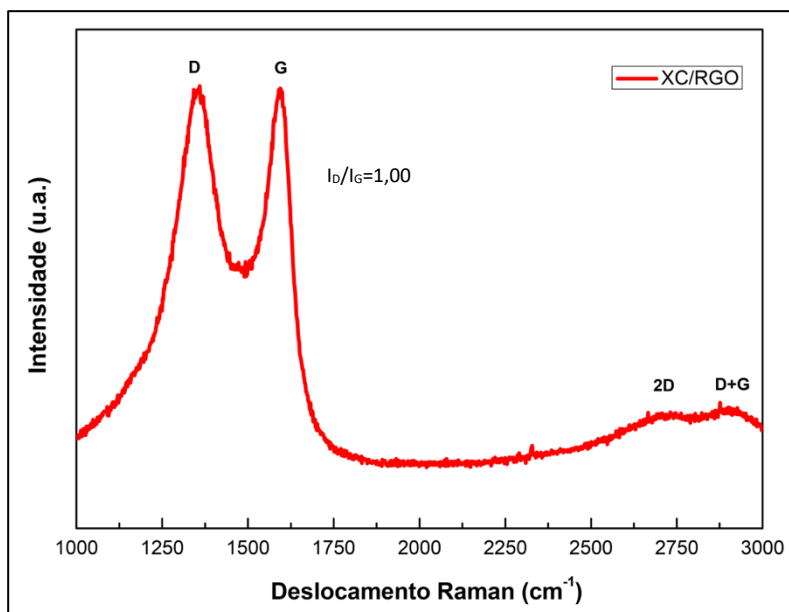
O NTC mostra as bandas D e G em 1350 cm^{-1} e 1575 cm^{-1} , enquanto o XC mostra essas bandas em 1344 cm^{-1} e 1590 cm^{-1} , e o RGO apresenta bandas em 1350 cm^{-1} e 1582 cm^{-1} , respectivamente. Outros picos de segunda ordem no espectro do NTC referem-se à banda G' ou 2D em 2700 cm^{-1} e a banda D+G que adicionalmente aparece em 2950 cm^{-1} . Estes picos também estão discretamente presentes no RGO, como bandas 2D e D+G, respectivamente.

Figura 4.7 - Espectros Raman do XC, NTC e RGO.



A Figura 4.8 apresenta o espectro Raman do XC/RGO, após o processo de envelopamento do XC com óxido de grafeno reduzido. O XC/RGO exibe as bandas D e G em 1350 cm⁻¹ e 1582 cm⁻¹, respectivamente. Além disso, observa-se um pico de segunda ordem no espectro do XC/RGO, correspondente à banda 2D em aproximadamente 2700 cm⁻¹ e à banda D+G em cerca de 2950 cm⁻¹. Estes resultados indicam que os espectros Raman obtidos do XC envelopado com RGO apresentam intensidades semelhantes e uma largura de banda D e G mais estreita em comparação com os espectros individuais de XC e RGO Figura 4.7.

Figura 4.8 - Espectro Raman do XC/RGO.



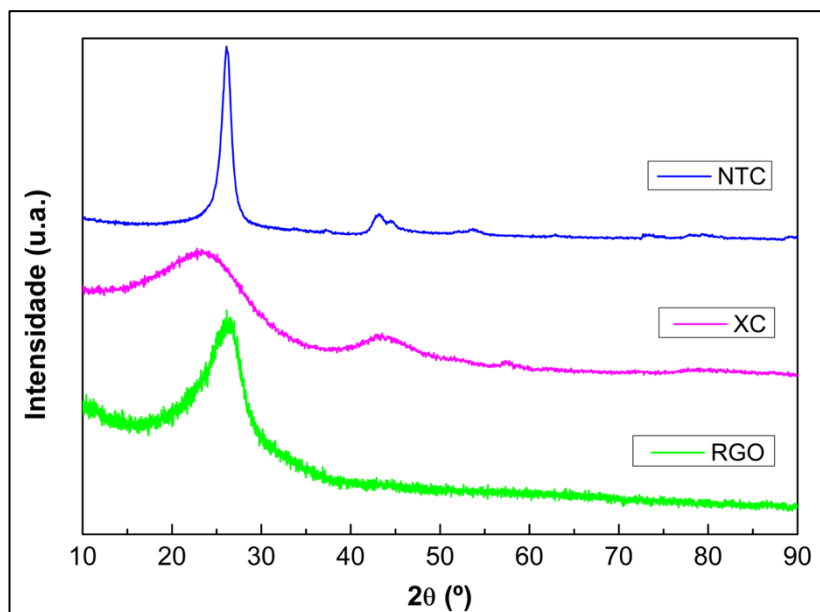
O pico da banda D origina-se de defeitos estruturais e a sua presença é observada mesmo em carbono muito pouco desordenado. A banda D em nanotubos se origina de defeitos na parede do tubo, enquanto a presença de lacunas e deslocamentos na camada de grafeno é uma fonte de defeitos em materiais de carbono (MUZYKA et al., 2018). As bandas G correspondem ao plano das redes de carbono sp^2 na rede hexagonal bidimensional (FAN et al., 2021; JIANG et al., 2019; ZHU; GUAN; YANG, 2021). A banda G' está relacionada ao modo vibracional originário do processo de espalhamento Raman de segunda ordem de dupla ressonância envolvendo o mecanismo de espalhamento de dois fônons (DILEO; LANDI; RAFFAELLE, 2007; HIRSCHMANN et al., 2015; JORIO; SAITO, 2021). A segunda ordem da banda D, a banda G', é muito sensível à ordem de empilhamento das folhas de grafeno ao longo do eixo c (PIMENTA et al., 2007). O espectro Raman do NTC apresenta características das bandas de primeira ordem D e G, relacionadas à desordem e ordem gráfica, e a banda de segunda ordem associada a defeitos significativos da rede gráfica (TORRES et al., 2015). Já o XC exibe banda ampla com característica da estrutura atômica de carbono amorfo e gráfico (QIU et al., 2016). Enquanto isso, o espectro do RGO revela as bandas D e G, sugerindo defeitos na camada de grafeno devido aos grupos residuais de

oxigênio nas superfícies e bordas. A intensidade da banda D aumenta, indicando a formação de novos defeitos durante o processo de redução do GO (MUZYKA et al., 2018).

O grau de grafitação de materiais carbonosos é estimado pela razão de intensidade das bandas D e G (I_D/I_G) (FAN et al., 2021). As relações I_D/I_G de 0,65, 1,03 e 1,10 para NTC, XC e RGO, respectivamente. Estes resultados mostram uma estrutura cristalina superior do NTC em comparação com a estrutura amorfa do XC e RGO. À medida que os defeitos de borda do grafeno diminuem, observa-se uma tendência de redução na relação I_D/I_G , caracterizando o aumento da cristalinidade do NTC (MORI; KUBOUCI; ARAO, 2018). Aumento na razão I_D/I_G do RGO e XC pode ser atribuído à desordem estrutural resultante da remoção de carbono e à presença de oxigênio (DE SILVA et al., 2020).

Os materiais também foram submetidos a medição do padrão de Raio-X. Os difratogramas mostrados nas Figuras 4.9 indicam picos característicos do NTC, XC e RGO. Os padrões de DRX do XC apresentados na Figura 4.9 revelam picos em $23,3^\circ$ e $43,5^\circ$. Enquanto o NTC apresentou os mesmos picos em $26,1^\circ$ e $43,1^\circ$, além de um pico adicional em $53,65^\circ$. Os dois primeiros picos podem ser atribuídos aos planos de reflexão (002) e (100) e o último a (004), típicos da estrutura gráfica dos materiais carbonáceos (ALEGRE; SEBASTIÁN; LÁZARO, 2019; FATHI et al., 2017; GIRI; SINGH, 2007; HABEB, 2019; SOLEIMANI, 2015; YUE; ARENILLAS; IRVINE, 2016). O RGO apresentou um pico em torno de $26,5^\circ$, correspondente ao plano de difração (002) (ALAM; SHARMA; KUMAR, 2017). De acordo com Cao et. al. (2001), a intensidade da reflexão (002) aumenta uniformemente à medida que o grau de alinhamento dos NTCs diminui. Esse fenômeno é atribuído ao alinhamento dos NTCs, onde o feixe difratado está posicionado em oposição ao detector. Portanto, conclui-se que o pico dos NTCs no difratograma é apresentado com menor intensidade e maior alargamento, indicando um maior alinhamento dos NTCs (CAO et al., 2001).

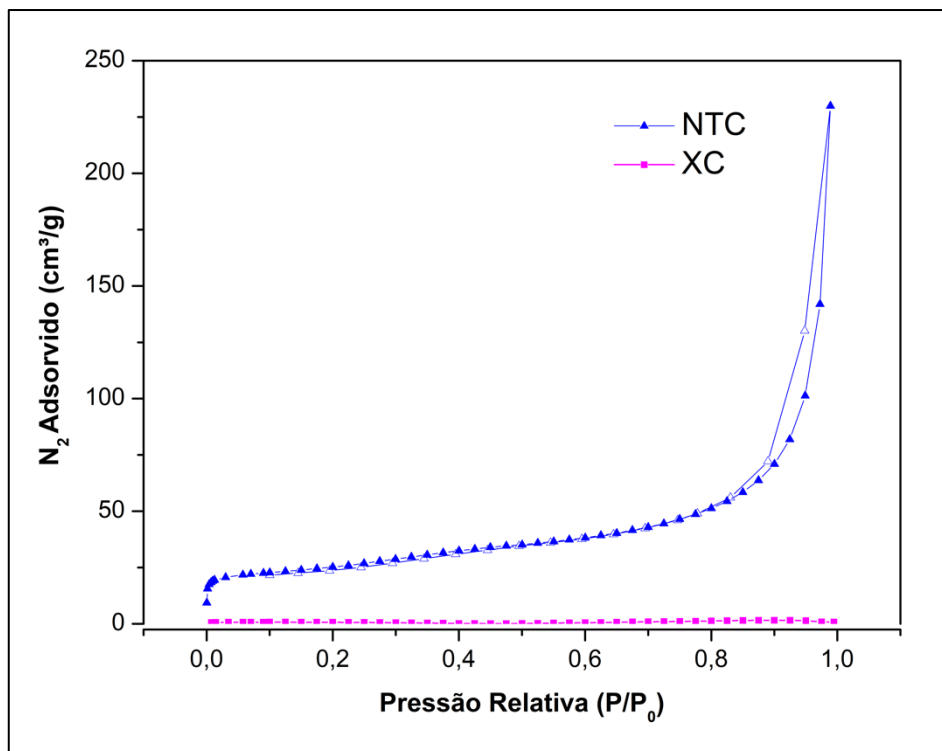
Figura 4.9 - Difratoogramas de Raio-X do XC (a), NTC (b), RGO (c).



As isotermas de adsorção-dessorção de nitrogênio foram realizadas para as amostras XC e NTC (Figura 4.10). O RGO foi submetido a análise BET, no entanto, não foi possível obter a isoterma, visto que os valores de adsorção foram todos negativos sugerindo que a amostra está desorvendo e não adsorvendo, um comportamento totalmente atípico na análise e, portanto, os resultados não são plausíveis e os dados não foram apresentados aqui.

O nanotubo de carbono apresentou uma combinação de isotermas tipos I e IV, típicos de materiais micro-mesoporos Celzard; Fierro; Amaral-Labat, (2012) um comportamento característico de amostras de NTC, é explicado pela condensação capilar nos poros entre 2 e 50 nm Thommes et al., (2015) enquanto xerogel de carbono não apresentou adsorção significativa de N_2 .

Figura 4.10 - Adsorção-dessorção N_2 (símbolos sólidos e abertos, respectivamente) isothermas de NTC e XC.

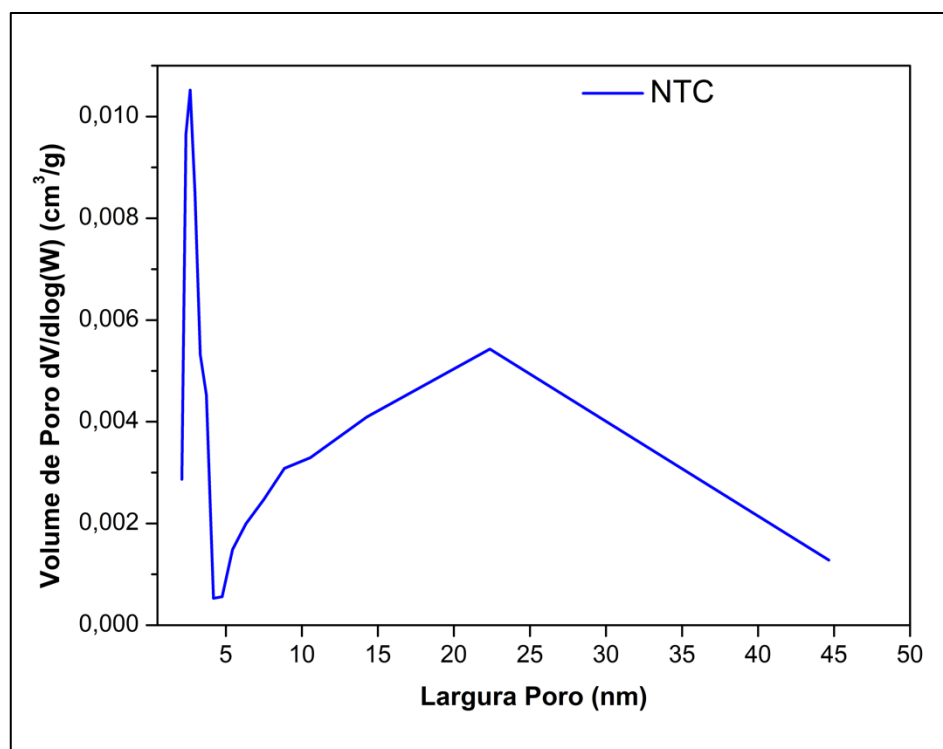


As áreas superficiais (S_{BET}) do NTC e XC foram calculadas a partir das isothermas de adsorção de N_2 (Tabela 4.1), sendo os respectivos valores $90 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$ e $3 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$. A porosidade dos materiais carbonosos é classificada de acordo com a largura dos poros (d_{poro}): $d_{\text{poro}} < 2 \text{ nm}$ (microporos), $2 < d_{\text{poro}} < 50$ (mesoporos) e $d_{\text{poro}} > 50$ (macroporos) Bardestani; Patience; Kaliaguine, (2019). Portanto, o nanotubo de carbono apresenta grande mesoporosidade e moderada proporção de microporos (14%), enquanto o XC não apresentou poros na faixa de micro-mesoporosidade sendo composto principalmente por macroporos (poros maiores que 50 nm).

Tabela 4.1 - Área superficial BET (S_{BET}), volume total de poros ($V_{total\ 0,99}$), volume de microporos (V_{DR}) e volume de mesoporos (V_{meso}).

Amostra	S_{BET} ($m^2.g^{-1}$)	$V_{total\ 0,99}$ ($cm^3.g^{-1}$)	V_{DR} ($cm^3.g^{-1}$)	V_{meso} ($cm^3.g^{-1}$)	$V_{DR} / V_{0,99}$ (%)	$V_{meso} / V_{0,99}$ (%)
NTC	90	0,22	0,03	0,19	14	86
XC	3	-	-	-	-	-

Figura 4.11 - Distribuição do tamanho dos poros do NTC.



A Figura 4.11 mostra a distribuição de tamanho de poros do NTC pelo modelo Barrett-Joyner Halenda (BJH) (BARRETT; JOYNER; HALENDA, 1951). A distribuição apresenta um pico estreito centrado em 2,6 nm relacionado aos pequenos poros na superfície dos cilindros (WANG et al., 2019a) e uma ampla distribuição de tamanho de poros de 5-45, com um pico centrado em 22,3 nm, provavelmente relacionado aos cilindros ocos, corroborado pelo diâmetro médio (24,73 nm) encontrado pelas imagens MEV (Figura 4.2c).

Devido ao caráter macroporoso da amostra XC, as propriedades texturais (Tabela 4.2) e a distribuição do tamanho dos macroporos desta amostra foram avaliadas por análise de porosimetria de mercúrio (Figura 4.12). O XC sustentável, sintetizado na fração mássica de 11 %m/m apresentou baixo valor

de densidade aparente (0,40 g/mL) comparável aos aerogéis de carbono de tanino-formaldeído na fração mássica de 34 % e pH de 4 e 6, com densidades de 0,40 g/mL e 0,42 g/mL, respectivamente, ou ainda com fração mássica de 14 % e pH 10 *0,40 g/mL) (AMARAL-LABAT et al., 2013b). Apesar dos valores serem comparáveis, neste trabalho o material foi sintetizado em um pH natural, evitando o uso de reagentes químicos para ajuste do pH, e, a partir de uma fração mássica mais baixa, ou seja, uma menor quantidade de precursor foi utilizada. Além disso, o material foi obtido por uma secagem muito mais simples e menos onerosa, quando comparada com a secagem supercrítica do aerogel (obtida com a secagem em CO₂ e passando por extensivas lavagens com etanol). Portanto, a síntese de XC é vantajosa em diferentes aspectos.

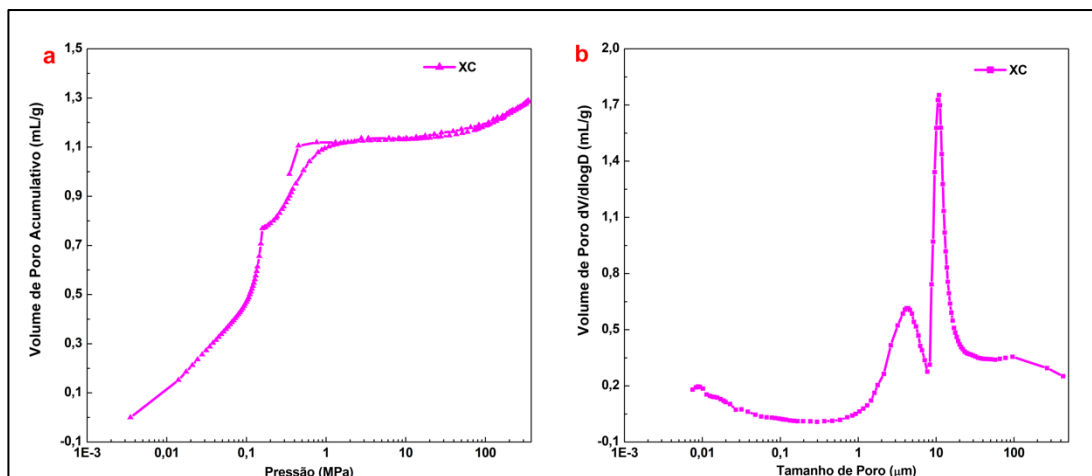
O uso do surfactante Pluronic F-127 favoreceu a formação de porosidade do material XC sustentável. O valor estimado de densidade do bulk (ρ_b) é de 0,40 g/mL a densidade esquelética (ρ_s) é de 0,87 g/mL, resultando em uma porosidade total (ϕ) de 52%. A significativa porosidade (52%) e a respectiva área total de poros (67 m²/g) pode promover atenuação da onda eletromagnética, produzindo um material promissor para esta finalidade (LETELLIER et al., 2015; SANI et al., 2023).

Tabela 4.2 - Densidade aparente (ρ_b), densidade esquelética (ρ_s), porosidade (ϕ), volume total de poros (V_{Hg}), área total de poros (A_{total}) obtidos pela porosimetria de mercúrio.

Amostra	ρ_b (g.mL ⁻¹)	ρ_s (g.mL ⁻¹)	ϕ (%)	V_{Hg} (mL.g ⁻¹)	A_{total} (m ² .g ⁻¹)
XC	0,40	0,87	52	1,29	67

A Figura 4.12 mostra as curvas de intrusão-extrusão de mercúrio obtidas do material XC sustentável macroporoso. A Figura 4.12a, mostra a histerese formada na extrusão do mercúrio, que é atribuída ao mercúrio aprisionado nos poros, conforme já observado para os géis à base de taninos (AMARAL-LABAT et al., 2013a; 2015). A distribuição de tamanho de poros (Figura 4.12b) mostra picos centrados em 4 μ m e 10 μ m, concordando com as imagens de MEV, onde vazios nesta faixa de escala são claramente observados (Figura 4.1b).

Figura 4.12 - Porosimetria de mercúrio de XC: curva de intrusão-extrusão (a); distribuição de tamanho de poros correspondente (b).



4.3 Propriedades eletromagnéticas dos materiais

As propriedades dielétricas intrínseca no meio material como a permissividade complexa e condutividade foram obtidas por caracterizações eletromagnéticas dos compósitos de XC, XC/NTC e XC/RGO. As análises dos compósitos foram feitas por analisador de rede vetorial (VNA) nas faixas de frequências das Bandas X e Ku.

4.3.1 Propriedades dielétricas e refletividade dos compósitos na banda X

Neste estudo, foram analisados compósitos com concentrações de 5%, 10% e 15% de XC sustentável puro e com aditivos de NTC e RGO. A caracterização desses compósitos foi realizada por meio de um analisador de rede vetorial na faixa de frequência de 8,2 a 12,4 GHz, utilizando o kit de guia de ondas X11644A.

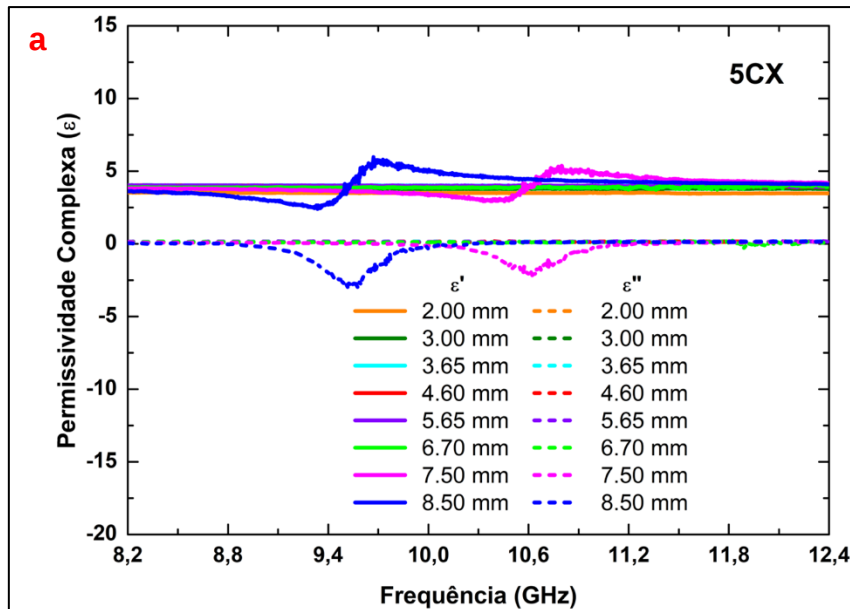
4.3.1.1 Propriedades dielétricas dos compósitos XC, XC/NTC e XC/RGO

Normalmente, materiais com valores de RL inferiores a -10 dB são considerados absorvedores de radiação eletromagnética (JIANG et al., 2019; LI et al., 2014). As Figuras 4.13a-c, mostram os resultados das propriedades dielétricas de permissividade complexa (ϵ) do compósito de XC puro nas concentrações de 5, 10 e 15 %m/m do material carbonoso misturado na matriz flexível.

As permissividades reais (ϵ') dos compósitos 5XC e 10XC (Figura 4.13a e Figura 4.13b) são constantes entre 4,3 e 6,7, respectivamente, enquanto as permissividades imaginárias (ϵ'') tiveram um valor máximo em aproximadamente 0,49.

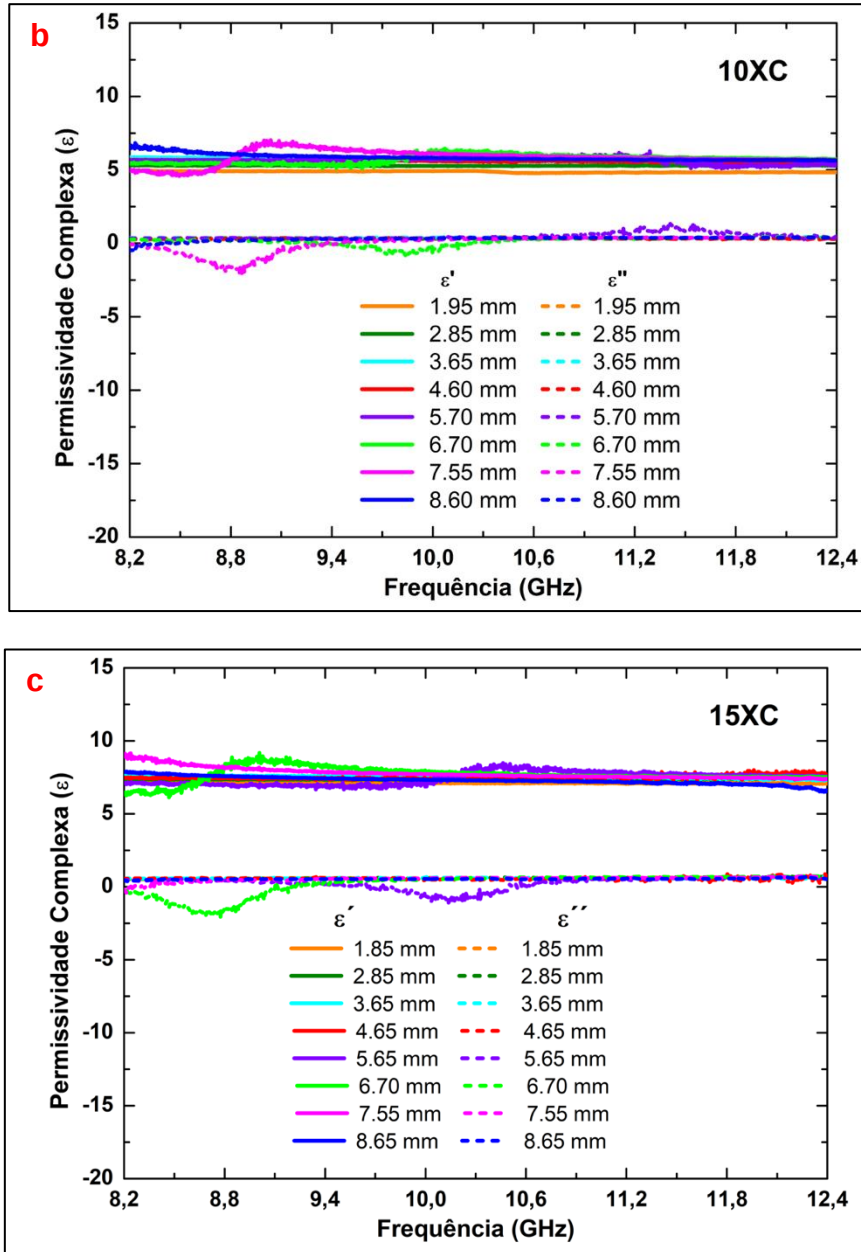
Um aumento de ϵ' para 9,11 é observado quando a concentração de carbono sustentável aumenta para 15 % em massa na matriz polimérica acompanhado de um sutil aumento de ϵ'' para 0,7 (Figura 4.13c).

Figura 4.13 - Permissividades complexas dos compósitos de XC em matriz polimérica: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).



continua

Figura 4.13 – Conclusão.

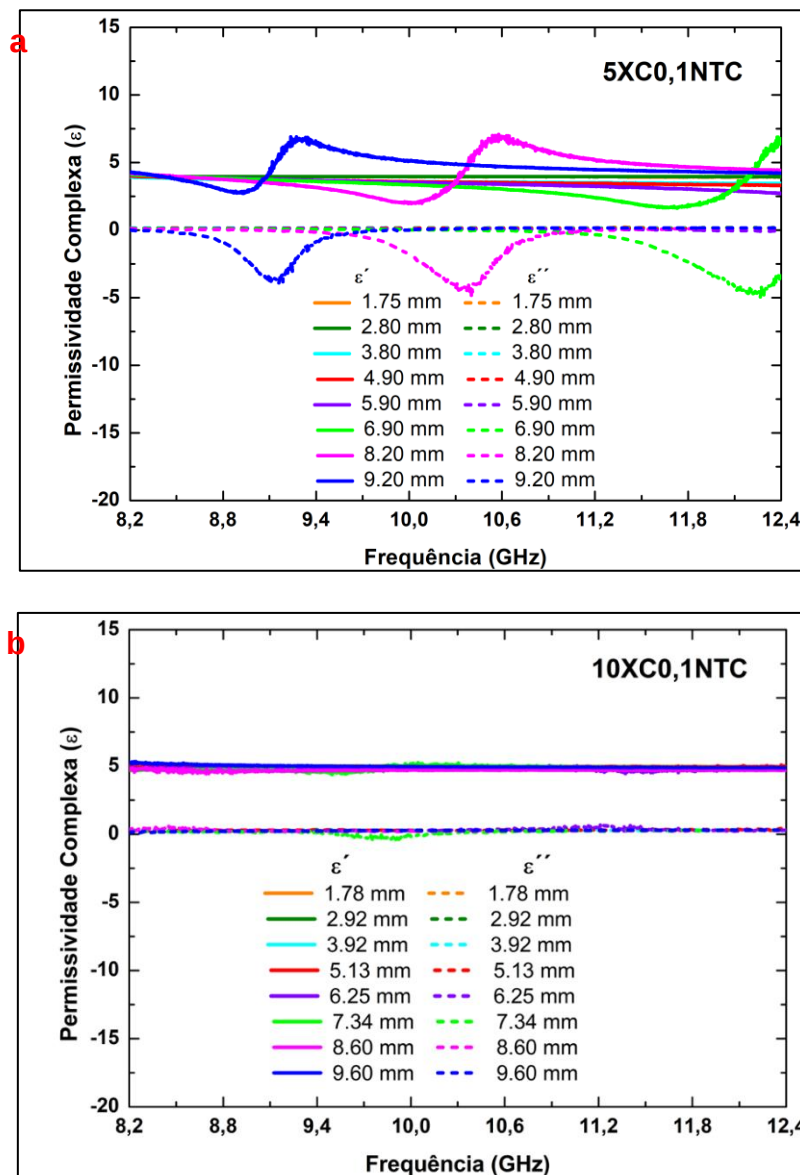


Permissividades complexas dos compósitos de XC em matriz polimérica: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).

Os compósitos também foram analisados ao adicionar o aditivo NTC, em uma concentração de 0,1% em massa, juntamente com concentrações de 5%, 10% e 15 %m/m de XC. Os resultados das permissividades real e imaginária são apresentados nos gráficos das Figuras 4.14a-c.

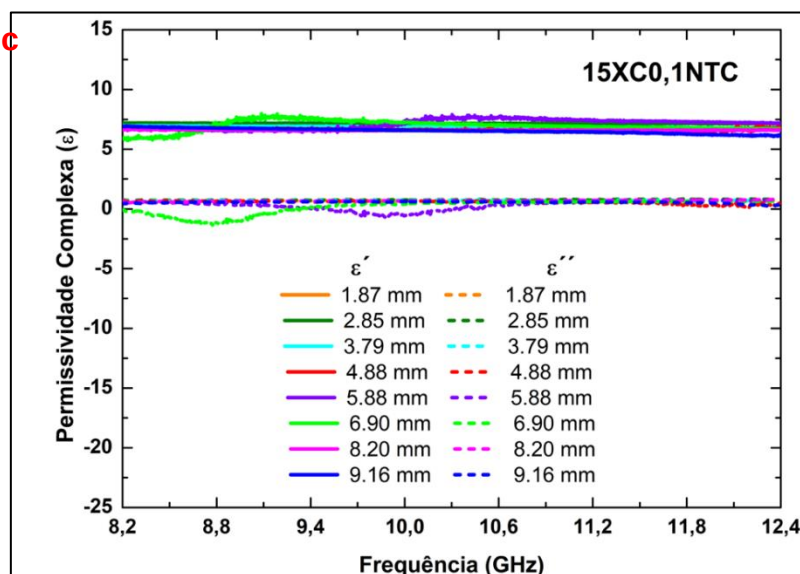
Os valores de ϵ' dos compósitos 5XC0,1NTC, 10XC0,1NTC e 15XC0,1NTC (Figura 4.14a-c) permanecem constantes em toda faixa de frequência, com valores aproximados de 4,43, 5,27 e 7,5, respectivamente. Enquanto as permissividades imaginárias tiveram valores de 0,16 e 0,30 para os compósitos 5XC0,1NTC e 10XC0,1NTC. Já para o compósito 15XC0,1NTC, o valor de ϵ'' aumentou para $\sim 0,8$.

Figura 4.14 - Permissividades complexas dos compósitos de XC em matriz polimérica: 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).



continua

Figura 4.14 – Conclusão.

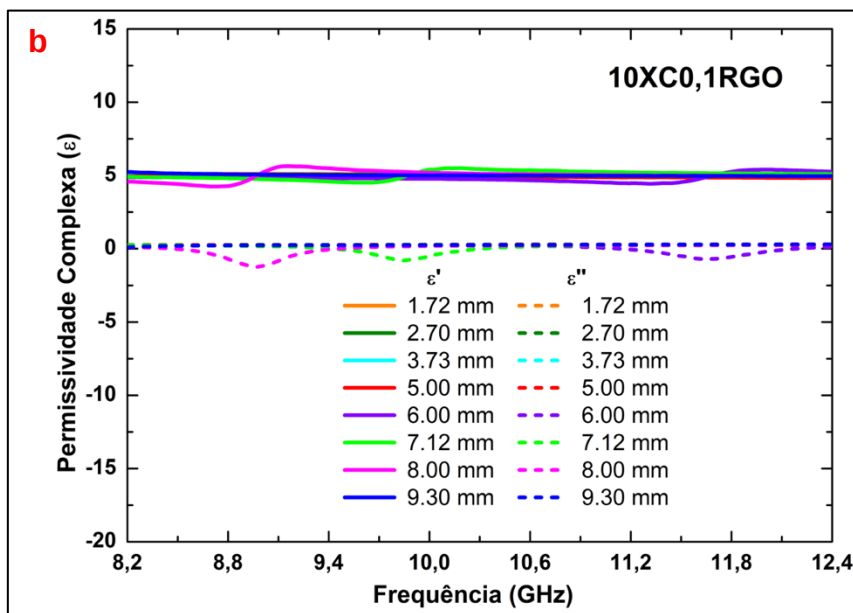
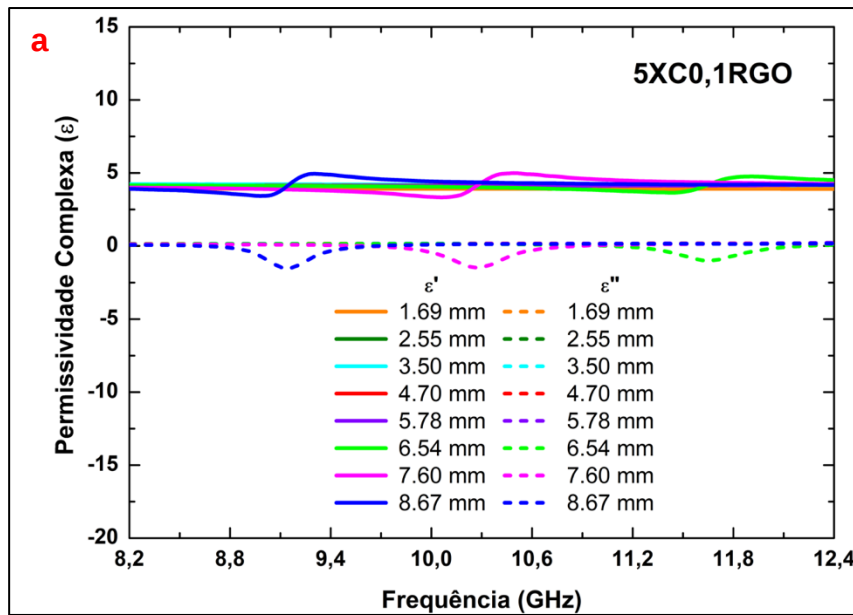


Permissividades complexas dos compósitos de XC em matriz polimérica: 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).

As propriedades dielétricas dos compósitos de XC, com concentrações de 5, 10 e 15 %m/m e com envelopamento de RGO (0,1% em massa), são apresentadas nos gráficos das Figuras 4.15a-c. As permissividades (ϵ' , ϵ'') se comportam de maneira constantes ao longo de toda a faixa de frequência de 8,2 a 12,4 GHz. Outra característica observada é que, à medida que a concentração de XC aumenta (5%, 10% e 15% em massa), mantendo a concentração de RGO, os valores de ϵ' permanecem relativamente baixos, em torno de 4,5, 5,5 e 6,95, respectivamente. As permissividades imaginárias resultaram em valores de 0,16 (5XC0,1RGO), 0,29 (10XC0,1RGO) e 0,5 (15XC0,1RGO).

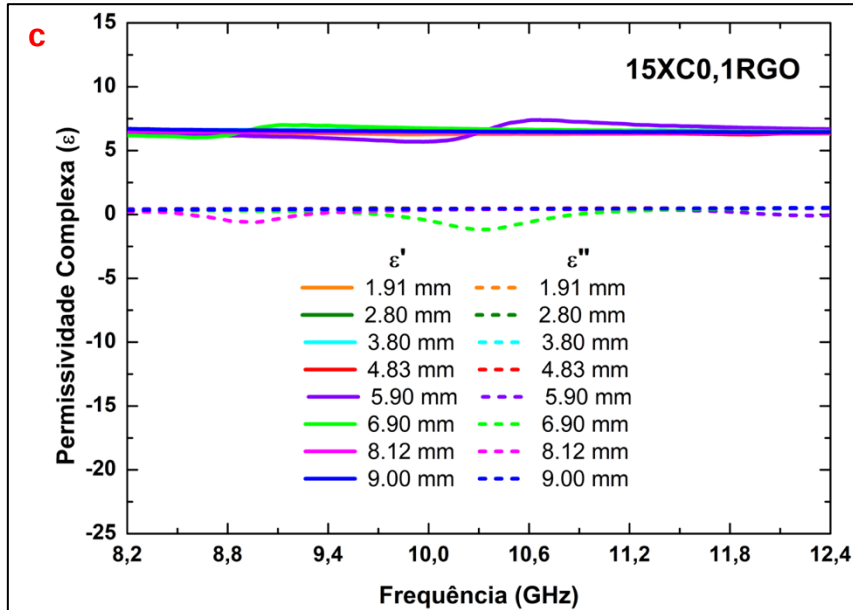
Comparando-se ϵ' dos compósitos com aditivos nanoestruturados na concentração de saturação, 15XC0,1NTC com 15XC0,1RGO, pode-se observar que houve uma diminuição nesse último compósito em torno de 8% na capacidade do material e armazenar a energia. Observa-se que o uso de RGO envelopando o XC apresenta a capacidade de dissipação dos elétrons num valor máximo de ϵ'' em $\sim 0,5$, resultando em um decréscimo no valor da permissividade imaginária do compósito em comparação ao resultado do compósito com NTC.

Figura 4.15 - Compósito de XC/RGO em matriz polimérica: Permissividades complexas 5XC/0,1RGO (a); 10XC/0,1RGO (b); 15XC/0,1RGO(c).



continua

Figura 4.15 – Conclusão.



Compósito de XC/RGO em matriz polimérica: Permissividades complexas 5XC/0,1RGO (a); 10XC/0,1RGO (b); 15XC/0,1RGO(c).

Os compósitos de XC, XC/NTC ou XC/RGO apresentam resultados de perdas que podem contribuir com a atenuação da onda EM. As múltiplas interfaces entre os compósitos XC, XC/NTC, XC/RGO em contato com o ar e matriz polimérica, podem ocasionar perdas de polarização devido a diversos limites entre as superfícies, os quais acumulam cargas e induzem a polarização interfacial. Além disso, o RGO pode apresentar grupos funcionais residuais contendo oxigênio e consequentemente defeitos na estrutura. Esses defeitos podem agir como centros dipolares, ocasionando polarização dipolar. Esses dois processos de polarização contribuem para a atenuação da onda eletromagnética incidente (CHENG et al., 2020).

Embora o NTC e o RGO sejam conhecidos por sua alta condutividade elétrica, como relatado na literatura, sua presença nos compósitos XC/NTC ou XC/RGO não contribuiu para aumentar a permissividade do material e também não favoreceu ao casamento de impedância (SANI et al., 2023).

4.3.1.2 Refletividades dos compósitos XC, XC/NTC e XC/RGO

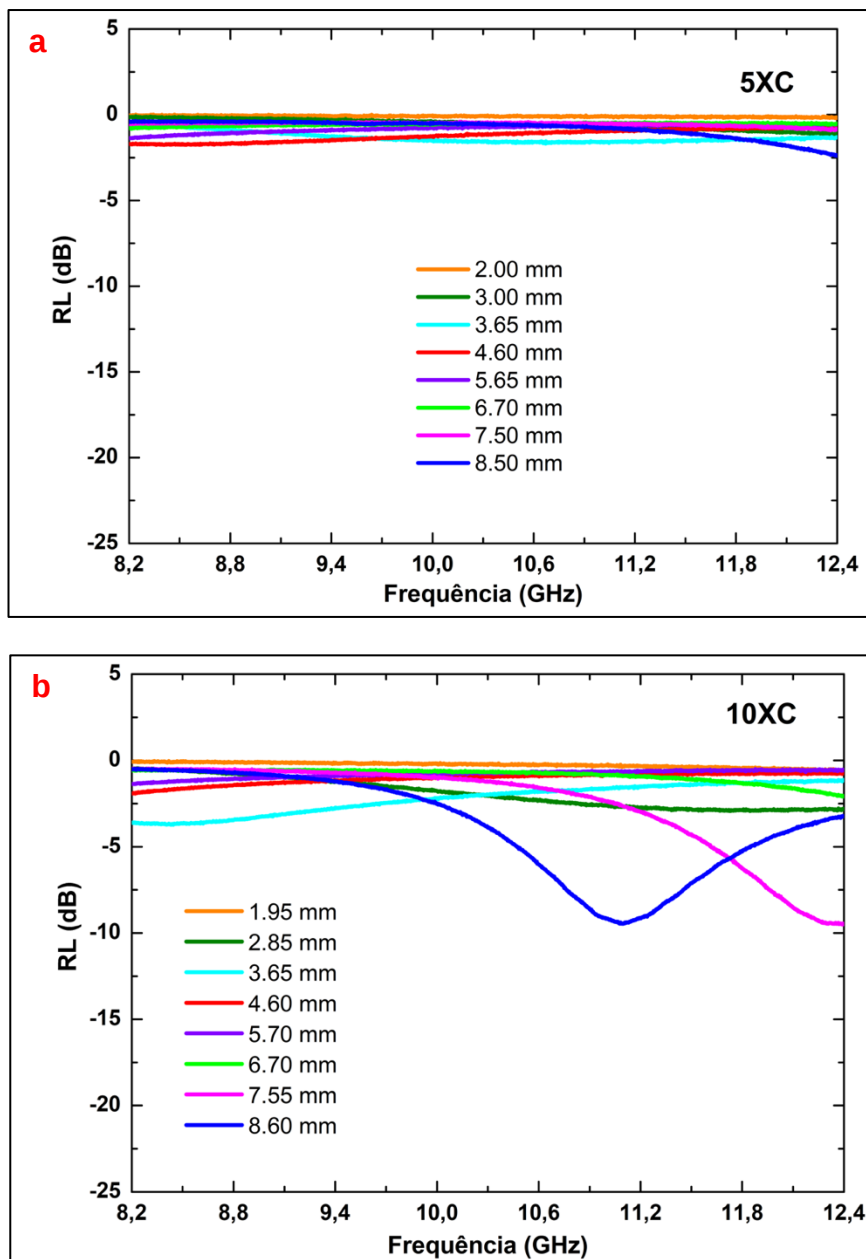
A refletividade ou perda por reflexão (RL) do compósito de XC puro nas concentrações de 5, 10 e 15 % na Banda X, são mostrados nas Figuras 4.16a-c. As análises de perda por reflexão são realizadas com uma placa metálica (PEC) atrás dos compósitos.

Na análise das propriedades de refletividade do compósito 5XC mostrado na Figura 4.16a, um valor máximo de perda por reflexão é apresentado em -2,40 dB na frequência de 12,4 GHz para compósito com 8,50 mm de espessura.

Ao aumentar a concentração para 10% de material sustentável (Figura 4.16b), é observado uma contribuição no aumento da perda por reflexão em quase 90%, que resultou uma magnitude de -9,45 dB nas frequências de 11 GHz e 12,35 GHz para os compósitos de espessuras 7,55 mm e 8,60 mm, respectivamente.

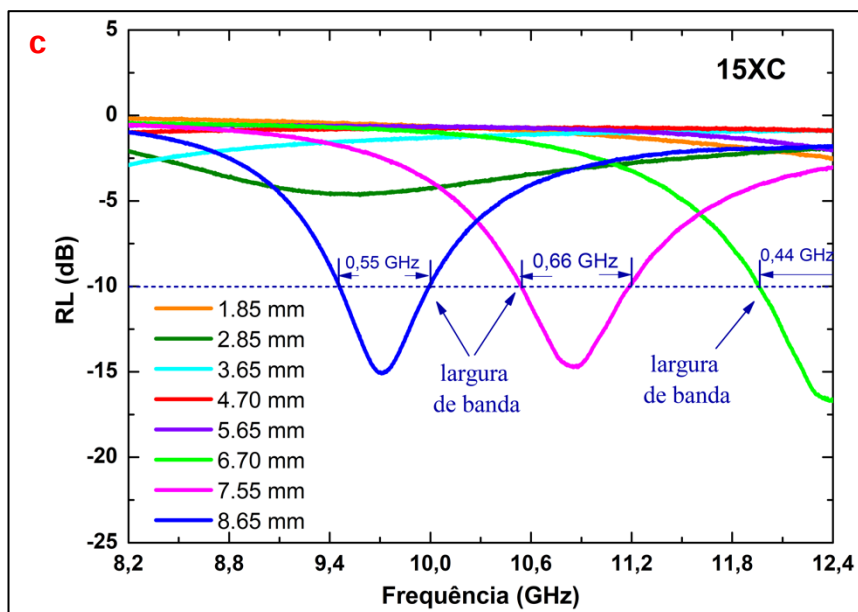
No compósito 15XC, mostrado na Figura 4.16c é observado um aumento significativo na perda por refletividade em mais de 90% resultando um RL de -14,72 dB (10,87 GHz) para o compósito com espessura de 7,55 mm, e mais que 97% os RL de -15,09 dB (9,70 GHz), e -16,70 dB (12,4 GHz), nas espessuras de 8,65 mm e 6,70 mm, respectivamente. Nota-se também que há um deslocamento do pico de RL para frequências mais baixas à medida que a espessura do compósito aumenta (SANI et al., 2023).

Figura 4.16 - Compósito de XC em matriz polimérica: Refletividades 5XC (a); 10XC (b); 15XC(c).



continua

Figura 4.16 – Conclusão.



Compósito de XC em matriz polimérica: Refletividades 5XC (a); 10XC (b); 15XC(c) .

A curvas de RL do compósito de XC/NTC nas concentrações de 5, 10 e 15 %, são mostrados nas Figuras 4.17a-c.

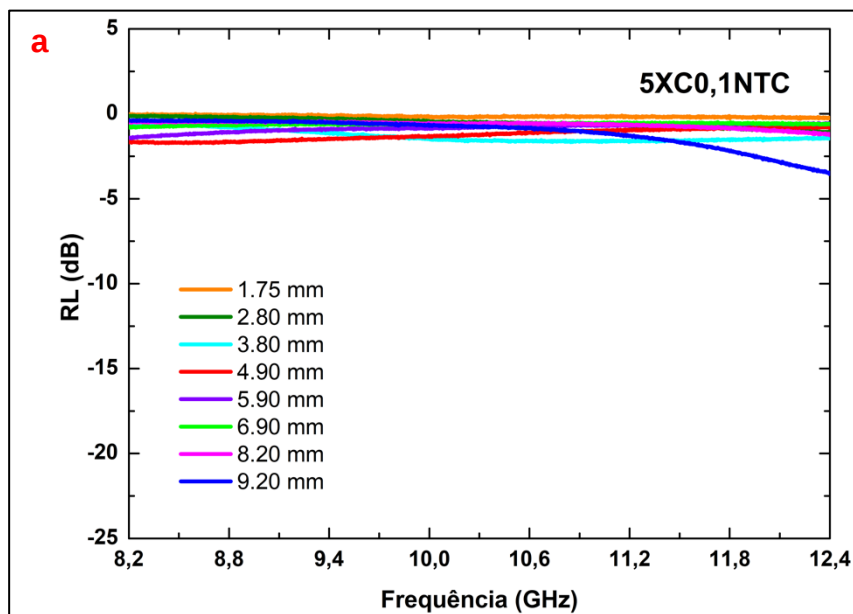
No compósito 5XC0,1NTC, a curva de refletividade atinge um valor de -3,5 dB na frequência de 12,4 GHz, atenuando a onda eletromagnética em torno de 50%. Já para o compósito 10XC0,1NTC, as curvas de RL na Figura 4.17b revelam valores de perda por reflexão superiores a 50%, em -7,53 dB (11 GHz) e - 6,80 dB (12,4 GHz) para espessuras de 9,60 mm e 8,60 mm, respectivamente.

No aumento da concentração de XC para 15% com 0,1% de NTC, é observado picos de RL de -18,60 dB (10 GHz), -17,57 dB (11 GHz) e -10,47 dB (12,4 GHz), nas espessuras de 9,16 mm, 8,20 mm e 6,90 mm, respectivamente. É evidenciado que ao adicionar nanotubo de carbono na mistura com o XC é possível observar que o nanoestruturado é capaz de promover um aumento para 97% na atenuação na onda eletromagnética. Com o aumento da perda dielétrica $\epsilon'' \sim 0,8$, ao adicionar o NTC, é esperada que aconteça uma atenuação nas ondas eletromagnéticas podendo ser causado pela perda por condutividade devido a rede condutora de NTC (WANG et al., 2021a). O NTC devido sua estrutura

tubular pode facilitar o transporte livre dos elétrons ao longo de seu comprimento, favorecendo respostas eletromagnéticas (WANG; ZHAO, 2014).

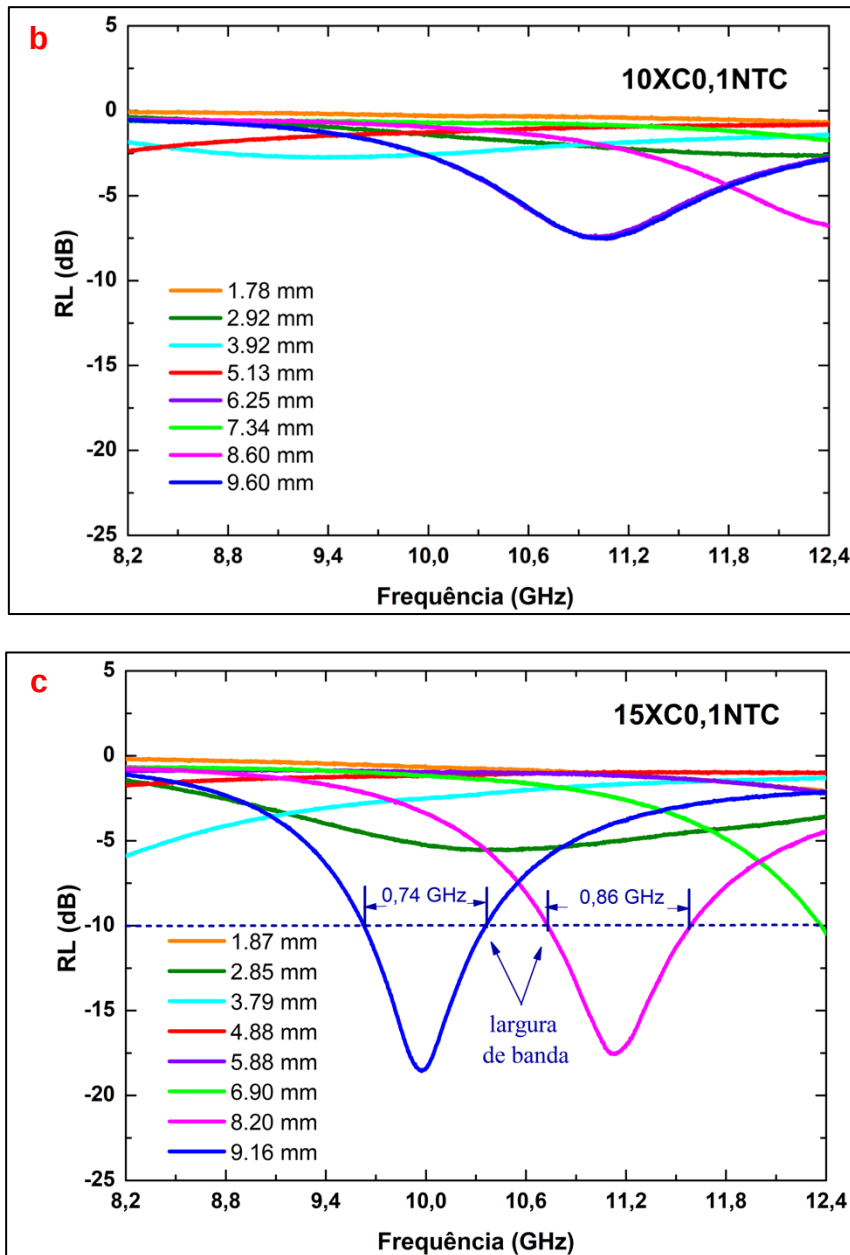
Por outro lado, comparando os resultados obtidos com XC puro, no compósito 15XC, e após a adição e NTC no compósito (15XC0,1NTC) uma notável atenuação da onda eletromagnética foi atingida, alcançando mais de 97%, apesar da baixa concentração de apenas 0,1% em massa do NTC. Esse percentual ainda pode representar uma contribuição considerável para a dissipação da onda EM.

Figura 4.17 - Compósito de XC com aditivo de NTC em matriz polimérica: Refletividades 5XC/0,1NTC (a); 10XC/0,1NTC (b); 15XC/0,1NTC(c).



continua

Figura 4.17 – Conclusão.



Compósito de XC com aditivo de NTC em matriz polimérica: Refletividades 5XC/0,1NTC (a); 10XC/0,1NTC (b); 15XC/0,1NTC(c).

Os resultados de RL das análises dos compósitos de 5XC0,1RGO, 10XC0,1RGO e 15XC0,1RGO, são mostradas na Figura 4.18a-b.

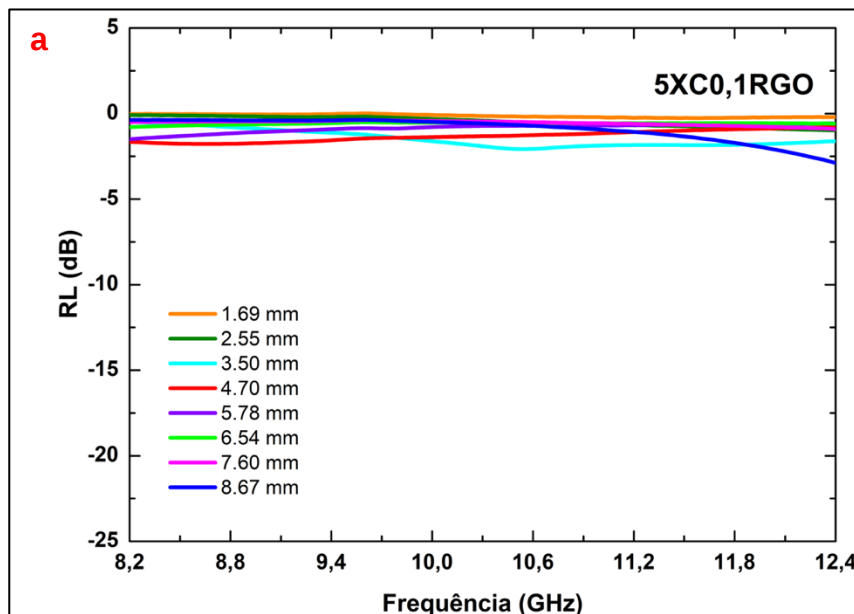
O compósito 5XC0,1RGO exibe uma leve perda por reflexão de -2,88 dB na frequência de 12,4 GHz, para compósito de 8,67 mm. Como demonstrado em outros gráficos, observa-se comportamento similar ao aumentar a concentração

de xerogel de carbono, resultando em uma melhoria de 50% na atenuação da onda EM.

Para o compósito 10XC0,1RGO, mostrados na Figura 4.18b, as espessuras de 9,30 mm e 8,00 mm apresentam valores de RL de -7,18 dB (11,3GHz) e - 5,21 dB (12,4GHz), respectivamente.

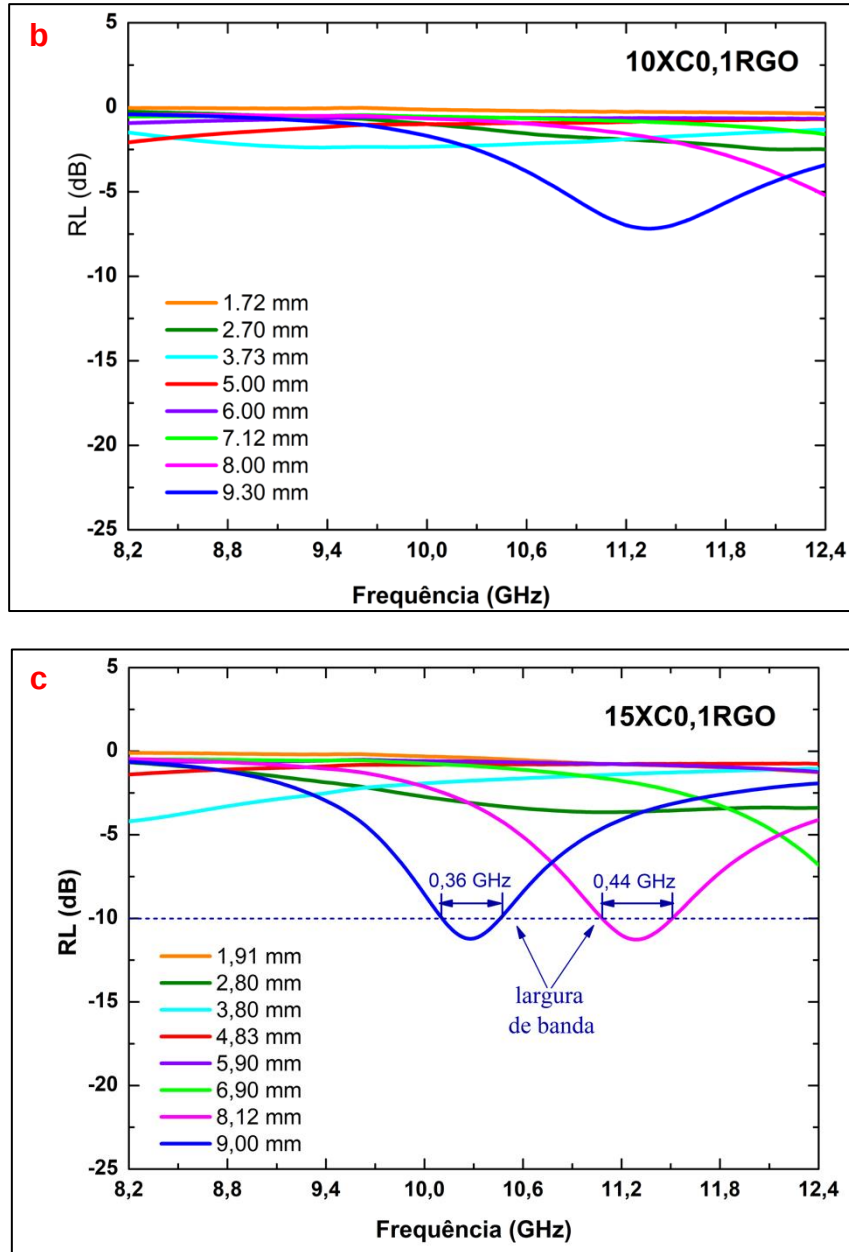
É observado que há atenuação superior a 90 % da onda eletromagnética no compósito 15XC0,1RGO. A Figura 4.18c mostra que, nas espessuras de 8,12 mm e 9,00 mm, os valores sintonizados de RL se aproximaram de -11,2 dB em frequências de 10,27 GHz e 11,29 GHz. Este fato pode estar atribuído ao mecanismo de perda por polarização interfacial, justificado pelo contato entre as interfaces heterogênea do material carbonoso XC/RGO, o ar e a matriz polimérica (SONG et al., 2017).

Figura 4.18 - Refletividades dos compósitos: 5XC/0,1RGO (a); 10XC/0,1RGO (b); 15XC/0,1RGO(c).



continua.

Figura 4.18 – Conclusão.



Refletividades dos compósitos: 5XC/0,1RGO (a); 10XC/0,1RGO (b); 15XC/0,1RGO(c) .

O compósito de XC/RGO apresenta resultados que se aproximam de 90% de atenuação da onda eletromagnética no caso do compósito 15XC0,1RGO. Contudo, pode ser necessário aprimorar a metodologia de síntese do RGO para aplicações na banda X. O RGO pode apresentar uma área superficial alta, porém pode sofrer uma fraca correspondência da impedância devido ao valor de $\epsilon'' \sim 0,5$

e também por não apresentar resposta de permeabilidade, resultando em valores de RL muito discretos (SAEED et al., 2024).

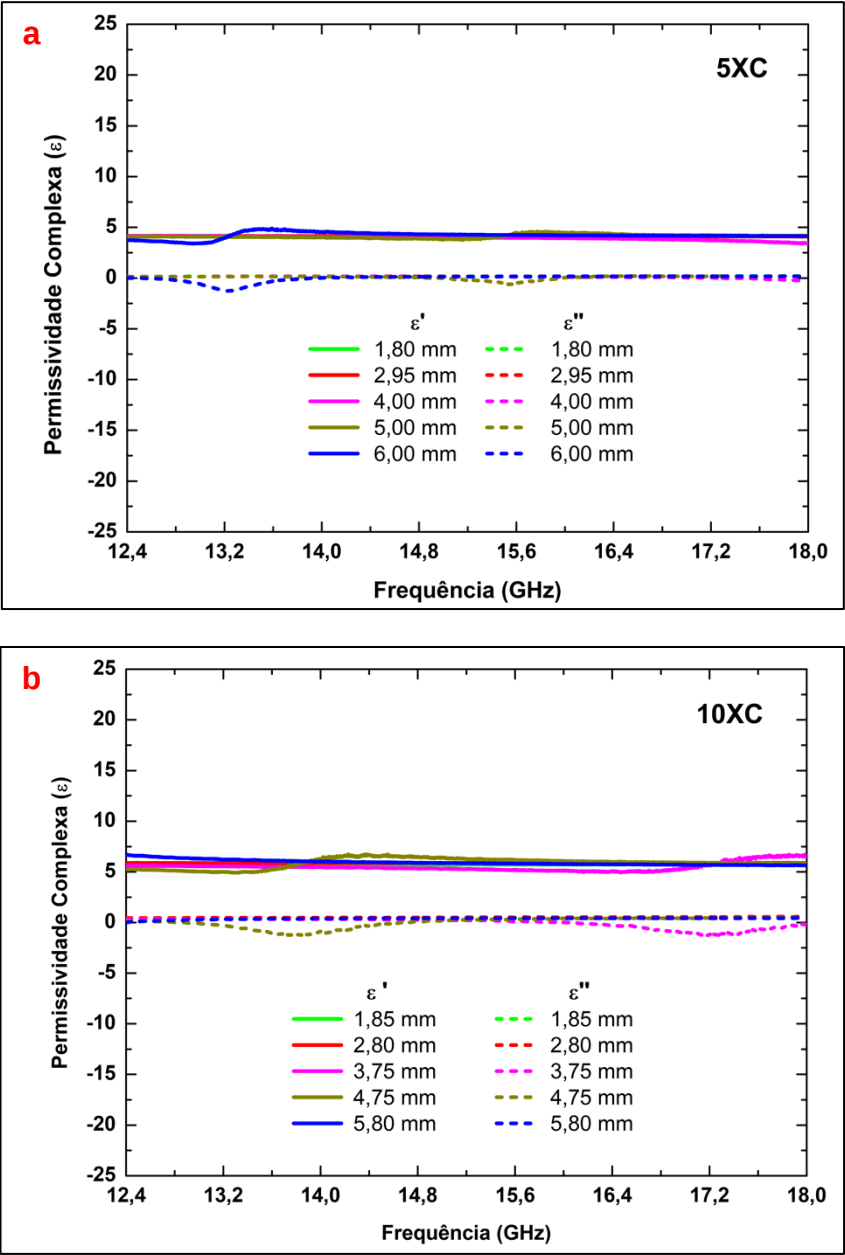
4.3.2 Propriedades dielétricas e refletividade dos compósitos na banda Ku

Os resultados das propriedades dielétricas e RL dos compósitos flexíveis de XC, XC/NTC e XC/RGO também foram avaliados na faixa de frequência da Banda Ku (12,4 a 18 GHz). As permissividades complexas de todos os compósitos são apresentadas a seguir.

4.3.2.1 Propriedades dielétricas dos compósitos XC, XC/NTC, XC/RGO

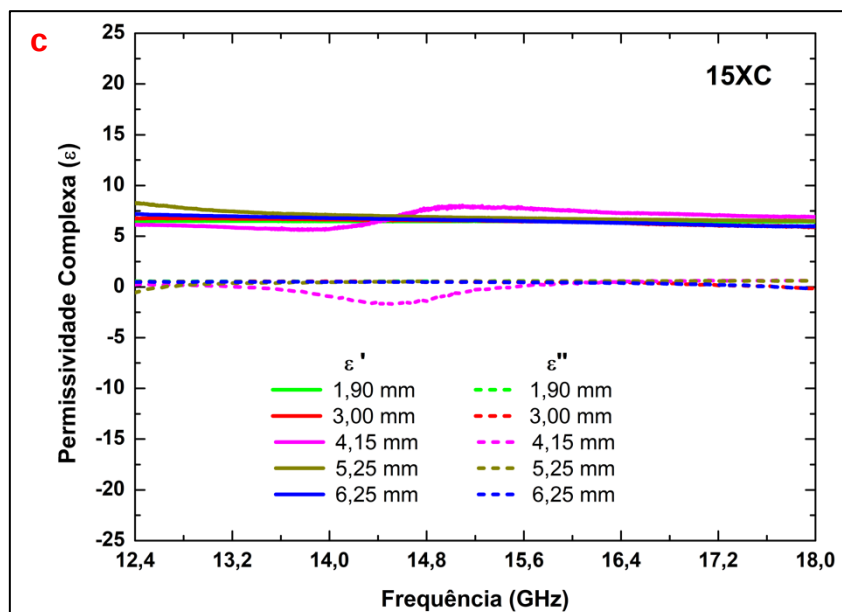
As permissividades complexas, real e imaginária, dos compósitos mostrados nas Figuras 4.19a-c, com concentrações de 5%, 10% e 15 % em massa de XC, se mantêm constantes. Os valores de ϵ' dos compósitos 5XC e 10XC (Figura 4.19a-b) são observados entre 4,1 e 5,4, respectivamente, enquanto o ϵ'' teve máximo de aproximadamente 0,5. Observa-se um aumento em ϵ' quando a concentração de XC aumenta para 15 %m/m na matriz flexível (Figura 4.19c), resultando em aproximadamente 8,1, enquanto a permissividade imaginária, aproxima-se de $\epsilon'' \sim 0,65$.

Figura 4.19 - Permissividades complexas dos compósitos: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).



continua

Figura 4.19 – Conclusão.



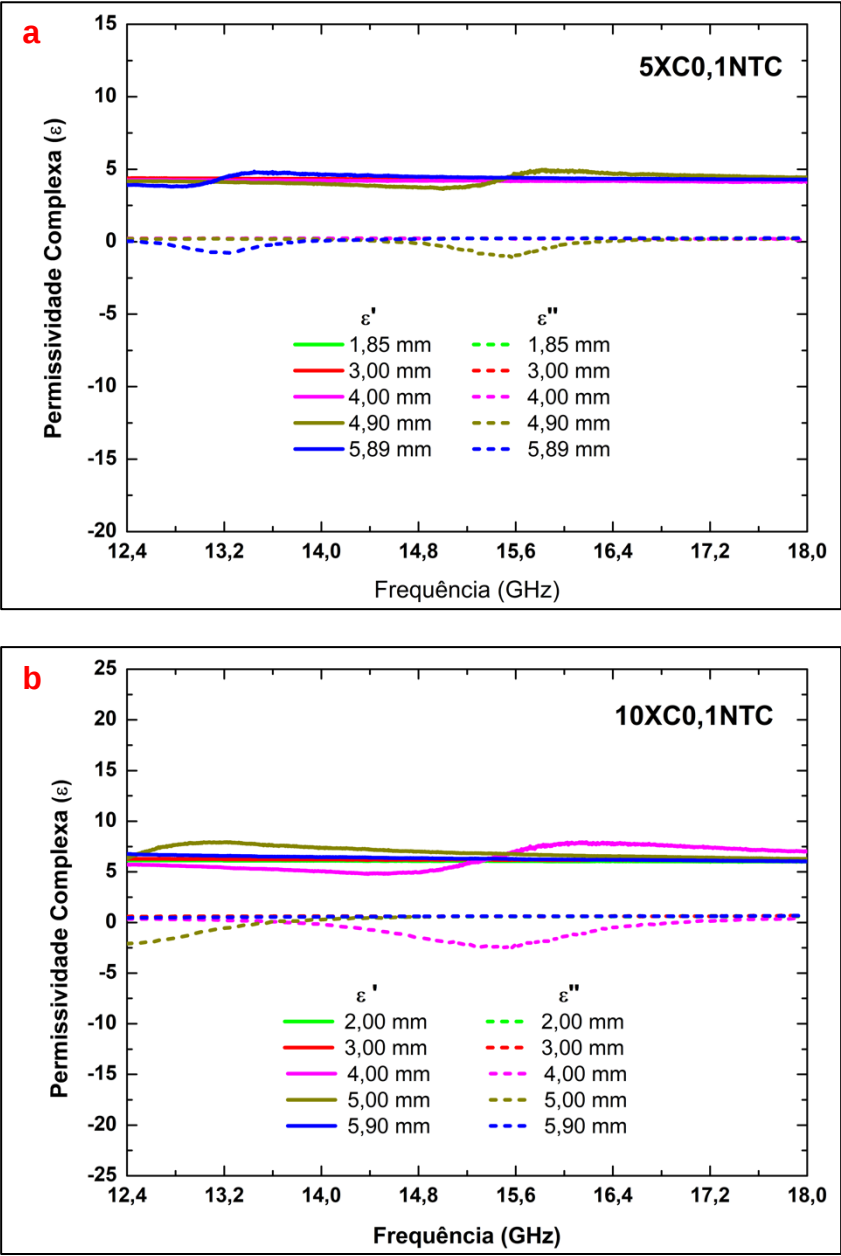
Permissividades complexas dos compósitos: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).

Os compósitos contendo nanotubos de carbono 5XC0,1NTC, 10XC0,1NTC e 15XC/0,1NTC (Figura 4.20a-c) apresentaram curvas de ϵ' entre 4,5, 5,7 e 9,9, respectivamente.

A permissividade imaginária ϵ'' dos compósitos 5XC0,1NTC e 10XC0,1NTC aumentaram com aumento da frequência em torno de 0,17 e 0,69, respectivamente, enquanto a do compósito 15XC0,1NTC aumentou com a variação da frequência, atingindo um máximo de aproximadamente 1,5. O aumento da concentração de XC (15 % em massa) associado à adição de NTC promoveu o aumento tanto de ϵ' quanto ϵ'' , melhorando a propriedade dielétrica. Esse efeito pode ser atribuído a uma interface de polarização devido à formação de dipolos entre a interface do xerogel de carbono e a matriz polimérica (KIANI; ROZATIAN; YOUSEFI, 2013; SRIRAMULU et al., 2022). O aumento de ϵ'' , mostrado na Figura 4.20c, pode estar relacionado ao aumento da condutividade elétrica devido à adição do NTC, e, também, provavelmente relacionado à maior concentração de carbono poroso (FLÓREZ VERGARA et al., 2019; SZCZUREK et al., 2018). Além disso, a adição de nanotubos de carbono à matriz de carbono sustentável pode induzir um efeito sinérgico na propriedade de condutividade

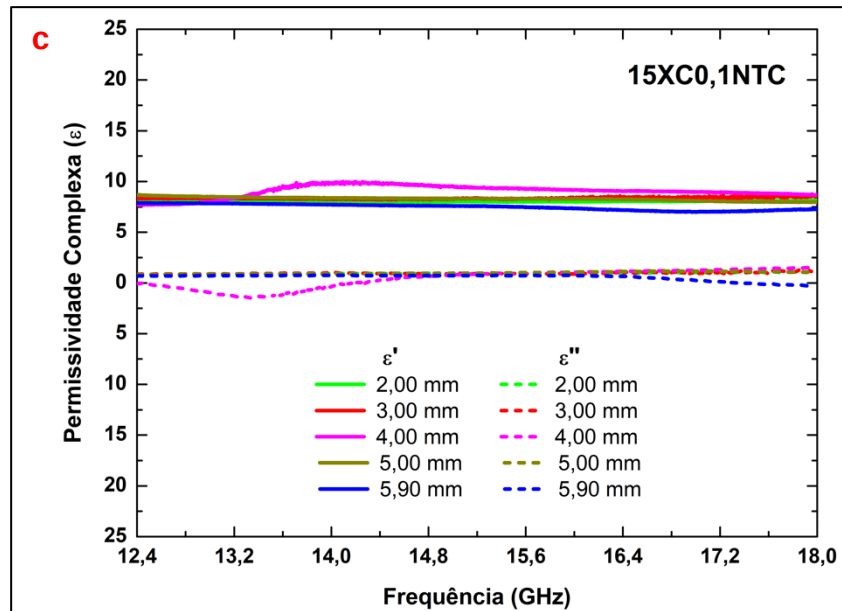
elétrica e, conseqüentemente, aumentar o potencial de absorção do material compósito por meio de um fenômeno dissipativo.

Figura 4.20 - Compósito XC/NTC em matriz polimérica: Permissividades complexas 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).



continua

Figura 4.20 – Conclusão.



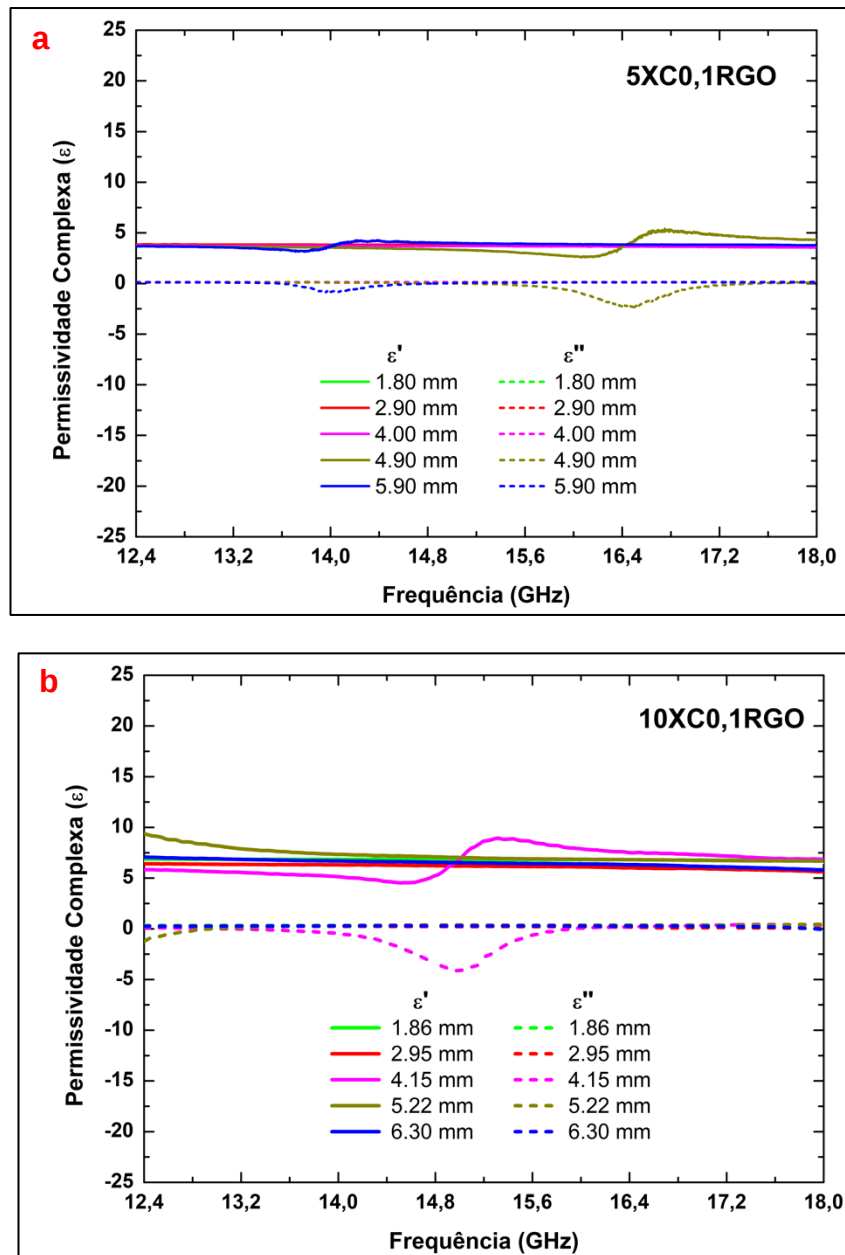
Compósito XC/NTC em matriz polimérica: Permissividades complexas 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).

Da mesma forma, as Figuras 4.21a-c exibem as curvas dos compósitos 5XC0,1RGO, 10XC0,1RGO e 15XC0,1RGO.

A permissividade real e imaginária do compósito 5XCRGO apresenta valores aproximados de 4,8 e 0,2, respectivamente.

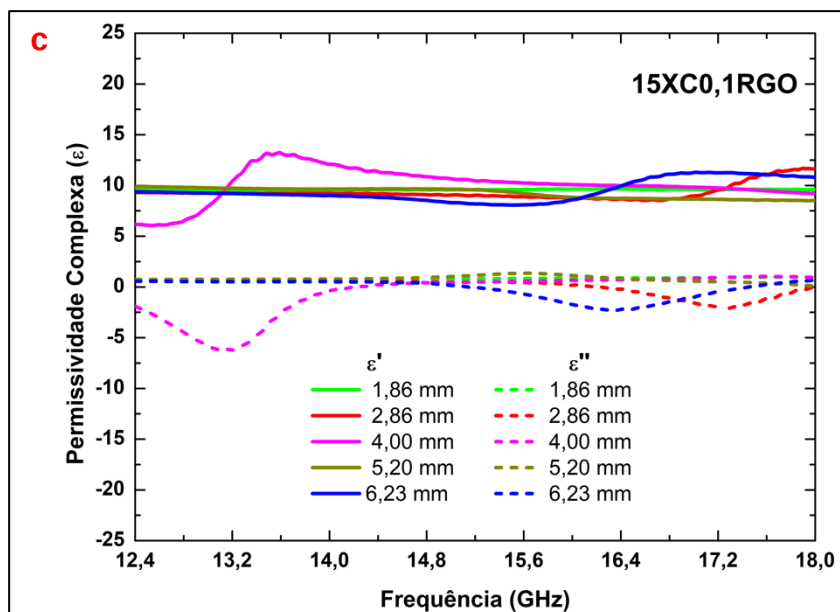
Para o compósito 10XC0,1RGO (Figura 4.21b), houve um aumento ϵ' , atingindo um máximo de 9,2, enquanto ϵ'' é aproximadamente 0,4. Já para a concentração de 15% em massa com envelopamento do RGO, observa-se um discreto aumento da permissividade real do compósito 15XC0,1RGO (Figura 4.21c), indicando um valor máximo de ϵ' em torno de 11 e $\epsilon'' \sim 1,2$.

Figura 4.21 - Permissividade Complexas dos Compósitos: 5XCRGO (a); 10XCRGO (b); 15XCRGO (c).



continua

Figura 4.21 – Conclusão.



Permissividade Complexas dos Compósitos: 5XCRGO (a); 10XCRGO (b); 15XCRGO (c).

As propriedades dielétricas do compósito XC/RGO foram determinadas. Observou-se um aumento significativo de $\epsilon' \approx 11$ com aumento da concentração do XC envelopado com RGO. Além disso, o valor de $\epsilon'' \approx 1,2$, indica uma contribuição para a perda dielétrica, possivelmente pelos mecanismos de perda por polarização interfacial devido as interfaces XCRGO, o ar e matriz polimérica, polarização de dipolo devido a defeitos na superfície do RGO e perda por condução, favorecendo uma contribuição na atenuação da onda eletromagnética (LIANG et al., 2018).

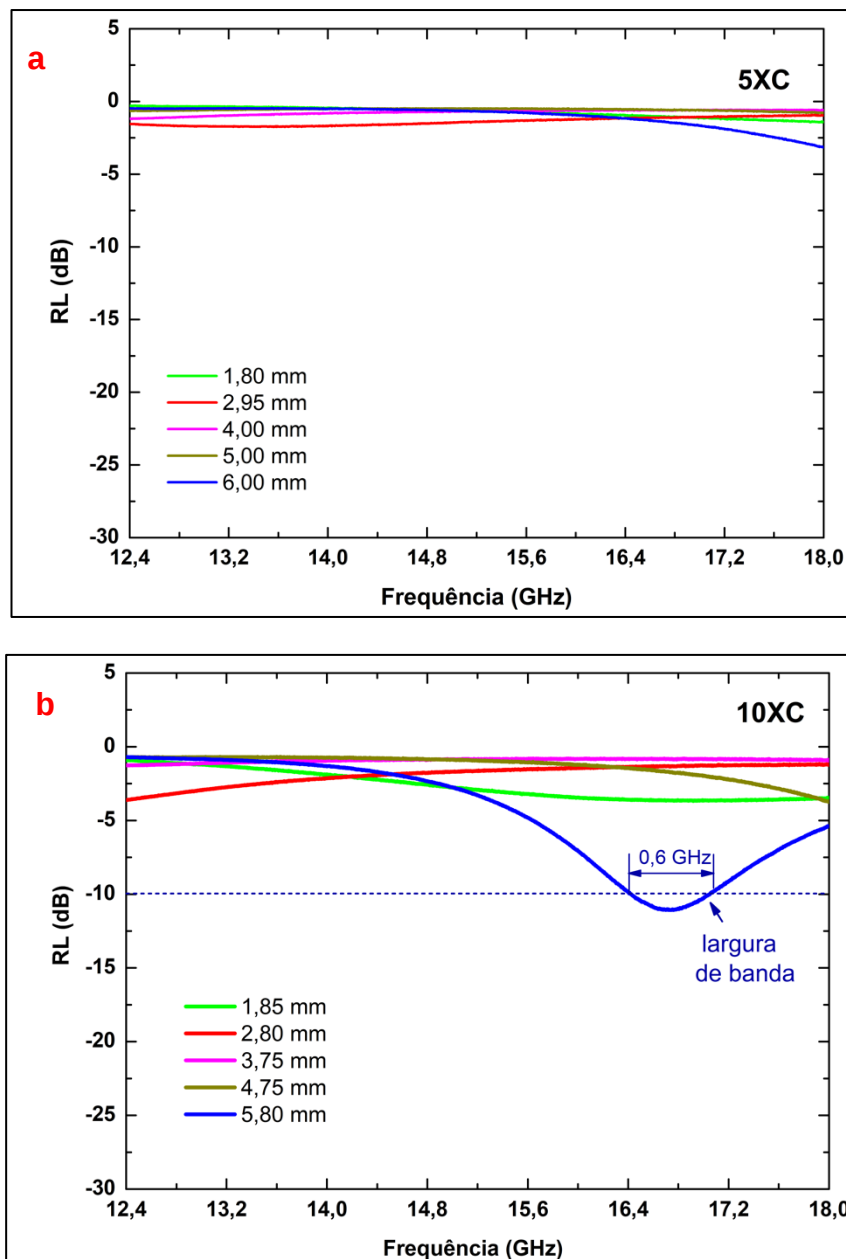
4.3.2.2 Refletividade dos compósitos XC, XC/NTC e XCRGO

A Figura 4.22a, XC (5 %) apresenta uma refletividade máxima de -3,2 dB. O compósito 10XC mostra um RL máximo de -11,08 dB em 16,72 GHz para a espessura de 5,80 mm (Figura 4.22b) e uma largura de banda de 0,6 GHz.

O aumento da porcentagem de material de carbono sustentável no compósito (15XC) produz uma melhoria da atenuação para -13,98 dB a 17,30 GHz para 5,25 mm (Figura 4.22c). A concentração de saturação 15XC e o aumento da espessura do material (6,25 mm) promoveram um deslocamento para 14,33 GHz com ligeira diminuição do RL (-15,97 dB) e um aumento da largura de banda

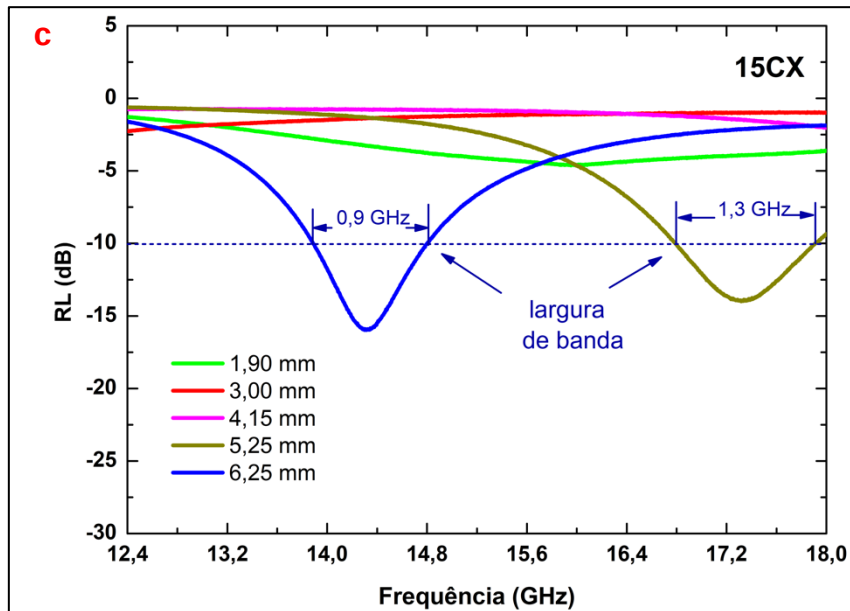
para aproximadamente 0,9 GHz. Além disso, o aumento da concentração de XC de 10% para 15% em massa também poderia aumentar o número de poros no compósito, melhorando a capacidade de atenuação da onda EM.

Figura 4.22 - Refletividade dos compósitos: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).



continua

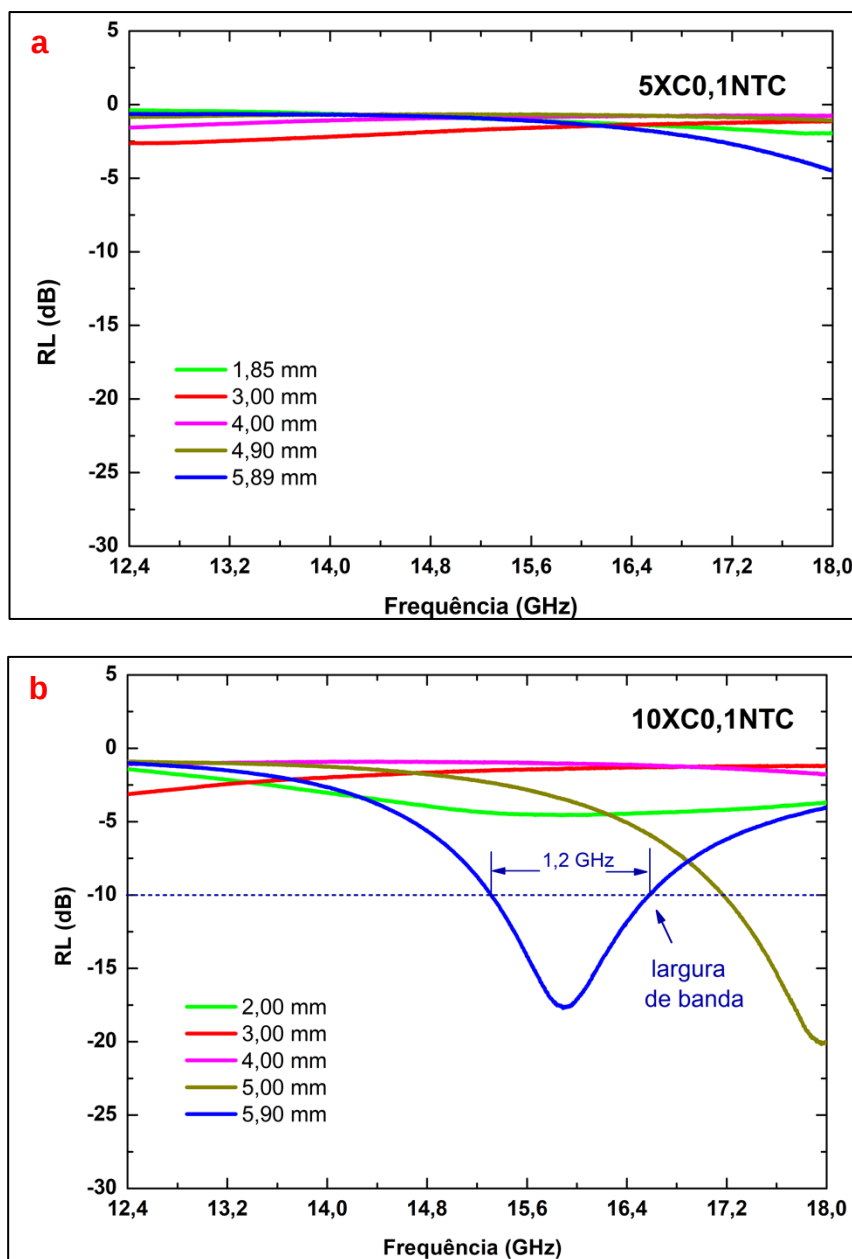
Figura 4.22 – Conclusão.



Refletividade dos compósitos: 5XC (a); 10XC (b); 15XC (c).

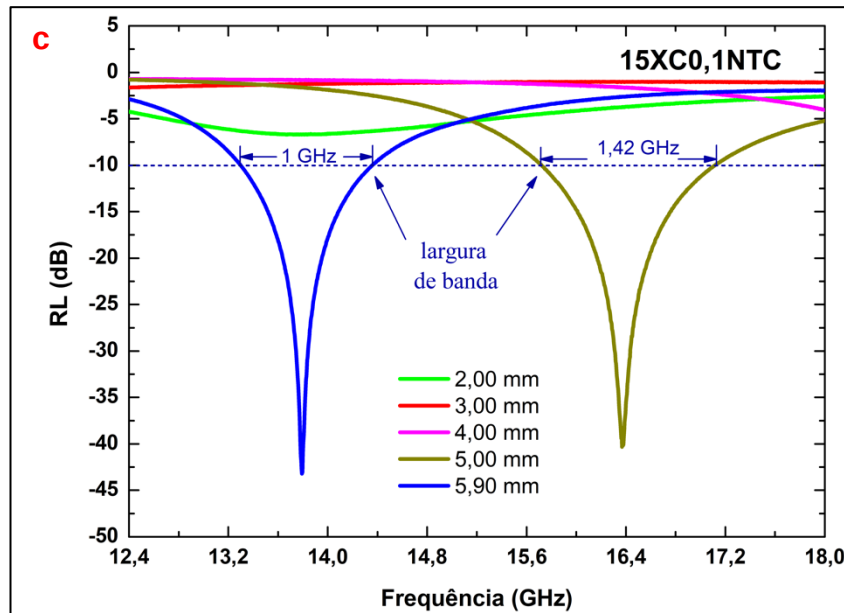
A refletividade máxima do compósito 5XC0,1NTC foi de -5 dB na frequência de 18 GHz (Figura 4.23a), representando mais que 50% de atenuação da onda eletromagnética. O compósito 10XC0,1NTC (Figura 4.23b) apresentou considerável melhora no RL em -17,70 dB (15,90 GHz) e -20,12 dB (17,95 GHz), respectivamente nas espessuras de 5,00 mm e 5,90 mm. A largura de banda do compósito de 5,90 mm de espessura foi aumentada para 1,2 GHz.

Figura 4.23 - Refletividade dos Compósitos em matriz polimérica: 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).



continua

Figura 4.23 – Conclusão.

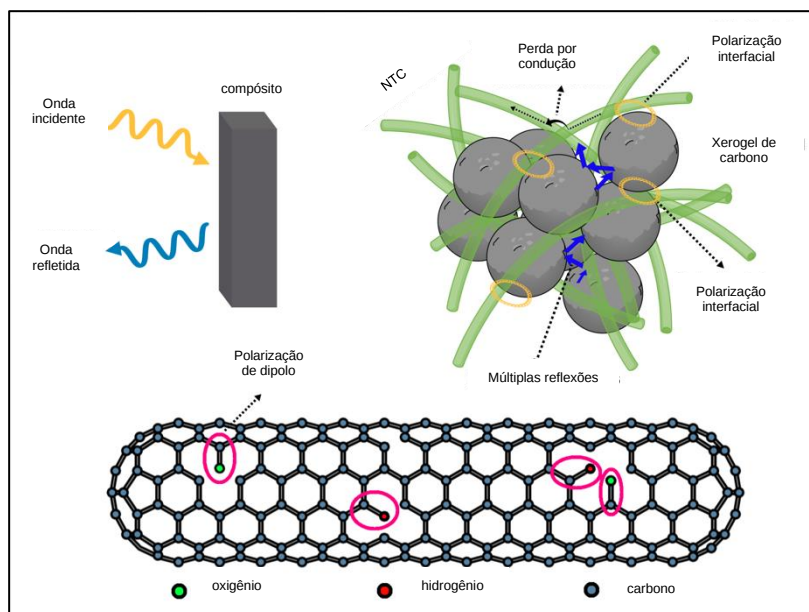


Refletividade dos Compósitos em matriz polimérica: 5XC0,1NTC (a); 10XC0,1NTC (b); 15XC0,1NTC (c).

No entanto, com o aumento da concentração de material sustentável no compósito, atingindo a saturação (Figura 4.23c), foi observado um deslocamento notável no RL em -43,19 dB (13,79 GHz) e -40,17 dB (16,36 GHz), referente as espessuras de 5,00 mm e 5,90 mm, com largura de banda de 1,00 e 1,42 GHz, respectivamente. Como esperado, os compósitos em maior concentração de XC na presença de NTC (15XC/0,1NTC) melhora as perdas dielétricas ($\epsilon'' \cong 1,5$) (FLÓREZ VERGARA et al., 2019), que podem estar associadas com o aumento da atenuação da onda eletromagnética apresentada nos resultados de RL.

Com base na discussão anterior, a Figura 4.24 ilustra os possíveis mecanismos de absorção da onda eletromagnética (EM) para os compósitos. Primeiro, quando a onda EM atinge no interior dos compósitos, podem ocorrer múltiplas reflexões. Os poros em XC também podem contribuir para espalhar a onda eletromagnética. Neste ponto, a energia da onda EM é transformada e dissipada (TAO et al., 2021).

Figura 4.24 - Ilustração dos mecanismos de absorção onda EM no compósito XC/NTC.



Em segundo lugar, o NTC tem uma massa específica consideravelmente baixa de $0,28 \text{ g/cm}^3$, representando um grande volume mesmo que utilizado em pequenas frações de massa. Assim, inserir apenas 0,1% em massa de NTC pode aumentar significativamente o número de interfaces entre XC/NTC, e o efeito sinérgico entre XC e NTC favorece a formação de polarização interfacial (ZHANG et al., 2022), o que explicaria a melhora nos parâmetros RL no compósito. Além disso, é importante notar que interfaces heterogêneas associadas com diferentes materiais podem causar polarização interfacial (YAN et al., 2017) ou Efeito Maxwell-Wagner-Sillars (HE et al., 2014; LIU et al., 2019), ou seja, a polarização interfacial será potencializada devido à elevada porosidade de NTC e XC. Ao mesmo tempo, a perda por condução não pode ser descartada porque a condutividade de corrente alternada (σ_{AC}) aumenta com ϵ'' , elevando a perda por condução ϵ'' .

Finalmente, vacâncias e defeitos de rede na estrutura do carbono contribuem para a polarização do dipolo. Os defeitos no XC, NTC e RGO é uma fonte adicional de polarização dipolo. Os espectros Raman apresentaram uma banda D próximo a 1350 cm^{-1} , correspondendo à estrutura desordenada de carbono amorfo, Figura 4.6. A presença da banda D corrobora a existência de

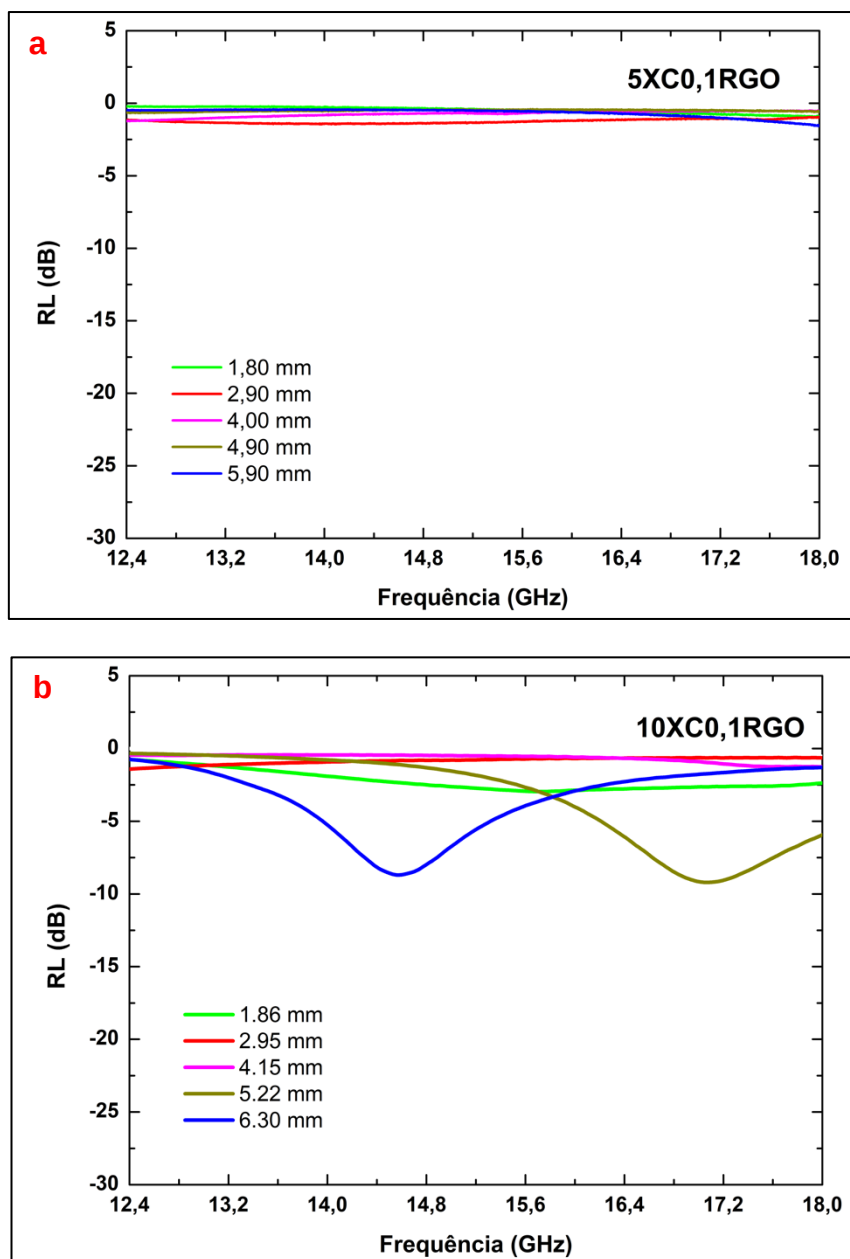
defeitos que se tornarão centros de polarização de dipolo (MAHANI; MOTAHARI; NAYYERI, 2018; TAO et al., 2021; ZONG et al., 2022). Assim, o mecanismo de perda dielétrica dominante decorre da polarização interfacial, polarização dipolo, múltiplas reflexões e perda de condução (BISWAS et al., 2017).

As Figuras 4.25a-c mostram as curvas de Refletividade do material XC/RGO obtidos pelo método de envelopamento, nas concentrações de 5, 10, e 15 % em massa em matriz flexível de silicone. A baixa concentração do material carbonoso (5 %m/m) na matriz de polimérica apresenta uma sucinta atenuação da onda eletromagnética, mostrado na Figura 59a. O compósito 5XC0,1RGO apresenta um valor de apenas -3,8 dB (17,8 GHz) devido a baixa concentração de XC, ou seja, a interação da onda EM com meio material é quase insignificante.

A refletividade dos compósitos 10XC0,1RGO (Figura 4.25b) nas espessuras de 5,22 mm e 6,30 mm apresentam se com $\cong 88$ % de atenuação das ondas eletromagnéticas em - 8,9 dB na frequência de 14,6 GHz e 17,1 GHz, respectivamente.

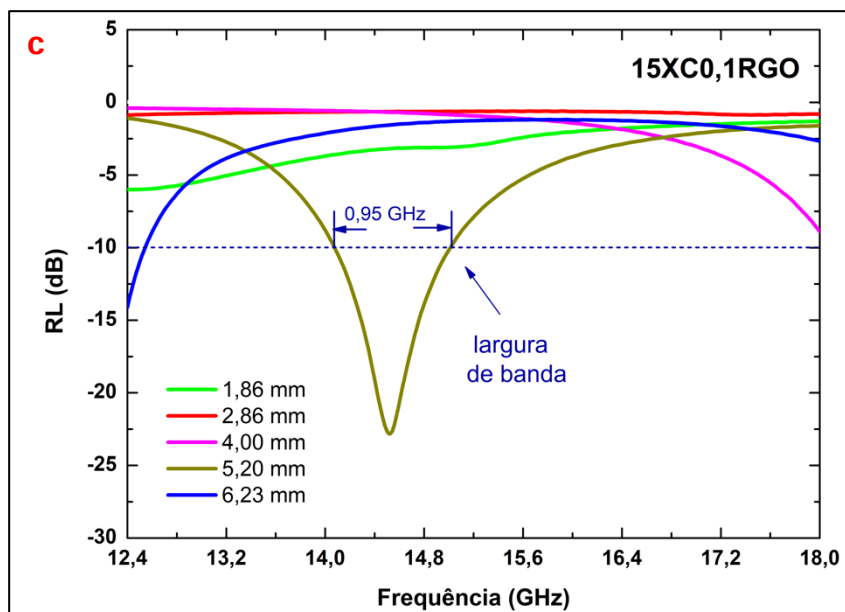
A Figura 4.25c apresenta as curvas de refletividade do compósito 15XCRGO. O resultado apresentado mostra que o acréscimo do 15 % em massa de material carbonoso promoveu significativo aumento de RL nas espessuras de 5,20 mm e 6,23 mm valores -22,5 dB e -12,6 dB nas frequências 14,5 GHz e 12,4 GHz, respectivamente. O compósito de espessura de 4,00 mm apresenta a perda por refletividade que se aproxima em 90 % de atenuação da onda eletromagnética em 18 GHz.

Figura 4.25 - Refletividade dos compósitos: 5XC0,1RGO (a); 10XC0,1RGO (b); 15XC0,1RGO (c).



continua

Figura 4.25 – Conclusão.



Refletividade dos compósitos: 5XC0,1RGO (a); 10XC0,1RGO (b); 15XC0,1RGO (c).

O grafeno possui uma estrutura que pode influenciar na atenuação da energia incidente da onda eletromagnética no material, transformando em energia térmica. Além disso, os grupos funcionais de RGO podem melhorar o casamento de impedância e também introduzir defeitos de polarização (SULTANOV et al., 2020).

4.3.2.3 Influência da espessura dos compósitos XC, XC/NTC e XC/RGO

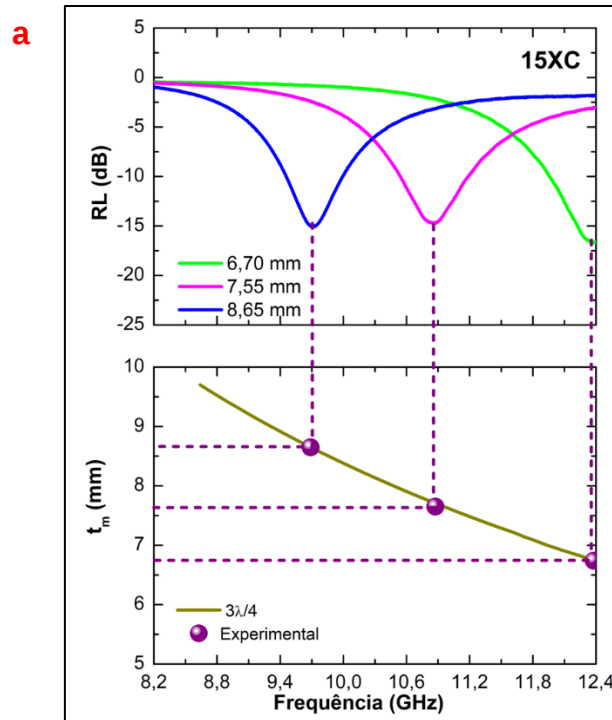
A espessura dos compósitos XC/NTC, quando ultrapassa 5,00 mm, tem papel relevante ao afetar a intensidade do RL (GUPTA; TAI, 2019). A onda eletromagnética incidente não pode ser totalmente absorvida. Uma parte significativa da onda EM é refletida na interface da placa de metal. Quando a espessura da camada absorvente é igual a um quarto do comprimento de onda elétrica, as ondas incidentes e as refletidas estão defasadas em 180° , resultando em um cancelamento total mútuo na interface ar-absorvedor. Este fenômeno pode ser explicado pelo modelo um quarto do comprimento de onda. A espessura do absorvedor (t_m) para o efeito cancelamento pode ser expresso de acordo com o modelo um-quarto de comprimento de onda (BORA et al., 2018; FAN et al., 2021; GUPTA; TAI, 2019; JIANG et al., 2019; LI et al., 2014):

$$t_m = \frac{\lambda}{4\sqrt{|\varepsilon_r||\mu_r|}} = \frac{nc}{4f_m\sqrt{|\varepsilon_r||\mu_r|}} \quad (n = 1,3,5, \dots) \quad (4.1)$$

onde t_m é a espessura correspondente, f_m a frequência de pico relacionada ao valor mínimo de RL, λ o comprimento de onda da onda eletromagnética, c a velocidade da luz, ε_r a permissividade complexa e μ_r a permeabilidade complexa do absorvedor de micro-ondas.

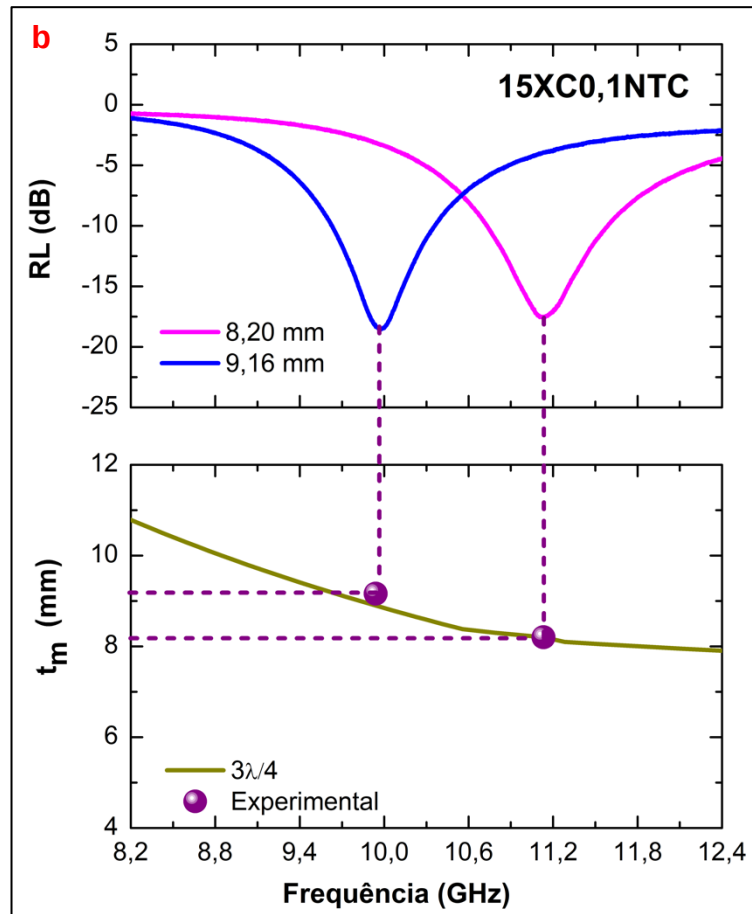
As Figuras 4.26a-f mostram a relação entre a espessura do absorvedor e os picos RL mais intensos dos compósitos 15XC, 15XC0,1NTC, 15XC0,1RGO da banda X e 15XC, 15XC0,1NTC e 15XC0,1RGO da banda Ku, onde a linha amarela (banda X) e rosa (banda Ku) se referem a um gráfico $3\lambda/4$. Portanto, fica evidente que a maior contribuição para capacidade de atenuação do compósito se dá pelo mecanismo de casamento de espessura. Os valores de t_m são basicamente consistentes com o efeito do cancelamento de um quarto de comprimento de onda ($\lambda/4$), correspondendo a um valor mínimo de RL.

Figura 4.26 - Relação entre os picos de RL e a espessura calculada dos compósitos 15XC, 15XC0,1NTC, 15XC0,1RGO (banda X) e 15XC, 15XC0,1NTC e 15XC0,1RGO (banda Ku), em função da frequência.



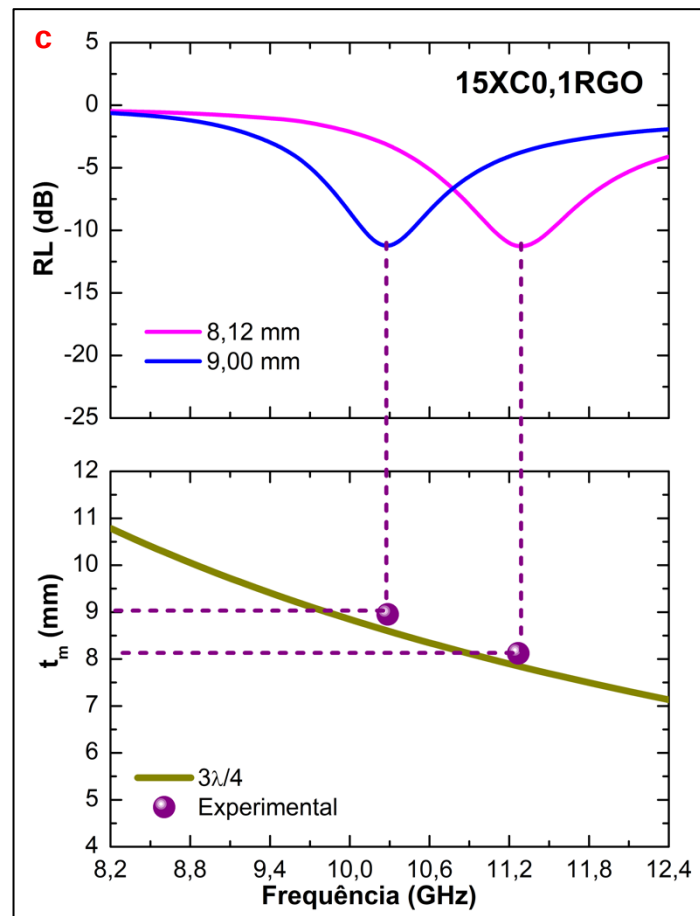
continua

Figura 4.26 – Continuação.



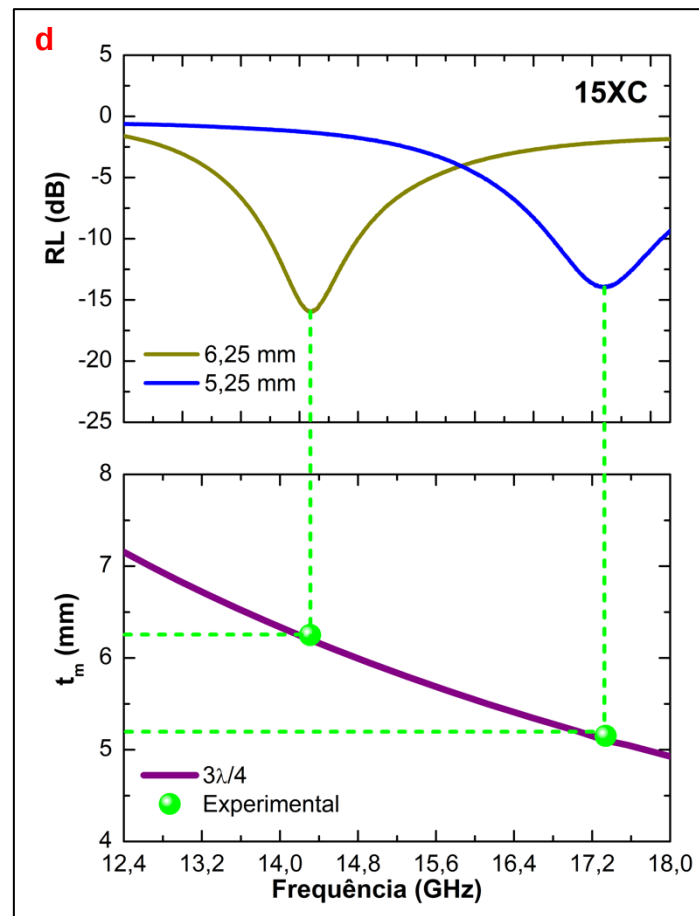
continua

Figura 4.26 – Continuação.



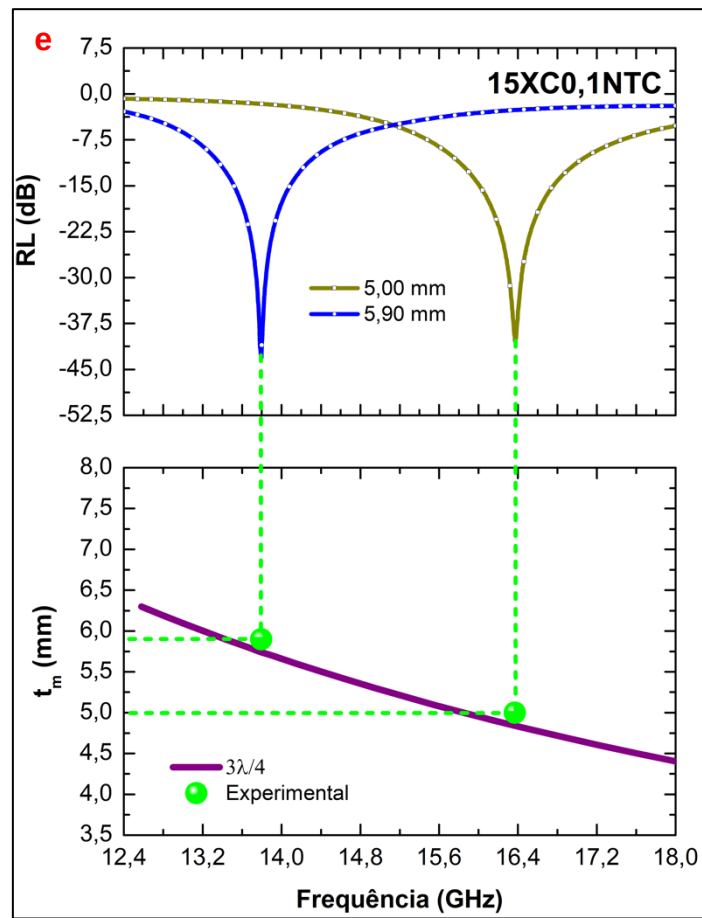
continua

Figura 4.26 – Continuação.



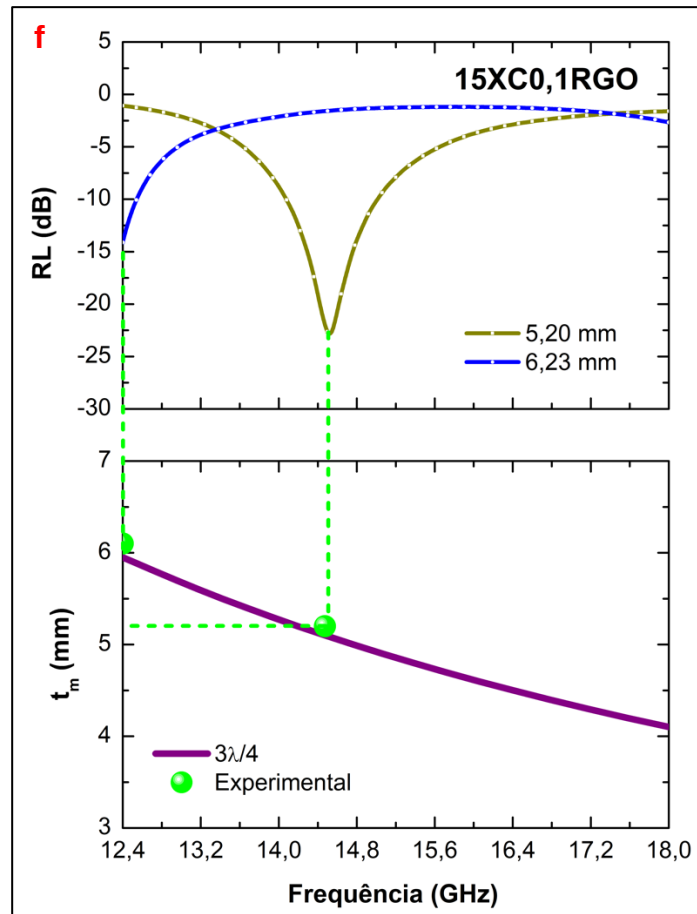
continua

Figura 4.26 – Continuação.



continua

Figura 4.26 – Conclusão.



Relação entre os picos de RL e a espessura calculada dos compósitos 15XC, 15XC0,1NTC, 15XC0,1RGO (banda X) e 15XC, 15XC0,1NTC e 15XC0,1RGO (banda Ku), em função da frequência.

As curvas dos picos de RL mais intensos, como pode ser visto na Figura 4.26e, do compósito 15XC0,1NTC mostram que a posição do pico muda para uma frequência menor conforme a espessura aumenta de 5,00 para 5,90 mm, seguindo o efeito de variação do pico de absorção com a espessura e frequência, indicando que a atenuação da onda eletromagnética por micro-ondas também pode incluir a contribuição de absorção e interferência destrutiva (LEI et al., 2020; SHEN et al., 2022). Em todos os compósitos analisados nesta tese, observou-se que os picos de RL deslocam-se para frequências mais baixas à medida que a espessura do compósito aumenta.

A Tabela 4.3 mostra que as características do compósito sustentável são comparáveis aos aerogéis de carbono de fontes fenólicas sintéticas e/ou sustentável. O compósito 15XC0,1NTC está entre os materiais com maior capacidade de absorção (99,99%) e apresenta uma pequena diferença para o compósito com maior potencial de absorção, aerogel grafeno-NTC (99,999%) (ZHU; GUAN; YANG, 2021). No entanto, o XC produzido neste trabalho é sintetizado a partir de um fenólico natural por uma rota de síntese simples, ou seja, seco à temperatura e pressão ambiente, resultando em um compósito sustentável e de baixo custo, já que os demais materiais foram sintetizados por produtos sintéticos mais caros, além de rotas de síntese com etapas extensas, incluindo a secagem supercrítica, aumentando o custo do produto final.

Tabela 4.3 - Propriedades eletromagnéticas de géis de carbono.

Compósito	Matriz	Espessura (mm)	RL (dB)	Frequência (GHz)	Banda	Referência
15XC	Silicone	6,70	-16,70	12,4	X	Este trabalho
15XC0,1NTC	Silicone	9,16	-18,60	10,0	X	Este trabalho
15XC0,1RGO	Silicone	8,12	-11,20	10,27	X	Este trabalho
15XC	Silicone	6,25	-15,97	14,33	K _u	Este trabalho
15XC0,1NTC	silicone	5,00	-40,17	16,36	K _u	Este trabalho
		5,90	-43,19	13,79	K _u	
15XC0,1RGO	silicone	5,20	-22,5	14,5	K _u	Este trabalho
Esferas ocas de carbono	parafina	2,00	-23,35	5,73	C	Fan et al., (2021)
Aerogel Grafeno-NTC	parafina	3,30	-54,00	9,12	X	Chung; Xi, (2021)
Aerogel de carbono	PMMA	2,20	-48,00	10,00	X	Mahani; Motahari; Nayeri, (2018)
Aerogel de carbono	parafina	2,30	-29,50	9,40	X	Gu et al., (2021)

Portanto, os compósitos sustentáveis 15XC, 15XC0,1NTC e 15XC0,1RGO, tanto para a banda X quanto para banda K_u, possuem características relevantes como material atenuador de ondas eletromagnéticas. A mistura de XC sustentável com NTC ou RGO provavelmente promoveu caminhos na superfície do material, melhorando o desempenho de absorção e a correspondência de um-quarto do comprimento de onda. Além disso, a porosidade do material também pode contribuir para a atenuação devido às múltiplas reflexões e espalhamento de ondas que podem ocorrer no interior dos poros, aumentando assim a capacidade de absorção (CASTRO-GUTIÉRREZ et al., 2019; FAN et al., 2021; MAHANI; MOTAHARI; NAYYERI, 2018; ZHU; GUAN; YANG, 2021).

5 CONCLUSÃO

Este trabalho é inovador para o desenvolvimento de material carbonoso sustentável oriundo do tanino extraído da casca da árvore da Acácia, com capacidade de atenuação da onda eletromagnética. O XC foi sintetizado a partir de um polifenólico natural, o tanino, em substituição aos fenólicos sintéticos, como o resorcinol e o fenol. O estudo demonstrou uma rota alternativa na produção de compósitos sustentáveis, flexíveis, de baixa densidade e baixo custo na produção de MARE.

O aumento da concentração de XC poroso sem adição de NTC ou RGO na matriz polimérica favoreceu o aumento da intensidade de RL, atingindo valores acima de 90% de absorção da onda eletromagnética. Isso pode ser observado para os compósitos da banda X e banda K_u.

O compósito sustentável puro sem adição de aditivos (15XC) apresentou atenuação da onda eletromagnética de -14,72 dB, 15,09 dB e 16,70 dB (banda X) para as espessuras de 7,55 mm, 8,65 mm e 6,70 mm, respectivamente. Para os compósitos com aditivos 15XC0,1NTC e 15XC0,1RGO também é observado RL de -17,57 dB e -18,60 dB (banda X) nas espessuras de 8,20 mm e 9,16 mm, respectivamente. Recomenda-se uma investigação mais aprofundada deste material de carbono sustentável para aplicações na banda X, visando aprimorar as respostas de atenuação da onda eletromagnética, especialmente em compósitos de menor espessura.

Para a banda K_u, o compósito puro sem adição de aditivos 15XC apresentou um resultado de RL de -13,98 dB (17,30 GHz) de espessura 5,25 mm e -15,97 dB (13,33 GHz) de espessura 6,25 mm. Essa atenuação da onda EM pode ser atribuída a porosidade e ao casamento de espessura avaliada pelo método de um-quarto do comprimento de onda. O compósito 15XC0,1NTC apresentou propriedades de absorção de ondas eletromagnéticas, resultando em uma refletividade de -43,19 dB, representando uma atenuação de 99,99% em 13,79 GHz. As propriedades de absorção de micro-ondas podem ser melhoradas ajustando a quantidade de NTC no compósito. O compósito 15XC0,1RGO apresentou resultado de RL de -22,5 dB na frequência de

14,5 GHz na espessura de 5,20 mm e -12,6 dB (12,4 GHz) na espessura de 6,23 mm. A metodologia de envelopamento de RGO no carbono poroso foi adotada para fabricação do compósito.

Os resultados de perdas dielétricas apresentadas evidenciaram que na banda X não houve resultados muito expressivos para atenuação da onda EM se comparado aos resultados da banda Ku, mesmo em compósitos com espessuras maiores.

As propriedades eletromagnéticas demonstraram que o compósito usando carbono poroso sustentável é um forte candidato para o desenvolvimento de compósitos MARE.

6 TRABALHOS FUTUROS

São apresentados a seguir sugestões para trabalhos futuros:

- Modificação da superfície do xerogel de carbono poroso envolvendo-o com material que tenha comportamento magnético como, por exemplo, Ni, Co, Fe.
- Inserção do NTC e RGO na síntese do xerogel de carbono (estudo em andamento).
- Realizar estudos de FSS usando o material carbonoso puro e com aditivos nanoestruturados.
- Síntese hidrotermal do xerogel de carbono decorando o material com íons metálicos.
- Estudo na variação de tipos e tamanhos de poros no xerogel de carbono.
- Investigação do compósito nas bandas de frequência K e K_a.
- Síntese de compósitos variando as concentrações de NTC e RGO.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABD-ELHADY, A. M. et al. Polystyrene/silicone rubber blends with improved dielectric properties. **Electrical Engineering**, v. 105, n. 3, p. 1669–1681, 2023.
- ABOLGHASEMI MAHANI, A.; MOTAHARI, S.; NAYYERI, V. Synthesis, characterization and dielectric properties of one-step pyrolyzed / activated resorcinol-formaldehyde based carbon aerogels for electromagnetic interference shielding applications. **Materials Chemistry and Physics**, v. 213, p. 492–501, 2018.
- ADETAYO, A.; RUNSEWE, D. Synthesis and fabrication of graphene and graphene oxide: a review. **Open Journal of Composite Materials**, v. 9, n. 2, p. 207–229, 2019.
- ALAM, S. N.; SHARMA, N.; KUMAR, L. Synthesis of Graphene Oxide (GO) by modified hummers method and its thermal reduction to obtain reduced Graphene Oxide (rGO). **Graphene**, v. 6, n. 1, p. 1–18, 2017.
- ALEGRE, C.; SEBASTIÁN, D.; LÁZARO, M. J. Carbon xerogels electrochemical oxidation and correlation with their physico-chemical properties. **Carbon**, v. 144, p. 382–394, 2019.
- ALI, A. et al. Carbon nanotube characteristics and enhancement effects on the mechanical features of polymer-based materials and structures: a review. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 24, p. 6495–6521, 2023.
- ALLAM, Z. et al. Green new deals could be the answer to COP26's deep decarbonisation needs. **Sustainable Horizons**, v. 1, e100006, 2022.
- ALMEIDA, D.A.L. **Estudo de compósitos de Nanotubos de carbono, Fibras de Carbono e Polianilina como eletrodos em dispositivos de conversão e armazenamento de energia**. 2013. 215p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2013.
- AMARAL JUNIOR, M. A. **Obtenção e caracterização de compósitos à base de fibras de carbono e fibras de carbono ativadas aplicados a materiais absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de frequência em micro-ondas de 8,2-12,4 GHz**. 2018. 172p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2018.
- AMARAL-LABAT, G. et al. Tannin-based xerogels with distinctive porous structures. **Biomass and Bioenergy**, v. 56, p. 437–445, 2013a.
- AMARAL-LABAT, G. et al. Systematic studies of tannin-formaldehyde aerogels: preparation and properties. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 14, n. 1, p. 1–13, 2013b.

AMARAL-LABAT, G. et al. Unique bimodal carbon xerogels from soft templating of tannin. **Materials Chemistry and Physics**, v. 149, p. 193–201, 2015.

AMARAL-LABAT, G. **Gels poreux biosourcés** : production , caractérisation et applications. 2018. 220p. Tese (Doutorado em Química) - Université de Lorraine, França, 2018.

AMARAL-LABAT, G. et al. Xerogel-like materials from sustainable sources: properties and electrochemical performances. **Energies**, v. 14, n. 23, 2021.

ANTUNES, E. F. **Estudo de nanotubos de carbono como fonte de elétron na geração de plasma**. 2007. 196p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2007.

ARBENZ, A.; AVÉROUS, L. Chemical modification of tannins to elaborate aromatic biobased macromolecular architectures. **Green Chemistry**, v. 17, n. 5, p. 2626–2646, 2015.

ASHBY, M. **Seleção de materiais no projeto mecânico**. 4-ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2012. 673p.

BAKER-JARVIS, J. **Transmission and reflection and short circuit line permittivity measurements**. Colorado: NIST, 1990. 160p.

BARDESTANI, R.; PATIENCE, G. S.; KALIAGUINE, S. Experimental methods in chemical engineering: specific surface area and pore size distribution measurements: BET, BJH, and DFT. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 97, n. 11, p. 2781–2791, 2019.

BARRA, A. et al. Green carbon nanostructures for functional composite materials. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 23, n. 3, 2022.

BARRETT, E. P.; JOYNER, L. G.; HALENDA, P. P. The determination of pore volume and area distributions in porous substances. i. computations from nitrogen isotherms. **Journal of the American Chemical Society**, v. 73, n. 2, p. 373–380, 1951.

BECERRIL, H. A. et al. Evaluation of solution-processed reduced graphene oxide films as transparent conductors. **ACS Nano**, v. 2, n. 3, p. 463–470, 2008.

BISPO, M. C. et al. Electromagnetic properties of carbon-graphene xerogel, graphite and ni-zn ferrite composites in polystyrene matrix in the x-band (8.2 – 12.4 GHz). **Revista Materia**, v. 26, n. 2, 2021.

BISWAS, S. et al. Absorption-dominated electromagnetic wave suppressor derived from ferrite-doped cross-linked graphene framework and conducting carbon. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 9, n. 3, p. 3030–3039, 2017.

BOKOV, D. et al. Nanomaterial by sol-gel method: synthesis and Application. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2021, 2021.

BORA, P. J. et al. Morphology controllable microwave absorption property of polyvinylbutyral (PVB)-MnO₂ nanocomposites. **Composites Part B: Engineering**, v. 132, p. 188–196, 2018.

BRAGHIROLI, F. L. et al. **Tannin gels and their carbon derivatives: a review**. [S.l.]: MDPI, 2019.

BRODIE, B. . On the atomic weight of graphite. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London**, v. 149, p. 249- 259., 1859.

BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of the American Chemical Society**, v. 60, n. 2, p. 309–319, 1938.

CALLISTER, W.D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CAO, A. et al. X-ray diffraction characterization on the alignment degree of carbon nanotubes. **Chemical Physics Letters**, v. 344, n. 1–2, p. 13–17, 2001.

CARNEIRO, T.M.C. **Síntese sustentável, caracterização físico-química e estudo das propriedades mecânica e elétrica de polímeros de óleo de soja e suas formulações com a borracha de silicone**. 2018. 118p. Tese (Doutorado em Materiais para Engenharia/Não Metais) - Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI), Itajubá, 2018.

CASTRO-GUTIÉRREZ, J. et al. Electromagnetic properties of carbon gels. **Materials**, v. 12, n. 24, p. 1–9, 2019.

CELZARD, A.; FIERRO, V. “Green”, innovative, versatile and efficient carbon materials from polyphenolic plant extracts. **Carbon**, v. 167, p. 792–815, 2020.

CELZARD, A.; FIERRO, V.; AMARAL-LABAT, G. Adsorption by carbon gels. In: TASCAN, J. M. D. B. (Ed.). **Novel carbon adsorbents**. Oxford: Elsevier, 2012. p. 207–244.

CHANG, Q. et al. Microstructure induced dielectric loss in lightweight Fe₃O₄ foam for electromagnetic wave absorption. **Science**, v. 25, n. 3, p. 103925, 2022.

CHEN, D.; FENG, H.; LI, J. Graphene oxide: preparation, functionalization, and electrochemical applications. **Chemical Reviews**, v. 112, n. 11, p. 6027–6053, 2012.

CHEN, Q. et al. Biomass-derived porous graphitic carbon materials for energy and environmental applications. **Journal of Materials Chemistry A**, v. 8, n. 12, p. 5773–5811, 2020.

CHENG, Y. et al. A Flexible and lightweight biomass-reinforced microwave absorber. **Nano-Micro Letters**, v. 12, n. 1, p. 1–15, 2020.

- CHHAJED, M. et al. Mechanically durable green aerogel composite based on agricultural lignocellulosic residue for organic liquids/oil sorption. **Marine Pollution Bulletin**, v. 180, p. 113790, 2022.
- CHUNG, D. D. L.; XI, X. Factors that govern the electric permittivity of carbon materials in the graphite allotrope family. **Carbon**, v. 184, p. 245–252, 2021.
- COMPTON, O. C.; NGUYEN, S. T. Graphene oxide, highly reduced graphene oxide, and graphene: versatile building blocks for carbon-based materials. **Small**, v. 6, n. 6, p. 711–723, 2010.
- DA SILVA, V. A. et al. Electromagnetic behavior of radar absorbing materials based on Ca hexaferrite modified with Co-Ti ions and doped with Ia. **Journal of Aerospace Technology and Management**, v. 1, n. 2, p. 255–263, 2009.
- DE SILVA, K. K. H. et al. Restoration of the graphitic structure by defect repair during the thermal reduction of graphene oxide. **Carbon**, v. 166, p. 74–90, 2020.
- DELFINI, A. et al. Advanced radar absorbing ceramic-based materials for multifunctional applications in space environment. **Materials**, v. 11, n. 9, 2018.
- DIDEIKIN, A. T.; VUL', A. Y. Graphene oxide and derivatives: the place in graphene family. **Frontiers in Physics**, v. 6, n. JAN, 2019.
- DILAMIAN, M.; NOROOZI, B. Rice straw agri-waste for water pollutant adsorption: relevant mesoporous super hydrophobic cellulose aerogel. **Carbohydrate Polymers**, v. 251, p. 117016, 2021.
- DILEO, R. A.; LANDI, B. J.; RAFFAELLE, R. P. Purity assessment of multiwalled carbon nanotubes by Raman spectroscopy. **Journal of Applied Physics**, v. 101, n. 6, 2007.
- DRESSELHAUS, M. S. et al. Electronic, thermal and mechanical properties of carbon nanotubes. **Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 362, n. 1823, p. 2065–2098, 2004.
- DUBININ, M. M. Fundamentals of the theory of adsorption in micropores of carbon adsorbents: characteristics of their adsorption properties and microporous structures. **Carbon**, v. 27, n. 3, p. 457–467, 1989.
- EDUOK, U.; FAYE, O.; SZPUNAR, J. Recent developments and applications of protective silicone coatings: a review of PDMS functional materials. **Progress in Organic Coatings**, v. 111, p. 124–163, 2017.
- ELKHATAT, A. M.; AL-MUHTASEB, S. A. Advances in tailoring resorcinol-formaldehyde organic and carbon gels. **Advanced Materials**, v. 23, n. 26, p. 2887–2903, 2011.

ELMAHAISHI, M. F. et al. A review on electromagnetic microwave absorption properties: their materials and performance. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 20, p. 2188–2220, 2022.

FAN, D. et al. Dielectric control of ultralight hollow porous carbon spheres and excellent microwave absorbing properties. **Journal of Materials Science**, v. 56, n. 11, p. 6830–6844, 2021.

FAN, M. et al. Natural rubber toughened carbon nanotube buckypaper and its multifunctionality in electromagnetic interference shielding, thermal conductivity, Joule heating and triboelectric nanogenerators. **Chemical Engineering Journal**, v. 433, 2022.

FATHI, Z. et al. Investigating of a wide range of concentrations of multi-walled carbon nanotubes on germination and growth of castor seeds (*Ricinus communis* L.). **Journal of Plant Protection Research**, v. 57, n. 3, p. 228–236, 2017.

FAWWAZ, T.; ULABY, U. R. **Fundamentals of applied electromagnetics**. 7.ed. New Jersey: Pearson, 2015. 530p.

FLÓREZ VERGARA, D. E. et al. Frequency selective surface properties of microwave new absorbing porous carbon materials embedded in epoxy resin. **Materials Research**, v. 22, p. 1–8, 2019.

FONSECA, B.C.S. **Desenvolvimento de eletrocatalisadores por sínteses sustentáveis: caracterização e estudo do desempenho eletroquímico**. 2023. 146p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/ Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2023.

GAI, L. et al. Advances in core-shell engineering of carbon-based composites for electromagnetic wave absorption. **Nano Research**, v. 15, n. 10, p. 9410–9439, 2022.

GALLEGOS-SUÁREZ, E. et al. On the micro- and mesoporosity of carbon aerogels and xerogels: the role of the drying conditions during the synthesis processes. **Chemical Engineering Journal**, v. 181/182, p. 851–855, 2012.

GAO, C. et al. Surface modification methods and mechanisms in carbon nanotubes dispersion. **Carbon**, v. 212, e118133, 2023.

GE, C. et al. Enhanced electromagnetic properties of carbon nanotubes and SiO₂-coated carbonyl iron microwave absorber. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 767, p. 173–180, 2018.

GIRI, P. K.; SINGH, D. K. Possible role of defects in the visible photoluminescence from single walled and multiwalled carbon nanotubes. **Materials Research Society Symposium Proceedings**, v. 1018, p. 93–98, 2007.

GONZÁLEZ, M.; BASELGA, J.; POZUELO, J. High porosity scaffold composites of graphene and carbon nanotubes as microwave absorbing materials. **Journal of Materials Chemistry C**, v. 4, n. 36, p. 8575–8582, 2016.

GRISHECHKO, L. I. et al. Biosourced, highly porous, carbon xerogel microspheres. **RSC Advances**, v. 6, n. 70, 2016.

GU, W. et al. Environmentally friendly and multifunctional shaddock peel-based carbon aerogel for thermal-insulation and microwave absorption. **Nano-Micro Letters**, v. 13, n. 1, p. 1–14, 2021.

GUPTA, S.; TAI, N. H. Carbon materials and their composites for electromagnetic interference shielding effectiveness in X-band. **Carbon**, v. 152, p. 159–187, 2019.

HABEB ABDULRAZZAK, F.; FADEL ALKIAM, A.; HASAN HUSSEIN, F. Behavior of X-ray analysis of carbon nanotubes. **Perspective of Carbon Nanotubes**, 2019.

HE, S. et al. Synthesis and growth mechanism of white-fungus-like nickel sulfide microspheres, and their application in polymer composites with enhanced microwave-absorption properties. **ChemPlusChem**, v. 79, n. 4, p. 569–576, 2014.

HIRATSUKA, R.S.; SANTILLI, C.V.; PULCINELLI, S.H. O processo sol-gel: uma visão físico-química. **Química Nova**, v.18, n.2, p.171-180, 1995.

HIRSCHMANN, T. C. et al. G-Band in double- and triple-walled carbon nanotubes: a Raman study. **Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics**, v. 91, n. 7, p. 1–9, 2015.

HUMMERS, W. S.; OFFEMAN, R. E. Preparation of graphitic oxide. **Journal of the American Chemical Society**, v. 80, n. 6, p. 1339, 1958.

IDA, N. **Engineering electromagnetics**. 3.ed. Berlin: Springer, 2015. 1046p.

JAYALAKSHMI, C. G. et al. Polymer matrix composites as broadband radar absorbing structures for stealth aircrafts. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 136, n. 14, p. 1–21, 2019.

JERZY J. CHRUSCIEL, E. L. Modification of epoxy resins with functional silanes, polysiloxanes, silsesquioxanes, silica and silicates. **Progress in Polymer Science**, v. 41, p. 67–121, 2015.

JIANG, Y. et al. Chiffon cake-derived hierarchically porous carbon with efficient microwave absorption properties. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 30, n. 21, p. 19173–19181, 2019.

JIANG, Y. et al. Improved electrical and thermal conductivities of graphene–carbon nanotube composite film as an advanced thermal interface material. **Energies**, v. 16, n. 3, 2023.

- JINXIAO, W. et al. Design of a novel carbon nanotube and metal-organic framework interpenetrated structure with enhanced microwave absorption properties. **Nanotechnology**, v. 31, n. 39, 2020.
- JORIO, A.; SAITO, R. Raman spectroscopy for carbon nanotube applications. **Journal of Applied Physics**, v. 129, n. 2, 2021.
- KIANI, E.; ROZATIAN, A. S. H.; YOUSEFI, M. H. The effects of doping on crystal structure, magnetic and microwave properties of $\text{SrFe}_{12-2x}\text{La}_x(\text{Mn}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{O}_{19}$ nanoparticles. **Journal of Superconductivity and Novel Magnetism**, v. 26, n. 3, p. 733–738, 2013.
- KRAUSS, J. D.; FLEISCH, D. A. **Eletromagnetismo con aplicaciones**. 5.ed. [S.l.]: McGraw-Hill, 2000.
- LAN, D. et al. Double-shell hollow glass microspheres@ Co_2SiO_4 for lightweight and efficient electromagnetic wave absorption. **Chemical Engineering Journal**, v. 408, e127313, 2021.
- LAN, D. et al. Recent advances in construction strategies and multifunctional properties of flexible electromagnetic wave absorbing materials. **Materials Research Bulletin**, v. 171, e112630, 2024.
- LEDERER, P. G. An Introduction to Radar Absorbent Materials (RAM). **Royal Signals and Radaretablissement**, p. 8–86, 1986.
- LEI, L. et al. 3D printing of carbon black/polypropylene composites with excellent microwave absorption performance. **Composites Science and Technology**, v. 200, e108479, 2020.
- LETELLIER, M. et al. Tannin-based carbon foams for electromagnetic applications. **IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility**, v. 57, n. 5, p. 989–995, 2015.
- LETELLIER, M. et al. Electromagnetic properties of model vitreous carbon foams. **Carbon**, v. 122, p. 217–227, 2017.
- LI, G. et al. CoFe_2O_4 and/or Co_3Fe_7 loaded porous activated carbon balls as a lightweight microwave absorbent. **Physical Chemistry Chemical Physics**, v. 16, n. 24, p. 12385–12392, 2014.
- LIANG, X. et al. Review: recent process in the design of carbon-based nanostructures with optimized electromagnetic properties. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 749, p. 887–899, 2018.
- LIM, J. V. et al. A review on the synthesis, properties, and utilities of functionalized carbon nanoparticles for polymer nanocomposites. **Polymers**, v. 13, n. 20, 2021.
- LIN, J. et al. A review on composite strategy of MOF derivatives for improving electromagnetic wave absorption. **Science**, v. 26, n. 7, e107132, 2023.

LIU, G. et al. One-pot synthesis of urchinlike Ni nanoparticles/RGO composites with extraordinary electromagnetic absorption properties. **Applied Surface Science**, v. 314, p. 523–529, 2014.

LIU, L. et al. Co/C/Fe/C hierarchical flowers with strawberry-like surface as surface plasmon for enhanced permittivity, permeability, and microwave absorption properties. **Chemical Engineering Journal**, v. 355, p. 103–108, 2019.

LIU, P. et al. Magnetic porous N-doped carbon composites with adjusted composition and porous microstructure for lightweight microwave absorbers. **Carbon**, v. 173, p. 655–666, 2021.

LIU, Y. et al. Broadband and lightweight microwave absorber constructed by in situ growth of hierarchical CoFe₂O₄/reduced graphene oxide porous nanocomposites. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 10, n. 16, p. 13860–13868, 2018.

LIU, Z. et al. Effect of different reducing agents on the microwave absorption properties of graphene foam. **Materials Letters**, v. 337, e133950, 2023.

LOPES, B. H. K. **Estudo da capacidade de absorção de onda eletromagnética por particulados de ferrita MnZn e ferrocarbonila dispersos em matriz de boracha de silicone na faixa de frequência referente à banda X (8,2-12,4 GHz)**. 2020. 107 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2020.

MAHANI, A. A.; MOTAHARI, S.; NAYYERI, V. Electromagnetic and microwave absorption characteristics of PMMA composites filled with a nanoporous resorcinol formaldehyde based carbon aerogel. **RSC Advances**, v. 8, n. 20, p. 10855–10864, 2018.

MARCANO, D. C. et al. Improved synthesis of graphene oxide. **ACS Nano**, v. 4, n. 8, p. 4806–4814, 2010.

MATOS, I. et al. The effect of surfactants on the porosity of carbon xerogels. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 92, n. 1/3, p. 38–46, 2006.

MEDEIROS, L. I. DE et al. Improved microwave absorption performance with sustainable porous carbon/carbon nanotube composites. **Materials Research**, v. 25, Suppl. 2, 2022.

MEDEIROS, N. C. F. L. et al. Electromagnetic characterization of the silicon carbide and carbon black composite in a polymeric matrix. **Revista Materia**, v. 26, n. 2, 2021.

MEJIA SANCHEZ, R. B. **Síntese e caracterização de nanocompositos de óxidos e níquel metálico para uso como catalisadores de nanotubos de carbono**. p. 125, 2014. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos) - Pontifícia Universidade Católica, Rio de Janeiro, 2014.

MENSAH, E. E. et al. Enhancement of complex permittivity and attenuation properties of recycled hematite (α -Fe₂O₃) using nanoparticles prepared via ball milling technique. **Materials**, v. 12, n. 10, 2019.

MOGLIE, F. et al. Electromagnetic shielding performance of carbon foams. **Carbon**, v. 50, n. 5, p. 1972–1980, 2012.

MORI, F.; KUBOUCHI, M.; ARAO, Y. Effect of graphite structures on the productivity and quality of few-layer graphene in liquid-phase exfoliation. **Journal of Materials Science**, v. 53, n. 18, p. 12807–12815, 2018.

MUZYKA, R. et al. Characterization of graphite oxide and reduced graphene oxide obtained from different graphite precursors and oxidized by different methods using Raman spectroscopy. **Materials**, v. 11, n. 7, p. 15–17, 2018.

NEO, C. P. et al. **Microwave electronics**: measurement and materials characterization. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2004. 537p.

ORFANIDIS, S. J. **Electromagnetic waves and antennas**. 2.ed. [S.l.]: Rutgers University, 2004. 1413p.

PANDEY, G.; THOSTENSON, E. T. Carbon nanotube-based multifunctional polymer nanocomposites. **Polymer Reviews**, v. 52, n. 3/4, p. 355–416, 2012.

PEI, S.; CHENG, H. M. The reduction of graphene oxide. **Carbon**, v. 50, n. 9, p. 3210–3228, 2012.

PENG, F. et al. Progress in graphene-based magnetic hybrids towards highly efficiency for microwave absorption. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 106, p. 147–161, 2022.

PENG, H. et al. Fabrication of core-shell nanoporous carbon@chiral polyschiff base iron(II) composites for high-performance electromagnetic wave attenuation in the low-frequency. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 850, e 156816, 2021.

PIMENTA, M. A. et al. Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy. **Physical Chemistry Chemical Physics**, v. 9, n. 11, p. 1276–1291, 2007.

POURABDOLLAHI, H.; ZAREI, A. R. Synthesis of carbon nanotubes on cerium-substituted barium ferrite substrate by chemical vapor deposition for preparation of a microwave absorbing nanocomposite. **Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering**, v. 39, n. 1, p. 1–10, 2020.

POZAR, D. M. **Microwave Engineering**. 4.ed. [S.l.]: Willey, 2012. 752p.

QIN, F.; BROSSEAU, C. A review and analysis of microwave absorption in polymer composites filled with carbonaceous particles. **Journal of Applied Physics**, v. 111, n. 6, 2012a.

QIN, F.; BROSSEAU, C. A review and analysis of microwave absorption in polymer composites filled with carbonaceous particles. **Journal of Applied Physics**, v. 111, n. 6, 2012b.

QIN, M.; ZHANG, L.; WU, H. Dielectric loss mechanism in electromagnetic wave absorbing materials. **Advanced Science**, v. 9, n. 10, p. 1–24, 2022.

QIU, S. et al. Facile synthesis of porous nickel/carbon composite microspheres with enhanced electromagnetic wave absorption by magnetic and dielectric losses. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 8, n. 31, p. 20258–20266, 2016.

RATHINAVEL, S.; PRIYADHARSHINI, K.; PANDA, D. A review on carbon nanotube: an overview of synthesis, properties, functionalization, characterization, and the application. **Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology**, v. 268, e115095, 2021.

REY-RAAP, N. et al. Advances in tailoring the porosity of tannin-based carbon xerogels. **Industrial Crops and Products**, v. 82, 2016.

REY-RAAP, N.; ANGEL MENÉNDEZ, J.; ARENILLAS, A. Simultaneous adjustment of the main chemical variables to fine-tune the porosity of carbon xerogels. **Carbon**, v. 78, p. 490–499, 2014.

RUIZ-PEREZ, F. et al. Carbon-based radar absorbing materials: a critical review. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, v. 7, n. 3, 2022.

SADIKU, M. N. O. **Elementos de eletromagnetismo**. 5.ed. Porto Alegre: Bookman, 2012. 716p.

SAEED, M. et al. Recent advances in carbon nanotubes, graphene and carbon fibers-based microwave absorbers. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 970, e172625, 2024.

SANI, Y. et al. Enhanced electromagnetic microwave absorbing performance of carbon nanostructures for RAMs: a review. **Applied Surface Science Advances**, v. 18, e100455, 2023.

SARDINHA, A. F. **Produção e caracterização de compósitos binários e ternários nanoestruturados de fibra de carbono / óxido de grafeno / óxido de níquel como eletrodos de alto**. 2022. 185 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2022.

SHEN, Y. et al. Design and synthesis of magnetic porous carbon nanofibers with excellent microwave absorption. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 903, e163971, 2022.

SHEN, Z. et al. Microwave absorption performance of porous carbon particles modified by nickel with different morphologies. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 137, p. 79–90, 2023.

SINGH, R. K.; KUMAR, R.; SINGH, D. P. Graphene oxide: strategies for synthesis, reduction and frontier applications. **RSC Advances**, v. 6, n. 69, p. 64993–65011, 2016.

SOLEIMANI, H. Synthesis of carbon nanotubes for oil-water interfacial tension reduction. **Oil & Gas Research**, v. 1, n. 1, 2015.

SONG, C. et al. Three-dimensional reduced graphene oxide foam modified with ZnO nanowires for enhanced microwave absorption properties. **Carbon**, v. 116, p. 50–58, 2017.

SOUZA, A.A.T. **Materiais absorvedores de radiação eletromagnética multicamada na faixa de frequência 12,4 a 18,0 GHz**. 2021. 85 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2021.

SRIRAMULU, G. et al. Structural, magnetic and electromagnetic properties of microwave-hydrothermally synthesized $\text{Sr}(\text{Zr-Mn})_2\text{xFe}_{12-2\text{x}}\text{O}_{19}$ hexaferrites. **Materials Research Bulletin**, v. 149, 2022.

STAUDENMAIER, L. . Verfahren zur darstellung der graphitsäure. **Ber Dtsch Chem Ges**, v. 31, n. 2, p. 1481–1487, 1898.

SULTANOV, F. et al. Advances of 3D graphene and its composites in the field of microwave absorption. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 285, e102281, 2020.

SULTANOV, F. et al. Advances of graphene-based aerogels and their modifications in lithium-sulfur batteries. **Carbon**, v. 201, p. 679–702, 2023.

SZCZUREK, A. et al. The use of tannin to prepare carbon gels. Part I: carbon aerogels. **Carbon**, v. 49, n. 8, p. 2773–2784, 2011.

SZCZUREK, A. et al. Structure and electromagnetic properties of cellular glassy carbon monoliths with controlled cell size. **Materials**, v. 11, n. 5, 2018.

TAN, R. et al. A low-cost lightweight microwave absorber: silicon carbide synthesized from tissue. **Ceramics International**, v. 47, n. 2, p. 2077–2085, 2021.

TANG, J. et al. Tailored design of functional nanoporous carbon materials toward fuel cell applications. **Nano Today**, v. 9, n. 3, p. 305–323, 2014.

TAO, J. et al. Multi-shell hollow porous carbon nanoparticles with excellent microwave absorption properties. **Carbon**, v. 172, p. 542–555, 2021.

THOMMES, M. et al. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). **Pure and Applied Chemistry**, v. 87, n. 9–10, p. 1051–1069, 2015.

TITIRICI, M. M. et al. Sustainable carbon materials. **Chemical Society Reviews**, v. 44, n. 1, p. 250–290, 2015.

TOLEDO, W. D. M. **Compósito nanoestruturado de diamante dopado com boro/nanotubos de carbono aplicado como eletrodo para a degradação de um corante têxtil via processo oxidativo avançado**. 2022. 130 p. Tese (Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2022.

TORRES, D. et al. On the oxidation degree of few-layer graphene oxide sheets obtained from chemically oxidized multiwall carbon nanotubes. **Carbon**, v. 81, n. 1, p. 405–417, 2015.

ULABY, F. T. **Eletromagnetismo para engenheiros**. Porto Alegre: Bookman, 2007. 382p. ISBN 978-85-600-3119-1.

VERA, M.; URBANO, B. F. Tannin polymerization: an overview. **Polymer Chemistry**, v. 12, n. 30, p. 4272–4290, 2021.

VERGARA, D. E. F. **Espumas de carbono de origem sustentável como material absorvedor de radiação eletromagnética na faixa de micro-ondas 8,2 - 12,4 (banda X)**. 2019. 109p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia Espaciais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2019.

WANG, J. et al. Tubular carbon nanofibers: synthesis, characterization and applications in microwave absorption. **Carbon**, v. 152, p. 255–266, 2019a.

WANG, J. et al. Enhanced interfacial polarization of biomass-derived porous carbon with a low radar cross-section. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 612, p. 146–155, 2022a.

WANG, J. et al. Construction of string-bead-like spatial conductive network derived from CoFe Prussian blue analogue and carbon nanotube composite for excellent electromagnetic wave absorption. **Carbon**, v. 196, p. 290–303, 2022b.

WANG, K. et al. Tailoring conductive network nanostructures of ZIF-derived cobalt-decorated N-doped graphene/carbon nanotubes for microwave absorption applications. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 591, p. 463–473, 2021a.

WANG, K. et al. Nanoporous resorcinol-formaldehyde based carbon aerogel for lightweight and tunable microwave absorption. **Materials Chemistry and Physics**, v. 278, e125718, 2022c.

WANG, L. et al. Conductive-network enhanced microwave absorption performance from carbon coated defect-rich Fe₂O₃ anchored on multi-wall carbon nanotubes. **Carbon**, v. 155, p. 298–308, 2019b.

WANG, Y. et al. Design and synthesis of phenyl silicone rubber with functional epoxy groups through anionic copolymerization and subsequent epoxidation. **Polymer**, v. 186, e122077, 2020.

WANG, Y. et al. Mechanical and thermal degradation behavior of high-performance PDMS elastomer based on epoxy/silicone hybrid network. **Polymer**, v. 236, e124299, 2021b.

WANG, Y. Y. et al. Carbon-based aerogels and foams for electromagnetic interference shielding: a review. **Carbon**, v. 205, p. 10–26, 2023.

WANG, Z.; ZHAO, G. L. Electromagnetic wave absorption of multi-walled carbon nanotube-epoxy composites in the R band. **Journal of Materials Chemistry C**, v. 2, n. 44, p. 9406–9411, 2014.

WENTWORTH, S. M. **Fundamentos de eletromagnetismo com aplicações em engenharia**. LTC: Rio de Janeiro, 2006. ISBN 85-216-1504-3.

XIA, L.; FENG, Y.; ZHAO, B. Intrinsic mechanism and multiphysics analysis of electromagnetic wave absorbing materials: new horizons and breakthrough. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 130, p. 136–156, 2022.

YAN, L. et al. In Situ growth of core-sheath heterostructural sic nanowire arrays on carbon fibers and enhanced electromagnetic wave absorption performance. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 9, n. 7, p. 6320–6331, 2017.

YANG, B. et al. Direct electrodeposition of reduced graphene oxide on carbon fiber electrode for simultaneous determination of ascorbic acid, dopamine and uric acid. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 456, n. 1, p. 146–152, 2014.

YANG, X. et al. Efficient microwave absorption induced by hierarchical pores of reed-derived ultralight carbon materials. **Industrial Crops and Products**, v. 171, e113814, 2021.

YIN, Y. et al. Recent progress and future directions of biomass-derived hierarchical porous carbon: designing, preparation, and supercapacitor applications. **Energy and Fuels**, v. 37, n. 5, p. 3523–3554, 2023.

YU, W. et al. Progress in the functional modification of graphene/graphene oxide: a review. **RSC Advances**, v. 10, n. 26, p. 15328–15345, 2020.

- YUE, X.; ARENILLAS, A.; IRVINE, J. T. S. Application of infiltrated LSCM-GDC oxide anode in direct carbon/coal fuel cells. **Faraday Discussions**, v. 190, p. 269–289, 2016.
- ZENG, X. et al. Electromagnetic microwave absorption theory and recent achievements in microwave absorbers. **Carbon**, v. 168, p. 606–623, 2020.
- ZHANG, C. et al. Facile fabrication of three-dimensional lightweight RGO/PPy Nanotube/Fe₃O₄ aerogel with excellent electromagnetic wave absorption properties. **ACS Omega**, v. 3, n. 5, p. 5735–5743, 2018.
- ZHANG, K. L. et al. Multifunctional broadband microwave absorption of flexible graphene composites. **Carbon**, v. 141, p. 608–617, 2019a.
- ZHANG, M. et al. Microwave absorption performance of reduced graphene oxide with negative imaginary permeability. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 53, n. 2, 2020.
- ZHANG, Z. et al. A biomass derived porous carbon for broadband and lightweight microwave absorption. **Scientific Reports**, v. 9, n. 1, p. 1–10, 2019b.
- ZHANG, Z. et al. Synthesis of carbon/SiO₂ core-sheath nanofibers with Co-Fe nanoparticles embedded in via electrospinning for high-performance microwave absorption. **Advanced Composites and Hybrid Materials**, v. 5, n. 1, p. 513–524, 2022.
- ZHAO, H. et al. Biomass-derived porous carbon-based nanostructures for microwave absorption. **Nano-Micro Letters**, v. 11, n. 1, p. 1–17, 2019.
- ZHAO, X. et al. Borosiloxane oligomers for improving adhesion of addition-curable liquid silicone rubber with epoxy resin by surface treatment. **Journal of Materials Science**, v. 53, n. 2, p. 1167–1177, 2018.
- ZHONG, Y. et al. Heat transfer enhancement of paraffin wax using compressed expanded natural graphite for thermal energy storage. **Carbon**, v. 48, n. 1, p. 300–304, 2010.
- ZHU, Y.; GUAN, X.; YANG, Z. One-pot synthesis of carbon nanotube reinforced graphene aerogels and their applications in electromagnetic wave attenuation. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 159, p. 110279, 2021.
- ZONG, Z. et al. Three-dimensional macroporous hybrid carbon aerogel with heterogeneous structure derived from MXene/cellulose aerogel for absorption-dominant electromagnetic interference shielding and excellent thermal insulation performance. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 619, p. 96–105, 2022.
- ZUBIZARRETA, L. et al. Tailoring the textural properties of activated carbon xerogels by chemical activation with KOH. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 115, n. 3, p. 480–490, 2008.

APENDICE A – PRODUÇÃO CIENTÍFICA

A.1 Artigos completos publicados em periódicos

1. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; SOUZA, A.A.T.; et.al.
Caracterização eletromagnética do compósito de carvão de silício e negro de fumo em matriz polimérica. *Matéria-Rio de Janeiro*, v. 26, p. e12971, 2021. <https://doi.org/10.1590/S1517-707620210002.1271>
2. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; SILVA, G.F.L.; et.al. Sustainable Carbon Xerogel in the Production of Electromagnetic Radar Absorbing Composites in the Ku-Band. *Materials Research*, v. 25, p. e20220157, 2022. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2022-0157>
3. MEDEIROS, L.I.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; LENZ E SILVA, G.F.B.; et.al. Improved Microwave Absorption Performance with Sustainable Porous Carbon/Carbon Nanotube Composites. *Materials Research*, v. 25, p. e20220157, 2022. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2022-0169>
4. DOS ANJOS, E.G.R.; BRAZIL, T.R.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; et.al. Graphene related materials as effective additives for electrical and electromagnetic performance of epoxy nanocomposites. *Flatchem*, v. 41, p. 100542, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.flatc.2023.100542>.
5. BRAZIL, T.R., DOS ANJOS, E.G.R., **MEDEIROS, N.C.F.L.**, et al. Comparative study of electromagnetic functional epoxy composites filled with Fe-based materials. *J Mater Sci: Mater Electron* v.35 (537), 2024. <https://doi.org/10.1007/s10854-024-12310-3>.
6. SOUZA, A.A.T.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; et.al. Double Layer Material Designed to Reduce Electromagnetic Radiation with Carbon Black, Silicon Carbide and Manganese Zinc Ferrite. *Journal of Aerospace Technology and Management*, v. 13, p. e0421, 2021. <https://doi.org/10.1590/jatm.v13.1199>

A.2 Artigos em preparação

1. "Material Absorvedor Xerogel de carbono/NTC/RGO decorado material magnético via processo hidrotermal."
2. "Biomass derived porous carbon as lightweight and efficient microwave absorption materials."
3. "Electromagnetic properties of bio-oil (C, CNi, CCu) in flexible matrix in frequency range of band K and K_a."
4. "Cheaper, sustainable, and flexible radar absorbing material using porous carbon from black wattle bark evaluated as single-layer, double-layer, and radar absorbing structure."

A.3 Trabalhos – congresso/evento

1. MEDEIROS, L.I.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; LIMA, R.G.A.; et.al. Compósito Absorvedor Licor Negro/ NTC na Faixa de Frequência da Banda Ku. 13º Workshop em Engenharia e Tecnologia Espaciais. São José dos Campos, 2022.
2. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; FONSECA, B.C.S.; et.al. Espumas de Carbono à Base do Polifenólico Natural (Tanino) como Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética. 11º Workshop em Engenharia e Tecnologia Espaciais. São José dos Campos, 2020.
3. MEDEIROS, L.I.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; SOUZA, A.A.T.; et.al. Efeito do Nanotubo de Carbono em Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética a Base de Carbetto de Silício. 11º Workshop em Engenharia e Tecnologia Espaciais. São José dos Campos, 2020.
4. MEDEIROS, L.I.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; BRAZIL, T.R.; et.al. Compósito Absorvedor de Radiação Eletromagnética a Base de Carbono de Origem Sustentável. In: 10º Congresso Brasileiro de Carbono. Anais do 10º Congresso Brasileiro de Carbono, v.1, p. 1-107. Ilhéus, 2023.
5. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; BOSS, A. F. N.; et.al. Propriedades de Absorção de Radiação Eletromagnética Compósito Leve e Flexível Xerogel de Carbono/Negro de Fumo na Banda Ku. In: 10º Congresso Brasileiro de Carbono. Anais do 10º Congresso Brasileiro de Carbono, v.1, p. 1-107. Ilhéus, 2023.
6. AMARAL-LABAT, G.A.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; et.al. Desempenho do Biochar para Proteção Contra Interferência Eletromagnética. In: 10º Congresso Brasileiro de Carbono. Anais do 10º Congresso Brasileiro de Carbono, 2023. v. 1. p. 1-107. Ilhéus, 2023.
7. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L. I. ; LIMA, R.G.A.; et. al. Desempenho de Absorção de Microondas do compósito XC/NTC na Banda Ku. 13º Workshop em Engenharia e Tecnologia Espaciais. São José dos Campos, 2022.

8. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; BALDAN, M.R. et.al. Microwave absorption properties in x-band with biophenolic carbonaceous material. XX Brazilian Materials Research Society (SBPMat). Foz do Iguaçu, 2022.
9. GOMES, N. A. S.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; LOPES, B.H.K.; et. al. Comportamento Eletromagnético da Resina Epóxi sob a Ação de Frequências na Banda X em um Radome. 13º Workshop em Engenharias e Tecnologia Espaciais, São José dos Campos, 2022.
10. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; BALDAN, M.R. et.al. Uma Rota Sustentável na Produção de Compósitos Absorvedores de Radiação Eletromagnética. 9º Congresso Brasileiro de Carbono. São José dos Campos, 2021.
11. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; BALDAN, M.R. et.al. Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética utilizando Carbono Poroso sustentável e Nanotubo de Carbono. 9º Congresso Brasileiro de Carbono. São José dos Campos, 2021.
12. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; BALDAN, M.R. et.al. Espuma de Carbono à Base do polifenólico Natural (tanino) como Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética. 11º Workshop em Engenharias e Tecnologia Espaciais. São José dos Campos, 2020.
13. MEDEIROS, L.I.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; LENZ E SILVA, G.F.B.; et.al. Efeito do Nanotubo de Carbono em Material Absorvedor de Radiação Eletromagnética a Base de Carbetto de Silício. 11º Workshop em Engenharias e Tecnologia Espaciais. São José dos Campos, 2020.
14. MEDEIROS, L.I.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; SOUZA, A.A.T.; et.al. Efeito de nanotubo de carbono em material absorvedor de radiação eletromagnética a base de carbetto de silício. 8º Congresso Brasileiro de Carbono. Anais do Congresso Brasileiro de Carbono, v.1. São João Del Rei, 2019.
15. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; SOUZA, A.A.T.; et. al. Caracterização eletromagnética do compósito silicone@SiC/NF em matriz

- polimérica. 8º Congresso Brasileiro de Carbono. Anais do Congresso Brasileiro de Carbono, v.1. São João Del Rei, 2019.
16. SOUZA, A.A.T.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; et.al. Compósito a base de negro de fumo combinados em dupla camada com carbetto de silício e ferrita manganês zinco como material absorvedor de radiação eletromagnética. 8º Congresso Brasileiro de Carbono, Anais do Congresso Brasileiro de Carbono, v.1. São João Del Rei, 2019.
17. **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L. I.; SOUZA, A.A.T.; et.al. Avaliação de carbetto de silício e negro de fumo como material absorvedor de radiação eletromagnética. Simpósio MetMat USP. São Paulo, 2019.
18. MEDEIROS, L.I.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; SOUZA, A.A.T.; et.al. Uso de carbetto de silício em material absorvedor de radiação eletromagnética na faixa de 12,4 a 18 GHz. Simpósio MetMat USP. São Paulo, 2019.
19. SOUZA, A.A.T.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS; L.I.; et. al. Materiais dielétricos combinados com uma camada isolante para aplicação como material absorvedor de radiação eletromagnética. Simpósio MetMat USP. São Paulo, 2019.
20. SOUZA, A.A.T.; **MEDEIROS, N.C.F.L.**; MEDEIROS, L.I.; et. al. Absorvedores multicamadas a base de negro de fumo e carbetto de silício na faixa de frequência de 12,4-18 GHz (Banda K_u). X Workshop em Engenharia e tecnologia Espaciais. Anais X Workshop em Engenharia e tecnologia Espaciais, v.1. São José dos Campos, 2019.

A.4 Organização de congresso

1. 9º Congresso Brasileiro de Carbono, 2021. Comitê Organizador;
2. 13º Workshop em Engenharia e Tecnologia Espaciais (WETE), 2022. Comitê organizador na qualidade de “Chair” da Sessão;
3. 10º Congresso Brasileiro de Carbono, 2023. Comitê organizador na qualidade de “co-Chair” do congresso.