



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

**ESTUDO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS PARA APLICAÇÃO COMO
MATERIAIS ABSORVEDORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA
(MARE) NA FAIXA DE FREQUÊNCIA DE MICRO-ONDAS**

Júlia Maria de Oliveira Gadbem

Relatório de Iniciação Científica do
programa PIBIC, orientada pelo Dr.
Sergio Luiz Mineiro e pelo Dr. Newton
Adriano dos Santos Gomes.

INPE
São José dos Campos
2023



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

**ESTUDO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS PARA APLICAÇÃO COMO
MATERIAIS ABSORVEDORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA
(MARE) NA FAIXA DE FREQUÊNCIA DE MICRO-ONDAS**

Júlia Maria de Oliveira Gadbem

Relatório de Iniciação Científica do
programa PIBIC, orientada pelo Dr.
Sergio Luiz Mineiro e pelo Dr. Newton
Adriano dos Santos Gomes.

INPE
São José dos Campos
2023

RESUMO

Materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE) são materiais compósitos projetados para absorver ou atenuar a energia da radiação eletromagnética que incide sobre eles sendo geralmente construídos utilizando materiais com elevada perda dielétrica a partir de uma matriz polimérica acrescida de partículas condutivas dispersas em sua matriz. O presente trabalho tem como objetivo estudar as propriedades físicas e químicas do Carbetto de Silício (SiC) e sua aplicação como um material absorvedor de radiação eletromagnética na faixa de frequência de micro-ondas. O carbetto de silício, formado por carbono e silício, é uma das principais cerâmicas avançadas e seu caráter fortemente covalente faz com que este material apresente propriedades como alta condutividade térmica, resistência química e mecânica em altas temperaturas e boa resistência à oxidação, desgaste e abrasão. Foram preparadas amostras utilizando uma matriz de silicone variando as concentrações do aditivo de SiC em 30%, 40% e 50%, estruturado em 8 espessuras distintas para cada uma das concentrações, de modo a avaliar sua eficiência na absorção de radiação eletromagnética. Empregando um analisador de redes vetorial (VNA) acoplado a um guia de onda retangular na faixa de frequência da banda X (8,2 GHz a 12,4 GHz) para caracterização das propriedades eletromagnéticas do material, obteve-se valores da permissividade elétrica, permeabilidade magnética e a refletividade (*Reflection Loss* - RL) do material. A partir desta caracterização, foi observado que a banda de absorção em que o RL se encontra abaixo de -10dB não foi alcançada nas amostras de 30% de concentração de SiC. Nas amostras com 40% de concentração do SiC, identificou-se a faixa de frequência de absorção nas espessuras de 7,72 mm e 8,72 mm e nas amostras de 50% de concentração, a faixa de absorção foi observada nas espessuras de 5,80 mm, 6,72 mm, 7,72 mm e 8,78 mm. Além disso, foi avaliado que, para amostras com a mesma concentração, a refletividade do material apresenta seus picos de absorção eletromagnética em frequências mais baixas nas espessuras maiores. Tais resultados indicam o potencial do SiC como um MARE eficiente na faixa de frequência de micro-ondas, apresentando absorção da radiação incidente próxima ou superior a 96,9%, ou seja, RL abaixo de -15 dB, para as amostras nas 4 maiores espessuras de concentração 50%.

Palavras-chave: Carbetto de Silício, Banda X, MARE, refletividade, permissividade.

ABSTRACT

Electromagnetic radiation absorbing materials (RAM) are composite materials designed to absorb or attenuate electromagnetic radiation energy incident upon them, typically constructed using materials with high dielectric loss in a polymer matrix augmented with dispersed conductive particles. The present work aims to investigate the physical and chemical properties of Silicon Carbide (SiC) and its application as an electromagnetic radiation absorbing material in the microwave frequency range. Silicon carbide, consisting of carbon and silicon, is one of the primary advanced ceramics, and its strongly covalent nature leads to attributes such as high thermal conductivity, chemical and mechanical resilience at high temperatures, and good resistance to oxidation, wear, and abrasion. Samples were prepared using a silicone matrix with varying concentrations of SiC additive at 30%, 40%, and 50%, structured into 8 distinct thicknesses for each concentration, to assess their efficiency in electromagnetic radiation absorption. Utilizing a Vector Network Analyzer (VNA) coupled with a rectangular waveguide in the X-band frequency range (8.2 GHz to 12.4 GHz) to characterize the electromagnetic properties of the material, values for electrical permittivity, magnetic permeability, and reflection loss (RL) were obtained. Based on this characterization, it was observed that the absorption band with RL below -10 dB was not achieved in the samples with 30% SiC concentration. For the samples with 40% SiC concentration, the absorption frequency range was identified at thicknesses of 7.72 mm and 8.72 mm, while in the 50% SiC concentration samples, the absorption range was observed at thicknesses of 5.80 mm, 6.72 mm, 7.72 mm, and 8.78 mm. Furthermore, it was noted that, for samples with the same concentration, the material's reflectivity exhibited its electromagnetic absorption peaks at lower frequencies in thicker samples. These outcomes indicate the potential of SiC as an efficient RAM in the microwave frequency range, demonstrating absorption of incident radiation close to or exceeding 96.9%, i.e., RL below -15 dB, for samples with the 4 highest thicknesses for the samples with 50% SiC concentration.

Keywords: silicon carbide, x-band, RAM, reflection loss, complex permittivity

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 - (a) Tetraedros elementares do SiC, (b) projeção dos átomos de silício na estrutura cúbica e (c) projeção dos átomos de silício na estrutura hexagonal	5
Figura 2.2 - Estruturas cristalinas α e β do SiC	6
Figura 2.3. Representação da reflexão e transmissão em um dispositivo de duas portas.....	9
Figura 2.4. Setup de medição da refletividade empregando um porta amostra pelo método do guia de onda.....	10
Figura 4.1 - Imagens MEV-FEG do SiC com ampliação de (a) 5.01 Kx, (b) 30 Kx, (c) 50 Kx e (d) 70 Kx.....	14
Figura 4.2 - Difratoograma da amostra em pó do SiC.....	15
Figura 4.3 - Gráficos referentes à (a) ϵ'_r , (b) μ'_r , (c) tangente de perda dielétrica, (d) tangente de perda magnética e (e) RL da matriz do silicone	16
Figura 4.4 - Gráficos referentes à (a) ϵ'_r , (b) μ'_r , (c) tangente de perda dielétrica, (d) tangente de perda magnética e (e) RL do compósito com 30% de aditivo ...	18
Figura 4.5 - Gráficos referentes à (a) ϵ'_r , (b) μ'_r , (c) tangente de perda dielétrica, (d) tangente de perda magnética e (e) RL do compósito com 40% de aditivo...	20
Figura 4.6 - Gráficos referentes à (a) ϵ'_r , (b) μ'_r , (c) tangente de perda dielétrica, (d) tangente de perda magnética e (e) RL do compósito com 50% de aditivo...	21

LISTA DE TABELAS

	Pág.
Tabela 3.1 - Espessura final do molde utilizado e das amostras produzidas	12
Tabela 3.2 - Relação entre a refletividade do material e o percentual de energia absorvida	13

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CNPQ - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico

COPDT - Coordenação de Pesquisa Aplicada e Desenvolvimento Tecnológico

DRX - Difractometria de raios X

INPE - Instituto nacional de pesquisas espaciais

MARE - Materiais absorvedores de radiação eletromagnética

MEV-FEG - Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo

RL - Reflection loss

SiC - Carbetto de silício

VNA - Analisador de redes vetorial

SUMÁRIO

	Pág.
1. INTRODUÇÃO	1
1.1 Objetivos.....	3
2. REVISÃO DA LITERATURA	4
2.1 Carbetto de silício	4
2.1.1 Histórico e descoberta do SiC	4
2.1.2 Estrutura atômica e cristalina do SiC	4
2.2 Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética	6
2.3 Propriedades eletromagnéticas de um material.....	7
2.4 Parâmetros de espalhamento.....	8
2.5 Refletividade	9
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	11
3.1 Produção das amostras de silicone e SiC	11
3.2 Caracterização eletromagnética	12
3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura com Emissão de Campo	13
3.4 Difratomia de Raios X (DRX).....	13
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	14
4.1 MEV-FEG	14
4.2 Difratomia de Raios X.....	15
4.3 Propriedades eletromagnéticas	16
5. CONCLUSÃO	23
REFERÊNCIAS.....	24

1. INTRODUÇÃO

A rápida evolução da tecnologia em sistemas de telecomunicações tem proporcionado o desenvolvimento de sistemas cada vez mais ágeis e eficientes, disponibilizando uma melhor qualidade de serviços entre usuários ao longo dos anos. No entanto, o crescente uso de dispositivos eletrônicos e sistemas de comunicação sem fio tem acarretado problemas como a poluição eletromagnética, decorrente da presença excessiva de campos eletromagnéticos no ambiente. Esse problema não apenas levanta preocupações sobre potenciais impactos futuros na saúde humana, mas também pode ocasionar interferências no funcionamento de sistemas compostos por dispositivos eletromagnéticos [1,2]. Diante desse cenário, a pesquisa de materiais que possam atenuar esses efeitos tem ganhado notável destaque. Um exemplo promissor é o crescente interesse em materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE), que se apresentam como uma abordagem promissora para reduzir os efeitos da poluição eletromagnética.

Materiais absorvedores de radiação eletromagnética são materiais compósitos que são projetados para absorver ou atenuar a energia de radiação eletromagnética que incide sobre eles e, dependendo das propriedades trabalhadas, são utilizados diferentes materiais para atingir a faixa de frequência desejada. Esses materiais geralmente são desenvolvidos a partir de uma matriz polimérica acrescida de partículas de materiais dielétricos e/ou magnéticos dispersas em sua matriz, de forma a dissipar a energia absorvida em forma de calor ao absorver ondas eletromagnéticas em determinadas frequências [3].

A busca por um material absorvedor eficiente envolve a consideração de várias propriedades importantes. Um MARE adequado deve apresentar uma alta absorção na faixa de frequência desejada, além de exibir elevadas perdas dielétricas e/ou magnéticas. A espessura do MARE deve ser otimizada para maximizar sua eficiência absorvedora, evitando restrições práticas na aplicação. Além disso, a facilidade de fabricação e emprego é essencial para viabilizar sua

utilização em diversas aplicações [4]. Alguns materiais vêm sendo amplamente estudados no intuito de obter propriedades para atuarem como um MARE e, dentre eles, encontra-se o Carbetto de Silício (SiC).

O Carbetto de Silício é uma das principais cerâmicas avançadas sintéticas, sendo constituído por carbono e silício. Embora sua produção em escala industrial tenha ocorrido pela primeira vez em 1891, seu uso como material semicondutor ganhou relevância em períodos mais recentes. A estrutura do SiC é caracterizada por ligações fortemente covalentes entre os átomos de silício e carbono, o que confere boas propriedades ao material [5-7].

Dentre suas características notáveis, destacam-se a alta resistência mecânica, química e térmica, além de apresentar boa resistência a oxidação e corrosão. Tais propriedades conferem versatilidade ao material, que se reflete em seu amplo espectro de aplicações industriais e científicas [8]. No âmbito industrial, é empregado em componentes de alta performance, como rolamentos, revestimentos protetores e peças para altas temperaturas. Na área de pesquisa científica, sua aplicação é vista em dispositivos semicondutores de alta potência, como transistores de radiofrequência e diodos emissores de luz (LED) [9-11].

Apesar do SiC já ter sido estudado como MARE na faixa de frequência em banda X, a maioria dos estudos concentrou-se em compósitos desenvolvidos em matrizes de resina epóxi ou parafina. As pesquisas sobre a utilização da matriz de silicone ainda são escassas, ressaltando a carência de projetos que investiguem o comportamento desse compósito. Vale ressaltar que o silicone apresenta vantagens importantes, como um custo mais acessível e uma maior praticidade de manipulação em comparação com outras matrizes mencionadas. Conseqüentemente, a exploração da aplicabilidade do compósito formado por silicone e SiC como MARE assume um significado crescente, dado o conjunto de suas propriedades e a vasta gama de aplicações que podem abranger na esfera industrial e na pesquisa.

1.1 Objetivos

O projeto tem como objetivo estudar as propriedades físicas e químicas de compósitos cerâmicos e sua aplicação como materiais absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de frequência de micro-ondas. O presente relatório apresenta especificamente as análises do carбето de silício disperso em matriz de borracha de silicone e sua utilização como um MARE na banda X de frequência (8,2 GHz a 12,4 GHz).

As caracterizações estruturais, morfológicas e eletromagnéticas são apresentadas aqui através das técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura de alta resolução (MEV-FEG), Difractometria de Raios X (DRX) e utilizando um Analisador de Redes Vetorial (VNA).

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Carbeto de silício

O Carbeto de Silício é uma cerâmica avançada sintética que pode ser produzida em laboratório por meio da ligação química entre átomos de carbono e silício. Sendo um material sintético, o SiC pode ser fabricado em larga escala, e apresenta notáveis propriedades químicas e mecânicas [12].

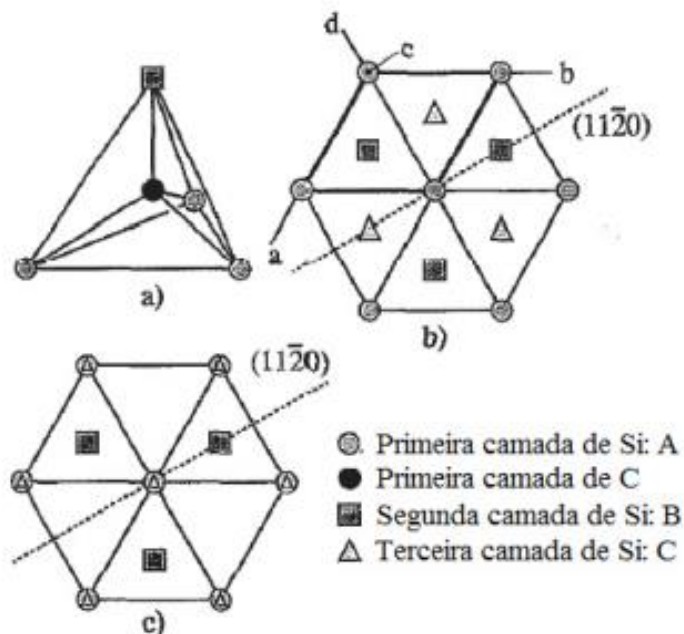
2.1.1 Histórico e descoberta do SiC

Este material foi inicialmente descoberto de forma acidental pelo químico Jöns Jacob Berzelius em 1823, durante a realização de experimentos com o objetivo de sintetizar amostras de diamante. No entanto, somente em 1891, esse material passou a ser produzido em escala industrial. Foi nesse período que o pesquisador Edward Goodrich Acheson, enquanto conduzia experimentos para produzir um material abrasivo, encontrou cristais contendo sílica (SiO_2) e carbono (C) com o mesmo número de moléculas. A partir desse momento, a produção industrial do Carbeto de Silício foi estabelecida, e o material passou a ser amplamente estudado e aplicado em diversas áreas [13].

2.1.2 Estrutura atômica e cristalina do SiC

A molécula básica fundamental do carbeto de silício é formada pela ligação covalente entre um átomo de carbono (C) ligado em quatro átomos de silício (Si), apresentando, assim, uma estrutura tetraédrica. Além disso, o SiC apresenta politipismo, característica que permite que o material cristalize principalmente em em três diferentes configurações: cúbica, hexagonal e romboédrica, Figura 2.1 [14-16].

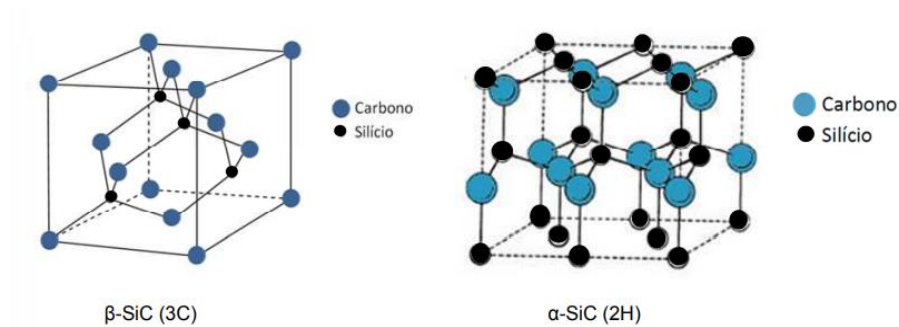
Figura 2.1. (a) Tetraedros elementares do SiC, (b) projeção dos átomos de silício na estrutura cúbica e (c) projeção dos átomos de silício na estrutura hexagonal.



Fonte: [17].

Os politipos de SiC são classificados em duas principais fases: O carboneto de silício beta (β -SiC) e o carboneto de silício alfa (α -SiC). O β -SiC é uma forma cristalina transitória que compreende os politipos que apresentam estrutura cúbica de face centrada. Essa fase ocorre em temperaturas inferiores a 2000°C, é considerada a fase menos estável e se apresenta mais comumente como 3C-SiC. Já o α -SiC compreende os politipos de estruturas não cúbicas, apresentando-se de forma hexagonal ou romboédrica. Essa fase ocorre em temperaturas superiores a 2000°C e se apresenta de forma mais estável termicamente quando comparada ao β -SiC [14,18,19]. As estruturas alfa e beta podem ser vistas através da representação na Figura 2.2.

Figura 2.2. Estruturas cristalinas α e β do SiC.



Fonte: [18].

2.2 Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética

Os MAREs constituem uma classe de materiais compostos desenvolvidos para interagir com a energia da radiação eletromagnética incidente, de forma a absorvê-la ou atenuá-la. A energia incidente no material é dissipada em forma de calor e essa interação é adaptada com base nos requisitos de projeto do absorvedor, o que frequentemente exige a seleção cuidadosa de materiais para abranger uma faixa de frequência predeterminada [3].

A pesquisa sobre este tipo de material tem se intensificado devido aos desafios substanciais decorrentes do avanço considerável na utilização de dispositivos eletrônicos. À medida que as tecnologias se integram na vida cotidiana das pessoas, surgem questões relacionadas à poluição eletromagnética, que são cada vez mais evidentes. Isso ocorre porque tais questões podem acarretar danos futuros à saúde humana e também contribuir para a interferência no funcionamento de sistemas e dispositivos eletromagnéticos. Como resposta a essa situação, a pesquisa sobre MAREs vem com o objetivo primordial de atenuar essas formas de interferência [1,2].

Esses materiais interagem com o campo eletromagnético de formas distintas, sendo classificados em dois tipos, os dielétricos e os magnéticos. Materiais dielétricos são materiais que possuem baixa condutividade elétrica, oferecendo resistência à passagem de corrente. O mecanismo de dissipação desses materiais se dá pela sua interação com o campo elétrico e está diretamente relacionado com a sua permissividade elétrica (ϵ). Já os materiais magnéticos são materiais que possuem propriedades que os tornam capazes de atrair ou repelir outros materiais. O mecanismo de dissipação desses materiais se dá pela sua interação com o campo magnético e está diretamente relacionado com a sua permeabilidade magnética (μ) [20-22].

2.3 Propriedades eletromagnéticas de um material

A permissividade elétrica de um material diz respeito ao grau de concatenação de um campo elétrico no meio em que se encontra, polarizando as estruturas. Já a permeabilidade magnética de um material se refere a capacidade de permitir que linhas de indução passem através dele, magnetizando a sua estrutura. Estes são parâmetros de proporcionalidade que se relacionam com as densidades de fluxo elétrico e magnético de um material e são utilizados para caracterizar o comportamento eletromagnético de determinados materiais [23,24]. As Equações 2.1 e 2.2 ditam a resposta do meio frente à aplicação de campos elétricos e magnéticos.

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} \quad (2.1)$$

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} \quad (2.2)$$

O vetor D^{\rightarrow} representa a densidade de fluxo elétrico, E^{\rightarrow} caracteriza um campo elétrico aplicado, B^{\rightarrow} representa a densidade de fluxo magnético, H^{\rightarrow} representa o campo magnético aplicado e ϵ_0 e μ_0 representam, respectivamente, a

permissividade elétrica e a permeabilidade magnética do material no vácuo. Dessa forma, podemos expressar a permissividade elétrica em termos da permissividade elétrica relativa do material e a permeabilidade magnética por meio da permeabilidade relativa do material. Tais relações são descritas pelas Equações 2.3 e 2.4 [25].

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r \quad (2.3)$$

$$\mu = \mu_0 \mu_r \quad (2.4)$$

Desta forma, são expressos esses parâmetros na notação complexa por meio de suas componentes reais e imaginárias, Equação 2.5 e 2.6.

$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon'' = \varepsilon_0 (\varepsilon_r' - j\varepsilon_r'') = \varepsilon_0 \varepsilon_r' (1 - j \tan \delta_d) \quad (2.5)$$

$$\mu = \mu' - j\mu'' = \mu_0 (\mu_r' - j\mu_r'') = \mu_0 \mu_r' (1 - j \tan \delta_m) \quad (2.6)$$

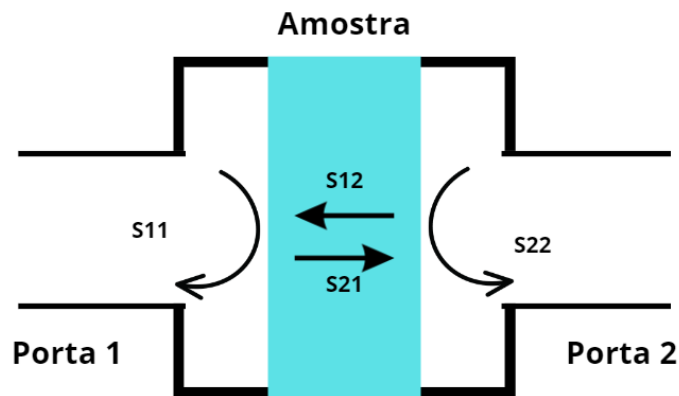
Na equação 2.5 a parte real representa o armazenamento da energia em forma de campo elétrico e a parte imaginária que corresponde a tangente de perdas dielétricas ($\tan \delta_d$) a dissipação de energia. Na equação 2.6, a parte real representa o armazenamento de energia na forma de campo magnético e a parte imaginária dado pela tangente de perdas magnéticas ($\tan \delta_m$) as dissipações do campo magnético no material [23].

2.4 Parâmetros de espalhamento

Os parâmetros de espalhamento (ou Parâmetros S) representam as relações de transmissão e reflexão da onda incidente sobre o material estudado. Em um sistema de duas portas, temos os parâmetros S_{11} , S_{12} , S_{21} e S_{22} , em que S_{11} representa a reflexão da onda incidente pela porta 1 e medido na porta 1, S_{22}

representa a reflexão da onda incidente pela porta 2 e medido na porta 2, S_{12} representa a transmissão da onda incidida na porta 2 e medido na porta 1 e S_{21} representa a transmissão da onda incidida na porta 1 e medido na porta 2 [26]. O esquema de transmissão e reflexão é observado na Figura 2.3.

Figura 2.3. Representação da reflexão e transmissão em um dispositivo de duas portas

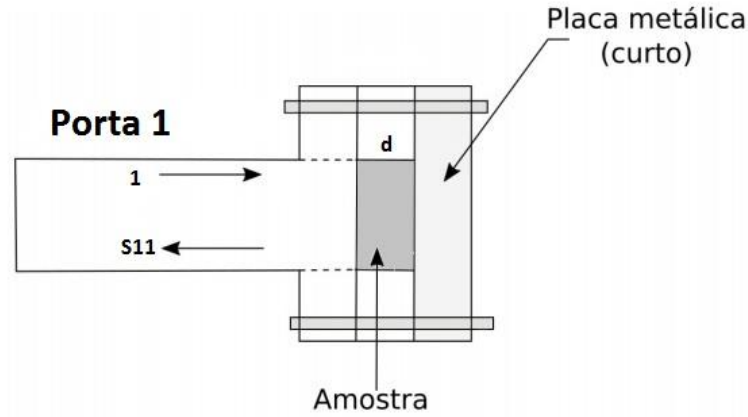


Fonte: Produção do autor.

2.5 Refletividade

Uma das formas de analisar a capacidade de absorção do MARE é através dos parâmetros de refletividade. Esse método de caracterização consiste em analisar o parâmetro S_{11} do guia de ondas. Para isso, a amostra é colocada dentro do offset da banda desejada e este é fixado entre a porta 1 e uma placa metálica, cuja função é refletir toda a energia dissipada pela porta 1 de modo que essa retorne para a amostra que se encontra entre a placa e a porta, como mostra a Figura 2.4 [21-23, 25].

Figura 2.4. Setup de medição da refletividade empregando um porta amostra pelo método do guia de onda.



Fonte: Adaptado de [21].

A partir da leitura de resposta do parâmetro S_{11} , é constatado o quanto de energia foi absorvida ou atenuada pela amostra bem como a quantidade de energia que retornou para a porta 1, resultando assim, na refletividade (RL - *Reflection Loss*) do material. A refletividade é medida em dB conforme a Equação 2.7.

$$RL(dB) = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (2.7)$$

O termo Z_0 corresponde a impedância do ar, dada por 377 ohm [27], e Z_{in} é a impedância do material, Equação 2.8, em que f é a frequência, c é a velocidade da luz no vácuo, dada por, aproximadamente, 3×10^8 m/s e d é a espessura da amostra [28].

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh \left[j \left(\frac{2\pi f d}{c} \right) \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right] \quad (2.8)$$

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 Produção das amostras de silicone e SiC

Para a preparação das amostras, utilizou-se uma matriz de silicone variando as concentrações do aditivo de Carbetto de Silício (SiC) em 0% (silicone puro), 30%, 40% e 50%.

Inicialmente, foram produzidos quatro moldes iguais de poliácido láctico (PLA) por meio da técnica de manufatura aditiva, ou impressão 3D. Esses moldes possuem cavidades retangulares em oito espessuras diferentes, sendo a menor espessura no valor de 1,60 mm e as subsequentes com acréscimos de 1 mm a mais que a anterior (Tabela 3.1). Todas as amostras foram produzidas com a mesma largura e altura do offset do porta amostras da banda X (22,86 mm x 10,16 mm).

Para preparar as amostras de silicone puro, foram pesados 25 g de silicone, quantidade suficiente para preencher as oito cavidades do molde, e adicionados 0,75 g de um catalisador (correspondente a 3% da massa total de silicone) para acelerar o processo de endurecimento da matriz. O silicone e o catalisador foram misturados manualmente com o auxílio de uma espátula por cinco minutos até obter uma mistura uniforme.

Para as amostras com 30% de concentração de SiC, foram pesados 7,5 g de SiC e 17,5 g de silicone, totalizando 25 g de material, que foram acrescidos de 0,875 g de catalisador (correspondente a 5% da massa total de silicone). As partículas de SiC foram dispersas na matriz com o auxílio de um misturador por dois minutos até que a mistura ficasse uniforme.

O procedimento de preparação das amostras com 40% e 50% de SiC foi similar ao anterior, variando apenas as quantidades. Para as amostras com 40% de SiC, foram utilizados 10 g de aditivo, 15 g de silicone e 0,75 g de catalisador. Já nas amostras com 50% de SiC, foram utilizados 15 g de aditivo, 15 g de

silicone e 0,75 g de catalisador. A massa total do preparo das amostras contendo 50% de aditivo foi maior (30 g) em virtude de sua maior densidade, o que tornou o preenchimento do molde com apenas 25 g de material mais desafiador.

As amostras foram deixadas em repouso à temperatura ambiente por 48 horas para que o compósito pudesse endurecer adequadamente. Após o processo de secagem, todas as amostras tiveram suas espessuras medidas utilizando um micrômetro digital. A espessura final de cada uma das amostras pode ser observada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1. Espessura final do molde utilizado e das amostras produzidas.

		Concentrações de SiC			
		Molde	Matriz (0%)	30%	40%
Espessuras	1,60 mm	1,65 mm	1,75 mm	1,72 mm	1,78 mm
	2,60 mm	2,65 mm	2,80 mm	2,71 mm	2,80 mm
	3,60 mm	3,65 mm	3,81 mm	3,68 mm	3,72 mm
	4,60 mm	4,62 mm	4,74 mm	4,71 mm	4,85 mm
	5,60 mm	5,65 mm	5,74 mm	5,73 mm	5,80 mm
	6,60 mm	6,67 mm	6,84 mm	6,62 mm	6,72 mm
	7,60 mm	7,65 mm	7,92 mm	7,72 mm	7,72 mm
	8,60 mm	8,65 mm	8,75 mm	8,72 mm	8,78 mm

Fonte: Produção do autor.

3.2 Caracterização eletromagnética

Utilizando um Analisador de Rede Vetorial (*Vector Network Analyzer* - VNA) acoplado a um guia de ondas retangular na faixa de frequência da banda X (8,2 GHz a 12,4 GHz), foi realizado a caracterização das propriedades eletromagnéticas do material, obtendo valores para a permissividade elétrica, a permeabilidade magnética e a refletividade (*Reflection Loss* - RL). Esse instrumento de medida encontra-se alocado no COPDT/INPE.

Para analisar a absorção da radiação incidente pelo material, foram utilizados os valores apresentados na Tabela 3.2, que apresentam a relação entre os valores de refletividade encontrados na escala em decibel e o percentual de energia absorvida pelo material.

Tabela 3.2. Relação entre a refletividade do material e o percentual de energia absorvida.

Valor em dB	% da absorção da radiação incidente
0	0
-3	50
-10	90
-15	96,9
-20	99
-30	99,9
-40	99,99

Fonte: Adaptada de [4].

3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura com Emissão de Campo

A morfologia, porosidade, estrutura e dimensão das partículas do SiC foram observadas através da microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG), utilizando um microscópio modelo Mira3-Tescan, instalado no COPDT/INPE.

3.4 Difratomia de Raios X (DRX)

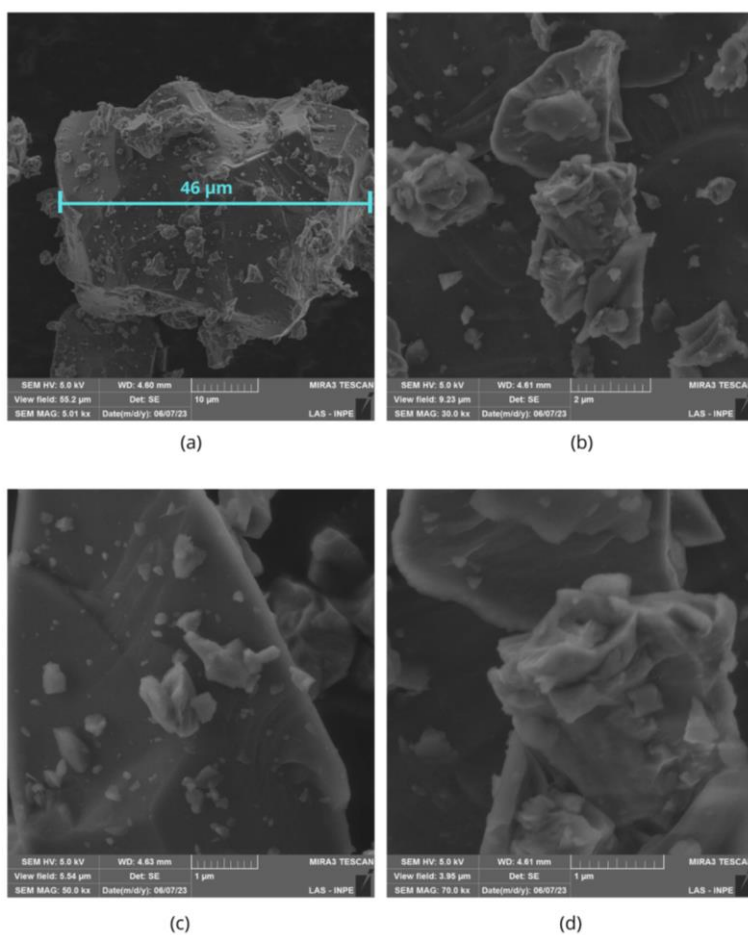
A caracterização microestrutural do pó de SiC também foi realizada através da técnica de Difratomia de Raios X, que identifica e analisa as fases cristalinas do material sinterizado. O equipamento utilizado foi o Rigaku e este se encontra no campus Talim da UNIFESP São José dos Campos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 MEV-FEG

Através da análise feita utilizando o MEV-FEG, foi caracterizado a estrutura e a dimensão das partículas do SiC. Na Figura 4.1, pode-se observar as características morfológicas não uniformes do material, com grãos apresentando formatos irregulares. Além disso, também é constatado que as partículas do SiC apresentam uma grande distribuição de tamanhos, com dimensões máximas de 46 μm , conforme ilustrado na Figura 4.1 (a)

Figura 4.1. Imagens MEV-FEG do SiC com ampliação de (a) 5.01 Kx, (b) 30 Kx, (c) 50 Kx e (d) 70 Kx.

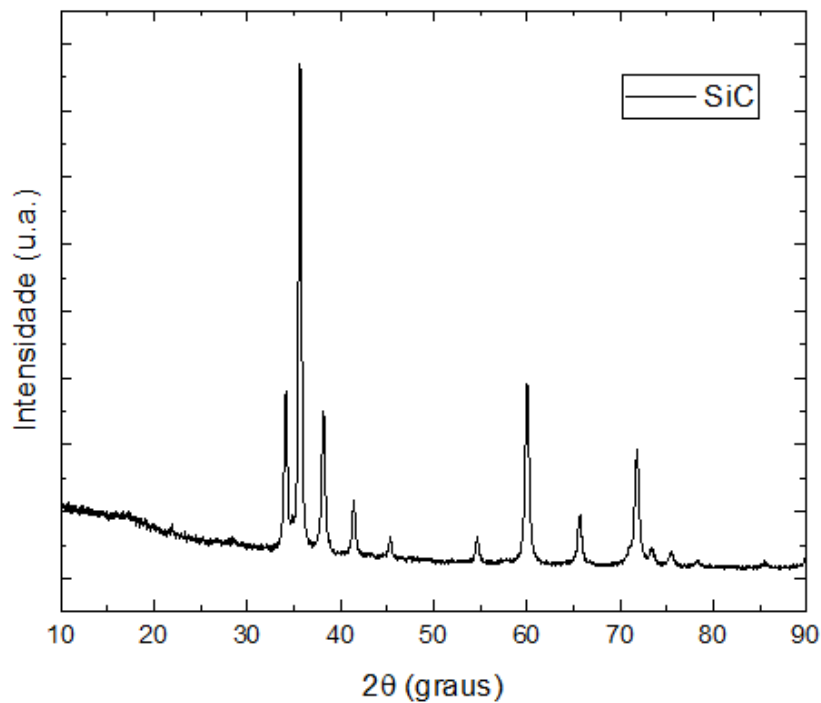


Fonte: Produção do autor.

4.2 Difratometria de Raios X

Ao submeter a amostra em pó de SiC à análise do DRX, tornou-se possível discernir picos de intensidade bem definidos. Esses picos representam os pontos em que a radiação de raios-X é difratada pela estrutura cristalina do material. O pico de maior intensidade ocorreu aproximadamente em 2θ igual a $35,66^\circ$, como apresentado na Figura 4.2. Os picos observados são característicos do carbeto de silício, conforme a ficha padrão ICDD 01-073-1407.

Figura 4.2. Difratograma da amostra em pó do SiC

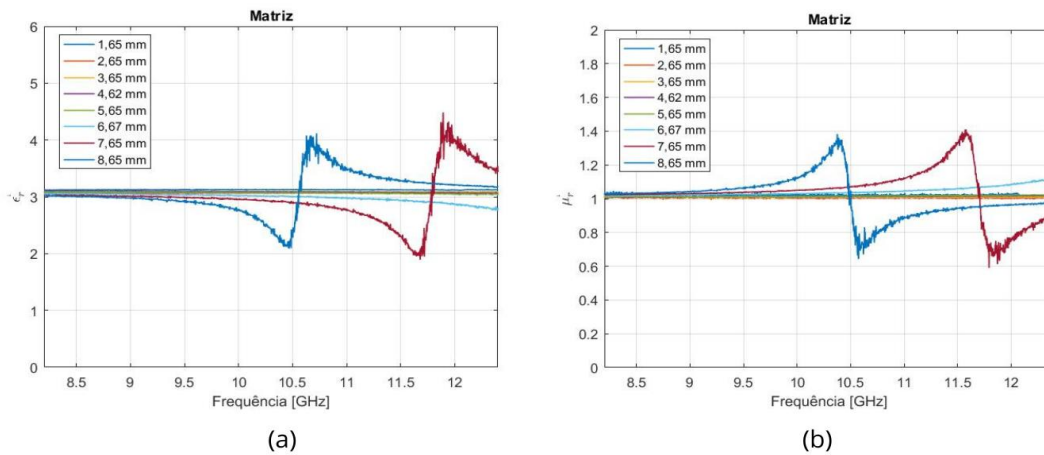


Fonte: Produção do autor.

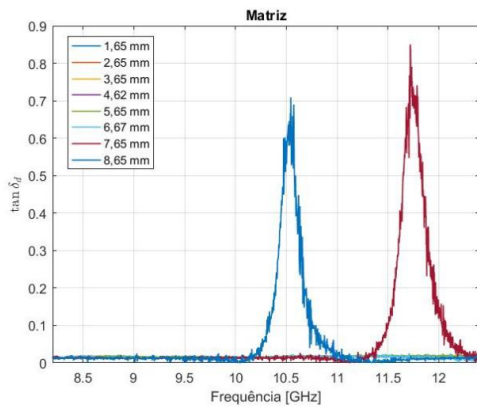
4.3 Propriedades eletromagnéticas

Inicialmente, foram analisadas as amostras da matriz de silicone puro nas oito espessuras produzidas conforme a Tabela 3.1. Na Figura 4.3 são traçados as medidas da (a) parte real da permissividade elétrica, (b) parte real da permeabilidade magnética, (c) a tangente de perdas elétrica, (d) a tangente de perdas magnética e (e) a refletividade eletromagnética. É observado que somente nas espessuras de 7,65 mm e 8,65 mm apresentam uma transição da permissividade elétrica (ϵ'_r) e da permeabilidade magnética (μ'_r) que está associado ao fenômeno de ressonância em sua estrutura que está diretamente relacionado com os picos nas tangentes de perdas tanto elétricas, Figura 4.3 (c), como magnéticas, Figura 4.3(d), das amostras nestas espessuras. Entretanto, essas variações são compensadas simultaneamente nas mesmas frequências, a qual está evidenciado nas medidas da Figura 4.3(e) confirmando que os valores de RL concentram-se próximo de 0 dB. Isso implica que o silicone possui um comportamento de transparência eletromagnética para a banda X, não interferindo no comportamento eletromagnético das estruturas de SiC que são incorporados na matriz.

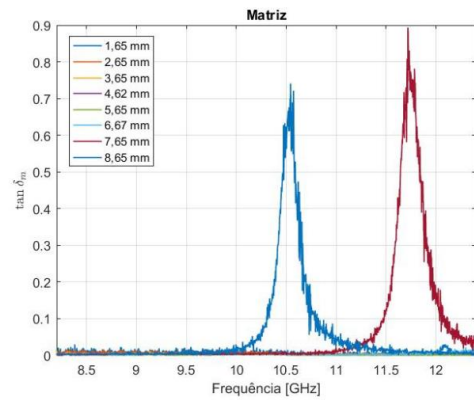
Figura 4.3. Gráficos referentes à (a) ϵ'_r , (b) μ'_r , (c) tangente de perda dielétrica, (d) tangente de perda magnética e (e) RL da matriz do silicone.



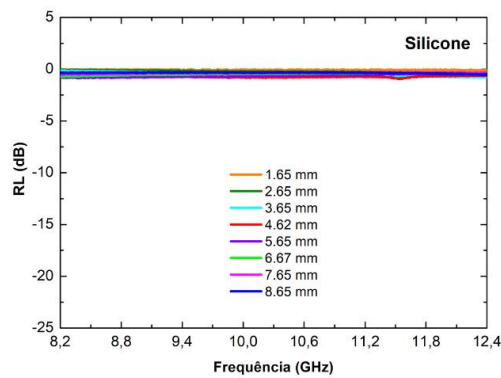
continua



(c)



(d)



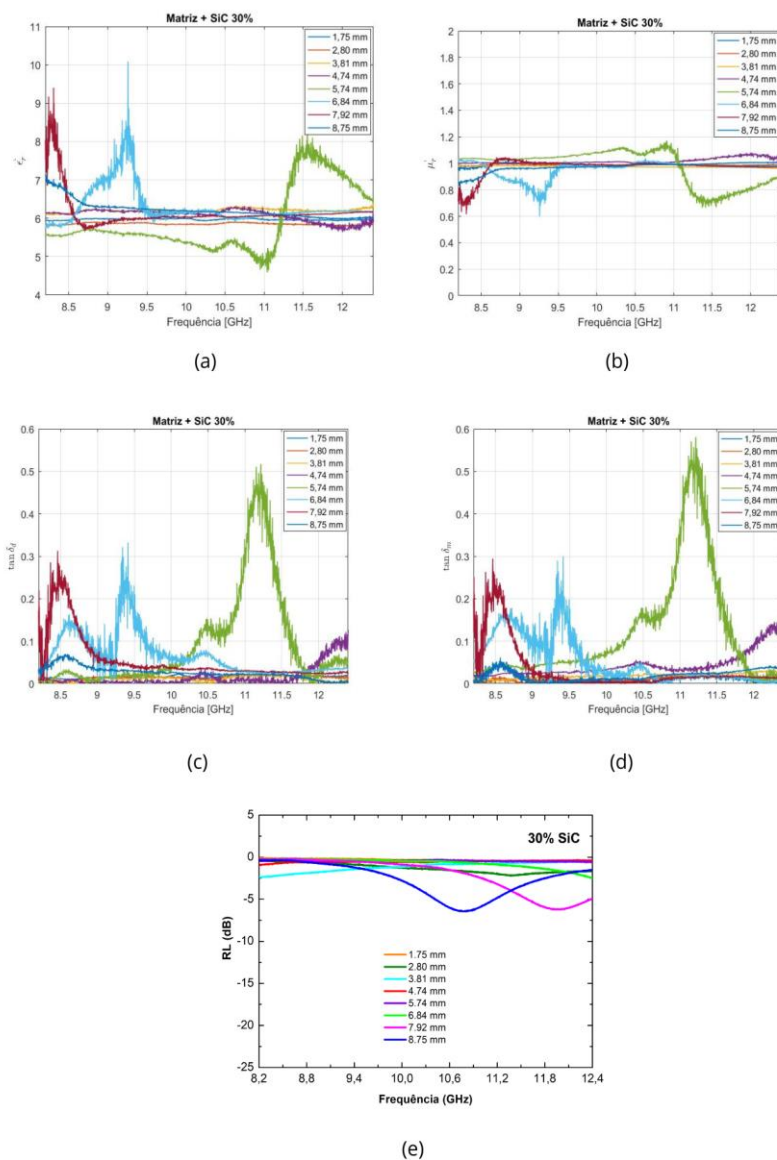
(e)

Fonte: Produção do autor.

Para avaliar as propriedades eletromagnéticas do SiC, foram estudadas amostras possuindo concentrações de 30%, 40% e 50% de aditivo disperso na matriz de silicone. A Figura 4.4 apresenta os parâmetros analisados para as amostras de concentração 30%. A partir do gráfico (a), pode-se observar que as amostras apresentaram resultados lineares e praticamente constantes por toda a faixa de frequência com permissividade real entre 5 e 6,5. Na Figura 4.4(a-d), as espessuras entre 1,75 mm e 4,74 mm apresentam comportamento aproximadamente constantes de permissividade complexa. As espessuras de 5,74 mm, 6,84 mm e 7,92 mm apresentam uma divergência não linear em torno das frequências 8,35 GHz, 9,25 GHz e 11,3 GHz respectivamente. A Figura 4.4(e) apresenta os valores de refletividade das amostras e sua análise apresenta que apenas as amostras nas duas maiores espessuras apresentam

picos máximos em -5 dB (espessura 8,75mm em 10,6 GHz) e -7 dB (espessura 7,92 mm em 12 GHz). Apesar de apresentar esses picos, tais valores não são expressivos, visto que a porcentagem de absorção destes compósitos ainda é inferior a 90% (conforme Tabela 3.2), não caracterizando um material ideal para a aplicação como um MARE.

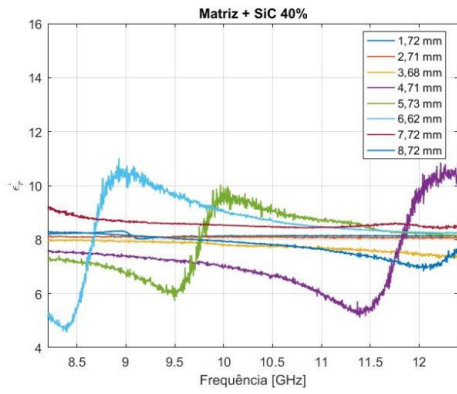
Figura 4.4. Gráficos referentes à (a) ϵ'_r , (b) μ'_r , (c) tangente de perda dielétrica, (d) tangente de perda magnética e (e) RL do compósito com 30% de aditivo.



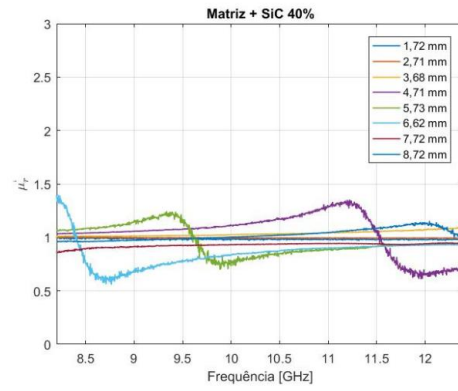
Fonte: Produção do autor.

A Figura 4.5 apresenta os parâmetros analisados para as amostras de concentração com 40% de SiC. Na Figura 4.5(a-d) a permissividade real é próxima de 7,5 e tangente de perdas próxima de zero. É observado que os valores de permissividade complexa apresentam novamente um comportamento próximo de ser linear e constante para algumas amostras, sendo essas as de espessuras entre 1,72 mm e 3,68 mm, além da amostra de espessura 7,72 mm. Na banda X de frequência, as amostras com espessura de 4,71 mm, 5,73 mm e 6,62 mm apresentaram um aumento não linear de sua permissividade em torno das frequências de 11,8 GHz, 9,8 GHz e 8,7 GHz respectivamente, além da amostra mais espessa, a de 8,72 mm, já começar a demonstrar esse mesmo aumento no fim da banda de frequência, o que pode indicar a continuidade desse comportamento na próxima banda em frequências maiores. A possível causa deste efeito pode estar relacionada ao início de uma ressonância, a qual teria origem na polarização atômica ou eletrônica de materiais dielétricos sem perdas, em que, por causa do distanciamento da real ressonância, acaba se tornando independente da frequência ou da temperatura, mas ainda dependente da geometria [30]. No gráfico (b) da Figura 4.5, são apresentados os valores de RL das amostras. As duas amostras mais espessas apresentam valores de refletividade inferiores a -10 dB, o que indica uma absorção levemente superior a 90%. Comparando essa análise com a feita para as amostras de 30%, conclui-se que o resultado esperado para amostras de maior concentração de SiC em espessuras semelhantes apresente uma taxa de absorção adequada para a utilização do compósito para o propósito estudado.

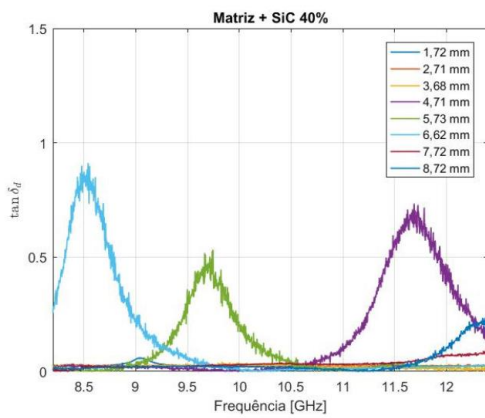
Figura 4.5. Gráficos referentes à (a) ϵ'_r , (b) μ'_r , (c) tangente de perda dielétrica, (d) tangente de perda magnética e (e) RL do compósito com 40% de aditivo



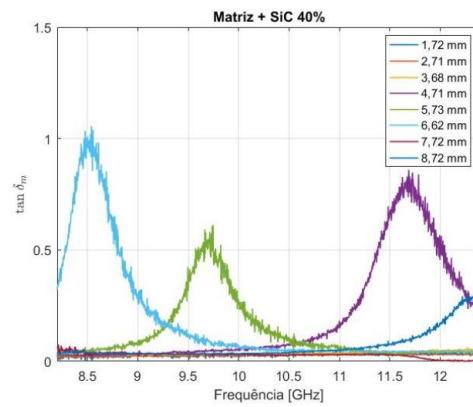
(a)



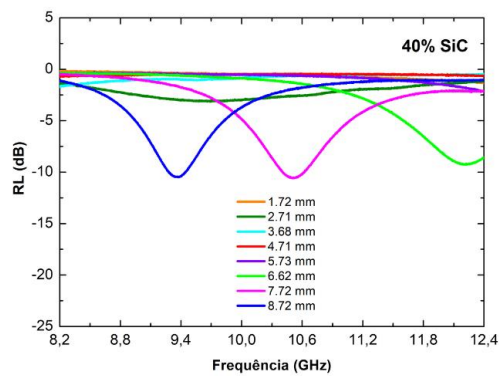
(b)



(c)



(d)



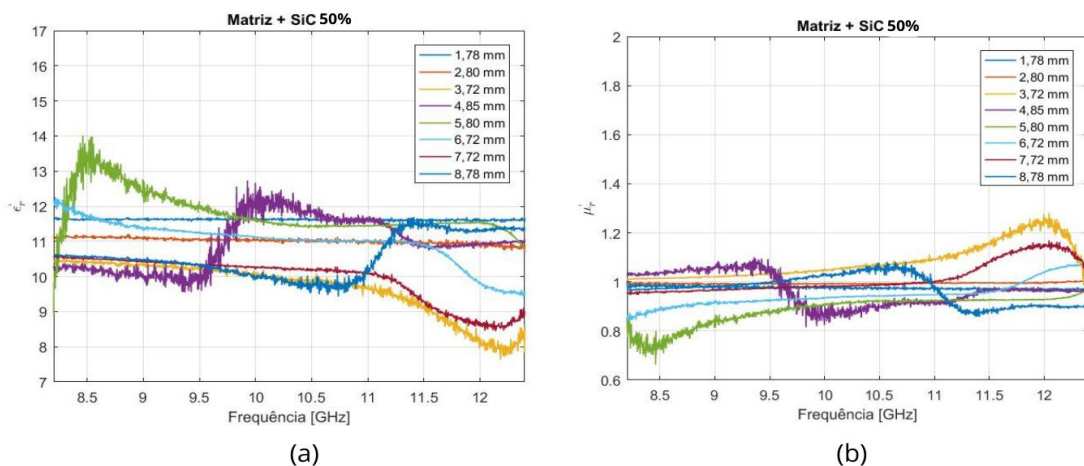
(e)

Fonte: Produção do autor.

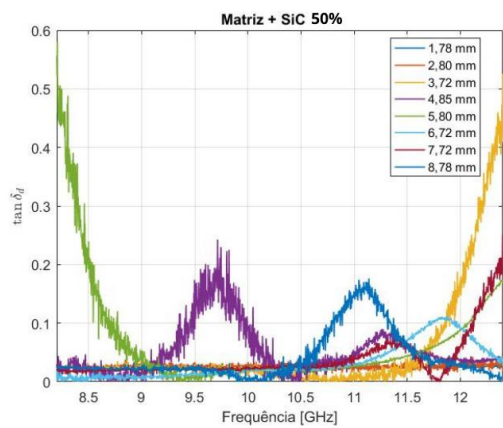
Por fim, a Figura 4.6 apresenta os parâmetros das propriedades eletromagnéticas para as amostras de concentração 50%. Através do gráfico (a-d) desta figura, observa-se um comportamento aproximadamente linear apenas para as duas amostras menos espessas, sendo possível notar que o comportamento não linear do restante das amostras tem início ou final tanto na banda X como nas bandas anterior e posterior a esta.

Os valores de RL apresentados no gráfico (b) da Figura 4.6 indicam que a amostra de espessura 5,8 mm apresenta refletividade próxima a -15 dB, demonstrando potencial de absorção de energia de aproximadamente 96,9%. Além disso, temos que as três espessuras subsequentes, sendo elas 6,72 mm, 7,72 mm e 8,78 mm apresentam valores inferiores a -15 dB, o que representa mais de 96,9% de capacidade de absorção de radiação. Também pode-se constatar que a amostra de maior espessura possui seu pico de refletividade na banda anterior a banda X. Tais resultados demonstram o potencial do compósito Silicone + SiC como um material absorvedor de radiação eletromagnética e comprovam as propriedades dielétricas do aditivo.

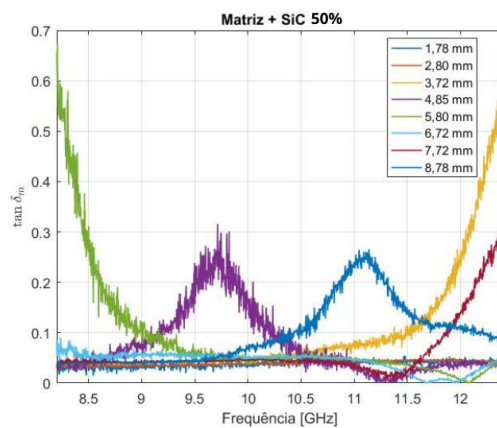
Figura 4.6. Gráficos referentes à (a) ϵ'_r , (b) μ'_r , (c) tangente de perda dielétrica, (d) tangente de perda magnética e (e) RL do compósito com 50% de aditivo.



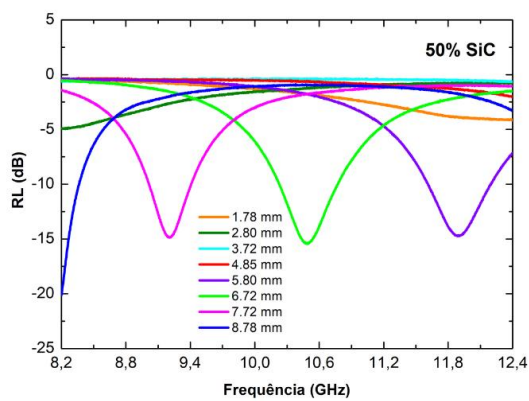
continua



(c)



(d)



(e)

Fonte: Produção do autor.

5. CONCLUSÃO

Este estudo empreendeu o desenvolvimento de um compósito com a capacidade de absorver ou atenuar radiação eletromagnética na faixa de frequência de 8,2 a 12,4 GHz. Para essa finalidade, uma matriz polimérica de silicone foi enriquecida com carbeto de silício como aditivo, variando as concentrações em 30%, 40% e 50%. Amostras foram preparadas em oito diferentes espessuras, seguidas pela análise eletromagnética dos parâmetros de permissividade complexa e refletividade.

Análises estruturais e morfológicas do pó de SiC foram realizadas por meio de MEV-FEG e DRX da amostra. Observou-se que, na faixa de frequência em questão, as amostras com 30% de aditivo exibiram uma perda por reflexão superior a -10 dB, indicando menos de 90% de absorção da onda eletromagnética. Entre as amostras com 40% de aditivo, apenas as duas mais espessas atingiram valores acima de 90% de absorção.

Notavelmente, as amostras com 50% de aditivo apresentaram um desempenho mais promissor, com as quatro amostras mais espessas excedendo 96,9% de absorção. Isso aponta para um considerável potencial do compósito como um MARE eficiente. Também foi observado que, para amostras de igual concentração, o aumento da espessura levou a picos máximos de absorção para frequências menores, sinalizando a possibilidade de aplicar o mesmo compósito como MARE em faixas de frequência subsequentes a partir das amostras mais finas.

Como resultado, os objetivos traçados no âmbito deste projeto foram alcançados com sucesso. Os resultados obtidos reforçam o potencial do SiC como um material absorvedor de radiação eletromagnética altamente eficaz na faixa de frequência das micro-ondas estudada.

REFERÊNCIAS

- [1] IDRIS, Fadzidah Mohd et al. Recent developments of smart electromagnetic absorbers based polymer-composites at gigahertz frequencies. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 405, p. 197-208, 2016.
- [2] BAI, Lin et al. Multi-satellite relay transmission in 5G: Concepts, techniques, and challenges. **IEEE Network**, v. 32, n. 5, p. 38-44, 2018.
- [3] Nohara, E.L., 2003, “Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética (8-12 GHz) Obtidos pela Combinação de Compósitos Avançados Dielétricos e Revestimentos Magnéticos”, Ph.D. Thesis, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, S.P., Brasil.
- [4] SILVA, Valdirene Aparecida da et al. Comportamento eletromagnético de materiais absorvedores de micro-ondas baseados em hexaferrita de Ca modificada com íons CoTi e dopada com La. **Journal of Aerospace Technology and Management**, v. 1, p. 255-263, 2009.
- [5] SADDOW, Stephen E.; AGARWAL, Anant K. **Advances in silicon carbide processing and applications**. Artech House, 2004.
- [6] YAMADA, Koichi; MOHRI, Masahide. Properties and applications of silicon carbide ceramics. In: **Silicon Carbide Ceramics—1: Fundamental and Solid Reaction**. Dordrecht: Springer Netherlands, 1991. p. 13-44.
- [7] HOZER, Leszek; LEE, Jonq-Ren; CHIANG, Yet-Ming. Reaction-infiltrated, net-shape SiC composites. **Materials Science and Engineering: A**, v. 195, p. 131-143, 1995.
- [8] FRAGA, M. A. et al. Carbetos de silício como material base para sensores mems de uso aeroespacial: Uma visão geral. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 19, p. 274-290, 2014.

- [9] MARRA, D. Carbetto de Silício – Mostra de materiais. Disponível em: <<https://www.encimat.cefetmg.br/2018/05/07/carbetto-de-silicio/>>. Acesso em: 1 ago. 2023.
- [10] BRAGA, S.L.S. Análise do comportamento térmico do forno Acheson e da sua camada de mistura isolante. 2011. 94 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia da Energia) – Universidade Federal de São João Del Rei, São João Del Rei, 2011.
- [11] ABEL, João Luis. **Obtenção do carboneto de silício pela redução carbotérmica da sílica**. 2009. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo..
- [12] PATIL, K. C. Advanced ceramics: combustion synthesis and properties. **Bulletin of Materials Science**, v. 16, p. 533-541, 1993.
- [13] RUMYANTSEV, Sergey; SHUR, Michael S.; LEVINSHTEIN, Michael E. (Ed.). **Sic Materials And Devices-Volume 1**. World Scientific, 2006.
- [14] HANSEN, L. Investigação dos efeitos de recozimento em atmosfera de argônio sobre a estrutura SiC/SiO₂. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2014.
- [15] JAYATIRTHA, H. N.; SPENCER, M. G. Cubic SiC the Forgotten Polytype. **MRS Online Proceedings Library**, v. 410, p. 329-336, 1995.
- [16] IZHEVSKYI, V. A. et al. Review article: silicon carbide. **Structure, properties and processing. Cerâmica**, v. 46, n. 297, p. 4-13, 2000.
- [17] WESCH, W. Silicon carbide: synthesis and processing. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam interactions with materials and atoms**, v. 116, n. 1-4, p. 305-321, 1996.

- [18] CHIMELLI, Caio Pezzi. Processamento, caracterização e propriedades do carbeto de silício (SiC) obtido por sinterização de fase líquida. (COPPE/UFRJ, D.Sc Engenharia Metalúrgica e de materiais), Tese - UFRJ, RJ, 2010.
- [19] GERMANO, P. Carbeto de Silício - Propriedades, aplicações e mercado. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2018.
- [20] SCHMIDT, Walfredo. **Materiais elétricos–vol. 2: Isolantes e magnéticos**. Editora Blucher, 2019.
- [21] TENÓRIO, P. Obtenção e caracterização de cerâmicas $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ e avaliação de suas propriedades para aplicação como material absorvedor de radiação eletromagnética. Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2023.
- [22] SOUZA, A. Materiais absorvedores de radiação eletromagnética multicamada na faixa de frequência 12,4 A 18,0 GHz. Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2021.
- [23] LOPES, B. H. K. Ferrita Mnzn e ferro carbonila dispersos em matriz de borracha de silicone na faixa de frequência referente à banda X (8 , 2-12 ,4 Ghz). Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2020.
- [24] DARTORA, C. A. et al. Caracterização experimental da permissividade dielétrica de materiais através da técnica de refletometria no domínio do tempo. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 37, p. 1315, 2015.
- [25] COSTA, Filippo et al. Electromagnetic characterisation of materials by using transmission/reflection (T/R) devices. **Electronics**, v. 6, n. 4, p. 95, 2017.
- [26] PETROLI, L. Avaliação de um Modelo para Integridade de Sinais em Circuitos Eletrônicos Complexos. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.

- [27] LIU, Lidong et al. Microwave absorption properties of a wave-absorbing coating employing carbonyl-iron powder and carbon black. **Applied Surface Science**, v. 257, n. 3, p. 842-846, 2010.
- [28] MEDEIROS, Nila Cecília de Faria Lopes et al. Caracterização eletromagnética do compósito de carbeto de silício e negro de fumo em matriz polimérica. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, p. e12971, 2021.
- [29] VERMA, Geetika; RAY, Kamla Prasan. Design, fabrication and characteristics of eco-friendly microwave absorbing materials: A review. **IETE Technical Review**, v. 39, n. 4, p. 756-774, 2022.
- [30] CHEN, Lin-Feng et al. **Microwave electronics: measurement and materials characterization**. John Wiley & Sons, 2004.