

apter]algoritmololAlgoritmo

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**Escola de Engenharia**  
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica**

Wander Pereira de Jesus

**Caracterização Eletromagnética de Filmes Poliméricos e de  
Nanocompósitos Poliméricos na Faixa de Micro-ondas**

Belo Horizonte  
2022

Wander Pereira de Jesus

**Caracterização Eletromagnética de Filmes Poliméricos e de  
Nanocompósitos Poliméricos na Faixa de Micro-ondas**

**Versão Final**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito à obtenção do título de Mestre em Engenharia Elétrica  
Área de concentração: Antenas, Propagação e Eletromagnetismo Aplicado.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Luiz da Silva Adriano  
Coorientador: Dr. Thiago Henrique Rodrigues da Cunha

Belo Horizonte  
2022

J58c

Jesus, Wander Pereira de.

Caracterização eletromagnética de filmes poliméricos e de nanocompósitos poliméricos na faixa de microondas [recurso eletrônico] / Wander Pereira de Jesus. - 2022.

1 recurso online (56 f. : il., color.) : pdf.

Orientador: Ricardo Luiz da Silva Adriano.

Coorientador: Thiago Henrique Rodrigues da Cunha.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 52-56.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia Elétrica - Teses. 2. Nanocompósitos (Materiais) – Teses. 3. Microondas – Teses. I. 4. Adriano, Ricardo Luiz da Silva. II. Cunha, Thiago Henrique Rodrigues da. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.

CDU: 621.3(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA

## FOLHA DE APROVAÇÃO

### "CARACTERIZAÇÃO ELETROMAGNÉTICA DE FILMES POLIMÉRICOS E DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS NA FAIXA DE MICRO-ONDAS"

#### WANDER PEREIRA DE JESUS

Dissertação de Mestrado submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Elétrica. Aprovada em 29 de novembro de 2022. Por:

Prof. Dr. Ricardo Luiz da Silva Adriano  
DEE (UFMG) - Orientador

Dr. Thiago Henrique Rodrigues da Cunha  
CTNano (UFMG)

Prof. Dr. Diogo Batista de Oliveira  
DEE (UFMG)

Prof. Dr. Fábio Júlio Fonseca Gonçalves  
Campus Ibirité (IFMG)

Prof. Dr. Rose Mary de Souza Batalha  
PPGEE (PUC Minas)



Documento assinado eletronicamente por **Ricardo Luiz da Silva Adriano, Professor do Magistério Superior**, em 29/11/2022, às 16:13, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Diogo Batista de Oliveira, Professor do Magistério Superior**, em 29/11/2022, às 16:15, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Fábio Júlio Fonseca Gonçalves, Usuário Externo**, em 01/12/2022, às 20:26, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Thiago Henrique Rodrigues da Cunha, Usuário Externo**, em 02/12/2022, às 11:36, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Rose Mary de Souza Batalha, Usuária Externa**, em 13/12/2022, às 11:23, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.ufmg.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **1870182** e o código CRC **6F422A08**.

# Resumo

Atualmente os nanotubos de carbono tornaram-se promissores para a fabricação de dispositivos eletroeletrônicos. Desde sua descoberta, uma ampla gama de aplicações foram desenvolvidas principalmente nos setores civil, industrial, militar e aeroespacial, o que alavancou as pesquisas nas áreas de sensores, principalmente de gases e líquidos, antenas e materiais para a mitigação de problemas de compatibilidade eletromagnética.

O desenvolvimento de novos dispositivos, utilizando nanomateriais, requer a sua caracterização, seja ela microscópica e/ou macroscópica. A caracterização eletromagnética faz-se necessária quando pretende-se conhecer a interação de um campo eletromagnético com um material, e muitas vezes requer o uso de equipamentos caros e também de um preparo complexo das amostras.

Neste trabalho o método de placas paralelas, um método comum para caracterização de material dielétrico, é usado para realizar uma caracterização eletromagnética de filmes finos na faixa de micro-ondas. Geralmente esta técnica é utilizada para aplicações de baixas frequências. Essa limitação se deve ao fato de que, acima das regiões ressonantes, as expressões usadas no modelo para caracterizar a permissividade elétrica não são mais válidas. Para o presente estudo, este problema é contornado com o uso de uma ferramenta computacional baseada no Métodos de Elementos Finitos (FEM) <sup>1</sup>. O procedimento permitiu comparar os resultados simulados e experimentais, recuperando os parâmetros através de um processo de otimização, o que possibilitou extrair a permissividade elétrica, a permeabilidade magnética e a condutividade elétrica dos filmes.

O método foi aplicado para caracterizar Poliuretano com Nanotubos de Carbono (PU+NTCs), Poliuretano (PU) e Politetrafluoretileno (PTFE) na faixa de 9 kHz a 3 GHz, utilizando um Analisador de Rede Vetorial (VNA). Os resultados mostraram que o uso de uma ferramenta computacional expandiu a aplicabilidade em frequência do método de placas paralelas. Para obter resultados mais precisos e minimizar os erros, as medições e as simulações foram submetidas a dois métodos de calibração.

**Palavras-chave:** Caracterização Eletromagnética, Nanocompósitos, Micro-ondas, Analisador Vetorial de Redes, Nanotubos de Carbono, Placas Paralelas.

---

<sup>1</sup>Sigla oriunda do idioma inglês - *Finite Element Method*

# Abstract

Carbon nanotubes have become promising for the manufacture of electro-electronic devices. Since their discovery, a wide range of applications have been developed mainly in the civil, industrial, military and aerospace sectors, which leveraged research in the areas of sensors, especially for gases and liquids, antennas and materials for the mitigation of electromagnetic compatibility problems.

The development of new devices using nanomaterials requires their characterization, be it microscopic and/or macroscopic. The electromagnetic characterization is necessary when you want to know the interaction of an electromagnetic field with a material, and often requires the use of expensive equipment and also a complex preparation of samples.

In this work the parallel plate method, a common method for dielectric material characterization, is used to perform an electromagnetic characterization of thin films in the microwave range. Generally this technique is used for low frequency applications. This limitation is due to the fact that above the resonant regions, the expressions used in the model to characterize the electrical permittivity are no longer valid. For the present study, this problem is circumvented by using a computational tool based on the Finite Element Method (FEM). The procedure allowed comparing the simulated and experimental results, recovering the parameters through an optimization process, which made it possible to extract the electrical permittivity and also, the magnetic permeability and the electrical conductivity of the films.

The method was applied to characterize Polyurethane with Carbon Nanotubes (PU+NTCs), Polyurethane (PU) and Polytetrafluoroethylene (PTFE) in the 9 kHz to 3 GHz range using a Vector Network Analyzer (VNA). The results showed that the use of a computational tool expanded the frequency applicability of the parallel plate method. To obtain more accurate results and minimize errors, the measurements and simulations were subjected to two calibration methods.

**Keywords:** Electromagnetic Characterization, Nanocomposites, Microwave, Network Vector Analyzer, Carbon Nanotubes, Parallel Plates .

# Lista de Figuras

2.1	Reator CVD para síntese de NTCs. Fonte: Autor. . . . .	17
2.2	Pó catalisador sobre uma barca de cerâmica (a), NTCs crescidos (b). Fonte: CTNano. . . . .	17
2.3	Representação esquemática dos sinais referentes ao parâmetro S - Fonte: Adaptado [1] . . . . .	23
2.4	Métodos de Caracterização Eletromagnética - <i>Microstrip</i> (1), Guia de Ondas (2), Espaço Livre (3), Cavidade Ressonante (4) e Placas Paralelas (5). Todos os dispositivos conectados através da porta 1 e porta 2 de um VNA. A configuração permite medição do sinal refletido e transmitido. Fonte: Autor. . . . .	25
3.1	Medições em uma placa paralela utilizando o Analisador de Redes Vetorial. Em (a) o <i>setup</i> de medição de um capacitor utilizando uma porta ( <i>reflection</i> ), em (b) o <i>setup</i> de medição de um capacitor utilizando duas portas ( <i>shunt-through</i> ), e em (c) o <i>setup</i> de medição de um capacitor utilizando duas portas ( <i>series-through</i> ). Adaptado de [2]. . . . .	30
3.2	Relação entre a Impedância e os Parâmetros de Espalhamento para as diferentes técnicas de medição. Adaptado de [3] . . . . .	31
3.3	kit de calibração para minimizar os efeitos do cabo de medição . . . . .	32
3.4	Modelo do conector exibido em [2] . . . . .	32
3.5	calibração dos conectores em curto e aberto para minimizar os efeitos dos conectores. . . . .	33
4.1	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos Nanotubos de carbono aumentados em 50.000 vezes (a), Microscopia Eletrônica de Varredura do filme de Poliuretano com Nanotubos de Carbono aumentado em 100.000 vezes (b) e uma imagem do filme de poliuretano com Nanotubos de Carbono utilizado para confeccionar o capacitor de placas paralelas (c). . . . .	36
4.2	O filme de Poliuretano com Nanotubos de Carbono atraído por um ímã (a) e o mesmo filme fechando um circuito eletrônico para acender um Diodo Emissor de Luz (LED) (b). . . . .	37
4.3	<i>Setup</i> utilizando as duas portas do VNA e o capacitor de placas paralelas preso por um torno de bancada. . . . .	38
4.4	<i>Setup</i> utilizando as duas portas do VNA e o capacitor de placas paralelas preso por um alicate de pressão. Em (a) Parte Experimental e em (b) Simulação por Método de Elementos Finitos. . . . .	39

4.5	Placas paralelas conectadas a um conector SMA por meio de uma <i>probe</i> (a), O <i>setup</i> de medição da placa paralela, com uma amostra de PU+NTCs, conectada à porta 1 do VNA por meio de um cabo com conector SMA macho (b) e (c). . . . .	40
5.1	Parâmetros S de uma amostra do material Teflon - Resultados iniciais. . . . .	42
5.2	Parâmetros S de uma amostra de Teflon de 1 mm - Linha Preta (Experimental) Linha Vermelha e Azul (Simulado). . . . .	43
5.3	Parâmetros S de uma amostra de Teflon de 1 mm - Variação da permissividade elétrica do material com $\tan\delta_e$ igual 2. . . . .	44
5.4	Parâmetro $S_{11}$ de uma amostra de Teflon utilizando o <i>setup</i> da Figura 4.5 (c) . . . .	45
5.5	Simulação em HFSS. <i>Setup</i> de medição das placas paralelas (a), Calibração padrão do conector em curto (b) e Calibração padrão do conector em aberto (c). . . . .	46
5.6	$ Z $ das amostras A1 e A2 do material Teflon: Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado) (a) e Cal. [2] - Conector aberto e em curto (Experimental e Simulado) (b). . . . .	46
5.7	$ Z $ das amostras A1 e A2 do material PU: Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado) (a) e Cal. [2] - Conector aberto e em curto (Experimental e Simulado) (b). . . . .	47
5.8	Parte Imaginária e Real de $ Z $ do material de Teflon - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2 . . . . .	49
5.9	Parte Imaginária e Real de $ Z $ do material de PU - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2 . . . . .	49
5.10	Parte Imaginária e Real de $ Z $ do material PU+NTCs - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1, (b) Amostra A2 e (c) Amostra A3	50
5.11	Parte Imaginária e Real de $ Z $ do material de Teflon - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2 . . . . .	51
5.12	Parte Imaginária e Real de $ Z $ do material de PU - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2 . . . . .	51
5.13	Parte Imaginária e Real de $ Z $ do material PU+NTCs - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1, (b) Amostra A2 e (c) Amostra A3 . . . . .	52
5.14	$ Z $ do material de Teflon - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2 . . . . .	53
5.15	$ Z $ do material de PU - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2 . . . . .	53
5.16	$ Z $ do material PU+NTCs - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1, (b) Amostra A2 e (c) Amostra A3 . . . . .	54
5.17	$ Z $ do material de Teflon - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2 . . . . .	54

---

5.18	Z   do material de PU - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2 . . . . .	55
5.19	Z   do material PU+NTCs - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1, (b) Amostra A2 e (c) Amostra A3 . . . . .	55

# Lista de Tabelas

4.1	Dimensões das Placas Paralelas . . . . .	37
5.1	Permissividade Elétrica Relativa ( $\epsilon_r$ ) do Material Teflon e PU . . . . .	48
5.2	Permissividade elétrica ( $\epsilon$ ), Permeabilidade Magnética ( $\mu$ ) e Condutividade Elétrica ( $\sigma$ S/m) para as amostras usando o processo de otimização de parâmetro único e de três parâmetros . . . . .	56
5.3	(cal. [4]) Valor médio aritmético e desvio padrão experimental (s) . . . . .	56
5.4	(cal. [2]) Valor médio aritmético e desvio padrão experimental (s) . . . . .	56

# Sumário

<b>1</b>	<b>Introdução</b>	<b>13</b>
1.1	Motivação . . . . .	14
1.2	Objetivo . . . . .	15
<b>2</b>	<b>Fundamentação Teórica</b>	<b>16</b>
2.1	Síntese de Nanotubos de Carbono . . . . .	16
2.1.1	Características Microscópicas dos Nanotubos de Carbono . . . . .	16
2.1.2	Aplicações dos Nanotubos de Carbono . . . . .	17
2.2	Teoria Eletromagnética . . . . .	19
2.2.1	As propriedades Eletromagnéticas dos Materiais . . . . .	22
2.3	Matriz de Espalhamento - Parâmetros S . . . . .	22
2.4	Caracterização Eletromagnética dos Materiais . . . . .	23
2.4.1	Métodos Não Ressonantes . . . . .	24
2.4.2	Métodos Ressonantes . . . . .	24
2.4.3	Técnicas para Caracterização Eletromagnética . . . . .	25
2.4.4	Método da Linha de Transmissão de <i>Microstrip</i> . . . . .	26
2.4.5	Método do Guia de Ondas . . . . .	26
2.4.6	Método do Espaço Livre . . . . .	27
2.4.7	Método da Cavidade Ressonante . . . . .	27
2.4.8	Método das Placas Paralelas . . . . .	27
<b>3</b>	<b>Método das Placas Paralelas na Faixa de Micro-ondas</b>	<b>29</b>
3.1	<i>Setup</i> de Medições Utilizando um VNA . . . . .	29
3.2	Calibração . . . . .	30
3.3	Características Eletromagnéticas a partir da Impedância do DUT . . . . .	33
<b>4</b>	<b>Construção das Amostras e dos <i>Setups</i> de Medição</b>	<b>35</b>
4.1	Preparação de amostras . . . . .	35
4.2	Confecção das Placas Paralelas . . . . .	36
4.3	Testes utilizando as duas portas do VNA . . . . .	38
4.3.1	<i>Setup</i> - Torno de bancada . . . . .	38
4.3.2	<i>Setup</i> - Alicates de Pressão . . . . .	38
4.4	Testes utilizando uma porta do VNA . . . . .	39

<b>5</b>	<b>Resultados</b>	<b>41</b>
5.1	Teste utilizando o método de duas portas e o torno de bancada . . . . .	41
5.2	Teste utilizando um Alicate como suporte . . . . .	41
5.2.1	Varição dos parâmetros do PTFE e FR4 . . . . .	42
5.3	Resultados utilizando o setup de uma porta . . . . .	44
5.3.1	Problema com um Grau de liberdade . . . . .	45
5.3.2	Otimização com três Graus de liberdade . . . . .	48
<b>6</b>	<b>Conclusão e trabalhos futuros</b>	<b>57</b>
6.1	Conclusão . . . . .	57
6.2	Trabalhos Futuros . . . . .	58
	<b>Referências Bibliográficas</b>	<b>59</b>

# Capítulo 1

## Introdução

Os Nanotubos de Carbono (NTCs) são estruturas cilíndricas formadas por alótropos do carbono, que possuem comprimento na escala de dezenas a centenas de micrômetros, e raio entre unidades a dezenas de nanômetros. Eles foram "descobertos" em 1991 pelo físico japonês Sumio Iijima, e desde então despertaram grande interesse pelos cientistas devido as suas excelentes propriedades mecânicas, elétricas, térmicas e o seu elevado valor de área superficial [5]. O nanomaterial é formado por uma rede hexagonal de carbonos em ligação  $sp^2$ , podendo ser classificado em três categorias diferentes:

- Single-Walled Carbon Nanotubes (SWCNTs) - Nanotubos de Carbono de Parede Única ;
- Few-Walled Carbon Nanotubes (FWCNTs) - Nanotubos de Carbono de Poucas Paredes;
- Multi-Walled Carbon Nanotubes (MWCNTs) - Nanotubos de Carbono de Múltiplas Paredes.

Os NTCs podem ser considerados como folhas de grafeno enroladas em forma de um tubo sem costura, com espessura de um átomo (0,34 nm). O enrolamento da rede em relação ao eixo do tubo (ângulo quiral) determina o seu comportamento condutivo. As configurações de enrolamento *armchair* e *zigzag*, descritas em [6], apresentam comportamento metálico e semicondutor, respectivamente. O carbono tem três elétrons ligados covalentemente com um ângulo de  $120^\circ$  (ligações  $\sigma$ ), e o quarto elétron ocupando um orbital  $p_z$  que é perpendicular ao plano da folha (ligação  $\pi$ ). Os elétrons desse orbital  $p_z$  podem se locomover na rede e são os responsáveis pela condução elétrica. Em relação às propriedades mecânicas, as ligações carbono-carbono são as responsáveis pelo alto valor do módulo de Young na ordem de Terapascal (Tpa).

Devido as suas excelentes propriedades, os NTCs têm se tornado promissores para a fabricação de dispositivos eletroeletrônicos. Desde sua descoberta, uma ampla gama de aplicações foi desenvolvida principalmente nas áreas de energia, sensores, nanocompósitos poliméricos [7], sistemas de identificação por radiofrequência (RFID) [8] e blindagem eletromagnética [9].

Os resultados satisfatórios de um projeto de dispositivo eletromagnético usando os NTCs, requer o conhecimento de suas propriedades constitutivas como a permissividade elétrica ( $\epsilon$ ), a permeabilidade magnética ( $\mu$ ) e a condutividade elétrica ( $\sigma$ ). Os avanços nas ciências e

engenharia de materiais, em particular dos nanomateriais, têm propiciado a investigação das suas características elétricas. Uma forma de obter essas propriedades é utilizar métodos de caracterização eletromagnética. Dentre os principais métodos para esta finalidade estão os que utilizam guia de ondas [10], sonda coaxial [11], cavidade ressonante [12] e espaço livre [13]. No entanto, esses métodos têm limitações em relação aos custos dos equipamentos, à complexidade de fabricação das amostras e à faixa de operação. Alternativamente, configurações simples de dispositivos aliadas com o suporte de ferramentas computacionais têm sido propostas com o objetivo de solucionar problemas na área do eletromagnetismo. Em [14], os autores recuperaram os parâmetros constitutivos de nano plaquetas de grafeno utilizando uma *microstrip*. Para estimar esses parâmetros, os autores utilizaram também uma ferramenta computacional de simulação de onda completa para investigar a relação entre as grandezas medidas e os parâmetros físicos e geométricos do dispositivo.

## 1.1 Motivação

O CTNANO da UFMG (Centro de Tecnologia de Nanomateriais e Grafeno da Universidade Federal de Minas Gerais) é um centro com diversas frentes de pesquisas principalmente com nanotubos de carbono e grafeno. A estrutura do CTNANO é dividida em sete frentes de atuação: Cimento e Cerâmicos Nanoestruturados; Nanocompósitos Poliméricos; Síntese de Nanomateriais; Caracterização e Metrologia; Saúde, Meio Ambiente e Segurança; Materiais Metálicos e Operações. A frente de síntese, além de atuar com produção de materiais nanoestruturados, possui também pesquisas no desenvolvimento de sensores de gases, líquidos, membranas e sensores de deformação (*strain gauge*). O Centro possui também uma estrutura para caracterização espectroscópica, microscópica, mecânica e térmica com intuito de avaliar o material e aplicá-lo de acordo com a demanda crescente da indústria. Em relação aos filmes de poliuretano com nanotubos de carbono, os estudos até a data presente desta dissertação foram focados na caracterização eletromagnética utilizando alimentação DC, o que possibilitou obter a condutividade do material e utilizá-lo como dissipador eletroestático. Esta propriedade é interessante em aplicações de plásticos e borrachas como na indústria automobilística e aeronáutica [15].

Nesse contexto, foi percebido que a caracterização dos filmes na faixa de micro-ondas tem um potencial para ampliar a gama de aplicações dos nanotubos de carbono. Um estudo realizado em [16] utilizou uma antena de micro fita para detectar gás argônio, nitrogênio e amônia. O sensor desenvolvido foi utilizado para detectar mudança na perda de retorno para os gases analisados. O estudo comprovou que os nanotubos de carbono apresentaram mudança de comportamento, na faixa de micro-ondas, quando na presença de diferentes tipos de gases.

Uma Superfície Seletora de Frequência (SSF) foi tema de estudo em [17]. Os autores utilizaram uma tinta de NTCs à base de água para revestir um filme de policarbonato e formar uma SSF. Os resultados medidos e simulados mostraram uma atenuação de -15dB em 34 GHz utilizando uma faixa de frequência entre 7 GHz e 41 GHz.

Uma abordagem promissora para os nanotubos de carbono, sintetizados no CTNANO, seria a utilização do nanomaterial para revestimentos de paredes e equipamentos com intuito de mitigar problemas de compatibilidade eletromagnética, levando em consideração ser possível pintar e revestir materiais com filmes finos de nanocompósito polimérico. Uma outra abordagem seria a utilização de sensores *wireless* utilizando tecnologia RFID para detecção de alguns tipos de gases. Em [8], os autores utilizaram uma *tag* de RFID dopada com nanotubos de carbono para detecção de gás amônia.

Aplicações nessas áreas requerem o conhecimento também da permissividade elétrica e permeabilidade magnética do material em análise, e apesar de existirem estudos e resultados sobre a caracterização eletromagnética de nanotubos de carbono, os resultados são sensíveis aos processos de crescimento do nanomaterial. Dessa forma, a necessidade de se conhecer o comportamento dos NTCs na faixa de micro-ondas, aliada à falta de procedimento disponível para a caracterização desses materiais no CTNANO motivaram o desenvolvimento deste trabalho.

## 1.2 Objetivo

O objetivo principal deste trabalho é desenvolver uma metodologia simples e eficiente para caracterizar filmes de poliuretano com nanotubos de carbono, utilizando um VNA na faixa de micro-ondas de 9 kHz à 3 GHz.

Os objetivos específicos podem ser destacados como:

- Avaliação do método de placas paralelas na caracterização de materiais na faixa de micro-ondas;
- Proposição de uma metodologia para a preparação das amostras e configuração dos *setups* de medição;
- Avaliação do uso de técnicas de calibração e de ferramentas computacionais para mitigação das limitações em frequência do método;
- Validação experimental com materiais conhecidos;
- Aplicação das metodologias aos filmes de poliuretano com nanotubos de carbono.

# Capítulo 2

## Fundamentação Teórica

### 2.1 Síntese de Nanotubos de Carbono

Na literatura são encontrados diversos métodos para crescimento de nanotubos de carbono, porém os métodos de descarga por arco, ablação a laser e Deposição Química em Fase Vapor (CVD) são os mais citados [18]. No Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da UFMG (CTNano UFMG), a produção dos NTCs é realizada pelo método CVD. Nesse processo, a formação dos nanotubos de carbono acontece por meio de reações de um gás precursor na interface de um catalisador suportado em um substrato. Conforme Figura 2.1, é exibido um esquemático do processo CVD. O gás precursor hidrocarboneto, etileno ( $C_2H_4$ ), e o gás de arraste, argônio ( $A_r$ ), são inseridos em um tubo de quartzo, envolvido por um forno, a uma temperatura em torno de  $700^\circ C$ . A reação dos gases com o catalisador, também inserido no tubo, formam os nanotubos de carbono. Os resíduos gerados pelo processo são eliminados pela exaustão do sistema. O motor utilizado para girar o tubo de quartzo, permite que todo o pó catalisador possa entrar em contato com o gás hidrocarboneto, e conseqüentemente aumentar o rendimento do nanomaterial produzido.

#### 2.1.1 Características Microscópicas dos Nanotubos de Carbono

Acredita-se que o tamanho das partículas metálicas influencia o diâmetro e, conseqüentemente, a natureza dos nanotubos de carbono, já que em geral observa-se que partículas muito pequenas tendem a produzir nanotubos de carbono de camada simples [19]. Em relação aos MWCNTs produzidos no CTNano, os metais utilizados como catalisador são o ferro (Fe) e o cobalto (Co), e como substrato é utilizada a alumina ( $Al_2O_3$ ). Os nanotubos sintetizados apresentam diâmetros que variam entre 10 e 30 nm, comprimentos entre 5 e 30  $\mu m$ , grau de pureza superior a 94% e área superficial específica em torno de  $100 m^2/g$ . Os nanotubos concêntricos

são mantidos juntos através de interações do tipo *Van der Waals* e o número de paredes pode variar de duas unidades a dezenas, sendo possível o seu diâmetro externo chegar a 100 nm.

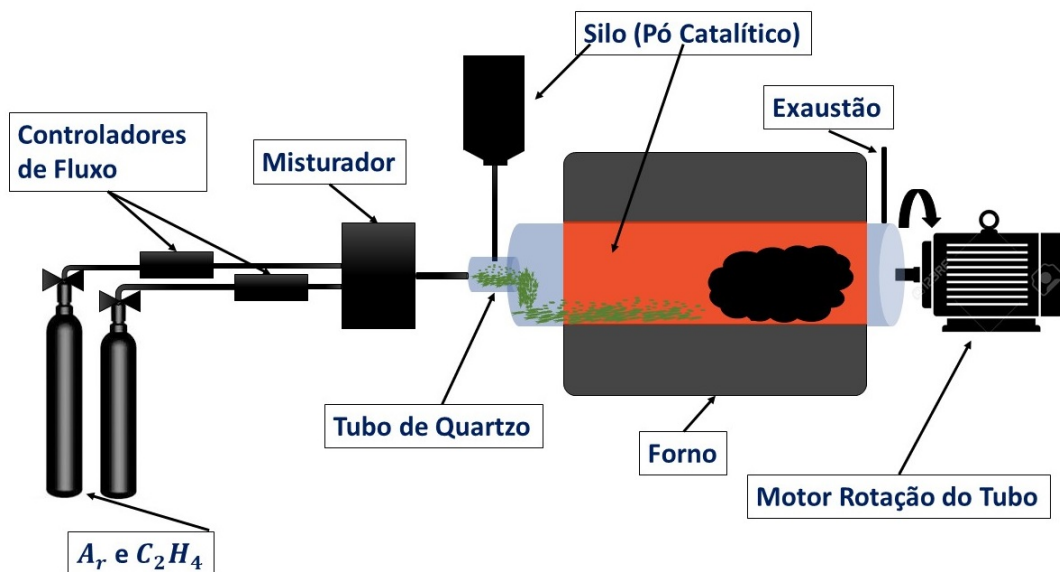


Figura 2.1: Reator CVD para síntese de NTCs. Fonte: Autor.

A Figura 2.2 exibe em (a) uma barra de cerâmica com o pó catalisador para crescimento dos NTCs, e em (b) o nanomaterial crescido.

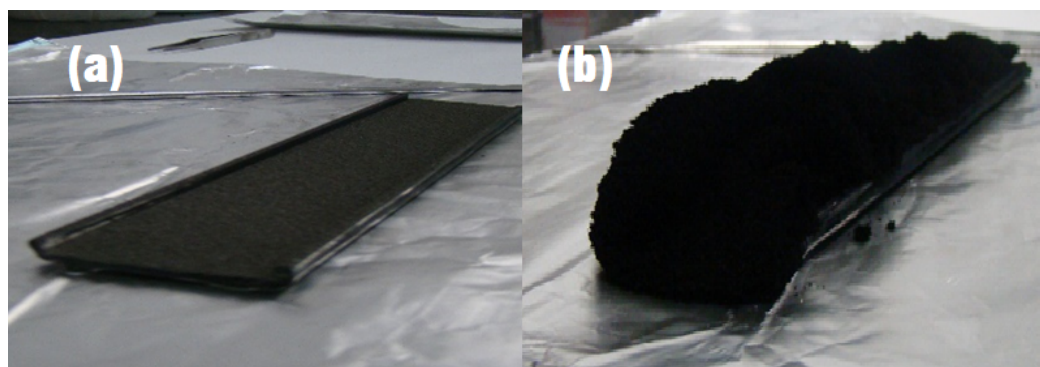


Figura 2.2: Pó catalisador sobre uma barra de cerâmica (a), NTCs crescidos (b). Fonte: CT-Nano.

### 2.1.2 Aplicações dos Nanotubos de Carbono

Antes de iniciar o texto sobre aplicações dos nanotubos, é válido conceituar uma propriedade muito importante dos nanomateriais, o de área superficial específica. A área superficial

específica é uma propriedade definida como a área da superfície do material por unidade de massa, geralmente em  $\text{m}^2/\text{kg}$  ou  $\text{m}^2/\text{g}$ . Ela está relacionada diretamente à adsorção e as reações na superfície do material. Um exemplo muito utilizado para entendimento do conceito, é o do cubo. Se imaginarmos um cubo de 1mm de aresta, temos então uma área de  $1 \times (1\text{mm} \times 1\text{mm}) \times 6$ , ou seja uma área total de  $6\text{mm}^2$ . Se dividirmos o cubo em 4 partes iguais, temos uma área de  $8 \times (0,5\text{mm} \times 0,5\text{mm}) \times 6$ , o que dá uma área total de  $12\text{mm}^2$ . Ao dividirmos o cubo em partes cada vez menores, a sua área superficial aumenta. Podemos concluir com essa análise, que os nanomateriais possuem área superficial maior do que os materiais com partículas acima da escala nano [20].

Os NTCs são materiais com alta condutividade elétrica e térmica, alta elasticidade e resistência mecânica. Referente ao armazenamento de energia, a principal característica desse nanomaterial, responsável por essa propriedade, é sua elevada área superficial específica combinada com sua alta condutividade. Eletrodos fabricados com NTCs e nanofibras de celulose apresentaram maior capacitância e menor resistência, tornando possível a fabricação de supercapacitores [7].

O alto valor da área superficial é um fator relevante também em processos de adsorção. Em aplicações para medição de gases e líquidos, esse fenômeno ocasiona mudança na condutividade do nanomaterial quando ele interage com outras moléculas, sendo possível a fabricação de dispositivos sensores com alta sensibilidade [21].

Uma solução interessante na medição de líquidos, utilizando os nanotubos de carbono, são as línguas eletrônicas, que possuem a capacidade de gerar resposta única para cada tipo de substância, como por exemplo, um grupo de gasolina com e sem adulteração [22]. É observada a formação de uma camada dielétrica após a rede de NTCs ser preenchida pelo líquido, consequentemente aumentando a resistência do dispositivo.

Em relação aos nanocompósitos, o destaque é para as novas tecnologias que utilizam membranas poliméricas agregadas com nanotubos de carbono, e vêm despertando o interesse dos cientistas. A fabricação dessas estruturas apresentam alta seletividade e eficiência na separação de misturas de gases e líquidos. As propriedades significativas que os tornam atraentes para a preparação da membrana são a alta razão de aspecto (comprimento/diâmetro), o alto valor de área superficial específica e a estrutura tubular [23].

Outra aplicação relevante dos NTCs é o seu emprego em sensores de Identificação por Radiofrequência (RFID), antenas *patches* e de *microstrip*, possibilitando medições sem fio. Na literatura, é possível encontrar uma variedade de aplicações para medições de gases como amônia ( $\text{NH}_3$ ), dióxido de nitrogênio ( $\text{NO}_2$ ) e hidrogênio ( $\text{H}_2$ ). Assim como nas medições utilizando língua eletrônica, os nanotubos de carbono apresentam resposta única para substâncias gasosas. As propriedades que relacionam esse comportamento estão nos metais catalíticos usados para o crescimento do material, e na quantidade de paredes que ele possui [24].

Além da aplicação como elemento sensível, os nanotubos de carbono também são usados na síntese de antenas com intuito de otimizar sua operação. Um estudo realizado em [25]

comparou uma antena convencional de *microstrip*, projetada para operar na banda X, com outras duas utilizando buckypaper (papel de NTCs) e nanocompósito (NTCs+epóxi). Os resultados mostraram um aumento na largura de banda da antena sem perdas consideráveis de outros parâmetros.

Recentemente, alguns estudos investigaram os efeitos do uso de compósitos de nanotubos de carbono para análise de compatibilidade eletromagnética. O interesse dos estudos está no fato de ser possível a construção de materiais mais leves, resistentes e que sejam capazes de mitigar efeitos de interferências eletromagnéticas. A blindagem eletromagnética na faixa de frequência entre 8,2–12,4 (GHz) foi investigada em [26]. Os resultados indicaram uma atenuação de até -41,6 dB de um compósito de NTCs com poliuretano (PU). Foi relatado que os mecanismos de absorção e perda de retorno foram as principais contribuições para a eficácia dos resultados.

Nanocompósitos utilizando polímeros condutores e nanomateriais tornaram-se promissores como biossensores. Em [27], os autores apresentam uma revisão sobre o uso de sensores de DNA utilizando polímeros condutores conjugados. Em [28] os autores utilizaram filmes de nanotubos de carbono com Polianilina (PANI) para o desenvolvimento de sensores eletroquímicos. Em [29], os autores desenvolveram um sensor eletroquímico baseado em Polímeros Condutores Orgânicos (OCPs) com NTCs. A utilização do nanomaterial na matriz polimérica contornou as limitações da detecção seletiva e sensível de íons de metais pesados. Em [30], os autores apresentaram uma revisão sobre os OCPs puros e com adição de nanomateriais para a fabricação de biossensores e células de biocombustível.

## 2.2 Teoria Eletromagnética

Os fenômenos eletromagnéticos macroscópicos são descritos pelas equações de Maxwell, formuladas em 1873 e apresentadas abaixo:

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{J} + \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{D} \quad (2.1)$$

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

$$\nabla \cdot \mathbf{D} = \rho \quad (2.3)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0 \quad (2.4)$$

Onde  $\mathbf{E}$  é o vetor de intensidade do campo elétrico, em volts por metro,  $\mathbf{D}$  é o vetor densidade de fluxo elétrico, em coulombs por metro quadrado,  $\mathbf{H}$  é o vetor de intensidade do campo magnético, em Amperes por metro,  $\mathbf{B}$  é o vetor de densidade de fluxo magnético, em Tesla (Webers por metro quadrado),  $\mathbf{J}$  é o vetor densidade superficial de corrente elétrica, em Amperes por metro quadrado, e  $\rho$  é a densidade volumétrica de carga elétrica, em Coulombs por metro cúbico.

As relações constitutivas são necessárias para complementar as equações de Maxwell e caracterizar o meio. Quando um campo elétrico  $\mathbf{E}$  é aplicado em um material dielétrico, os átomos desse material são polarizados aumentando a densidade de fluxo  $\mathbf{D}$ .

Para um determinado meio a densidade de fluxo elétrico pode ser expressa como:

$$\mathbf{D} = \varepsilon_0 \cdot \mathbf{E} + P_e \quad (2.5)$$

Onde  $P_e$  é a polarização elétrica dos átomos dada por:

$$P_e = \varepsilon_0 \cdot \mathbf{E} \cdot X_e \quad (2.6)$$

e  $X_e$  é a susceptibilidade elétrica do material que representa o grau de liberdade de giro dos dipolos em resposta a um campo elétrico.

Então:

$$\mathbf{D} = \varepsilon_0(1 + X_e)\mathbf{E} = \varepsilon \cdot \mathbf{E} \quad (2.7)$$

$$\mathbf{D} = \varepsilon \cdot \mathbf{E} = (\varepsilon' - j\varepsilon'')\mathbf{E} \quad (2.8)$$

Onde  $\varepsilon$  é a permissividade elétrica complexa do meio,  $\varepsilon'$  é a parte real e  $\varepsilon''$  é a parte imaginária.

Para um determinado meio a intensidade do campo magnético pode ser expressa como:

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + P_m) \quad (2.9)$$

Onde  $P_m$  é a polarização magnética dada por:

$$P_m = X_m \cdot \mathbf{H} \quad (2.10)$$

e  $X_m$  é susceptibilidade magnética do material que representa o grau de liberdade de alinhamento dos momentos de dipolos magnéticos no interior do material em resposta a um campo magnético.

Então:

$$\mathbf{B} = \mu_0(1 + X_m)\mathbf{H} = \mu \cdot \mathbf{H} \quad (2.11)$$

$$\mathbf{B} = \mu \cdot \mathbf{H} = (\mu' - j\mu'')\mathbf{H} \quad (2.12)$$

Onde  $\mu$  é permeabilidade magnética complexa do meio,  $\mu'$  é a parte real e  $\mu''$  é a parte imaginária.

$\sigma$  é a condutividade do meio em Siemens por metro (S/m). Um dielétrico que apresenta condutividade elétrica tem as mesmas características de um condutor com perdas (ou de condutividade finita). Em um material de condutividade  $\sigma$ , a densidade de corrente de condução é dada por:

$$\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E} \quad (2.13)$$

Comumente, a permissividade elétrica e a permeabilidade magnética dos materiais são expressas também em relação ao vácuo, conforme a seguir:

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (2.14)$$

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \quad (2.15)$$

Onde  $\epsilon_r$  e  $\mu_r$  são respectivamente a permissividade e permeabilidade relativa do meio.

Para o vácuo, a permissividade elétrica e a permeabilidade magnética são dadas respectivamente pelas constantes  $\epsilon_0 \approx 8,854 \times 10^{-12}$  (F/m) e  $\mu_0 \approx 4\pi \times 10^{-7}$  (H/m).

As propriedades dos materiais podem ser descritas também em termos da tangente de perdas, e é dada pela relação entre a parte imaginária e real tanto da permissividade elétrica quanto da permeabilidade magnética. A relação entre as componentes resistiva e reativa do campo eletromagnético é a tangente do ângulo entre elas, e dada por:

$$\tan \delta_e = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (2.16)$$

$$\tan \delta_m = \frac{\mu''}{\mu'} \quad (2.17)$$

A tangente de perdas elétricas ( $\delta_e$ ) está relacionada com a perda dielétrica e denota a dissipação de energia associada ao campo elétrico.

A tangente de perdas magnética ( $\delta_m$ ) está relacionada com a perda magnética associada ao campo magnético.

### 2.2.1 As propriedades Eletromagnéticas dos Materiais

Quando um material ocupa o espaço, ele provoca mudanças no comportamento elétrico e magnético desse espaço. Essas propriedades são descritas pela permissividade elétrica complexa e permeabilidade magnética complexa. Tanto o campo elétrico como o campo magnético interagem com o material de duas maneiras: armazenamento de energia e dissipação de energia. O armazenamento de energia descreve a parte sem perdas na troca de energia entre o campo e o material. A dissipação descreve a energia eletromagnética absorvida pelo material. Neste trabalho, assume-se que as perdas de polarização e magnetização são desprezíveis quando comparadas às perdas resistivas. Dessa forma, tanto  $\epsilon$  quanto  $\mu$  são considerados valores reais e toda a perda de energia é atribuída à condutividade dos materiais.

As propriedades eletromagnéticas dos materiais não podem ser medidas diretamente, sendo possível ser inferidas por meio da resposta frente aos campos eletromagnéticos. Uma forma de obter essa resposta seria construir dispositivos para operar na faixa de micro-ondas e alimentá-los por sinais conhecidos. Assim, as medições de corrente e tensão podem ser relacionadas utilizando matrizes de impedância, admitância ou espalhamento.

## 2.3 Matriz de Espalhamento - Parâmetros S

A matriz de espalhamento é uma ferramenta matemática muito útil quando é necessário resolver problemas complexos de dispositivos com  $N$  portas, que podem ser saídas e entradas de ondas eletromagnéticas. A matriz geralmente é representada por uma "caixa-preta", simplificada pelos parâmetros  $S_{ij}$ . Estes Parâmetros são definidos como parâmetros de espalhamento da onda eletromagnética. Um caso particular da matriz é o dispositivo de duas portas muito utilizado na caracterização eletromagnética de materiais. As amplitudes da onda incidente e refletida, são denotadas por  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $b_1$  e  $b_2$ , e representam as tensões nas portas, e  $Z_0$  é a impedância de referência. Como exibido na (Figura 2.3), podemos calcular as variáveis da seguinte forma:

$$a_1 = \frac{V_1^+}{\sqrt{Z_0}} \quad (2.18)$$

$$a_2 = \frac{V_2^-}{\sqrt{Z_0}} \quad (2.19)$$

$$b_1 = \frac{V_1^-}{\sqrt{Z_0}} \quad (2.20)$$

$$b_2 = \frac{V_2^+}{\sqrt{Z_0}} \quad (2.21)$$

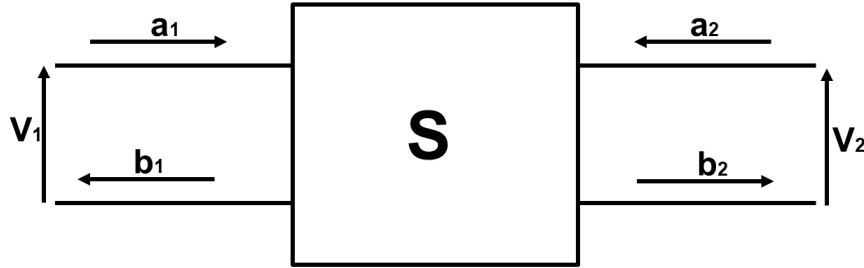


Figura 2.3: Representação esquemática dos sinais referentes ao parâmetro S - Fonte: Adaptado [1]

O quadripolo (2.3) pode ser descrito como um conjunto de equações lineares dado por:

$$b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \quad (2.22)$$

$$b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \quad (2.23)$$

A onda eletromagnética ao interagir com o material pode sofrer os fenômenos de reflexão e transmissão.  $S_{11}$  é o termo referente à parcela da energia emitida e refletida na porta 1, enquanto o parâmetro  $S_{21}$  refere-se a energia transmitida pela porta 1 e recebida na porta 2, ou seja essa parcela de energia é resultado da transmissão da onda através do material analisado. De forma similar, o sinal emitido pela porta 2 também é analisado devido aos fenômenos de reflexão  $S_{22}$  e transmissão  $S_{12}$ .

O parâmetro  $S_{11}$  é conhecido também como coeficiente de reflexão  $\Gamma$  ou perda de retorno. É muito utilizado quando a conexão do dispositivo ao VNA é feita somente por uma porta. Nesta configuração, uma parte da energia pode voltar à fonte, e a outra parte pode ser absorvida pela amostra presente no dispositivo analisado.

## 2.4 Caracterização Eletromagnética dos Materiais

Os métodos de caracterização eletromagnética na faixa de micro-ondas são classificados em dois tipos: métodos não ressonantes e métodos ressonantes. Os métodos não ressonantes são muitas vezes utilizados para se conhecer as propriedades dos materiais em uma certa faixa de frequência, enquanto os métodos ressonantes são utilizados para se conhecer as propriedades dos materiais em uma frequência única ou frequências específicas [1].

### 2.4.1 Métodos Não Ressonantes

Nos métodos não ressonantes, as propriedades dos materiais são deduzidas à partir da impedância ( $\eta$ ) e da velocidade ( $v$ ) da onda eletromagnética nos materiais. Quando uma onda se propaga de um meio para o outro, essas características mudam. Medições da reflexão na interface desses materiais e na transmissão através deles podem nos fornecer informações de permissividade elétrica e permeabilidade magnética do material analisado.

O método de reflexão é um dos métodos não ressonantes, no qual o *Material Under Test* (MUT), ou material sob teste, é atingido por uma onda eletromagnética, e parte da sua energia é refletida. As propriedades do material, como a permissividade elétrica e a permeabilidade magnética, são obtidas através do Coeficiente de reflexão. Além do método de reflexão, o método de reflexão/transmissão é amplamente utilizado para medir permissividade e permeabilidade de materiais com baixa condutividade, e a impedância na superfície de materiais de alta condutividade. Os dispositivos mais comuns para transportar a onda eletromagnética sob o MUT utilizando o método não ressonante são: guia de ondas, linhas de transmissão e o espaço livre.

### 2.4.2 Métodos Ressonantes

Em comparação aos métodos não ressonantes, os métodos ressonantes são mais precisos, mais sensíveis, e mais adequados para caracterizar materiais com baixa perda [1]. Geralmente são utilizados dispositivos ressonadores para essa finalidade. O método geralmente é utilizado para medir materiais com baixa perda dielétrica, e com a permeabilidade magnética igual à permeabilidade do vácuo ( $\mu_0$ ).

Quando um material é introduzido em um ressonador, a frequência de ressonância ( $f_r$ ) e o fator de qualidade ( $Q$ ) do dispositivo se alteram, e as propriedades eletromagnéticas da amostra podem ser derivadas dessas alterações. As cavidades ressonantes são os dispositivos mais comuns para esse tipo de caracterização [31].

### 2.4.3 Técnicas para Caracterização Eletromagnética

Nos subtópicos seguintes, serão apresentados alguns métodos ressonantes e não ressonantes para caracterização de materiais que fazem uso do cálculo das matrizes de espalhamento obtidas por meio de um VNA. Para a aplicação dessas metodologias na caracterização dos filmes apresentados nesta dissertação, além da frequência de operação e exatidão dos métodos, é necessário também avaliar as técnicas do ponto de vista do custo e facilidade de adequação dos filmes aos dispositivos usados na medição.

A Figura 2.4 exibe cinco configurações conectadas a um VNA. Essas configurações permitem a medição de parâmetros de espalhamento S, e conseqüentemente o cálculo dos parâmetros do meio. Nos subtópicos seguintes são apresentados um breve resumo das técnicas e as aplicações disponíveis na literatura referentes à caracterização de NTCs.

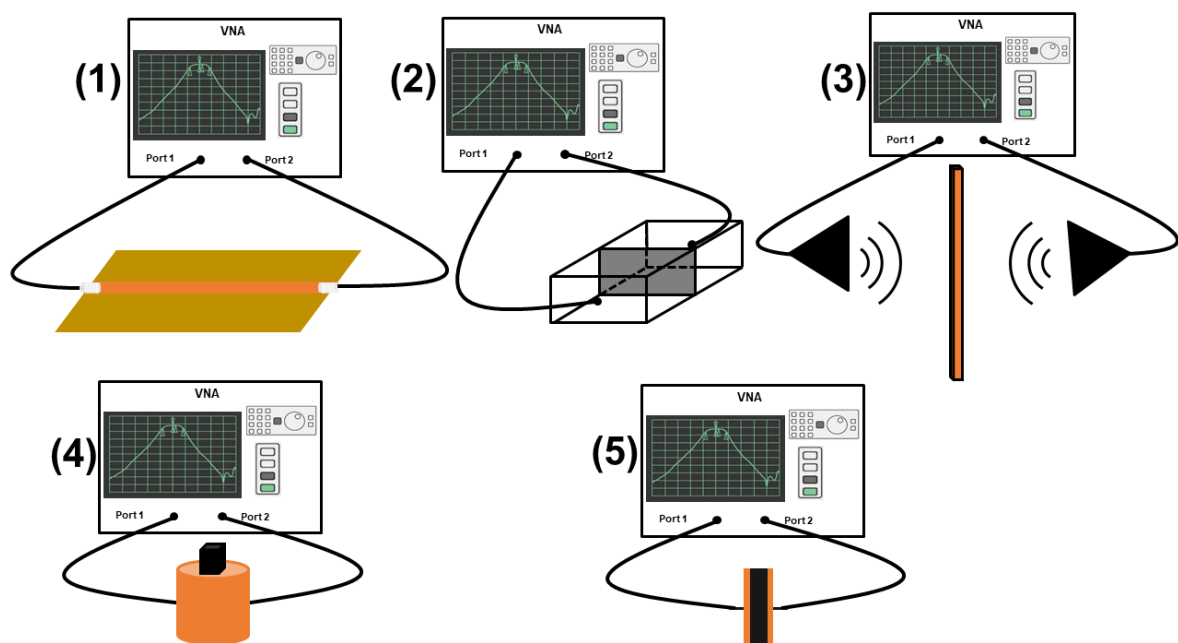


Figura 2.4: Métodos de Caracterização Eletromagnética - *Microstrip* (1), Guia de Ondas (2), Espaço Livre (3), Cavidade Ressonante (4) e Placas Paralelas (5). Todos os dispositivos conectados através da porta 1 e porta 2 de um VNA. A configuração permite medição do sinal refletido e transmitido. Fonte: Autor.

#### 2.4.4 Método da Linha de Transmissão de *Microstrip*

Um método eficiente e de baixo custo para caracterização eletromagnética de filmes finos é relatado em [32]. Os autores utilizaram uma *microstrip* na qual um segmento da linha é preenchido com NTCs e grafeno. Através de um VNA, os parâmetros de espalhamento são extraídos e comparados com valores obtidos por um simulador de onda completa (CST Microwave Studio).

Em [33], foi relatado o uso de uma *microstrip* para caracterização eletromagnética de filmes de etilcelulose com e sem grafeno ( $10\mu\text{m}$ ). Os autores utilizaram a técnica de serigrafia para depositar o nanomaterial em uma microfita. Com o suporte do simulador ADS (Advanced Design System), os parâmetros de espalhamentos foram extraídos, e um modelo de parâmetros concentrados foi obtido. Os autores relataram que na faixa de frequência de (1-5) GHz, os parâmetros de espalhamento  $S_{11}$  e  $S_{21}$  tiveram uma variação significativa dos seus valores com a adição do nanomaterial em relação ao etilcelulose puro.

#### 2.4.5 Método do Guia de Ondas

O método do guia de ondas para determinar as características eletromagnéticas de materiais, requer um procedimento complexo para preparação da amostra com intuito de mitigar os efeitos impostos pelas lacunas de ar que possam ser formadas com a interface do guia. Para que os resultados sejam efetivos, é necessário também procedimentos de calibração para compensar os efeitos indesejados impostos pelos conectores. Nesse método é possível também obter as propriedades eletromagnéticas através dos parâmetros de reflexão e transmissão obtidos através de um VNA. Para extração da permissividade elétrica e permeabilidade magnética de materiais sólidos inseridos dentro de um guia de ondas, é comum a utilização da técnica *Nicolson-Ross-Weir* [34]. O procedimento da técnica se resume na medição dos parâmetros S, cálculo dos coeficientes de reflexão  $\Gamma$  e transmissão  $T$ , e finalmente o cálculos de  $\epsilon_r$  e  $\mu_r$ .

Em [10], os autores utilizaram amostras de filmes de NTCs suportadas em teflon para análise das suas propriedades constitutivas. Para a caracterização dos filmes, foi utilizado um guia de ondas conectado a um VNA operando na banda X (8-12) GHz. Para extração das propriedades foram medidos os coeficientes de reflexão e transmissão, em seguida definido um vetor para cálculo da impedância do filme de nanotubos de carbono. A partir da teoria de guia de ondas, a permissividade elétrica e permeabilidade magnética do filme foram calculadas.

### 2.4.6 Método do Espaço Livre

O método do espaço livre para caracterização eletromagnética de materiais é uma técnica que possibilita extrair as propriedades de um material sem o contato direto com ele. O método permite avaliar o sinal recebido da transmissão de uma onda eletromagnética por meio do espaço livre, utilizando duas antenas. O procedimento para que as medições sejam feitas de forma correta implica também na calibração do *setup* de medição. Em [13], os autores utilizaram o método para caracterizar placas do material polimetilmetacrilato (PMMA) e do Politetrafluoretileno (PTFE). Em [35], os autores utilizaram o método do espaço livre para avaliar filmes de nanotubos de carbono na faixa de frequência de subterahertz. Os parâmetros do nanomaterial foram obtidos a partir do método de *Nicolson–Ross–Weir*.

### 2.4.7 Método da Cavidade Ressonante

As cavidades ressonantes são compartimentos fechados, geralmente na forma retangular ou cilíndrica, que armazenam energia na forma de campos eletromagnéticos. Por ser um método ressonante, a resposta em frequência para o dispositivo ressonante é banda estreita. As principais características de uma cavidade ressonante são a frequência de ressonância e o fator de qualidade. Quando um material é colocado no interior de uma cavidade, ela sofre perturbações que são proporcionais à sua resposta em frequência. Essa perturbação é utilizada para caracterizar as propriedades dielétricas de materiais [36].

Em [37], os autores utilizaram uma cavidade ressoante, operando na banda X, para caracterização eletromagnética de filmes multicamadas de resina fotossensível e ferrita de Ítrio (YIG). Foram reportados resultados mais precisos para os filmes com camadas entre 10  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$  de espessura.

### 2.4.8 Método das Placas Paralelas

O método convencional de placas paralelas (MCP) é uma técnica que determina as propriedades elétricas de materiais. O MCP utiliza um tipo de capacitor com a geometria mais simples entre as classes de dispositivos. Devido à simplicidade de construção dos dispositivos e das amostras, o método foi escolhido para ser alvo de estudo na caracterização de filmes

poliméricos e filmes de nanocompósitos, apresentado nesta dissertação. Em geral, o capacitor de placas paralelas é um dispositivo com duas placas condutoras separadas por um material. A constante dielétrica é calculada conhecendo-se as dimensões das placas e das amostras (largura, comprimento, espessura) e medindo-se sua capacitância.

A constante dielétrica é calculada da seguinte forma:

$$\epsilon_r = \frac{d.C}{A.\epsilon_0} \quad (2.24)$$

Onde  $d$  é a espessura das amostras,  $A$  é a área da superfície das placas ( $m^2$ ),  $\epsilon_0$  representa a permissividade do espaço livre e  $C$  corresponde à capacitância paralela equivalente da amostra.

## Capítulo 3

# Método das Placas Paralelas na Faixa de Micro-ondas

O MCPP apresentado anteriormente é comumente usado para caracterizar materiais com alimentação DC e frequências abaixo da frequência de ressonância. Acima dessas frequências, geralmente na faixa de micro-ondas, as medições podem conter erros devido à impedância dos elementos parasitas que precisam ser considerados, tais como, a perda por dissipação de calor, expressa como fator de potência ou como fator de dissipação. Esta perda está associada à resistência paralela e à capacitância do dispositivo. A indutância também é uma grandeza encontrada em um capacitor real devido à presença dos terminais e das placas. A minimização dos erros nas medições pode ser obtidas utilizando métodos de calibração adequados. O MCPP também não é capaz de medir  $\mu_r$  e  $\sigma$ , no entanto, uma vez que na abordagem proposta as propriedades constitutivas são obtidas por meio de um processo de otimização baseado na solução das equações da Maxwell, é possível extrair também esses dois parâmetros.

### 3.1 Setup de Medições Utilizando um VNA

Os capacitores podem ser medidos utilizando uma porta ou duas portas de um VNA. Três técnicas são adequadas para essas medições. A técnica *reflection*, Figura 3.1 (a), é baseada na medição do parâmetro de espalhamento  $S_{11}$ . A técnica *shunt-through*, Figura 3.1 (b), e *series-through*, Figura 3.1 (c), baseiam-se na medição do parâmetro de espalhamento  $S_{21}$ . A técnica *Shunt-through* é usualmente utilizada para fazer medições de componentes de baixa impedância, enquanto a *series-through* é utilizada para fazer medições de componentes de alta impedância [3].

A Equação para medir a impedância pela técnica *reflection* é dada por:

$$Z = Z_0 \frac{1 + S_{11}}{1 - S_{11}} \quad (3.1)$$

O parâmetro  $S_{11}$  varia muito com a impedância  $Z$  próxima da impedância  $Z_0$ . Uma

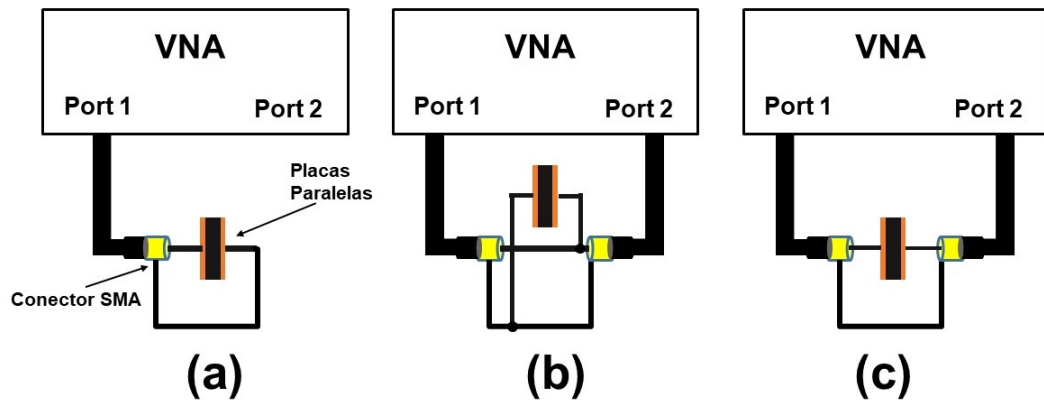


Figura 3.1: Medições em uma placa paralela utilizando o Analisador de Redes Vetorial. Em (a) o *setup* de medição de um capacitor utilizando uma porta (*reflection*), em (b) o *setup* de medição de um capacitor utilizando duas portas (*shunt-through*), e em (c) o *setup* de medição de um capacitor utilizando duas portas (*series-through*). Adaptado de [2].

precisão maior da técnica é observada quando  $Z$  é próximo a  $Z_0$ . Quando  $Z$  não está próximo do valor de  $Z_0$ , a técnica não é adequada para medir impedâncias devido a ruídos.

Para medir a impedância pela técnica *shunt-through* é utilizada a Equação:

$$Z = Z_0 \frac{S_{21}}{2(1 - S_{21})} \quad (3.2)$$

E para medir a impedância pela técnica *series-through* é utilizada a Equação:

$$Z = Z_0 \frac{2(1 - S_{21})}{S_{21}} \quad (3.3)$$

As técnicas utilizando duas portas permitem medir uma ampla faixa de impedâncias, e podem ser utilizadas com as medições do parâmetro  $S_{21}$ . A técnica utilizando *shunt-through* é adequada para medir impedâncias até  $50\Omega$ , enquanto a *series-through* permite medir impedâncias acima da impedância de referência. A técnica utilizando *series-through* é adequada para medir impedâncias próximas de  $50\Omega$  até na faixa de  $k\Omega$ .

Cada método oferece boa sensibilidade de medição na faixa de impedância onde as medições variam significativamente, conforme Figura 3.2.

## 3.2 Calibração

A calibração OSM (Open, Short and Match) é comumente usada em medições  $S_{11}$ . Esta técnica utiliza um *kit* de calibração, Figura 3.3, que leva o plano de calibração do conector do

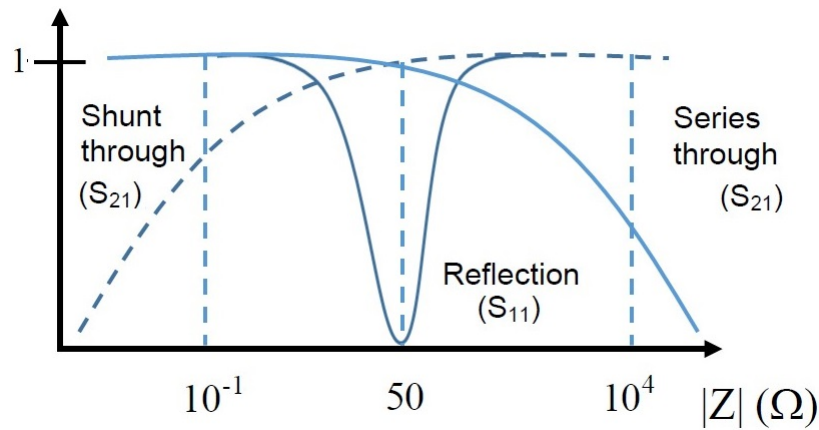


Figura 3.2: Relação entre a Impedância e os Parâmetros de Espalhamento para as diferentes técnicas de medição. Adaptado de [3]

VNA ao conector que conecta os cabos ao Dispositivo Sob Teste (DUT)<sup>1</sup>. Após esta calibração, conforme mostrado na Figura 3.4, o plano de medição 1 é deslocado para o plano 2. Para minimizar os efeitos do conector, o plano de calibração 2 deve ser deslocado novamente para o plano 3. Neste trabalho, dois métodos de calibração foram avaliados. No primeiro, o efeito do conector do DUT pode ser minimizado fazendo um curto-circuito na *probe* do conector [4]. Alternativamente, uma segunda técnica de calibração que leva em conta o conector em curto e aberto é usada [2]. A Figura 3.5 exibe o *setup* necessário para medição do DUT.

Para o primeiro procedimento de calibração, a correção de  $S_{11}$  é realizada usando a seguinte equação:

$$S_{11} = -\frac{S_{11m}}{S_{11sh}} \quad (3.4)$$

onde  $S_{11}$  é o parâmetro do DUT obtido após a calibração,  $S_{11m}$  é o parâmetro medido e  $S_{11sh}$  é a medida do conector obtida em curto-circuito.

Após a calibração, é possível extrair a impedância complexa corrigida das amostras. Para o método usando o conector em curto, a impedância corrigida é dada por:

$$Z = 50 \frac{1 + S_{11}}{1 - S_{11}} \quad (3.5)$$

No segundo procedimento de calibração, uma impedância  $Z_{11}$  é obtida diretamente de  $S_{11m}$  e a impedância corrigida das amostras é dada por:

$$Z = 50 \frac{1}{1/Z_{11} - Y_p} - Z_s \quad (3.6)$$

Onde a condutância calculada através da medição da *probe* do conector aberto é dada por:

$$Y_p = \frac{1}{Z_p} \quad (3.7)$$

<sup>1</sup>Sigla oriunda do idioma inglês - *Device Under Test*

$$Z_p = 50 \frac{1 + S_{11o}}{1 - S_{11o}} \quad (3.8)$$

E a impedância calculada através da medição da *probe* do conector em curto é dada por:

$$Z_s = \frac{Z_{sh}Z_p}{Z_p - Z_{sh}} \quad (3.9)$$

$$Z_{sh} = 50 \frac{1 + S_{sh}}{1 - S_{sh}} \quad (3.10)$$

$S_{11sh}$  é o parâmetro de espalhamento medido pelo VNA da *probe* do conector em curto, e  $S_{11o}$  é o parâmetro de espalhamento medido pelo VNA da *probe* do conector aberto.



Figura 3.3: kit de calibração para minimizar os efeitos do cabo de medição

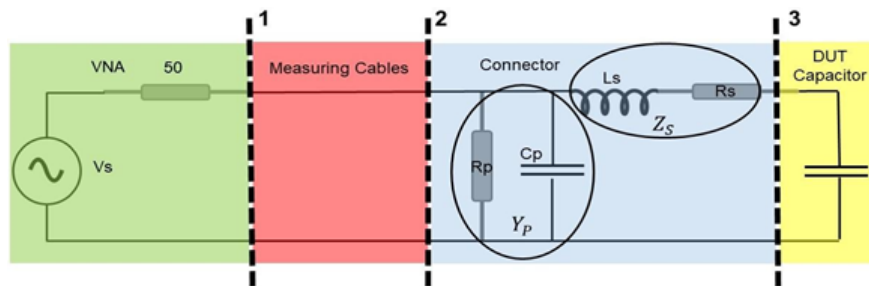


Figura 3.4: Modelo do conector exibido em [2]

As técnicas de calibração foram aplicadas tanto na parte experimental quanto na simulação, para obtenção de uma estimativa da impedância vista dos terminais do DUT. Porém não é possível obter as características do filme diretamente por esse processo. Para isso foi utilizada uma metodologia semelhante à descrita em [14], onde um modelo computacional tridimensional é usado para caracterizar nano plaquetas de grafeno, conforme já informado anteriormente.

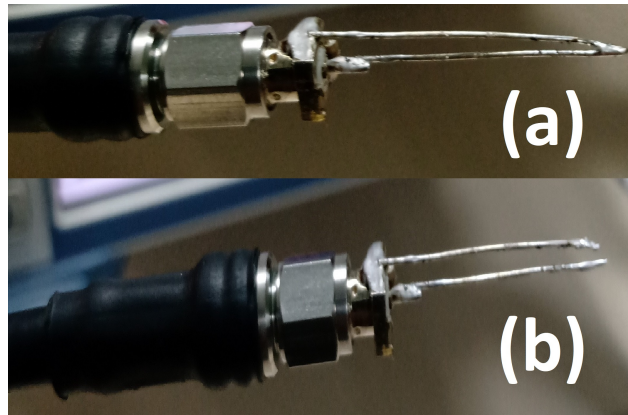


Figura 3.5: calibração dos conectores em curto e aberto para minimizar os efeitos dos conectores.

### 3.3 Características Eletromagnéticas a partir da Impedância do DUT

Conforme informado anteriormente, os dados de simulação e experimentais devem ser submetidos a um processo de otimização para minimizar o erro entre as duas curvas de impedância: simulada e medida. Este processo permite superar as limitações de frequência do MCPP, uma vez que a condutividade e a indutância podem agora ser levadas em consideração para descrever o comportamento do DUT. As variáveis do problema a serem otimizadas foram a permissividade relativa  $\epsilon_r$ , a permeabilidade relativa  $\mu_r$  e a condutividade  $\sigma$  dos materiais.

Assumindo que na faixa de interesse as propriedades dos materiais que compõem o DUT se mantenham constantes, ou possam ser aproximadas por um valor médio constante, o problema de encontrar as propriedades dos materiais a partir das medições e simulações realizadas pode ser formulado como um problema de otimização cuja função objetivo pode ser descrita usando o Método dos Mínimos Quadrados (MMQ), conforme descrito matematicamente na Equação 3.11.

$$f = \sum_{i=0}^N |Z_{sim}(\omega_i, \epsilon_r, \mu_r, \sigma) - Z(\omega_i)|^2 \quad (3.11)$$

onde  $f$  é a função objetivo a ser minimizada,  $N$  é um conjunto de medições igualmente espaçadas na faixa de frequência de interesse,  $Z_{sim}$  é um conjunto de impedâncias simuladas (Em função da frequência angular ( $\omega$ ) e das propriedades constitutivas desconhecidas) e  $Z$  são os dados experimentais. Durante o processo de otimização, os parâmetros constitutivos eletromagnéticos foram considerados constantes para toda a faixa de frequência. O MMQ assume que a curva de melhor ajuste de um determinado tipo é a curva que possui a soma mínima dos desvios, ou seja, o erro dos mínimos quadrados de um determinado conjunto de dados. É

válido informar que tanto  $Z_{sim}$  quanto  $Z$  são obtidos usando um dos procedimentos de calibração descritos na equação 3.5 ou na equação 3.6.

Neste trabalho os parâmetros eletromagnéticos que minimizam  $f$  foram obtidos por meio de um otimizador de Evolução Diferencial (ED) [38]. Essa ferramenta foi utilizada como uma caixa preta e escolhida por sua robustez, simplicidade, e por comumente ser utilizada na otimização de dispositivos eletromagnéticos. As informações adicionais sobre a ferramenta podem ser obtidas em [39].

## Capítulo 4

# Construção das Amostras e dos *Setups* de Medição

A caracterização eletromagnética foi realizada com três materiais diferentes em duas etapas. Os primeiros testes foram realizados com amostras de PTFE e PU. Devido às suas propriedades serem conhecidas, eles são úteis para validar o método proposto e comparar as metodologias de calibração. Para ambos os materiais, apenas  $\epsilon_r$  foi extraído. As propriedades  $\mu_r$  e  $\sigma$  foram consideradas constantes, com valores iguais a 1.0 e 0, respectivamente. Na segunda etapa, todos os três parâmetros foram otimizados. Posteriormente, o método foi utilizado para caracterizar as amostras de PU com NTCs.

### 4.1 Preparação de amostras

O politetrafluoretileno é um polímero conhecido por seu nome comercial, Teflon, marca registrada Dupont<sup>TM</sup>. Por se tratar de um material com propriedades dielétricas bem estabelecidas, optou-se por usá-lo para validação do método utilizado no presente estudo. É um material com boa resistência mecânica e elétrica, além de baixa tangente de perdas, o que o torna adequado para aplicações em dispositivos de telecomunicações. As amostras de PTFE foram adquiridas de uma empresa certificada Dupont<sup>TM</sup>, fabricante de Teflon. Por conter um pouco de contaminação, proveniente do ambiente de síntese de nanomateriais, foi realizado na amostra um processo de limpeza com álcool isopropílico e depois uma secagem com gás Nitrogênio.

Outro material utilizado neste trabalho é o poliuretano. Esse polímero combina a elasticidade da borracha com a durabilidade dos metais. É um polímero formado por uma cadeia de unidades orgânicas e amplamente utilizado em revestimentos, adesivos, espumas e compósitos. O PU é um material que possui propriedades bem difundidas na literatura, e por essa razão também foi usado como um elemento de referência. Quando misturado com NTCs, o nanocompósito formado exibe propriedades elétricas não vistas no PU puro, além de resistência mecânica o que facilita a confecção dos filmes. [40]-[41].

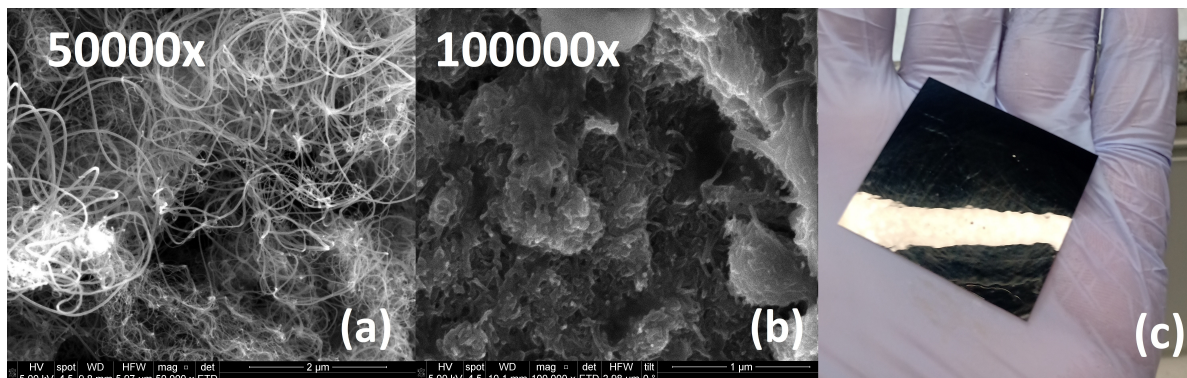


Figura 4.1: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos Nanotubos de carbono aumentados em 50.000 vezes (a), Microscopia Eletrônica de Varredura do filme de Poliuretano com Nanotubos de Carbono aumentado em 100.000 vezes (b) e uma imagem do filme de poliuretano com Nanotubos de Carbono utilizado para confeccionar o capacitor de placas paralelas (c).

Os *pellets* de PU (25 g) foram dissolvidos em 100 ml de dimetilformamida (DMF) durante 24 horas num agitador magnético aquecido a 50°C. Uma quantidade de 50 ml foi colocada em uma placa de Petri e curada por 24 horas em um uma mufla a 70°C.

Os nanotubos sintetizados para fabricar os dispositivos tinham diâmetros variando de 20 a 50 nm, comprimentos da ordem de 50  $\mu\text{m}$ , pureza acima de 90% e área superficial específica em torno de 600  $\text{m}^2/\text{g}$ . Para preparar as amostras, o nanomaterial foi funcionalizado e 3 g foram dissolvidos em 100 ml do solvente DMF durante 3 horas em banho ultrassônico. Dissolveu-se também uma quantidade de 25 g de *pellets* de PU em 100 ml de DMF durante 24 horas num agitador magnético aquecido a 50°C. Após ambos os procedimentos acima, os NTCs foram dispersos na matriz polimérica por 1 hora em um agitador magnético. Uma quantidade de 50 ml foi colocada em uma placa de Petri e curada por 24 horas em um uma mufla a 70°C.

Uma Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é mostrada na Figura 4.1. Em (a) NTCs *as grown* ou como crescido, e (b) Nanotubos de Carbono com PU. Conforme relatado anteriormente, o PU com adição de nanotubos de carbono possui propriedades não observadas no PU puro. Devido às propriedades do nanomaterial, o filme do nanocompósito apresentou propriedades magnéticas e resistivas. Como pode ser visto na Figura 4.2 (a), o filme é atraído por um ímã, e na Figura 4.2 (b) é possível fechar um circuito com o filme e ligar um LED.

## 4.2 Confeção das Placas Paralelas

Dois tipos de dispositivos foram construídos com objetivo de realizar a caracterização eletromagnética dos filmes. Nos testes iniciais utilizando as portas 1 e 2 do VNA [42], as placas foram construídas com material FR4 (Fibra de Vidro + Epóxi) na qual a parte metálica (cobre)

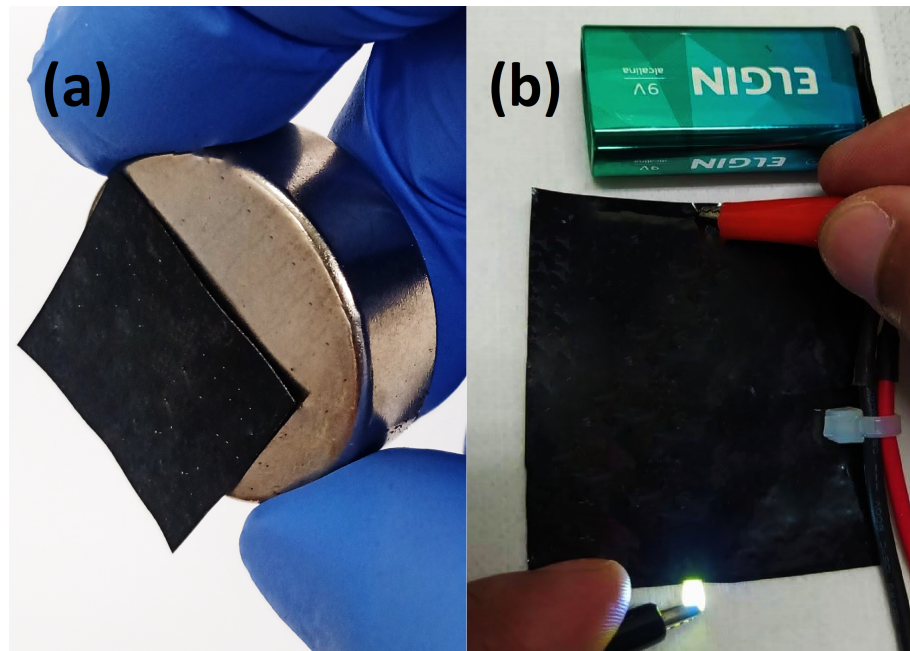


Figura 4.2: O filme de Poliuretano com Nanotubos de Carbono atraído por um ímã (a) e o mesmo filme fechando um circuito eletrônico para acender um Diodo Emissor de Luz (LED) (b).

era conectada ao pino central de um conector SMA por meio de tinta prata. Apesar de ser mais resistente, a solda não foi utilizada devido as imperfeições deixada pelo material na superfície da placa e conseqüentemente um *gap* entre o filme de PTFE e as placas.

Na configuração utilizando somente a porta 1 do VNA, foram confeccionados sete capacitores com placas de folhas de cobre 4.5 (a). Dois com as placas separadas pelo filme de PTFE, dois com o filme de PU e três com o filme de PU com NTCs, Figura 4.1 (c). Para eliminar os *gaps* entre as placas e o material, o dispositivo foi encapsulado com plastificadora à temperatura de 150°C. Após esses procedimentos, um conector SMA foi soldado às placas por meio de uma *probe*, e conectado a um Vector Network Analyzer (VNA).

A Tabela 4.1 exibe as informações referentes as dimensões dos filmes e das placas utilizadas para confecção dos dispositivos.

Tabela 4.1: Dimensões das Placas Paralelas

Material	Espessura (mm)	Área (cm <sup>2</sup> )
A1-PTFE	1,00	2,45x2,45
A2-PTFE	1,50	2,50x2,50
A1-PU	1,00	2,40x2,40
A2-PU	1,00	2,50x2,50
A1-PU+NTCs	0,11	2,40x2,40
A2-PU+NTCs	0,22	2,40x2,50
A3-PU+NTCs	0,21	2,40x2,40

## 4.3 Testes utilizando as duas portas do VNA

### 4.3.1 *Setup* - Torno de bancada

Nos testes iniciais, utilizou-se um filme do material PTFE na tentativa de caracterizá-lo utilizando um capacitor de placas paralelas. Foi utilizado o *setup* conforme Figura 4.3 [42]. Esta configuração utilizou as duas portas de um VNA operando na faixa de frequência de 9 kHz à 3 GHz. O interesse no *setup* foi devido a facilidade em montar e desmontar as placas, o que permitiria testar várias amostras de filmes. É possível visualizar que a conexão entre as referências dos conectores é feita por meio de um cabo com garras tipo "jacaré". As placas são do material FR4 na qual a parte metálica se encontra no lado interno, separadas pelo material e presas por um torno de bancada.



Figura 4.3: *Setup* utilizando as duas portas do VNA e o capacitor de placas paralelas preso por um torno de bancada.

### 4.3.2 *Setup* - Alicate de Pressão

Após os testes iniciais utilizando o torno de bancada, um novo *setup* foi testado com intuito de minimizar os erros provenientes do suporte utilizado para prender as placas paralelas.

Os testes também foram feitos com um filme do material PTFE na tentativa de caracterizá-lo. Foi utilizado o *setup* conforme Figura 4.4. Trata-se também de um capacitor de placas paralelas com ambas as placas conectadas à porta 1 e porta 2 de um VNA operando na faixa de frequência de 9 kHz à 3GHz. Em (a) é exibida a parte experimental e em (b) a simulação do *setup* realizada por meio do software ANSYS HFSS (*High Frequency Structure Simulator*), que é um simulador de onda completa baseado em Métodos de Elementos Finitos (FEM). É possível visualizar que a conexão entre as referências dos conectores é feita por meio de um cabo com garra de "jacaré". As placas são do material FR4 na qual a parte metálica se encontra no lado interno, separadas pelo material e presas por um alicate de pressão. O alicate utilizado foi construído com aço, possuía menor volume e menor assimetria em relação ao torno. Foi possível perceber que os parâmetros de espalhamento utilizando essa configuração, apresentaram maior simetria entre  $S_{11}$  e  $S_{22}$ , assim como  $S_{12}$  e  $S_{21}$ . A partir disso foi introduzido nos testes a parte de simulação utilizando o FEM.

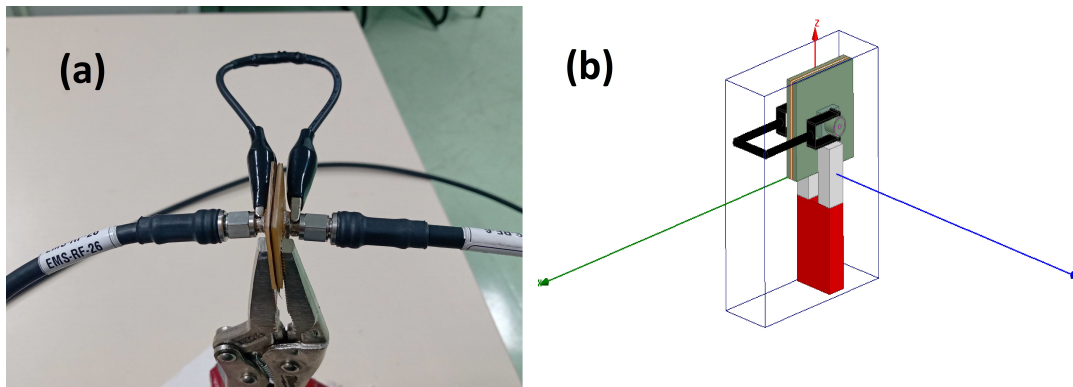


Figura 4.4: *Setup* utilizando as duas portas do VNA e o capacitor de placas paralelas preso por um alicate de pressão. Em (a) Parte Experimental e em (b) Simulação por Método de Elementos Finitos.

Após as medições da parte experimental e da parte de simulação, os resultados foram comparados com intuito de recuperar os parâmetros dos filmes por meio da simulação. Durante os testes, visto que os resultados experimentais e simulados não convergiam, diversos testes foram realizados na ambiente computacional na tentativa de encontrar algum parâmetro que justificasse o erro entre ambos os gráficos.

## 4.4 Testes utilizando uma porta do VNA

Os testes utilizando uma porta do VNA tiveram como objetivo eliminar a necessidade de utilizar um suporte para prender as placas. Como será mostrado no capítulo de resultados, nas

medições utilizando o torno de bancada e o alicate de pressão, exaustivos testes demonstraram não ser possível, nessa faixa de frequência, obter as propriedades dos filmes. Sendo assim, um novo *setup*, baseado na técnica reflection (Figura 4.5) foi utilizado e é ilustrado a seguir.

As medições experimentais das amostras (Figura 4.5 (c)) foram realizadas com um VNA na faixa de frequência de 9 kHz a 3 GHz. As medidas experimentais realizadas pelo método de placas paralelas utilizaram apenas a porta 1 do VNA (Figura 4.5 (b) e (c)). Nesta configuração, o parâmetro  $S_{11}$  é extraído do sinal refletido pelo DUT e utilizado para extrair a impedância do material.

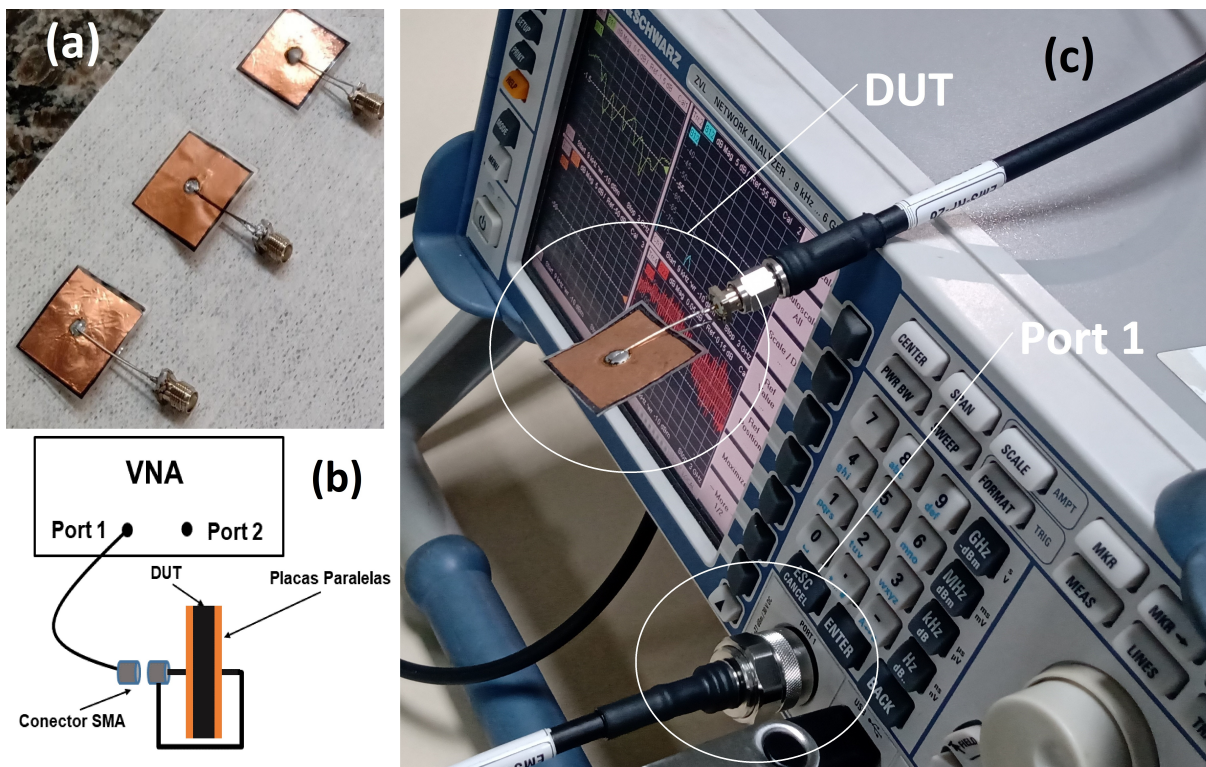


Figura 4.5: Placas paralelas conectadas a um conector SMA por meio de uma *probe* (a), O *setup* de medição da placa paralela, com uma amostra de PU+NTCs, conectada à porta 1 do VNA por meio de um cabo com conector SMA macho (b) e (c).

# Capítulo 5

## Resultados

Os primeiros testes foram baseados na referência [42]. O método se mostrou bastante interessante devido ao fato de se poder usar diferentes materiais de forma simples e reutilizável, pois era possível abrir as placas e inserir os filmes com facilidade.

Ambos os testes das próximas seções foram utilizando o método. Trata-se dos *setups* utilizando o torno e o alicate de pressão. São apresentados os resultados e as dificuldades em utilizá-los na caracterização dos filmes na faixa de micro-ondas.

### 5.1 Teste utilizando o método de duas portas e o torno de bancada

A Figura 5.1 exibe os parâmetros de espalhamento do *setup* da Figura 4.3 e medidos experimentalmente do VNA. Foi possível notar que devido a assimetria do torno, os resultados não foram satisfatórios. Era esperado que  $S_{11}$  e  $S_{22}$ , assim como  $S_{12}$  e  $S_{21}$  fossem simétricos. Foi percebido um acoplamento magnético do sistema de medição com o suporte quando era feito uma inversão da amostra com o lado do fuso do torno, ocasionando erros nas medições. Visto a dificuldade em eliminar esse efeito devido a dimensão do torno e do material ferromagnético a qual foi construído, os testes utilizando esse *setup* foram abandonados.

### 5.2 Teste utilizando um Alicate como suporte

Nas simulações utilizando o alicate como suporte para fixar as placas paralelas, o seu efeito foi inserido no modelo visto que o torno dos primeiros testes impactou significativamente nos resultados. Primeiramente foram extraídos os parâmetros S simulando a amostra de PTFE

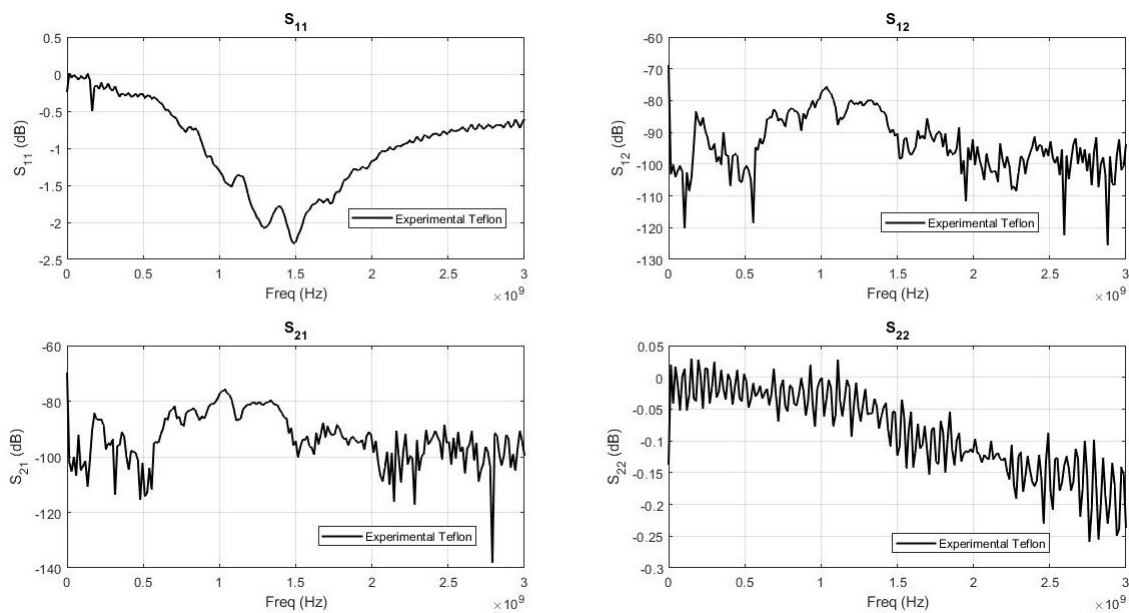


Figura 5.1: Parâmetros S de uma amostra do material Teflon - Resultados iniciais.

(Teflon) de 1mm. Os testes foram feitos também simulando a ausência do alicate de pressão. Nessa simulação os valores de permissividade elétrica relativa da placa FR4 e do PTFE (teflon) foram de 4,4 e 2,1, respectivamente. O alicate foi modelado com permissividade relativa de 1,0 e permeabilidade magnética de 4000. Os resultados podem ser visualizados pelos parâmetros de espalhamentos na Figura 5.2. Na Figura é possível observar uma maior simetria entre os parâmetros, o que não acontecia quando as placas eram unidas pelo torno de bancada.

Para as curvas de  $S_{11}$  e  $S_{22}$ , é possível visualizar um pico de ressonância das três curvas: experimental em torno de 125 MHz, 600 MHz, 1,7GHz e 2,7 GHz. A simulação com alicate e sem alicate em torno de 300 MHz. O pico de ressonância com e sem a presença do alicate de pressão apresentou uma diferença próxima de - 4 dB para os parâmetros. É possível ver também que a inserção do alicate no modelo computacional provoca uma ligeira variação dos parâmetros em torno da frequência de 2GHz.

Para  $S_{21}$  e  $S_{12}$ , as curvas tanto da parte experimental quanto das simulações, apesar de apresentarem um comportamento simétrico, ainda apresentaram diferença significativa em termos de comportamento quando comparados os resultados medidos e simulados.

### 5.2.1 Variação dos parâmetros do PTFE e FR4

Dadas as incertezas do modelo computacional, foram feitos testes variando-se os parâmetros do FR4 e do PTFE com intuito de descobrir algum parâmetro que justificasse o erro entre as

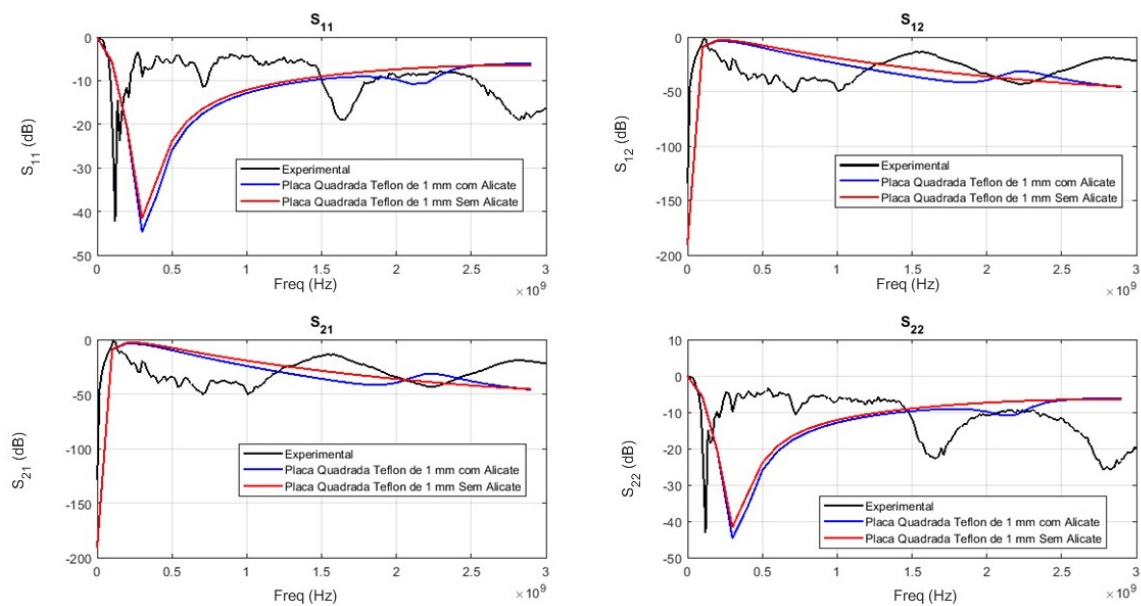


Figura 5.2: Parâmetros S de uma amostra de Teflon de 1 mm - Linha Preta (Experimental) Linha Vermelha e Azul (Simulado).

curvas dos experimentos e da parte de simulação.

Antes de variar os parâmetros do PTFE, a permissividade elétrica do FR4 foi variada com os seguintes valores: 3,7 - 3,8 - 3,9 - 4,0 - 4,1 - 4,2 - 4,3 - 4,4 - 4,5 - 4,6 e 4,7, e sem alteração significativa das curvas. Assim, foram mantidos os valores de permissividade para o FR4 igual a 4,4, tangente de perdas igual a 0,02 e condutividade igual a 0. Esses valores são padrão para o material FR4 encontrados no ambiente de simulação. O gráfico da Figura 5.3 apresenta os resultados para uma tangente de perdas do material teflon igual a 2, variando a permissividade do material (2,8 - 3,0 - 3,5 e 4,0). O valor da tangente de perdas com valor igual a 2 foi definido por ser aquele que apresentou um resultado mais próximo da curva experimental. Também foram testados valores encontrados na literatura (2,1 - 2,3 - 2,4 - 2,5 - 2,6 e 2,7), porém eles não apresentaram nenhuma mudança significativa das curvas.

Analisando as curvas simuladas de  $S_{11}$  e  $S_{22}$ , podemos visualizar um deslocamento do pico de ressonância das curvas para esquerda, mais próximas do pico do valor experimental, porém a tangente de perdas apresentou um valor muito discrepante com os valores do material PTFE encontrados na literatura. Foi dado um zoom em  $S_{22}$  para ser possível visualizar as diferenças com maior detalhe. Para todas as simulações o pico ficou próximo de 100 MHz.

Assim como no resultado anterior, as diferenças entre os resultados medidos e simulados continuaram discrepantes, tanto para os parâmetros de reflexão quanto para os parâmetros de transmissão. Embora a variação das características do FR4 e do PTFE possam modificar as frequências de ressonância dos resultados simulados, elas não são capazes de explicar os fenômenos observados nas medições.

Como já informado anteriormente, os *setups* da seção 4.3 teve como referência o ar-

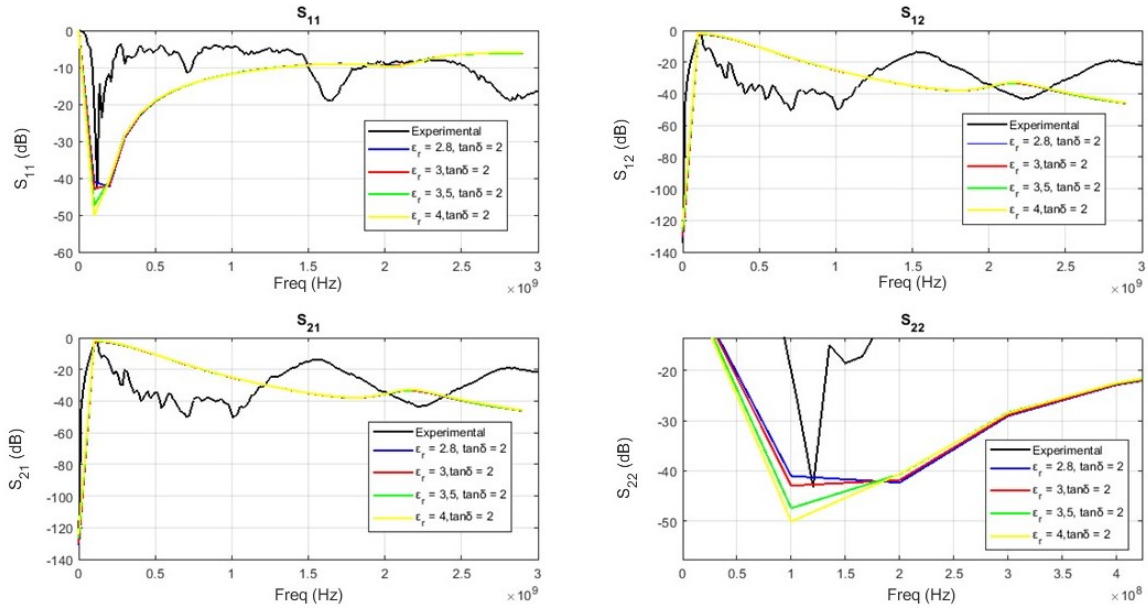


Figura 5.3: Parâmetros S de uma amostra de Teflon de 1 mm - Variação da permissividade elétrica do material com  $\tan\delta_e$  igual 2.

tigo [42], na qual os autores utilizaram uma faixa de frequência de 300 KHz à 50 MHz para caracterizar diversos materiais dielétricos (PCB, vidro, Teflon, FR4 e papel *craft*). Apesar dos resultados razoáveis apresentados pelos autores, ao utilizar o mesmo *setup* não foi possível, em nossos testes, encontrar resultados válidos para o material PTFE. Uma possível fonte de erro se deve à dificuldade em se representar o alicate e as conexões nas simulações. Tendo em vista essa dificuldade, os testes utilizando uma única porta do VNA foram desenvolvidos de forma a evitar o uso de suportes e do FR4 nas superfícies exteriores das placas, conforme apresentado na seção 4.4.

### 5.3 Resultados utilizando o setup de uma porta

O *setup* utilizando somente uma porta, demonstrou uma boa relação entre os resultados medidos e experimentais, mesmo sem os processos de calibração e otimização. É válido informar que as curvas foram suavizadas por uma função de aproximação racional definida no domínio da frequência como uma função de transferência de Laplace. Foi utilizada a função *rationalfit* do software MATLAB®, dada por:

$$F(s) = \sum_{m=1}^N \frac{c_m}{s - a_m} + d + e \quad (5.1)$$

Em que  $s = j\omega$  corresponde a um ponto de frequência único,  $c_m$  e  $a_m$  são valores de

resíduos e polos, respectivamente, de  $m=1,2, \dots, N$ . Onde  $N$  é o número de polos (ordem de aproximação) e  $d$  e  $e$  são os coeficientes reais. Para os resultados apresentados neste trabalho, o número de polos foi mantido igual a 4.

A Figura 5.4 exibe os resultados para os primeiros testes utilizando o *setup* da Figura 4.5 (c). Inicialmente uma das amostras do material Teflon foi avaliada e os resultados experimentais foram comparados com os simulados. A simulação utilizou os modelos da Figura 5.5 (a) onde as dimensões do conector (físico) foram extraídas por meio de um paquímetro. O Teflon foi modelado conforme as dimensões da amostra A1 da Tabela 4.1, e com os valores constitutivos padrão do HFSS:  $\epsilon_r = 2,1$ ,  $\mu_r = 1$  e  $\sigma = 0$ .

A Figura 5.4 exibe a parte real, imaginária e o módulo do parâmetro  $S_{11}$  da amostra de teflon (experimental e simulação) indicando que o *setup* proposto teve uma melhora significativa nos resultados. Foi definido então que a caracterização eletromagnética dos materiais seria obtida a partir da configuração da Figura 4.5 (c).

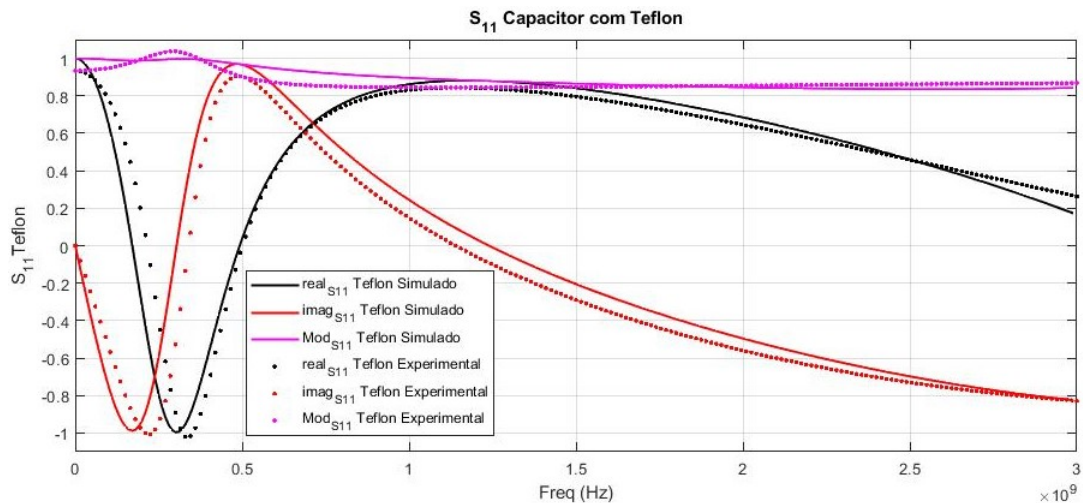


Figura 5.4: Parâmetro  $S_{11}$  de uma amostra de Teflon utilizando o *setup* da Figura 4.5 (c)

### 5.3.1 Problema com um Grau de liberdade

Os testes utilizando uma porta do VNA em conjunto com a placa paralela encapsulada com plástico, apresentaram melhores resultados que justificaram o início do processo de otimização. Antes dos dados serem utilizados de forma direta no processo de simulação, foram feitos os modelos de calibração conforme Figura 5.5 (b) e (c).

Na primeira campanha, para o material Teflon, foi assumido  $\mu_r = 1,0$  e  $\sigma = 0$ . Nesse caso, o problema com um único grau de liberdade pode ser resolvido por força bruta sem a

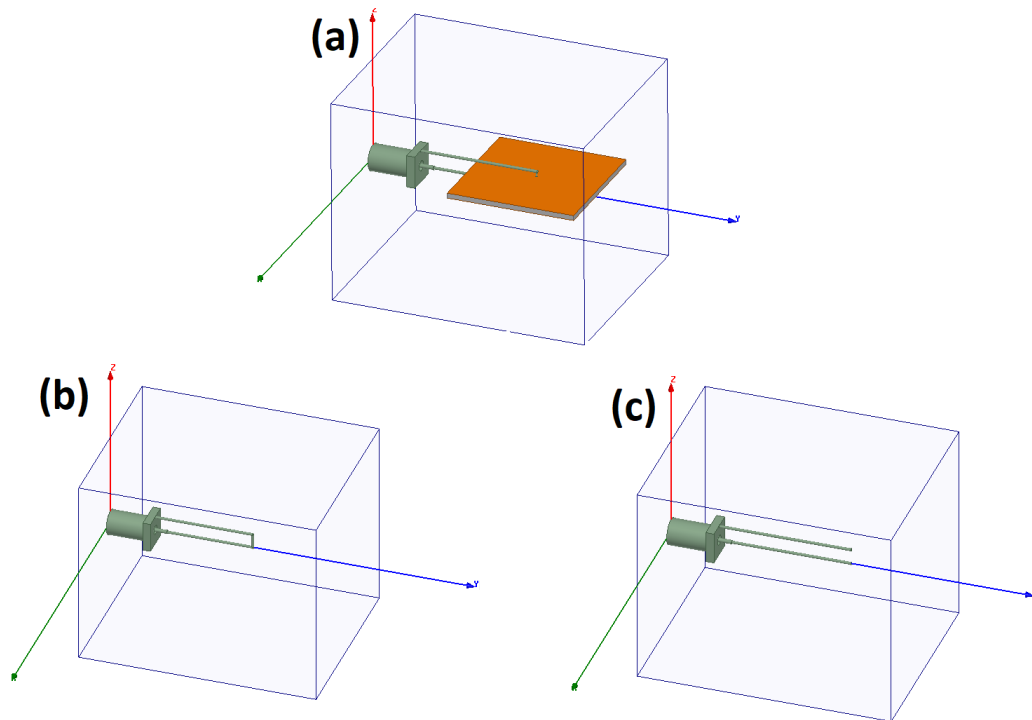


Figura 5.5: Simulação em HFSS. *Setup* de medição das placas paralelas (a), Calibração padrão do conector em curto (b) e Calibração padrão do conector em aberto (c).

utilização do algoritmo DE. Os resultados da caracterização na faixa de micro-ondas são relatados abaixo. Na Figura 5.6 (a), as medições e as curvas simuladas otimizadas são exibidas usando as calibrações do conector em curto, Equação 3.5. Alternativamente, os resultados usando as calibrações do conector em curto e aberto (Equação 3.6) são apresentados na Figura 5.6 (b).

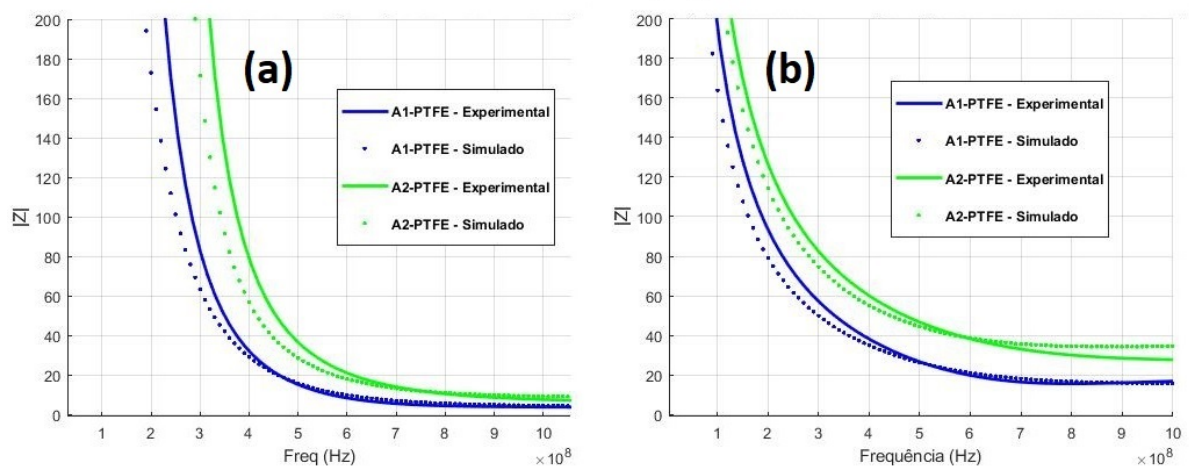


Figura 5.6:  $|Z|$  das amostras A1 e A2 do material Teflon: Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado) (a) e Cal. [2] - Conector aberto e em curto (Experimental e Simulado) (b).

Para o material PU, também foi assumido  $\mu_r = 1,0$  e  $\sigma = 0$ . O problema de otimização com um grau de liberdade também foi resolvido por força bruta sem a utilização do algoritmo DE. Os resultados da caracterização na faixa de micro-ondas são relatados abaixo. Na Figura 5.6 (a), as medições e as curvas simuladas otimizadas são exibidas usando as calibrações do conector em curto, Equação 3.5. Alternativamente, os resultados usando as calibrações do conector em curto e aberto (Equação 3.6) são apresentados na Figura 5.7 (b).

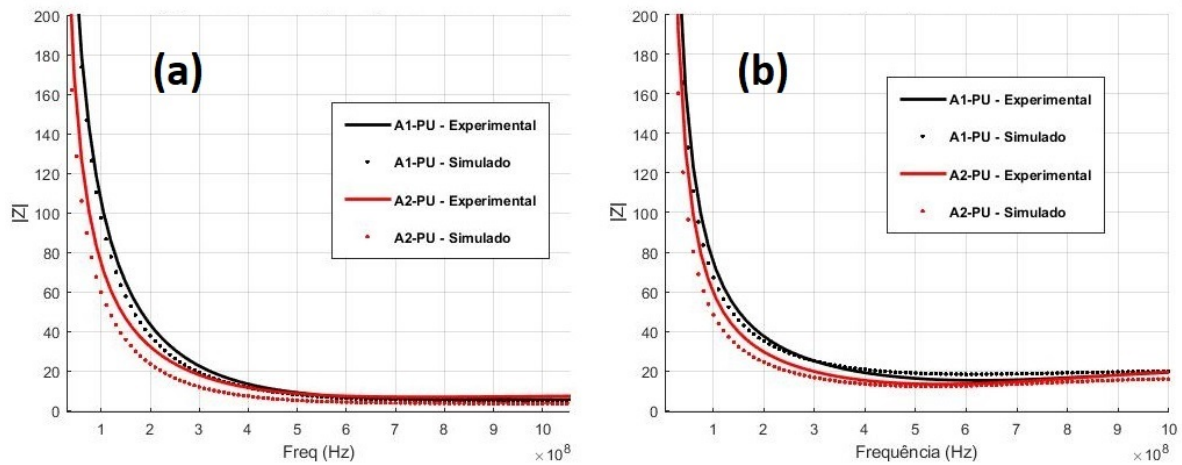


Figura 5.7:  $|Z|$  das amostras A1 e A2 do material PU: Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado) (a) e Cal. [2] - Conector aberto e em curto (Experimental e Simulado) (b).

Os resultados mostram uma pequena diferença entre as curvas de impedância da Figura 5.6 (a) e (b), e 5.7 (a) e (b), indicando resultados diferentes para ambos os métodos de calibração. É possível observar uma diferença mais significativa na impedância do Teflon, devido a imprecisões na geometria entre as duas amostras, o que não ficou tão evidente para o material PU devido os valores de espessura de ambas as amostras serem bem próximos.

Uma vez visto uma boa aproximação entre as curvas de simulação e experimental, a constante dielétrica das amostras do material Teflon e PU foram obtidas através do simulador HFSS. A Tabela 5.1 apresenta os resultados utilizando ambos os processos de calibração (Em Curto [4] e Em curto e Aberto [2]) na faixa de micro-ondas. É apresentado também o Método Convencional de Placas Paralelas (MCP) utilizando a Equação 2.24 da referência [42].

Uma avaliação inicial da constante dielétrica foi realizada também medindo a capacitância dos DUTs em um multímetro digital NI ELVIS II. As medições foram realizadas com intuito de se obter um valor de referência para o processo de otimização por força bruta. Para o Teflon, os valores (Tabela 5.1) eram esperados uma vez que na literatura são facilmente encontrados. Já o filme de PU, por ser um material de fabricação própria, a avaliação inicial foi importante pelo motivo de ser encontrado na literatura uma variação maior da constante dielétrica.

É possível visualizar que para ambos os materiais, as medições no multímetro digital em baixa frequência, tiveram valores de  $\epsilon_r$  bem aproximados entre as amostras e também coerentes

com aqueles encontrados na literatura. Assim mesmo, é difícil comparar os resultados obtidos com o multímetro com os apresentados neste trabalho, pois as propriedades dos materiais variam com a frequência, indicando um pequeno desvio entre as amostras de cada material. O mesmo comportamento é apresentado usando a técnica proposta.

Adicionalmente, o MCPP foi usado para obter o  $\epsilon_r$  de forma direta, ou seja, por meio da Equação 2.24. Por se tratar de um método para aplicações em baixas frequências, limitou-se os dados das amostras em frequências até 50MHz. Assim mesmo, o método se mostrou sensível à amostra devido as flutuações da permissividade elétrica para o mesmo material, como no caso do PU com valor de  $\epsilon_r = 6,1$  para a amostra A1 e  $\epsilon_r = 4,1$  para a amostra A2.

Levando em consideração a faixa de micro-ondas utilizada, os resultados utilizando o método de calibração em curto ([4]) apresentaram valores coerentes com aqueles encontrados na literatura. No entanto, a segunda técnica de calibração ([2]) parece subestimar os valores de permissividade elétrica em ambas as amostras de PTFE. Esses valores podem ser devidos à dificuldade em obter corretamente um modelo de circuito aberto em altas frequências.

A diferença entre o  $\epsilon_r$  do material PU para ambos os métodos de calibração foi menor em relação ao PTFE, porém seguindo a mesma tendência de ter o valor menor para o método de calibração utilizando o conector aberto e em curto. Podemos notar também que os valores utilizando a calibração em curto ficaram mais próximos daqueles encontrados na literatura.

Tabela 5.1: Permissividade Elétrica Relativa ( $\epsilon_r$ ) do Material Teflon e PU

Amostra	Lit	ELVIS	MCPP	Cal.[4]	Cal.[2]
A1-PTFE	2,1-2,4	2,2	1,7	1,8	1,3
A2-PTFE	2,1-2,4	2,1	1,2	1,8	1,3
A1-PU	5,0-8,0	5,6	6,1	5,0	4,8
A2-PU	5,0-8,0	5,4	4,1	5,0	4,8

### 5.3.2 Otimização com três Graus de liberdade

Na segunda campanha de medição,  $\epsilon_r$ ,  $\mu_r$  e  $\sigma$  foram considerados desconhecidos. Nesta campanha também foram caracterizados os filmes de PU com NTCs, assim como o PTFE e o PU relatados na seção anterior. O processo de otimização foi resolvido usando o método DE com os seguintes parâmetros (Tamanho da população = 30; Constante de probabilidade de cruzamento = 0,5; Peso diferencial = 0,3 e Número máximo de iterações = 80), [38].

Os resultados da caracterização na faixa de micro-ondas são relatados abaixo para o método de calibração usando a correção do conector em curto e em curto e aberto.

As Figuras 5.8-5.10 exibem os resultados da parte imaginária e real de  $Z$  para o método de calibração usando a correção do conector em curto. Nas Figuras 5.11-5.13 são exibidos os resultados para a correção do conector em curto e aberto.

As Figuras 5.14-5.16 exibem os resultados de  $|Z|$  para o método de calibração usando a correção do conector em curto. Já nas Figuras 5.17-5.19 os resultados exibidos são para a correção do conector em curto e aberto.

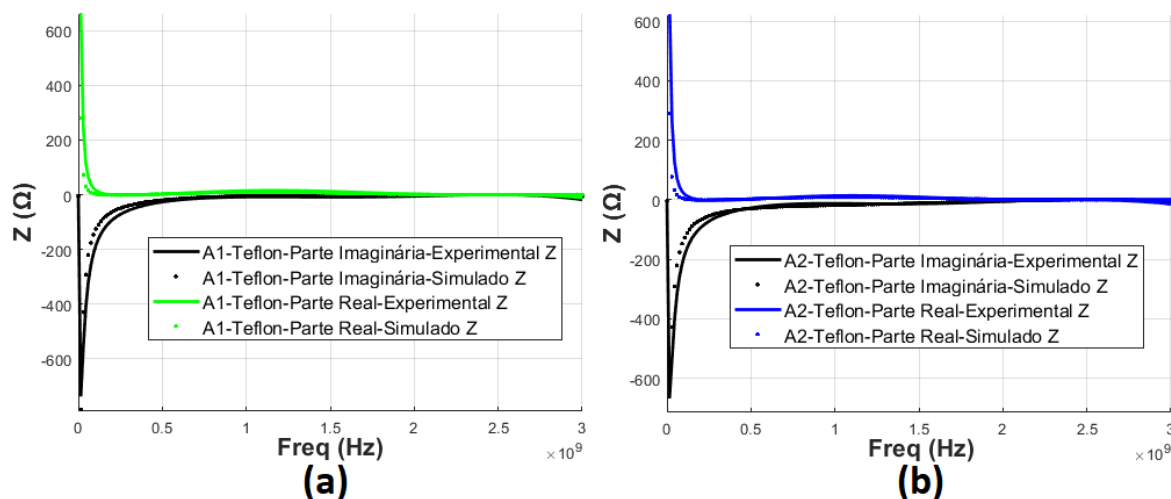


Figura 5.8: Parte Imaginária e Real de  $|Z|$  do material de Teflon - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2

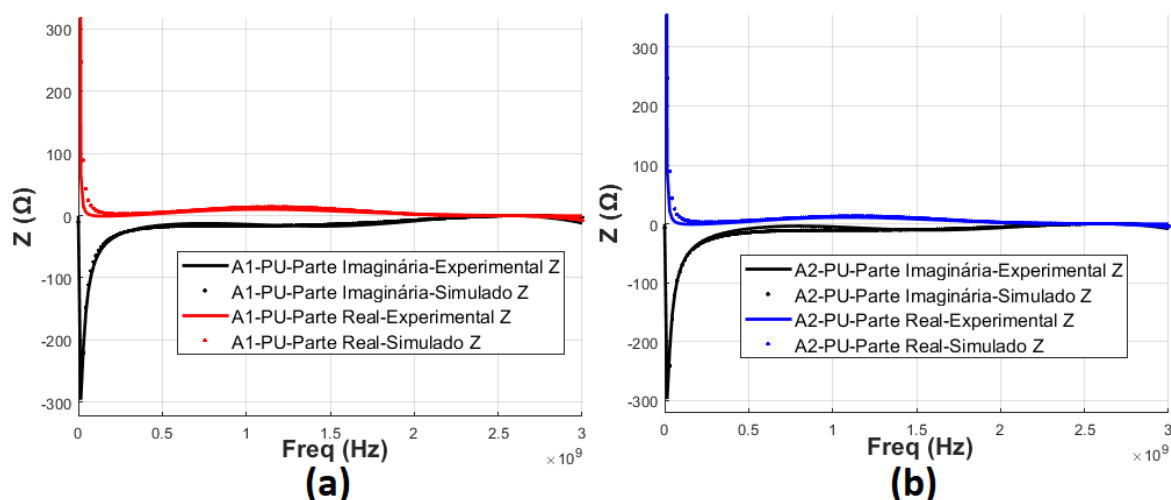


Figura 5.9: Parte Imaginária e Real de  $|Z|$  do material de PU - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2

Os resultados da segunda campanha, usando o método de calibração do conector em curto, mostraram um comportamento plano para as partes real e imaginária de  $Z$  à medida que a frequência aumenta. Por outro lado, o método usando o conector em curto e aberto, apresenta algumas flutuações ao longo da faixa de frequência. Ambos os comportamentos são

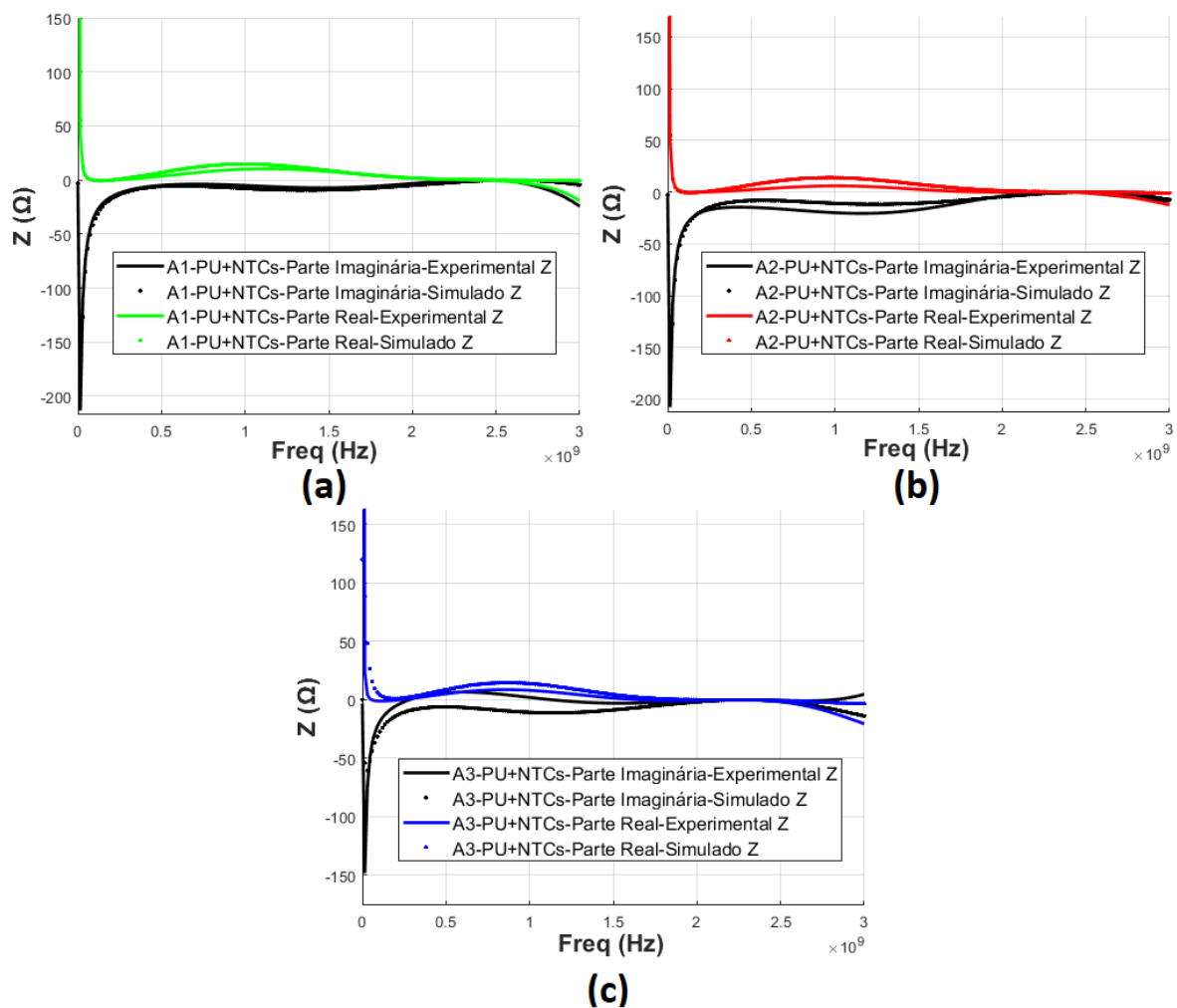


Figura 5.10: Parte Imaginária e Real de  $|Z|$  do material PU+NTCs - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1, (b) Amostra A2 e (c) Amostra A3

mais visíveis para o módulo da impedância ( $|Z|$ ). É possível observar um comportamento plano para  $|Z|$  à medida que a frequência aumenta. Por outro lado, o método usando o conector em curto e aberto, apresenta algumas flutuações ao longo da faixa de frequência, embora ambas as técnicas estejam dentro da mesma ordem de grandeza.

A Tabela 5.2 mostra os resultados para as quatro medidas de  $\epsilon_r$  apresentadas na Tabela 5.1, usando uma otimização de parâmetro com um grau de liberdade, mais os resultados para os valores de  $\epsilon_r$ ,  $\mu_r$  e  $\sigma$  utilizando a otimização com três graus de liberdade. Além disso, as três amostras usando PU+NTCs são avaliadas.

Comparando os resultados de um e de três parâmetros, é possível observar que a otimização de 3 parâmetros usando cal[4] recupera um  $\epsilon_r$  próximo ao obtido usando a otimização de parâmetro único, sem introduzir erro significativo nas outras duas variáveis. No entanto, variações mais significativas são relatadas usando cal[2].

Observando os valores do PU com e sem NTCs, as propriedades dos nanocompósitos foram alteradas, validando as propriedades magnéticas e resistivas do material. Isso é observado

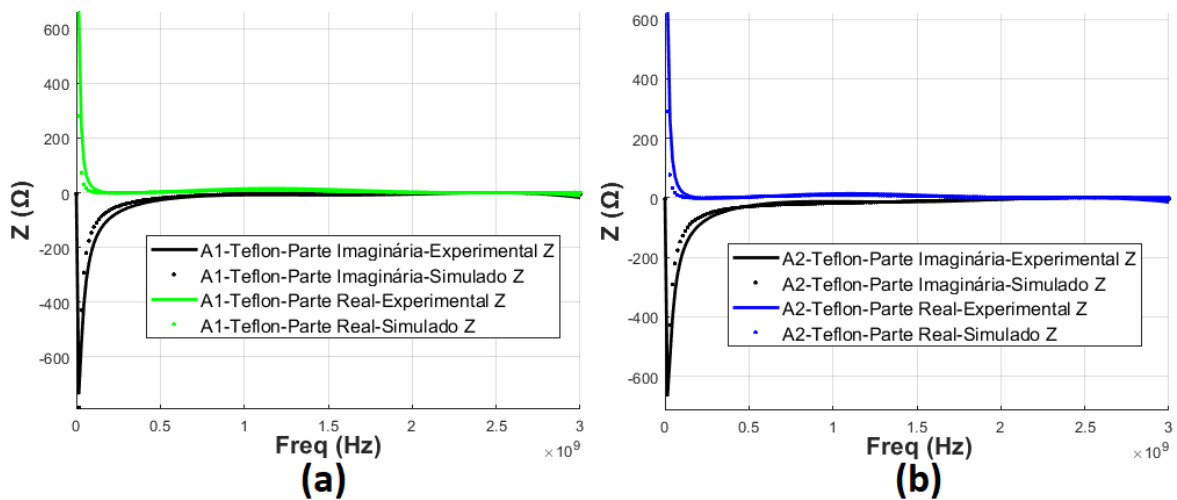


Figura 5.11: Parte Imaginária e Real de  $|Z|$  do material de Teflon - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2

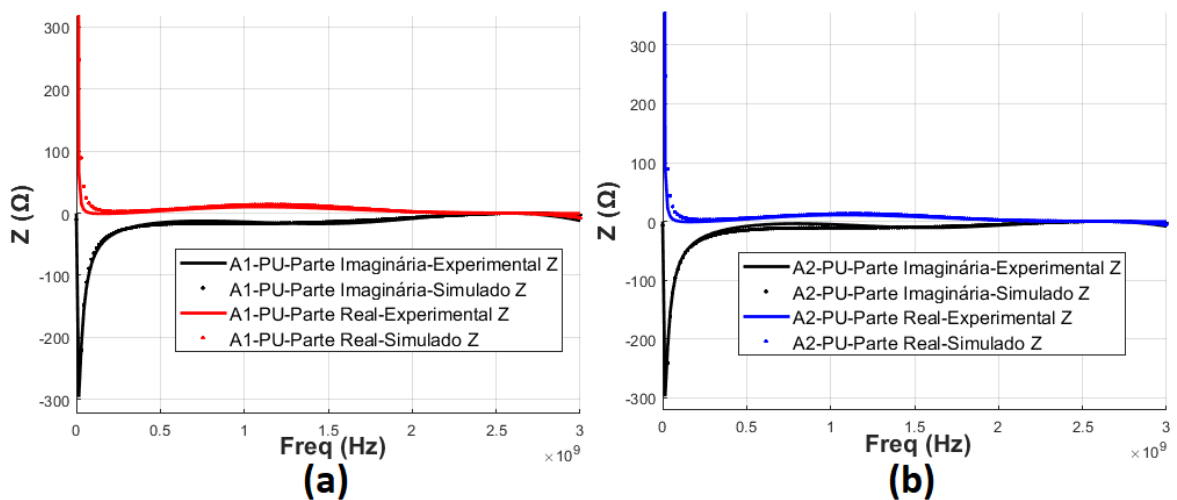


Figura 5.12: Parte Imaginária e Real de  $|Z|$  do material de PU - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2

em PU+NTCs pelo aumento de  $\mu_r$  e  $\sigma$  em relação ao PU puro. Adicionalmente, observa-se também um aumento do  $\epsilon_r$  do material.

Um estudo utilizando matriz polimérica de poliuretano com Nanotubos de carbono de Paredes Múltiplas (MWCNTs) foi apresentado em [43]. Os autores utilizaram a faixa de frequência de 5 GHz a 50 GHz para realizar uma caracterização eletromagnética de um conjunto de amostras com 5%, 10% e 20% do nanomaterial na matriz polimérica. Assim como o observado neste trabalho, foi observado um aumento na permissividade elétrica do material PU+NTCs em relação ao PU puro, porém os autores não exploraram as propriedades magnéticas das amostras.

MWCNTs foram incorporados em uma matriz polimérica de poliuretano em [44]. Assim como em [43] os autores usaram uma sonda coaxial para caracterizar o nanocompósito na

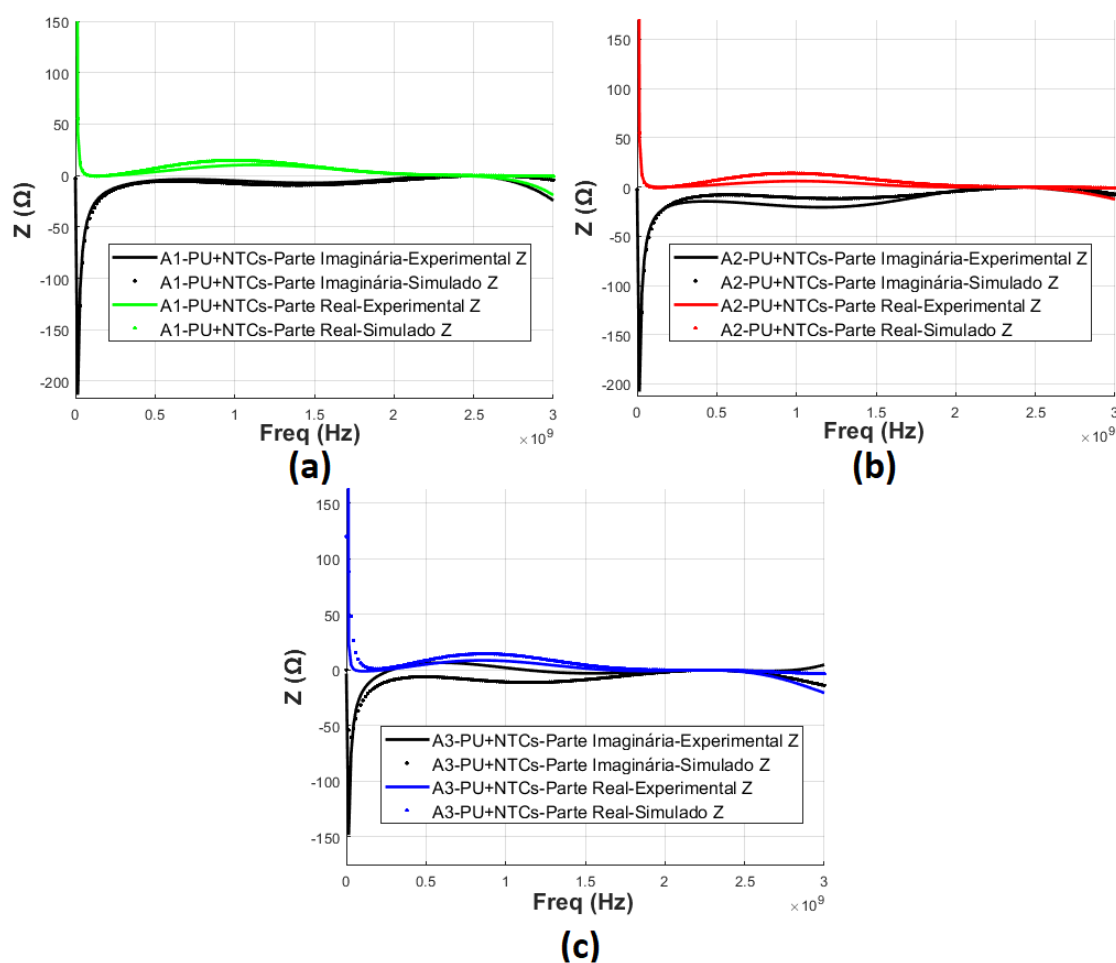


Figura 5.13: Parte Imaginária e Real de  $|Z|$  do material PU+NTCs - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado). (a) Amostra A1, (b) Amostra A2 e (c) Amostra A3

faixa de 0,1 GHz a 13,6 GHz. A porcentagem em massa do nanomaterial para as amostras foram de 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 8% e 10%. Um aumento na permissividade elétrica das amostras também foi observado com o aumento em massa de NTCs no material PU. Os autores também não exploraram as propriedades magnéticas das amostras.

Em ambos os casos, em relação aos resultados apresentados nesse trabalho, é possível fazer apenas uma avaliação qualitativa devido às diferenças de equipamentos e métodos utilizados nos diferentes estudos. A geometria do reator, o tipo de catalisador e o gás hidrocarboneto são variáveis que podem influenciar no número de paredes e no comprimento dos nanotubos, assim como na sua pureza, o que implica diretamente nas características elétricas do nanomaterial. Até a conclusão deste trabalho, as referências [43] e [44] foram as mais próximas encontradas para comparar com os resultados apresentados. A comparação, mesmo que apenas qualitativa, com as referências apresentadas, somadas aos resultados obtidos com os materiais de referência, apontam para a aplicabilidade do método proposto.

A tabela 5.3 exibe a média aritmética e o desvio padrão experimental ( $s$ ) para os três parâmetros otimizados usando o método de calibração do conector em curto (cal[4]).

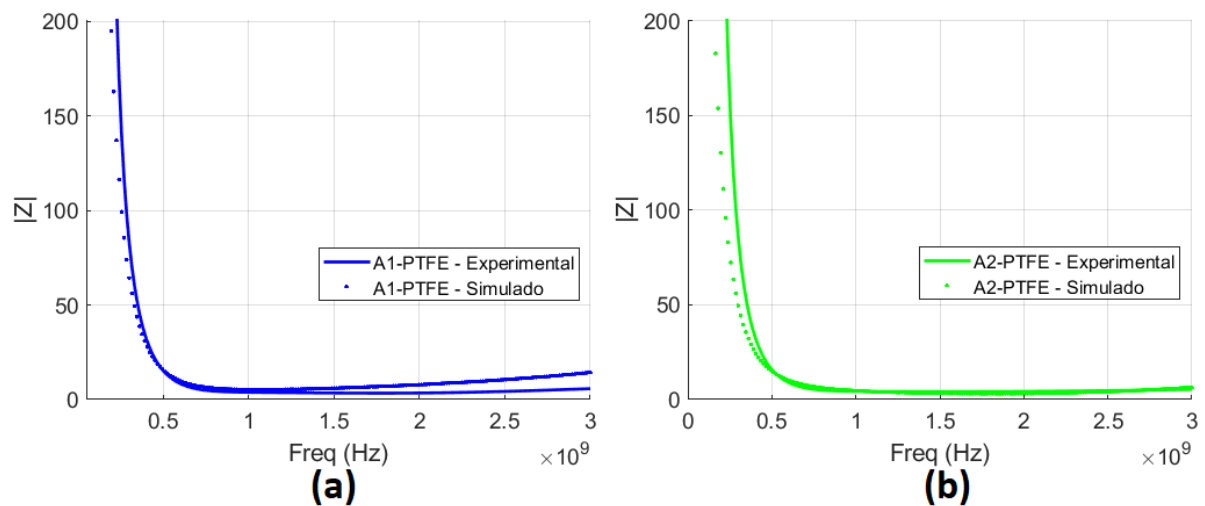


Figura 5.14:  $|Z|$  do material de Teflon - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2

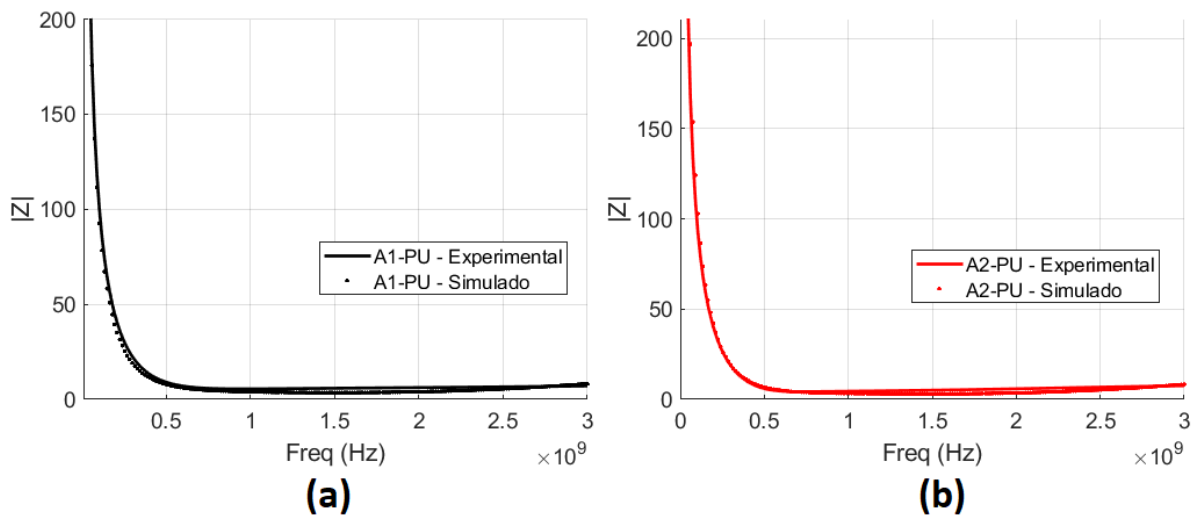


Figura 5.15:  $|Z|$  do material de PU - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2

A Tabela 5.4 exibe a média aritmética e o desvio padrão experimental ( $s$ ) para os três parâmetros otimizados usando o método de calibração de conector em curto e aberto (cal[2]).

Comparando os valores entre a Tabela 5.3 e a Tabela 5.4, o método que utiliza o conector em curto e aberto apresenta valores subestimados em relação ao esperado na Literatura. Este comportamento foi explicado anteriormente e está relacionado à calibração usando a calibração apresentada em [2]. A instabilidade deste método explica os altos valores do desvio padrão das amostras caracterizadas. Essa instabilidade também pode explicar o fato de não ter sido observado aumento da condutividade no nanocompósito.

Para o método com conector em curto, cal[4], os valores foram mais estáveis e com o menor desvio padrão das amostras.

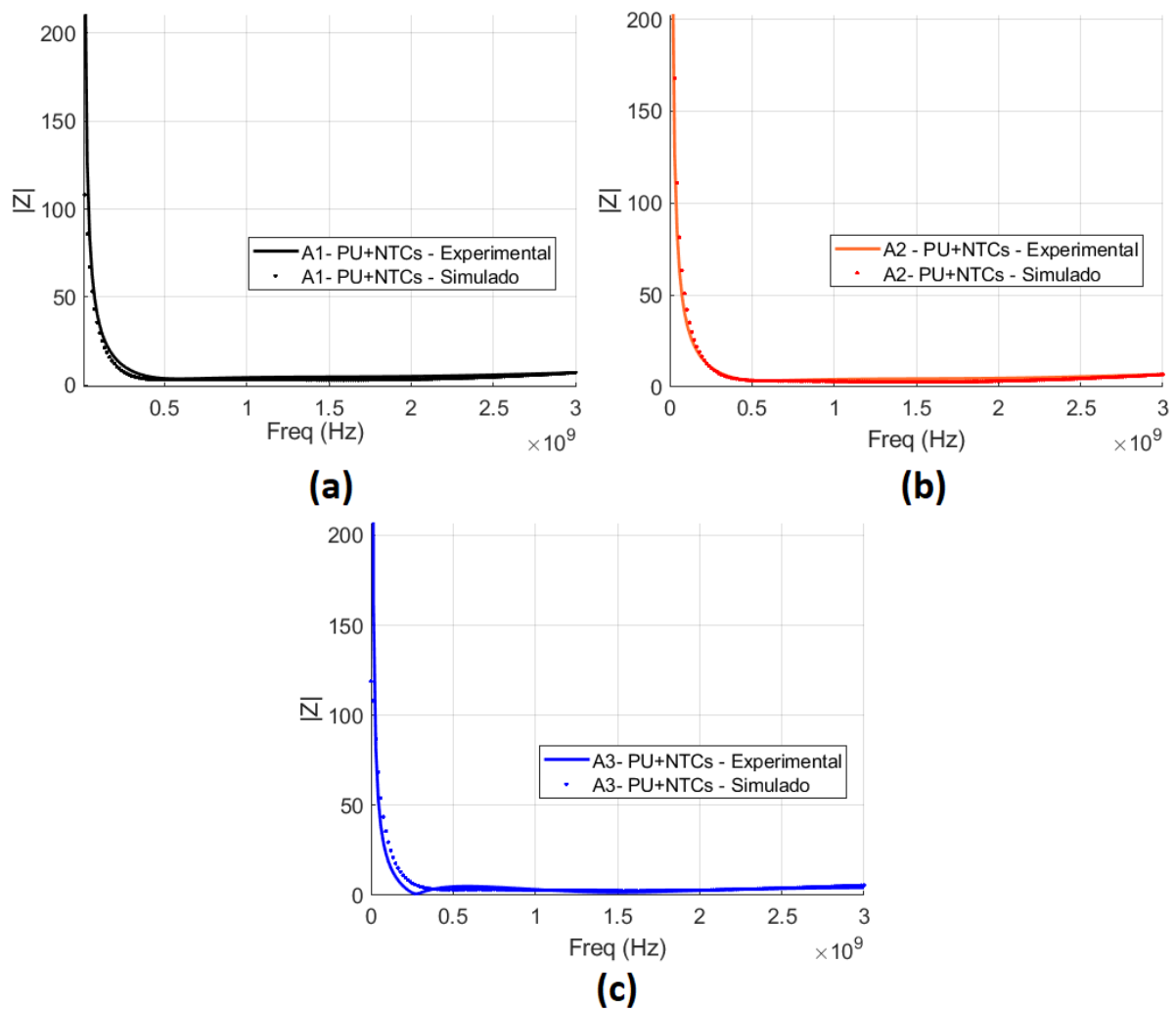


Figura 5.16:  $|Z|$  do material PU+NTCs - Cal. [4] - Conector em Curto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1, (b) Amostra A2 e (c) Amostra A3

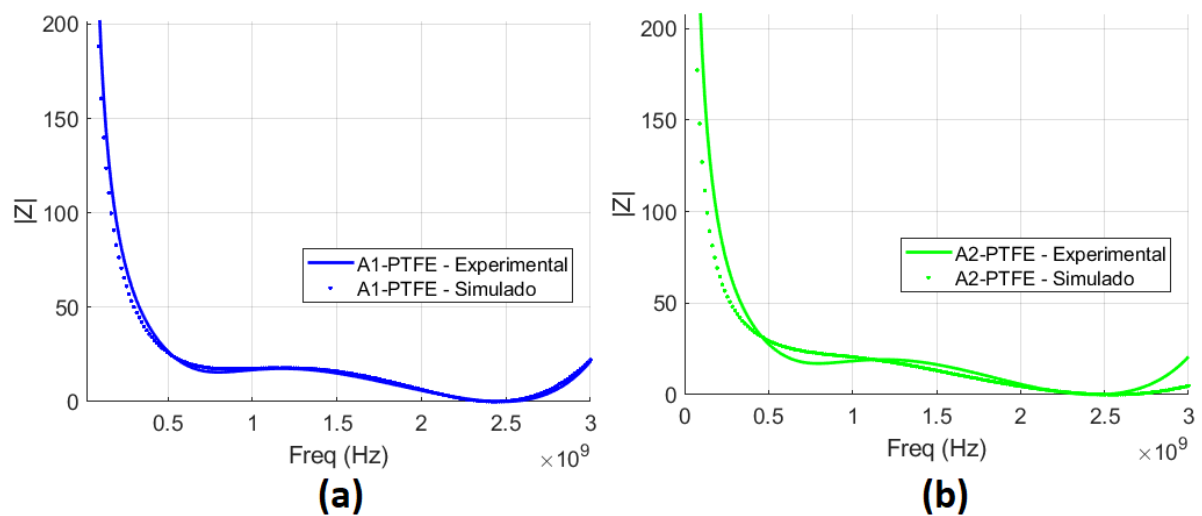


Figura 5.17:  $|Z|$  do material de Teflon - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2

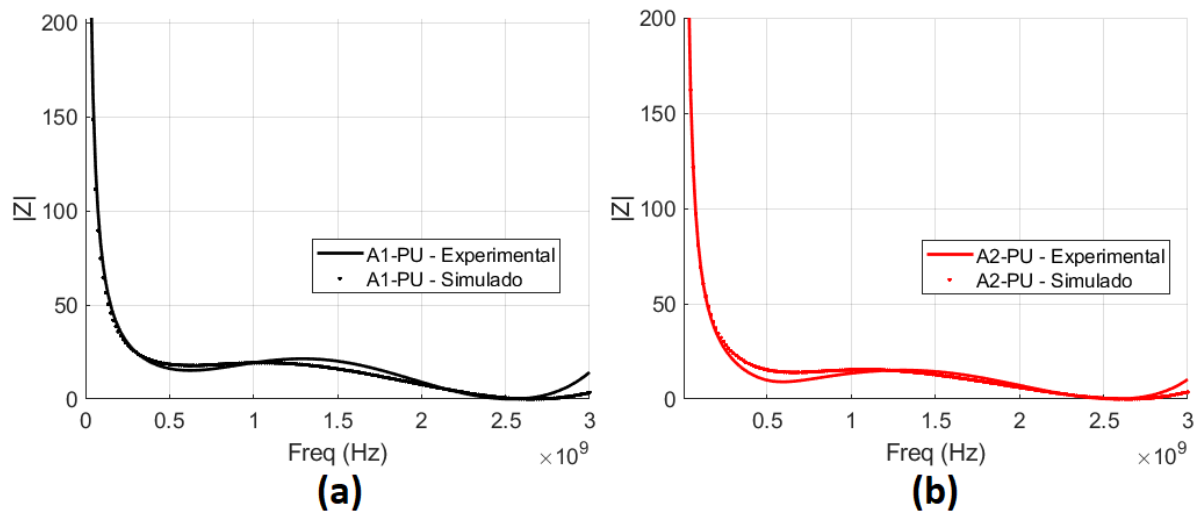


Figura 5.18:  $|Z|$  do material de PU - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1 e (b) Amostra A2

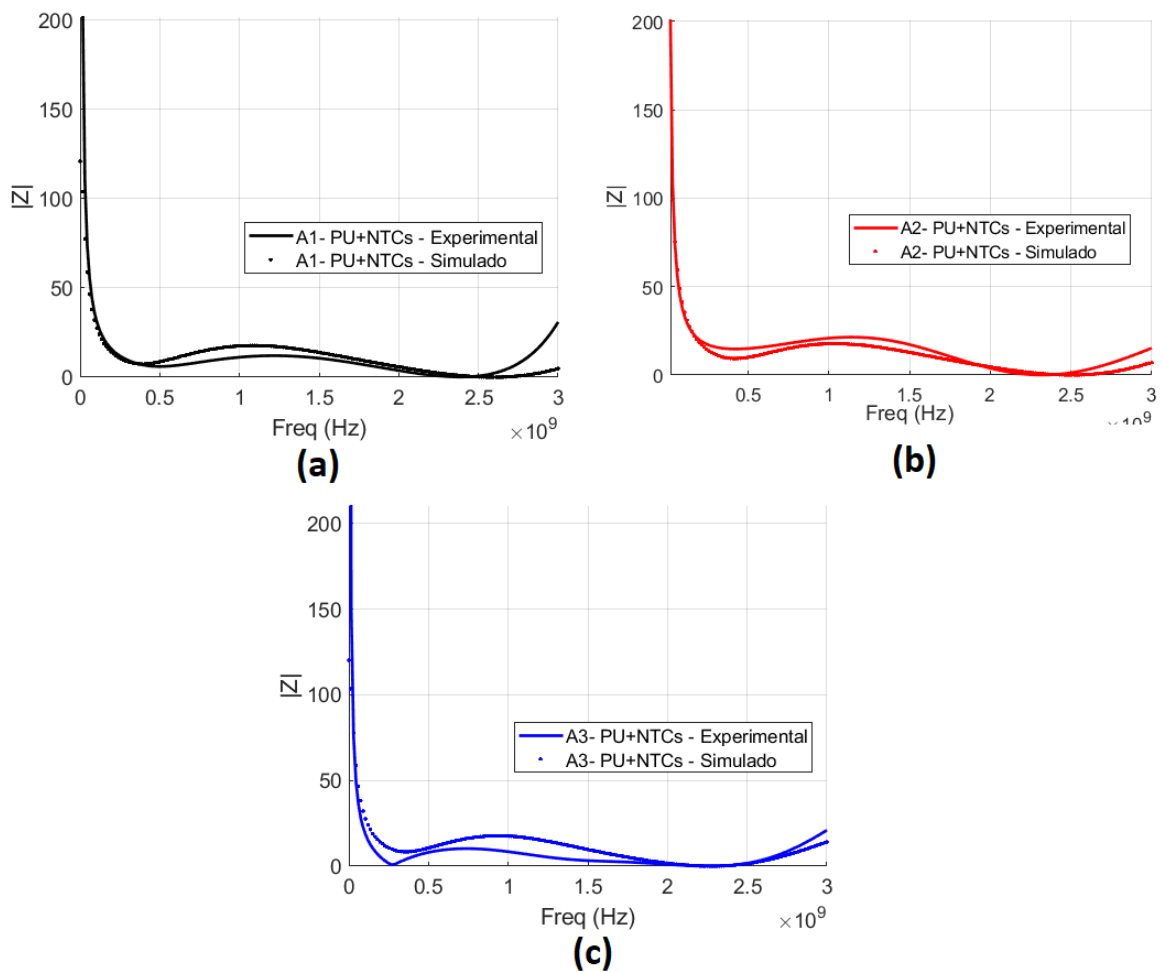


Figura 5.19:  $|Z|$  do material PU+NTCs - Cal. [2] - Conector em Curto e Aberto (Experimental e Simulado).(a) Amostra A1, (b) Amostra A2 e (c) Amostra A3

Tabela 5.2: Permissividade elétrica ( $\epsilon$ ), Permeabilidade Magnética ( $\mu$ ) e Condutividade Elétrica ( $\sigma$  S/m) para as amostras usando o processo de otimização de parâmetro único e de três parâmetros

Amostra	Parâmetro Único		Três Parâmetros					
	Cal.[4]	Cal.[2]	Cal.[4]			Cal.[2]		
	$\epsilon_r$	$\epsilon_r$	$\epsilon_r$	$\mu_r$	$\sigma$	$\epsilon_r$	$\mu_r$	$\sigma$
A1-PTFE	1,8	1,3	1,96	1,05	$6,00 \times 10^{-5}$	1,49	1,40	$5,33 \times 10^{-4}$
A2-PTFE	1,8	1,3	1,94	1,06	$6,10 \times 10^{-5}$	1,52	1,44	$3,97 \times 10^{-4}$
A1-PU	5,0	4,8	4,97	1,09	$7,20 \times 10^{-5}$	4,96	1,18	$9,58 \times 10^{-4}$
A2-PU	5,0	4,8	4,93	1,00	$7,50 \times 10^{-5}$	4,46	1,10	$8,92 \times 10^{-4}$
A1-PU+CNTs			11,01	3,34	$5,03 \times 10^{-3}$	6,06	1,53	$9,40 \times 10^{-5}$
A2-PU+CNTs			11,09	3,37	$5,08 \times 10^{-3}$	5,97	1,47	$9,10 \times 10^{-5}$
A3-PU+CNTs			11,11	3,39	$5,07 \times 10^{-3}$	6,00	1,42	$9,70 \times 10^{-5}$

Tabela 5.3: (cal. [4]) Valor médio aritmético e desvio padrão experimental (s)

Parâmetros	PTFE		PU		PU+CNTs	
	Média	s	Média	s	Média	s
$\epsilon_r$	1,95	0,01	4,95	0,02	11,07	0,04
$\mu_r$	1,06	0,005	1,05	0,05	3,37	0,02
$\sigma$ (S/m)	$6,05 \times 10^{-5}$	$0,05 \times 10^{-5}$	$7,35 \times 10^{-5}$	$0,15 \times 10^{-5}$	$5,06 \times 10^{-3}$	$0,02 \times 10^{-3}$

Tabela 5.4: (cal. [2]) Valor médio aritmético e desvio padrão experimental (s)

Parâmetros	PTFE		PU		PU+CNTs	
	Média	s	Média	s	Média	s
$\epsilon_r$	1,51	0,02	4,71	0,25	6,01	0,04
$\mu_r$	1,42	0,02	1,14	0,04	1,47	0,04
$\sigma$ (S/m)	$4,65 \times 10^{-4}$	$0,68 \times 10^{-4}$	$9,25 \times 10^{-4}$	$0,33 \times 10^{-4}$	$9,40 \times 10^{-5}$	$0,06 \times 10^{-5}$

## Capítulo 6

# Conclusão e trabalhos futuros

### 6.1 Conclusão

O método de caracterização eletromagnética utilizando placas paralelas é uma técnica bastante difundida e conhecida da comunidade científica. Nessa dissertação, o método foi expandido além de suas limitações para caracterização utilizando a faixa de micro-ondas, e com o apoio de ferramentas de simulação e otimização computacional.

Os resultados para as amostras de PTFE e PU puro foram consistentes com a literatura em ambos os casos, utilizando as abordagens de otimização de parâmetro com um e com três graus de liberdades para as amostras analisadas.

Comparando os resultados obtidos com os das referências [43] e [44], é possível observar o mesmo comportamento qualitativo do aumento da permissividade elétrica das amostras de PU com NTCs. No entanto, em ambos os artigos, os autores não exploraram as propriedades magnéticas do material. Em nosso trabalho, conforme mostrado na Figura 4.2 (a), a adição do nanomaterial atribuiu às amostras um comportamento magnético que foi necessário investigar.

É possível concluir que o método é simples, com baixa complexidade na fabricação das amostras e com resultados consistentes com os apresentados na literatura.

O método, além de inovador, é de baixo custo e permitiu obter as propriedades constitutivas de filmes finos poliméricos e dos nanocompósitos poliméricos. Os resultados indicaram que a técnica é sensível aos métodos de calibração com resultados mais estáveis para o método que utiliza o conector em curto.

As propriedades constitutivas dos filmes de PU com NTCs apresentaram um aumento na permissividade elétrica, condutividade elétrica e permeabilidade magnética do material em relação ao filme de PU puro. Os resultados indicaram aplicações elétricas promissoras principalmente no desenvolvimento de sensores e estruturas para blindagem eletromagnética.

Apesar de utilizar um método de busca estocástico, a técnica é estável e sempre retorna o mesmo valor com desvios mínimos. O estudo apresentado pode ser utilizado como uma alternativa simples e eficiente para explorar as propriedades dos materiais. Embora um modelo de parâmetro constante (independente da frequência) tenha sido usado em nosso estudo para

caracterização eletromagnética, a metodologia pode ser facilmente utilizada em modelos com variação na frequência.

Importante informar que durante o período de mestrado os estudos e as pesquisas desenvolvidos nessa dissertação resultaram na publicação de um resumo apresentado no 15º Congresso Brasileiro de Eletromagnetismo, O CBMAG do ano de 2022, intitulado como *Electromagnetic Characterization of Polymer Films in the Microwave Range*. O resumo pode ser acessado pelo link <https://www.even3.com.br/anais/cbmag2022/471754>.

Um artigo intitulado como *Modified Parallel Plate Method for Electromagnetic Characterization of Thin Films in the Microwave Range* também foi publicado na revista *Measurement Elsevier* (Qualis Capes A1) e pode ser acessado pelo link <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2022.112069>.

## 6.2 Trabalhos Futuros

A fim de dar continuidade ao trabalho desenvolvido, pretende-se:

- Melhorar as técnicas de calibração com intuito de obter resultados ainda mais precisos;
- Pretende-se também correlacionar as variações das propriedades com os processos de síntese do nanomaterial, o que torna possível caracterizar o nanomaterial sintetizado no CTNANO UFMG e conseqüentemente ter a possibilidade de levantar as propriedades constitutivas de nanomateriais sintetizados fora do Centro da UFMG;
- Estudar outras técnicas de medição de baixo custo como por exemplo as *Fixtures* [4];
- Otimização do *setup* de medição para que seja possível avaliar outros filmes de forma mais rápida e simples;
- Aplicar o nanocompósito para revestimento em dispositivos de mitigação de problemas de compatibilidade eletromagnética.

## Referências Bibliográficas

- [1] L. Chen, C. Ong, C. Neo, V. Varadan, and V. Varadan. Microwave Electronics - Measurement and Materials Characterisation. John Wiley Sons, Inc., 2004.
- [2] Deniss Stepins and G. Asmanis. Measuring capacitor parameters using vector network analyzers. Electronics, 18:29–38, 2014.
- [3] Rastislav Dosoudil. Determination of permeability from impedance measurement using vector network analyzer. Journal of electrical engineering, 63:97–101, 2012.
- [4] Shohei Konya, Takayuki Sasamori, Teruo Tobana, and Yoji Isota. Calibration of impedance measurement of a balanced antenna using the s-parameter method. IEEE Antennas and Propagation Magazine, 40:62 – 65, 2010.
- [5] S. Iijima. Helical microtubules of graphitic carbon. Nature, 354:56–58, 1991.
- [6] A. Jorio, G. Dresselhaus, and M. Dresselhaus. Carbon nanotubes: Advanced topics in the synthesis, structure, properties and applications. Nature, 354:56–58, 1991.
- [7] M. C.G. Santos, D. R. da Silva, P. S. Pinto, A. S. Ferlauto, R.G. Lacerda, W. P. Jesus, P.F.R. Ortega T.H.R. da Cunha, and R. L. Lavall. Buckypapers of carbon nanotubes and cellulose nanofibrils: Foldable and flexible electrodes for redox supercapacitors. Electrochimica Acta, 349:459–512, 2020.
- [8] Cecilia Occhiuzzi, A. Rida, Gaetano Marrocco, and Manos Tentzeris. Rfid passive gas sensor integrating carbon nanotubes. Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on, 59:2674 – 2684, 2011.
- [9] Renchao Che, Lian-Mao Peng, X.F Duan, Qing Chen, and X.L Liang. Microwave absorption enhancement and complex permittivity and permeability of fe encapsulated within carbon nanotubes. Advanced Materials, 16:401 – 405, 2004.
- [10] Wei Zhang, Min Li Huagang Xiong ahd Shaokai Wang, and Yizhuo Gu. Electromagnetic characteristics of carbon nanotube film materials. Chinese Journal of Aeronautics, 28:1245–1254, 2015.
- [11] M. Neumayer, M. Flatscher, and T Bretterkieber. Coaxial probe for dielectric measurements of aerated pulverized materials. 2018 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC).

- [12] C. N. Works, T. W. Dakin, and F. W. Boggs. A resonant-cavity method for measuring dielectric properties at ultrahigh frequencies. Transactions of the American Institute of Electrical Engineers, 63:1–6, 1944.
- [13] Fábio Júlio F. Gonçalves, Alfred G. M. Pinto, Renato C. Mesquita, Elson J. Silva, and Adriana Brancaccio. Free-space materials characterization by reflection and transmission measurements using frequency-by-frequency and multi-frequency algorithms. Electronics, 7:1–6, 2018.
- [14] Bellucci Stefano, Maffucci Antonio, Maksimenko Sergey, Micciulla Federico, Migliore Marco D., Paddubskaya Alesia, Pinchera Daniele, and Schettino Fulvio. Electrical permittivity and conductivity of a graphene nanoplatelet contact in the microwave range. Materials, 11, 2018.
- [15] Rodrigo Lavall, Juliana Sales, Raquel Borges, Hallen Calado, José Machado, D. Windmöller, Glaura Silva, Rodrigo Lacerda, and Luiz Ladeira. Thermoplastic polyurethane and multi-walled carbon nanotubes nanocomposites for electrostatic dissipation. Química Nova, 33:133–140, 2009.
- [16] R. Verma, Kali Said, Jason Salim, Evans Kimathi, Maher Rizkalla, Sudhir Shrestha, Mitesh Agarwal, and Kody Varahramyan. Carbon nanotube-based microstrip antenna gas sensor. Midwest Symposium on Circuits and Systems.
- [17] R. Jaiswar, F. Mederos-Henry, V. Dupont, S. Hermans, J. P. Raskin, and I. Huynen. Inkjet-printed frequency-selective surfaces based on carbon nanotubes for ultra-wideband thin microwave absorbers. Journal of Materials Science: Materials in Electronics.
- [18] P. Rajesh, P. Kuldeep, R. Saraswati, S. Rana, and P. Vivek. Carbon nanotubes and their growth methods. Procedia Materials Science, 6:716–728, 2014.
- [19] Siva Yellampalli. Carbon Nanotubes, volume 1. 2016.
- [20] Thermal and Rheological Measurement Techniques for Nanomaterials Characterization. Chapter 9 - surface area analysis of nanomaterials. IntechOpen, 1:197–231, 2017.
- [21] W. Robin, B. Saientan, T. Tatjana, F. Paula, W. Wolfgang, B. Sonja, and F. Matthias. Adsorption of organic molecules on carbon surfaces: Experimental data and molecular dynamics simulation considering multiple protonation states. Journal of Colloid and Interface Science, 589:424–437, 2021.
- [22] Tiago Amarante de Barros Cardoso. Tintas de nanotubo de carbono e seu uso em língua eletrônica para sensoriamento de líquido. Dissertação (Mestrado em Física) - Programa de Pós Graduação em Física do Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal de Minas Gerais.

- [23] Vinícius H. Vivas, Marcelo C. Flores, Wander P. Jesus, André S. Ferlauto, Thiago H. R. Cunha, and Katia C. S. Figueiredo. Chemical vapor deposition graphene transfer onto asymmetric pmma support. *Applied Polymer Science*, 139:1, 2022.
- [24] Wei-De Zhang and Wen-Hui Zhang. Carbon nanotubes as active components for gas sensors. *Journal of Sensors - Hindawi Publishing Corporation*, 2009:1, 2009.
- [25] Gelza M. Barbosa, Marbey M. Mosso, Rogerio N. Rebello Filho, Fernando H. R. Monteiro, and L. F. Fernando. X-band microstrip antenna bandwidth enhancement using multi-walled carbon nanotubes. *2011 SBMO/IEEE MTT-S International Microwave and Optoelectronics Conference (IMOC 2011)*.
- [26] Dr. Tejendra Gupta, Bhanu Pratap Singh, Satish Teotia, Varun Katyal, Sanjay Dhakate, and R.B. Mathur. Designing of multiwalled carbon nanotubes reinforced polyurethane composites as electromagnetic interference shielding materials. *Journal of Polymer Research*, 20:169, 2013.
- [27] Hui Peng, Lijuan Zhang, Christian Soeller, and Jadranka Travas-Sejdic. Conducting polymers for electrochemical dna sensing. *Biomaterials*, 30:2132–2148, 2009.
- [28] Fabio S. Lisboa, Eduardo G. C. Neiva, Marcio F. Bergamini, Luiz H. Marcolino Junior, and Aldo J. G. Zarbin. Evaluation of carbon nanotubes/polyaniline thin films for development of electrochemical sensors. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 31:1093–1100, 2020.
- [29] Megha A. Deshmukh, Mahendra D. Shirsat, Almira Ramanaviciene, and Arunas Ramanavicius. Composites based on conducting polymers and carbon nanomaterials for heavy metal ion sensing (review). *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 48:293–304, 2018.
- [30] Simonas Ramanavicius and Arunas Ramanavicius. Conducting polymers in the design of biosensors and biofuel cells. *Polymers*, 13:1, 2021.
- [31] Jim Roberts, T. Imholt, Z. Ye, C. Dyke, D. Price, and James Tour. Electromagnetic wave properties of polymer blends of single wall carbon nanotubes using a resonant microwave cavity as a probe. *Journal of Applied Physics*, 95:4352–4356, 2004.
- [32] Q. Simone, G. Mauro, and S. Patrizia. Graphene and mwent printed films: Preparation and rf electrical properties study. *Journal of Nanomaterials*, 2019:9, 2019.
- [33] Ololade Sanusi, Patrizia Savi, Simone Quaranta, Ahmad Bayata, and Langis Roy. Equivalent circuit microwave modeling of graphene-loaded thick films using s-parameters. *Progress In Eletromagnetics Research*, 76:33–38, 2018.

- [34] Edward J., Jonathan L., Sean M., Premjeet C., and Raoul O. Analysis of the nicolson-ross-weir method for characterizing the electromagnetic properties of engineered materials. Progress In Electromagnetics Research, 157:31–47, 2016.
- [35] Sujitha Puthukodan, Ehsan Dadrasnia, Vinod V K Thalakkatukulathil, Horacio Lamela, Guillaume Ducournau, and Jean-Francois Lampin. Free space material characterization of carbon nanotube thin films at sub-terahertz frequencies. Journal of Electromagnetic Waves and Applications, 30:1–10, 2016.
- [36] Subash Vegesna, Fahmida Irin, Micah Green, and Mohammad Saed. Non-destructive technique for broadband characterization of carbon nanotubes at microwave frequencies. Journal of Electromagnetic Waves and Applications, 27:1372–1381, 2013.
- [37] Radwan Dib, Didier Vincent, and Ahmad Elrafhi. Measurement of the electromagnetic properties of thin-films using a microwave resonant cavity. Microwave and Optical Technology Letters, 61:15–19, 2019.
- [38] Manolis Georgioudakis and Vagelis Plevis. A comparative study of differential evolution variants in constrained structural optimization. Frontiers in Built Environment, 6:3, 2020.
- [39] J. S. Magalhaes Fernando and B. Oliveira Diogo. Design of low-cost microstrip patch antennas with robust optimization. Journal of Electromagnetic Waves and Applications, 35:454–465, 2021.
- [40] Tianxi Liu and G. Shuzhong. Properties of Polyurethane/Carbon Nanotube Nanocomposites. Polymer Nanotube Nanocomposites, 2010.
- [41] Petr Slobodian, Pavel Riha, Robert Olejnik, Jiri Matyas, and Rostislav Slobodian. Microstrip resonant sensor for differentiation of components in vapor mixtures. Sensors, 21:298, 2021.
- [42] Wong Jee Keen Raymond, Chandan Kumar Chakrabarty, Goh Chin Hock, and Ahmad Basri Ghani. Complex permittivity measurement using capacitance method from 300 khz to 50 mhz. Measurement, 46:3796–3801, 2013.
- [43] Muhammed Kallumottakkal, Mousa I. Hussein, Yousef Haik, and Tarik Bin Abdul Latif. Functionalized-cnt polymer composite for microwave and electromagnetic shielding. Polymers, 13:2073–4360, 2021.
- [44] J. Rajmohan, I. Hussein, Y. Haik, Q. Clemente, N. Vukadinovic, H. Khalifa, and A. Dassault. Polyurethane/multi-wall carbon nanotubes composites for microwave applications. Proceedings of the Nanotech France 2017 International Conference, 61:1–3, 2018.