

Análise das propriedades dielétricas do compósito LaNbO₄ - Bi₂O₃

Jorge Menezes Alves, Lwzardy Antônio Freitas de Azevedo; Lenardo José Saraiva de Castro; Francisco Enilton Alves Nogueira; Juscelino Chaves Sales; Felipe Felix do Carmo; Marcelo Antônio Santos da Silva; João Paulo Costa do Nascimento; Auzuir Ripardo de Alexandria; Daniel Xavier Gouveia; Antônio Sergio Bezerra Sombra

Resumo — Neste artigo são apresentadas a produção e a análise das propriedades dielétricas da antena de matriz LaNbO₄ (LNO) com adição de Bi₂O₃. Antes da adição, realizou-se análise por raios-X para comprovar que a fase LNO sintetizada estava livre de impurezas ou de fases secundárias. A temperatura de sinterização escolhida foi significativamente mais baixa do que a geralmente utilizada na literatura (> 1200°C). O estudo da antena revelou que o material adicionado operava na frequência de 4,78 GHz, apresentando perda de retorno inferior a -10 dB e valor percentual de 8,17% da largura de banda. Esses resultados indicam que o material obtido poderia ter aplicações na banda C.

Palavras-chave: LaNbO₄, Cerâmica, Antena, Compósito cerâmico.

Abstract — In this paper, the production and analysis of the dielectric properties of a LaNbO₄ (LNO) matrix antenna with the addition of Bi₂O₃ are presented. Prior to the addition, X-ray analysis was carried out to verify that the synthesized LNO phase was free of impurities or secondary phases. The chosen sintering temperature was significantly lower than what is generally used in the literature (> 1200°C). The antenna study revealed that the added material operated at a frequency of 4.78 GHz, presenting a return loss less than -10 dB and a bandwidth percentage of 8.17%. These results indicate that the material obtained could have applications in the C band.

Keywords: LaNbO₄, Ceramic, Antenna, Ceramic composite.

I. INTRODUÇÃO

Dentre os materiais pertencentes à família dos orto-niobatos, destaca-se o orto-niobato de lantânio (LaNbO₄), que é uma das cerâmicas mais pesquisadas desse grupo. Muitos estudos envolvendo essa cerâmica visam aprimorar suas propriedades, buscando melhorias para ampliar sua utilização e explorar novas áreas de aplicação. Esse material tem potencial em diversos campos, como optoeletrônica, dispositivos eletrônicos, sensores de hidrogênio, bateria de estado sólido e fotônica. Além disso, essa cerâmica tem sido objeto de investigação para aplicações em comunicações por micro-ondas e sistemas de radar; sendo que suas propriedades dielétricas o tornam promissor para uso em circuitos integrados e componentes eletrônicos [1,2].

De acordo com a literatura, quando a cerâmica LaNbO₄ (LNO) é sinterizada a 1250 °C esse material apresenta as seguintes propriedades dielétricas: permissividade de 19,3; tangente de perda igual a $2,75 \times 10^{-4}$, coeficiente de temperatura da frequência ressonante de +9 ppm/°C e um valor de Qxf acima de 50.000 GHz [3,4]. Além das propriedades dielétricas citadas, o LNO também possui outras características que fazem com que essa substância tenha diversas aplicações em diferentes áreas, tais como uso em células-solares; sensor de hidrogênio; óptico-eletrônicas; LED's; dentre outras [5,6]. No entanto, na literatura, pesquisas

voltadas para a utilização e aplicação dessa cerâmica de matriz LNO na produção de antenas dielétricas são escassos.

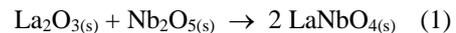
Uma vez que a temperatura de sinterização do LNO é elevada, é possível diminuir essa temperatura por meio do processo de dopagem com outros íons, sendo que a estratégia mais comum é a realização de adição de outro material cerâmico para assim obter um compósito.

Neste trabalho foi utilizado o óxido de bismuto (Bi₂O₃), uma vez que esse material é bastante usado na área de Ciência de Materiais, devido ao seu baixo ponto de fusão, o que permite ser utilizado como sinterizante, ou seja, ele pode atuar na diminuição da temperatura de sinterização de um material. Uma menor temperatura leva a menores custos, sendo que a intenção da adição é que sejam mantidas as principais características dielétricas do material.

II. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A. Produção da Cerâmica LNO adicionado com Bi

A síntese para a formação do composto cerâmico LNO foi realizada através da seguinte equação (1):



Após a pesagem dos reagentes, estes foram colocados em recipiente de poliacetal junto com 97,8g de esferas de óxido de zircônio (ZrO₂). Em seguida, esse recipiente foi colocado em moinho do tipo planetário da marca Fritsch modelo Pulverisette 5, pelo tempo de moagem de 4 horas, a uma velocidade de rotação de 360 rpm. Esse processo de moagem é necessário para fazer com que os reagentes possam ser homogeneizados.

Após a moagem dos óxidos, o material foi peneirado, para ser separado das esferas de óxido de zircônio (ZrO₂), e o material obtido na forma de pó foi colocado em cadinho de alumina para ser calcinado em 1200 °C por 4 horas em forno resistivo, operando com a taxa de aquecimento de 5 °C/min. Durante esta etapa, ocorre a reação entre os óxidos reagentes para a formação da fase cerâmica LaNbO₄ (LNO).

Com a formação da fase cerâmica LNO, foi feita a adição de 2% em massa de óxido de bismuto (Bi₂O₃), sendo que a homogeneização desse material foi realizada mecanicamente, macerado manualmente, com almofariz e pistilo de porcelana, durante o período de 5 minutos.

O pó moído foi colocado dentro de molde metálico e em seguida submetidos à pressão de 30 MPa, durante 5 minutos para obtenção de um compósito em formato de cilindro cerâmico a ser usado nas medidas de antena ressoadora dielétrica (DRA). Essa amostra foi chamada de LNOB2 e foi sinterizada a 1000 °C por um período de 4 horas, com taxa de

aquecimento de 5° C/min, sendo retirado quando o forno atingiu a temperatura ambiente.

B. Medidas Dielétricas em Micro-ondas.

As medidas dielétricas da amostra foram feitas com o uso da técnica Hakki-Coleman, empregando um analisador de rede para obter as propriedades dielétricas do compósito na região de micro-ondas [7]. A técnica Hakki-Coleman é amplamente utilizada para determinar as propriedades dielétricas de materiais cerâmicos na região de micro-ondas.

Esse método envolve a utilização de um analisador de rede, onde as medidas da frequência de ressonância e do fator de qualidade (Q) são realizadas. A partir dessas medidas, é possível calcular a permissividade relativa (ϵ'_r) e a tangente de perda dielétrica (tg δ) do material.

As amostras foram excitadas por uma sonda ou probe conectado a uma das portas do analisador. O probe é situado na superfície de um plano de terra de cobre. As amostras foram colocadas junto ao probe sobre o plano de terra e excitado por um eletrodo coaxial. O probe coaxial fixado ao plano de terra é conectado ao cabo do analisador de rede por um conector SMA.



Fig. 1. Analisador de rede para medidas das propriedades em micro-ondas.

Os valores de constante dielétrica (ϵ'_r), da tangente de perda dielétrica (tg δ), foram obtidos da frequência de ressonância do modo TE₀₁₁ em temperatura ambiente. As propriedades dielétricas, diâmetro e altura da amostra em formato cilíndrico do compósito LNOB2, obtidas na região de micro-ondas, estão descritos na Tabela I.

TABELA I. PROPRIEDADES DIELÉTRICAS OBTIDAS NA REGIÃO DE MICRO-ONDAS.

Amostra	D (mm)	H (mm)	ϵ'_r	tg δ
LNOB2	15,84	8,96	10,63	$1,38 \cdot 10^{-3}$

C. Coeficiente de temperatura da frequência de ressonância (τ_f)

O parâmetro que indica a estabilidade térmica do ressoador é conhecido como coeficiente de temperatura na frequência de ressonância (τ_f). Ele indica o quanto a frequência de ressonância varia com a mudança de temperatura.

Para obtenção das medidas de τ_f foi utilizada uma câmara de aquecimento para avaliar o deslocamento do modo HE₁₁₈ com o aumento da temperatura, sendo que a faixa de temperatura estudada foi de 30 a 80°C.

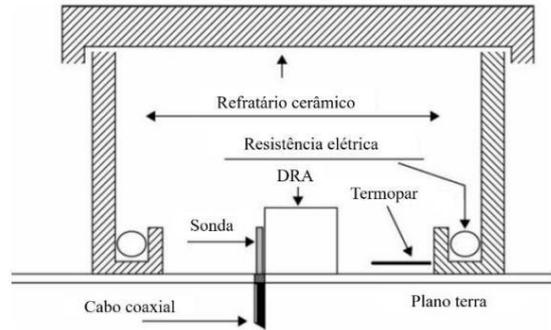


Fig. 2. Configuração experimental para a medição do τ_f .

Para a amostra LNOB2 foi observado um $\tau_f = + 22,50$ ppm/°C, que é bem próximo do valor de ± 10 ppm/°C, o qual materiais termicamente estáveis em micro-ondas devem apresentar. Levando em consideração os resultados obtidos para ϵ'_r , tg δ e τ_f pode-se afirmar que o material apresenta grande potencial de aplicação em dispositivos que operem em micro-ondas.

D. Simulação Numérica no HFSS

Os dados experimentais obtidos da perda de retorno (S_{11}), as medidas de frequência, e impedâncias real e imaginária foram obtidas em temperatura ambiente (26 °C) através de medidas de monopolo. O equipamento utilizado para medição das amostras em forma de cilindro cerâmico foi um analisador de rede da Agilent modelo PNA-L. As medidas foram obtidas da frequência de ressonância do modo TE₀₁₁.

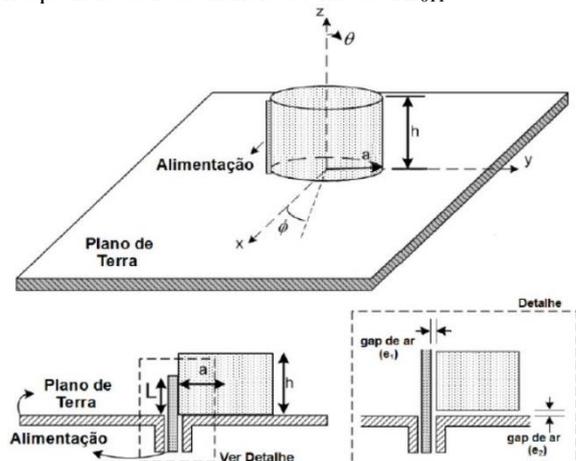


Fig. 3. Esquema de antena ressoadora cilíndrica.

Para analisar o comportamento da amostra do LNOB2 operando como antena foi utilizado o software HFSS® (High Frequency Structural Simulation) da Ansoft Corporation. Este software é amplamente utilizado no design de antenas, estudo e elaboração de elementos complexos de circuitos eletrônicos de RF, incluindo filtros e linhas de transmissão.

A simulação numérica foi alimentada com os parâmetros dielétricos de permissividade (ϵ_r') e tangente de perda dielétrica ($\tan \delta$) obtidos pelo método Hakki-Coleman. Além disso, as características geométricas da DRA e os gaps de ar gerados pelas imperfeições do cilindro cerâmico, plano de terra e da sonda, foram considerados como ponto de partida para a simulação no HFSS.

A validação do modelo numérico foi realizada através da comparação entre as medidas experimentais e simuladas do coeficiente de reflexão (S_{11}) e das impedâncias apresentadas pela amostra estudada.

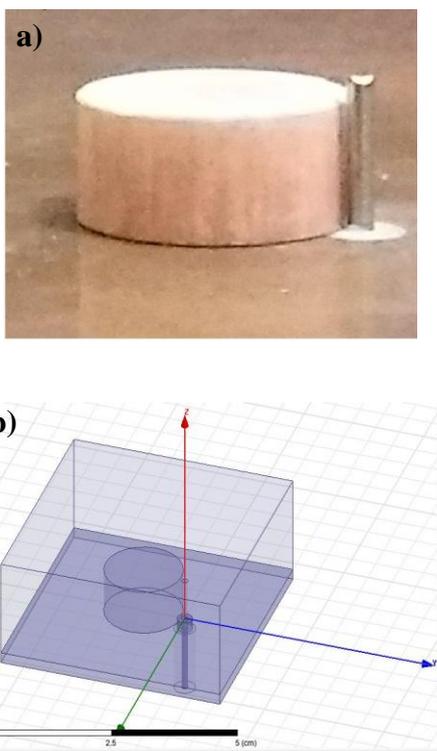


Fig. 4. Esquema da antena ressoadora cilíndrica LNOB2: a) Experimental, b) Modelo teórico usado na simulação numérica.

Nos gráficos do coeficiente de reflexão obtidos tanto por simulação numérica quanto experimental, apresentados na Figura 5, é possível observar boa concordância entre o experimental e o simulado, demonstrando que a simulação realizada é adequada. Além disso, observa-se que o coeficiente de reflexão obtido é bem menor do que -10 dB, indicando que a amostra LNOB2 funciona como antena ressoadora dielétrica.

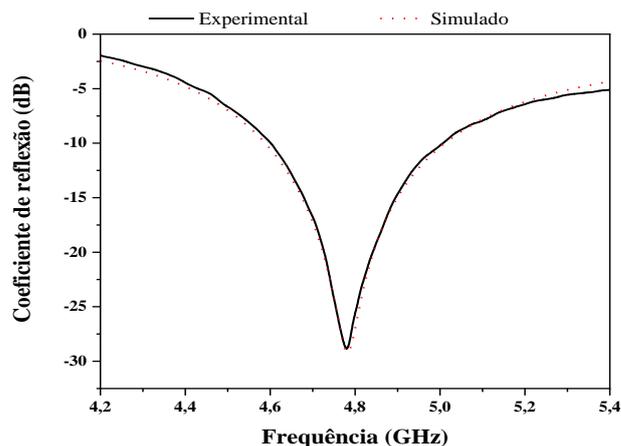


Fig. 5 Perda de Retorno da Antena LNOB2 simulado e experimental da Antena LNOB2.

Ainda com relação a figura 5, pôde-se calcular o valor percentual a largura de banda no coeficiente de reflexão a -10 dB dessa antena, sendo obtido um valor de 8,17%. Como observado, a antena opera na frequência de 4,78 GHz, logo o material opera na Banda C da região de micro-ondas.

As impedâncias de entrada, obtidas por meio da simulação numérica, demonstram uma excelente concordância com os resultados experimentais, conforme ilustrado nas Figuras 6 e 7. Os desvios observados na simulação numérica foram pequenos, o que reforça a precisão do modelo de simulação empregado.

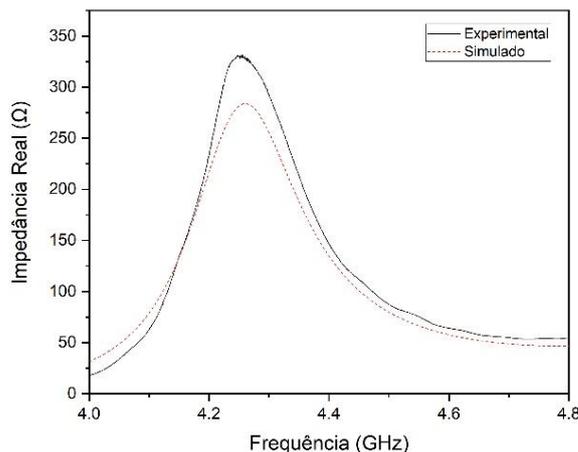


Fig. 6 Resultado simulado e experimental da Impedância real (Z') da Antena LNOB2.

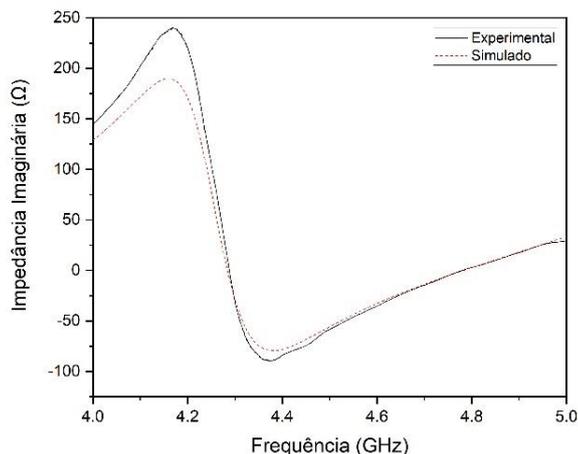


Fig. 7 Resultado simulado e experimental Impedância imaginária (Z'') da Antena LNOB2.

E. Futuras aplicações da cerâmica LNO

Uma vez que o modelo teórico se mostrou válido, os parâmetros de campo distante foram obtidos a partir da simulação realizada no software HFSS, sendo que os valores obtidos são apresentados na Tabela II.

TABELA II. PARÂMETROS DE CAMPO DISTANTE OBTIDOS PARA A AMOSTRA LNOB2 ATRAVÉS DE SIMULAÇÃO NUMÉRICA NO HFSS.

Amostra	Eficiência (%)	Ganho (dBi)	Directividade (dBi)
LNOB2	98,60	5,56	5,64

Como é possível notar, a amostra LNOB2 apresentou excelentes valores de ganho e eficiência confirmando que o material avaliado seria um candidato promissor para aplicações na banda C podendo ser aplicado em satélites, especificamente no enlace de descida (*downlink*), que é quando o sinal é transmitido para as estações de recepção terrestre.

Como apresentado no trabalho, a amostra LNOB2 possui interessantes propriedades dielétricas favoráveis, tornando-a um candidato interessante para aplicações em antenas ressoadoras dielétricas (DRA) em comunicações por satélite, especialmente na frequência de 4,78 GHz. Essa frequência é relevante para comunicação de dados, transmissão de TV e internet de banda larga via satélite. Algumas aplicações incluem:

- **Comunicação de Dados por Satélite:** As antenas DRA baseadas em LNO são materiais interessantes para comunicação de dados de alta velocidade via em satélites, e transmissão de dados para locais remotos. A baixa tangente de perda e a alta constante dielétrica da cerâmica LNO permitem uma eficiência de transmissão superior, resultando em menor perda de sinal e maior alcance.
- **Transmissão de TV por Satélite:** A frequência de 4,78 GHz está dentro da faixa utilizada para transmissão de TV

via satélite, podendo melhorar a qualidade de transmissão e estabilidade dos sinais de TV devido à sua estabilidade térmica e baixa perda de retorno. Proporcionando sinais mais claros e estáveis, garantindo que as antenas mantenham sua performance sob diferentes condições ambientais.

- **Navegação e Posicionamento:** Usadas em sistemas de navegação e posicionamento por satélite, como GPS e GNSS, oferecem maior precisão e a alta constante dielétrica da LNO permite a miniaturização das antenas, o que é valioso para satélites de pequeno porte e dispositivos móveis.

III. CONCLUSÕES

Neste trabalho foi demonstrado que com a adição de 2% de óxido de bismuto foi possível diminuir a temperatura de sinterização da matriz cerâmica LNO para 1000 °C sem grandes perdas das propriedades dielétricas.

Com relação a avaliação do material como antena, foi possível observar que o modelo de simulação numérica se mostrou adequado uma vez que os erros observados para o coeficiente de reflexão (S_{11}) e para as impedâncias foram baixos.

Referente aos parâmetros de campo distante observados, valor de ganho de 5,56 dBi, eficiência acima de 98%, operação na frequência de 4,78 GHz, combinados com a baixa perda de retorno e a alta constante dielétrica, demonstram que a amostra LNOB2 oferece vantagens significativas em termos de eficiência, ganho e estabilidade térmica, tornando esse material interessante para aplicações na banda C podendo ser aplicado em uma próxima geração de tecnologia para comunicação por satélite, especificamente no enlace de descida (*downlink*).

AGRADECIMENTOS

Ao Programa de Pós Graduação em Engenharia de Telecomunicações (PPGET) do IFCE, campus Fortaleza. Ao CNPq pela oferta de bolsa. A LCA Consulting. Ao Laboratório de Telecomunicações e Ciência e Engenharia de Materiais (LOCEM) da Universidade Federal do Ceará.

REFERÊNCIAS

- [1] HUANG, H. et al. Luminescence, energy transfer, and up-conversion mechanisms of Yb^{3+} and Tb^{3+} co-doped LaNbO_4 . *Journal of Alloys and Compounds*, v. 702, p. 209–215, 2017a.
- [2] HAKIMOVA, L. et al. Effect of isovalent substitution of La^{3+} in Ca-doped LaNbO_4 on the thermal and electrical properties. *Ceramics International*, v. 45, n. 1, p. 209–215, 2019.
- [3] *Mechanochemical Synthesis in the Multicomponent Systems*, ChemSusChem, 2016.
- [4] *Solid State Reaction*, Material Science and Engineering, 2018.
- [5] *Calcination Process in Abatement of Hazardous Wastes*, ScienceDirect, 2005.
- [6] *Synthesis and Characterization of Lanthanum Niobate (LaNbO_4) Powders*, *Journal of the European Ceramic Society*, 2002.
- [7] Hakki & Coleman, *IRE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 1960