



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM SISTEMAS DE
COMUNICAÇÃO E AUTOMAÇÃO**

DANILO DE SOUZA

**USO DO PENTÓXIDO DE NIÓBIO PARA APLICAÇÃO
COMO SUBSTRATO DE ANTENAS DE MICROFITA**

MOSSORÓ – RN

08/2015

DANILO DE SOUZA

**USO DO PENTÓXIDO DE NIÓBIO PARA APLICAÇÃO
COMO SUBSTRATO DE ANTENAS DE MICROFITA**

Dissertação de mestrado acadêmico apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Sistemas de Comunicação e Automação, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Sistemas de Comunicação e Automação.

Orientador: Prof. Dr. Idalmir de Souza Queiroz Júnior –
UFERSA

Co-orientador: Prof. Dr. Francisco Edson de Nogueira
Fraga

MOSSORÓ – RN

08/2015

**Ficha catalográfica preparada pelo setor de classificação e
catalogação da Biblioteca “Orlando Teixeira” da UFERSA**

S729u Souza, Danilo de.

Uso do pentóxido de nióbio para aplicação como substrato de
antenas de microfita. / Danilo de Souza. – Mossoró-RN, 2015.

161f. il.

1.Sistemas de comunicação. 2.Sistemas de automação. 3.
Pentóxido de nióbio. 4. Antenas de Microfita. 5. Sinterização.
I.Título.

CDD: 621.38210151

Bibliotecária: Marilene Santos de Araújo

CRB5 1013

DANILO DE SOUZA

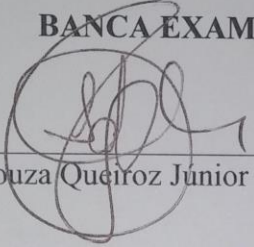
**USO DO PENTÓXIDO DE NIÓBIO PARA APLICAÇÃO
COMO SUBSTRATO DE ANTENAS DE MICROFITA**

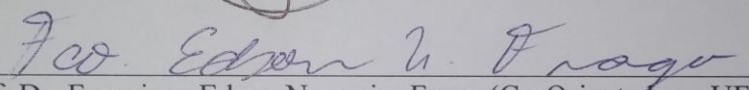
Dissertação de mestrado acadêmico apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Sistemas de Comunicação e Automação, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Sistemas de Comunicação e Automação.

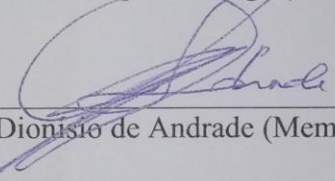
Linha de Pesquisa: Sistemas de Comunicação.

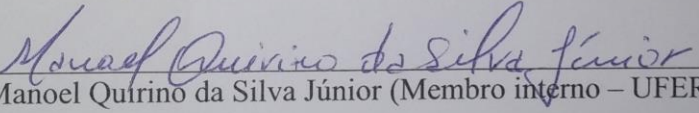
Defendida em: 26 / 08 / 2015.

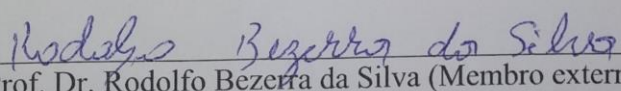
BANCA EXAMINADORA


Prof. Dr. Idalmir de Souza Queiroz Junior (Presidente e Orientador – UFERSA)


Prof. Dr. Francisco Edson Nogueira Fraga (Co-Orientador – UFERSA)


Prof. Dr. Humberto Dionísio de Andrade (Membro interno – UFERSA)


Prof. Dr. Manoel Quirino da Silva Júnior (Membro interno – UFERSA)


Prof. Dr. Rodolfo Bezerra da Silva (Membro externo – UERN)

Mossoró, 26 de Agosto de 2015

DEDICATÓRIA

Dedico a Judilita Silva de Souza e a Antônia Francisca de Sousa (in memorian).

AGRADECIMENTOS

A Emanuel Rebouças de Sousa.

A Deus, por tudo que tem feito em minha vida;

A minha avó, Judilita Silva de Souza, que sempre me incentivou ao estudo;

A minha mãe, Antonia Francisca de Souza, que, enquanto presente, esteve me ensinando sobre as dificuldades da vida;

Ao meu irmão, Emanuel Rebouças de Souza, por toda ajuda que me deu durante todo o período do mestrado;

Ao professor orientador, Idalmir de Souza Queiroz Júnior, por toda sua paciência, orientação e incentivo;

Ao professor co-orientador, Francisco Edson Nogueira Fraga, que me orientou de maneira eficaz nos momentos mais precisos e que indicou o estudo com o óxido de nióbio;

Ao professor Dr. Manoel Quirino da Silva Júnior, pela ajuda no ambiente do laboratório e por sua paciência;

Aos senhores João Barbosa Neto e Euclides Ferreira da Silva e ao professor Dr. Rodolfo Bezerra da Silva da UERN, pela ajuda e contribuição com o DRX, EDS, EDX e MEV;

Ao professor do laboratório da UFRN, Ronaldo de Andrade Martins, pela ajuda na caracterização elétrica;

À professora Msc. Valdenise Lopes do Nascimento do DCEN-UFERSA, por me colocar para ministrar aulas em horários compatíveis com meus horários de estudo;

Ao professor Dr. Antônio Ronaldo Gomes Garcia, pelas suas críticas e indicações convenientes;

Ao professor Humberto Dionísio de Andrade pelas palavras orientadoras;

À CBMM pelo fornecimento do pó de Nb_2O_5 para estudo;

A todos que contribuíram direta ou indiretamente para o êxito desse trabalho.

EPÍGRAFE

“As grandes ideias necessitam de grandes asas para os grandes voos. Mas nunca podem dispensar o trem de pouso”.

Umberto Eco (n. 1932), escritor italiano.

RESUMO

O presente trabalho estudou a aplicação do pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) individualmente como substrato de antenas de microfita, quando processado pela tecnologia do pó. O Pó com granulometria D_{50} $40\text{ }\mu\text{m}$ do Nb_2O_5 foi compactado nas pressões de 55 MPa, 111 MPa e 166 MPa e foi sinterizado nas temperaturas de 800 °C, 900 °C, 1000 °C e 1100 °C, durante 4 h. Subsequentemente, as amostras processadas foram caracterizadas elétrica, estrutural e mecanicamente. Na caracterização elétrica, foram obtidos valores da tangente de perdas e da permissividade elétrica em duas faixas de frequência (de 0,2 GHz a 4,0 GHz e de 8,2 GHz a 12,4 GHz). Na caracterização mecânica, o limite de resistência à tração foi calculado indiretamente pelo ensaio de compressão diametral. Na caracterização estrutural, foram calculados valores de porosidade e de variações percentuais mássicas e dimensionais. Além disso, as amostras foram caracterizadas pelos métodos de difração de raios-X, de microscopia eletrônica de varredura e de espectroscopia de energia dispersiva. Também foram confeccionados dispositivos com os substratos produzidos. Esses foram caracterizados na faixa de frequência de 2,0 GHz a 14,0 GHz. Dentre as conclusões obtidas, pode-se destacar que todos os dispositivos confeccionados funcionaram como antena; a variação dos parâmetros do processo de fabricação acarretou na variação das propriedades elétricas dos substratos e, conseqüentemente, nos parâmetros de funcionamento das antenas confeccionadas; os substratos produzidos se mostraram todos frágeis e pouco resistentes mecanicamente; os valores da permissividade elétrica e da tangente de perdas que foram obtidos condisseram com as indicações da bibliografia consultada.

Palavras-Chave: Pentóxido de nióbio. Antenas de Microfita. Sinterização.

ABSTRACT

This work studied the application of niobium pentoxide (Nb_2O_5) individually as substrate of microstrip antennas, when processed by powder technology. Powder with a particle size D_{50} of $40\text{ }\mu\text{m}$ Nb_2O_5 was compressed in the pressure of 55 MPa, 111 MPa and 166 MPa and was sintered at temperatures of $800\text{ }^\circ\text{C}$, $900\text{ }^\circ\text{C}$, $1000\text{ }^\circ\text{C}$ and $1100\text{ }^\circ\text{C}$ for 4 h. Subsequently, the processed samples were characterized electrically, physically and mechanically. In electrical characterization were obtained they loss tangent values and permittivity in two frequency bands ($0,2\text{ GHz}$ to $4,0\text{ GHz}$ and $8,2\text{ GHz}$ to $12,4\text{ GHz}$). In mechanical characterization, the tensile strength limit was calculated indirectly by diametrical compression test. In the physical characterization, their porosity, mass percentage variations and dimensional variations values were calculated. In addition, samples were characterized by the methods of X-ray diffraction, scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy. Devices were also made with the produced substrates. These were characterized in the frequency range of $2,0\text{ GHz}$ to $14,0\text{ GHz}$. Subsequently, several observations and conclusions were made. Among the main ones are: all made devices functioned as an antenna; the variation of the parameters of the manufacturing process resulted in changes in the electrical properties of the substrates, and consequently made the operating parameters antennas; all of the substrates produced seemed slightly weak and little mechanically resistant; the values of permittivity and loss tangent were according with the indications of the bibliography.

Keywords: Niobium Pentoxide. Microstrip Antennas. Sintering.

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Permissividade Elétrica Relativa e Tangente de Perdas* para Alguns Materiais.....	37
Tabela 02 – Principais fases do Nb ₂ O ₅ e suas respectivas variações polimórficas.....	51
Tabela 03 – Resultados dos Testes de Normalidade.....	75
Tabela 04 – Percentagens de Átomos e de Massa para Duas Amostras Caracterizadas por EDS.....	85
Tabela 05 – Valores dos Tamanhos Médios de Cristalito (em Angstroms).....	86
Tabela 06 – Percentagem de Nb ₂ O ₅ pelo Método EDX (%).....	87
Tabela 07 – Percentagem de SO ₃ pelo Método EDX (%).....	87
Tabela 08 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	115
Tabela 09 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800,0 °C.....	115
Tabela 10 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800,00 °C.....	116
Tabela 11 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	116
Tabela 12 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	117
Tabela 13 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	117
Tabela 14 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	118
Tabela 15 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	118
Tabela 16 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	119
Tabela 17 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	119

Tabela 18 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	120
Tabela 19 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 800 °C.....	120
Tabela 20 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	121
Tabela 21 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	121
Tabela 22 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	122
Tabela 23 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	122
Tabela 24 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	123
Tabela 25 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	123
Tabela 26 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	124
Tabela 27 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	124
Tabela 28 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	125
Tabela 29 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	125
Tabela 30 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	126
Tabela 31 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 900 °C.....	126
Tabela 32 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	127
Tabela 33 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	127
Tabela 34 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000,00 °C.....	128

Tabela 35 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	128
Tabela 36 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	129
Tabela 37 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	129
Tabela 38 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1000, °C.....	130
Tabela 39 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	130
Tabela 40 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	131
Tabela 41 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	131
Tabela 42 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	132
Tabela 43 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1000 °C.....	132
Tabela 44 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	133
Tabela 45 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	133
Tabela 46 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	134
Tabela 47 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	134
Tabela 48 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	135
Tabela 49 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	135
Tabela 50 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	136
Tabela 51 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1100,00 °C.....	136

Tabela 52 – Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	137
Tabela 53 – Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	137
Tabela 54 – Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	138
Tabela 55 – Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1100 °C.....	138
Tabela 56 – Porosidade dos Corpos Compactados a 55,51 MPa e Sinterizados a 800 °C.....	139
Tabela 57 – Porosidade dos Corpos Compactados a 111,03 MPa e Sinterizados a 800 °C.....	139
Tabela 58 – Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 800 °C.....	139
Tabela 59 – Porosidade dos Corpos Compactados a 55,51 MPa e Sinterizados a 900 °C.....	140
Tabela 60 – Porosidade dos Corpos Compactados a 111,03 MPa e Sinterizados a 900 °C.....	140
Tabela 61 – Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 900 °C.....	140
Tabela 62 – Porosidade dos Corpos Compactados a 55,51 MPa e Sinterizados a 1000 °C.....	141
Tabela 63 – Porosidade dos Corpos Compactados a 111,03 MPa e Sinterizados a 1000 °C.....	141
Tabela 64 – Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 1000 °C.....	141
Tabela 65 – Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 1100 °C.....	142
Tabela 66 – Porosidade dos Corpos Compactados a 111,03 MPa e Sinterizados a 1100 °C.....	142
Tabela 67 – Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 1100 °C.....	142
Tabela 68 – Limite de Resistência à Tração para os Corpos de Prova Sinterizados a 800 °C.....	143

Tabela 69 – Limite de Resistência à Tração para os Corpos de Prova Sinterizados a 900 °C.....	144
Tabela 70 – Limite de Resistência à Tração para os Corpos de Prova Sinterizados a 1000 °C.....	145
Tabela 71 – Limite de Resistência à Tração para os Corpos de Prova Sinterizados a 1100 °C.....	146

LISTA DE FIGURAS

Figura 01 – Ilustração do espectro eletromagnético.....	31
Figura 02 – Gráfico da perda de retorno em função da frequência para uma antena e as indicações da frequência de ressonância, da frequência superior, da frequência inferior e da largura de banda.....	33
Figura 03 – Representação para uma antena de microfita comum.....	34
Figura 04 – Gráfico da perda de retorno em função da frequência para uma antena de microfita, variando-se somente a permissividade do substrato de 2,2 para 4,4.....	36
Figura 05 – Classificação para os materiais quanto à condutividade elétrica.....	38
Figura 06 – Classificação para diversos materiais quanto à condutividade elétrica.....	38
Figura 07 – Representação para um dipolo imerso em um campo elétrico e interação entre ambos.....	39
Figura 08 – Tensão média em (a) e as deformações em (b) que ocorrem em corpos submetidos ao ensaio de compressão diametral sem o uso de frisos.....	46
Figura 09 – Principais fases do Nb_2O_5 com suas respectivas temperaturas de formação.....	52
Figura 10 – Representação para fase TT- Nb_2O_5 . Os átomos de nióbio estão representados por pontos azuis e os de oxigênio por pontos vermelhos.....	53
Figura 11 – Representação para fase T- Nb_2O_5 . Os átomos de nióbio estão representados por pontos azuis e os de oxigênio por pontos vermelhos.....	53
Figura 12 – Representação para fase H- Nb_2O_5 . Os átomos de nióbio estão representados por pontos azuis e os de oxigênio por pontos vermelhos.....	54
Figura 13 – Diagrama de fase oxigênio-nióbio.....	54
Figura 14 – Representação para as parcelas dos fenômenos que ocorrem durante a sinterização: coalescimento e densificação.	57
Figura 15 – Fluxograma para o estudo estatístico de variáveis quantitativas contínuas: n corresponde ao número de indivíduos da amostra; (n-1) corresponde ao número de graus de liberdade da distribuição (abordado na seção 2.10.4); e σ corresponde ao desvio padrão da população.....	61
Figura 16 – Comparação da curva da distribuição normal (linha mais clara) e duas curvas da distribuição t de Student (para os graus de liberdade 2 e 5).	65
Figura 17: Fluxograma para a metodologia utilizada no presente trabalho.....	67

Figura 18 – Matriz utilizada para compactação das amostras.....	68
Figura 19 – Corpos-de-prova compactados.....	69
Figura 20 – Gráfico porosidade aberta vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	77
Figura 21 – Gráfico porosidade total vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	78
Figura 22 – Gráfico variação percentual linear no diâmetro médio vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	79
Figura 23 – Gráfico variação percentual linear na altura vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	80
Figura 24 – Gráfico variação percentual mássica vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	81
Figura 25 – Imagem obtida por MEV. Em (a): um grânulo do pó do Nb ₂ O ₅ fornecido pela CBMM; em (b): um exemplo de grânulo com mais de uma camada esférica (material compactado a 55 MPa e sinterizado a 900 °C).....	81
Figura 26 – Imagem do aspecto de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 900 °C sob diferentes resoluções. Em (a), um fragmento do material processado, escala de 100 µm; em (b), o cristalito formado, escala de 2 µm.....	82
Figura 27 – Um ponto onde ocorreu coalescimento de particulados devido ao efeito da sinterização. Material compactado em 111 MPa e sinterizado em 1000 °C.....	83
Figura 28 – Resultado fornecido pelo MEV para uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 800 °C. Wt% indica a percentagem em massa.....	84
Figura 29 – Imagem EDS formada. Em (a) a imagem estudada; em (b) imagem do oxigênio presente no composto; em (c) imagem do nióbio presente no composto.....	84
Figura 30 – Célula unitária do Nb ₂ O ₅ processado. As esferas brancas representam o nióbio e as esferas lilás representam o oxigênio.....	85
Figura 31 – Tamanho médio do cristalito para as diferentes temperaturas de sinterização e pressões de compactação.....	86
Figura 32 – Aspecto da fratura dos corpos-de-prova ensaiados pelo método da compressão diametral.....	88

Figura 33 – Gráfico limite de resistência a tração vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	89
Figura 34 – Limite de resistência à tração de material cerâmico a base de alumina.....	90
Figura 35 – Corpos utilizados na caracterização elétrica na faixa de frequência de 8,2 GHz a 12,4 GHz.....	91
Figura 36 – Permissividade elétrica em função da frequência para amostras sinterizadas a 800 °C.....	92
Figura 37 – Permissividade elétrica em função da frequência para amostras sinterizadas a 900 °C.....	93
Figura 38 – Permissividade elétrica em função da frequência para amostras sinterizadas a 1000 °C.....	93
Figura 39 – Tangente de perdas em função da frequência para amostras sinterizadas a 800 °C.....	94
Figura 40 – Tangente de perdas em função da frequência para amostras sinterizadas a 900 °C.....	94
Figura 41 – Tangente de perdas em função da frequência para amostras sinterizadas a 1000 °C.....	95
Figura 42 – Gráfico permissividade elétrica relativa vs. pressão de compactação para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	96
Figura 43 Gráfico permissividade elétrica relativa vs. porosidade total para todas as amostras confeccionadas sob diferentes temperaturas de sinterização.....	97
Figura 44 – Gráfico tangente de perdas vs. pressão de compactação para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	98
Figura 45 – Gráfico tangente de perdas vs. porosidade total para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.....	99
Figura 46 – Antena de microfita circular confeccionada para ser caracterizada.....	100
Figura 47 – Antena sendo caracterizada no analisador de redes. Em (a), o analisador com a antenas conectada na porta 1; em (b), o detalhe da conexão feita.....	101
Figura 48 – Perda de retorno para a as antenas cujos substratos foram sinterizados a 800 °C.....	102

Figura 49 – Perda de retorno para a as antenas cujos substratos foram sinterizados a 1000 °C.....	103
Figura 50 – Perda de retorno para a as antenas cujos substratos foram sinterizados a 1100 °C.....	104
Figura 51 – Difração de raios-X das amostras compactadas a 55 MPa.....	147
Figura 52 – Difração de raios-X das amostras compactadas a 111 MPa.....	148
Figura 53 – Difração de raios-X das amostras compactadas a 166 MPa.....	148
Figura 54 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 800 °C.....	149
Figura 55 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 800 °C.....	149
Figura 56 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 800 °C.....	150
Figura 57 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 900 °C.....	150
Figura 58 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 900 °C.....	151
Figura 59 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 900 °C.....	151
Figura 60 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 1000 °C.....	152
Figura 61 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 1000 °C.....	152
Figura 62 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 1000 °C.....	153
Figura 63 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 1100 °C.....	153
Figura 64 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 1100 °C.....	154
Figura 65 – Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 1100 °C.....	154
Figura 66 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 800 °C.....	155

Figura 67 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 800 °C.....	155
Figura 68 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 800 °C.....	156
Figura 69 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 900 °C.....	156
Figura 70 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 900 °C.....	157
Figura 71 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 900 °C.....	157
Figura 72 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 1000 °C.....	158
Figura 73 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 1000 °C.....	158
Figura 74 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 1000 °C.....	159
Figura 75 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 1100 °C.....	159
Figura 76 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 1100 °C.....	160
Figura 77 – Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 1100 °C.....	160
Figura 78 – Imagens da microestrutura de uma amostra do pó fornecido pela CBMM.....	161

NOMENCLATURA

Letras Latinas

De^+ e De^- – parâmetros do teste de Lilliefors

D_f – diâmetro final do corpo de prova

D_i – diâmetro inicial do corpo de prova

H_0 – hipótese nula

H_1 – hipótese um

H_f – altura final do corpo de prova

H_i – altura inicial do corpo de prova

L_f – comprimento final da amostra

L_i – comprimento inicial da amostra

M_f – massa posterior à sinterização

M_i – massa anterior à sinterização

V_M – volume que tem massa na amostra

V_{PA} – volume poroso aberto

V_{PT} – volume poroso total

V_T – volume total

V_i^- – tensão de entrada na conexão, na i -ésima porta da rede

V_i^+ – tensão refletida na conexão, na i -ésima porta da rede

X_A e X_B – eletronegatividades dos elementos envolvidos na ligação

a_n – constante

$e^{\{\}}$ – indicação da função exponencial

f_0 – frequência de operação da onda no vácuo

l_0 – comprimento útil inicial

m_a – massa da amostra

$m_{\text{líquido absorvido}}$ – massa do líquido absorvido
 p_i – parâmetro do teste de Lilliefors
 t_c – coeficiente de confiança para distribuição t de Student
 v_0 – velocidade de propagação da onda no vácuo
 $\bar{x}$ – estimador para média aritmética amostral
 z_i – padrão de distribuição normal acumulada
 $\rho_{\text{Nb}_2\text{O}_5}$ – massa específica do Nb_2O_5
 $\rho_{\text{líquido}}$ – massa do líquido utilizado na medição da porosidade aberta
 $\{x_i\}$ – conjunto com valores das variáveis da amostra ordenados
 A – área total dos limites dos grânulos do material
 A_0 – área da seção transversal do corpo de prova
 b – constante do teste de Shapiro-Wilk
 D – diâmetro do corpo de prova
 D_{50} – padrão de porosidade
 D_c – d_e crítico do teste de Lilliefors
 E – campo elétrico
 f_{inf} – frequência inferior
 f_r – frequência de ressonância
 f_{sup} – frequência superior
 H – altura do corpo de prova
 L – comprimento da amostra
 l-high – fase do pentóxido de nióbio
 m_s – massa do corpo seco
 m_u – massa do corpo úmido
 P – carga imposta no ensaio de compressão diametral
 R – raio da amostra
 S_{11} – perda de retorno

V – volume

V' – volume infinitesimal

z_c – z crítico

De – estatística do teste de Lilliefors

Er – margem de erro do intervalo de confiança

F – força

J – densidade de corrente

N – número de elementos da amostra

W – estatística do teste de Shapiro-Wilk

$f(\cdot)$ – função de distribuição normal de probabilidade

l – comprimento útil

m – massa

s – estimador do desvio padrão amostral

t – valor padrão da distribuição t de Student

x – valor de cada elemento da amostra (ou valor de uma variável aleatória)

ρ – massa específica

Letras Gregas

λ_0 – comprimento de onda no vácuo

μ_r – a permeabilidade magnética relativa do material

σ_R – tensão de ruptura pelo ensaio de compressão diametral

σ_{eng} – tensão axial de engenharia

φ_A – porosidade aberta

φ_T – porosidade total

$\Delta(\gamma A)$ – redução da energia total referente à sinterização

ΔA – variação da área dos grânulos

$\Delta\gamma$ – variação da energia superficial

μ – média populacional da variável

γ – energia específica de superfície (interfaces)

δ – defasagem da corrente induzida

ε – constante dielétrica relativa do meio material (ou permissividade elétrica relativa)

σ – desvio padrão populacional da variável

Σ – função soma (ou somatório)

ω – frequência angular da tensão

α – nível de significância do teste estatístico

$\alpha f, \beta, \gamma, \delta, \delta(\gamma''), \gamma'', \alpha$ difusa, $\xi, \beta(\alpha''), \beta'', \eta, \varepsilon f$ – diferentes fases do pentóxido de nióbio

ε' – parte real da permissividade elétrica

ε'' – parte imaginária da permissividade elétrica

λ – comprimento de onda num meio dielétrico

π – pi

σ – condutividade elétrica dum meio material

$\phi(\cdot)$ – função do teste de Lilliefors

Abreviações

% de característica iônica – percentual de característica iônica

PR_i – perda de retorno

APL – alongamento percentual linear

B-Nb₂O₅ – fase do pentóxido de nióbio com estrutura de fitas do tipo rutilo

EDS – método da espectroscopia de energia dispersiva usada no microscópio eletrônico

EDX – método da espectroscopia de energia usada no espectrômetro de fluorescência

$\exp\{\}$ – indicação da função exponencial

H-Nb₂O₅ – fase do pentóxido de nióbio formada em temperaturas altas

LRT – limite de resistência à tração

MEV – método da microscopia eletrônica de varredura

M-Nb₂O₅ – fase do pentóxido de nióbio formada em temperaturas media

pH – potencial hidrogeniônico

RPL – redução percentual linear

$\tan(\delta)$ – tangente de perdas

T-Nb₂O₅ – fase do pentóxido de nióbio formada em temperaturas baixas

TT-Nb₂O₅ – fase do pentóxido de nióbio formada em temperaturas muito baixas

VPLD – variação percentual linear no diâmetro

VPLH – variação percentual linear na altura

VPM – variação percentual mássica

LB - largura de banda

VPLC – variação percentual linear de comprimento

g. l. – graus de liberdade

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	27
1.1 OBJETIVO GERAL.....	27
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	27
2 LEVANTAMENTO BIBLIOGRÁFICO.....	30
2.1 ANTENAS.....	30
2.1.1 Alguns Parâmetros de Funcionamento das Antenas e Definição de Dispositivos Irradiantes como Antenas.....	31
2.1.1.1 Perda de Retorno.....	32
2.1.1.2 Frequência de Ressonância e Largura de Banda.....	32
2.1.2 Antenas de Microfita e o Substrato.....	33
2.1.2.1 Propriedades do substrato estudadas.....	34
2.2 PROPRIEDADES ELÉTRICAS.....	39
2.2.1 Permissividade elétrica e frequência de relaxação.....	39
2.2.2 Condutividade.....	40
2.2.3 Tangente de perdas.....	41
2.3 PROPRIEDADES FÍSICAS.....	41
2.3.1 Variação dimensional linear percentual ante a sinterização.....	42
2.3.2 Variação percentual de massa.....	43
2.3.3 Porosidades aberta e total.....	43
2.3.4 Massa específica.....	44
2.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	45
2.4.1 Ensaio de compressão diametral e o cálculo indireto do LTR.....	45
2.5 NIÓBIO.....	47
2.5.1 Pentóxido de nióbio.....	48
2.6 METALURGIA DO PÓ.....	55
2.6.1 Sinterização: tipos e mecanismo.....	56
2.7 NIÓBIO NA METALURGIA DO PÓ E NO DESENVOLVIMENTO DE SUBSTRATOS PARA ANTENAS DE MICROFITA.....	58
2.8 TRATAMENTO ESTATÍSTICO.....	59
2.8.1 Testes de normalidade e estratégia de estudo estatístico.....	60
2.8.2 Teste Shapiro-Wilk.....	61

2.8.3 Teste Lilliefors.....	63
2.8.4 Distribuição t de Student.....	64
2.8.5 Intervalos de Confiança.....	65
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	67
3.1 PRIMEIRAS AMOSTRAS (ESTUDO PRELIMINAR)	68
3.2 CONFEÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA.....	69
3.3 MEDIÇÕES DIMENSIONAIS E DE MASSA.....	70
3.4 MEDIÇÃO E CÁLCULO DA POROSIDADE.....	70
3.5 ENSAIO DE COMPRESSÃO DIAMETRAL.....	71
3.6 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA.....	71
3.7 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL.....	72
3.7.1 Caracterização por Difração de Raios-X	72
3.7.2 Caracterização pelo Método de EDX.....	72
3.7.3 Caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS.....	72
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	74
4.1 CÁLCULO DA MASSA A SER POSTA NA MATRIZ.....	74
4.2 SOBRE AS OBSERVAÇÕES PRELIMINARES E A NORMALIDADE DOS DADOS	74
4.3 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL.....	76
4.4 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA.....	88
4.5 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA.....	91
4.6 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DE DISPOSITIVOS CONFECCIONADOS.....	100
5 CONCLUSÕES.....	105
6 SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS.....	107
REFERÊNCIAS.....	108
APÊNDICE A – TABELAS COM VALORES DE MEDIÇÕES FÍSICAS REALIZADAS E COM VALORES DAS VARIAÇÕES DIMENSIONAIS E MÁSSICAS CALCULADAS.....	115

APÊNDICE B – TABELAS COM DADOS DAS POROSIDADES ABERTA CALCULADAS.....	139
APÊNDICE C – TABELAS COM OS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE COMPRESSÃO DIAMETRAL.....	143
APÊNDICE D – FIGURAS COM DIFRATOGRAMAS DE RAIOS-X.....	147
APÊNDICE E – FIGURAS COM CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA NO RANGE DE 8,2 GHz A 12,4 GHz.....	149
APÊNDICE F – IMAGENS OBTIDAS POR MEV.....	155

1 INTRODUÇÃO

Os sistemas de telecomunicações sem fio (*wire less*) estão em crescente avanço tecnológico e cada vez mais há a busca por materiais que tornem o desempenho dos diversos dispositivos mais adequados para aplicações particulares e que possam atender a determinados requisitos de projeto. Os dispositivos compactos de banda larga vêm recebendo atenção especial nas últimas décadas pela sua possibilidade de aliar bons parâmetros de funcionamento com dimensões reduzidas. Dentre esses dispositivos, estão as antenas de microfita (DIONÍSIO DE ANDRADE, 2013, p. 18).

É comum o uso desse tipo de antena em aparelhos móveis e portáteis como, por exemplo: telefones celulares, *palmtops*, *notebooks* e *handsets*. Basicamente, esses dispositivos planares consistem em duas placas condutoras separadas por um material dielétrico denominado substrato (BALANIS, 2009, p. 147). As características do substrato afetam o desempenho do dispositivo e os seus parâmetros de antena, como largura de banda e frequência de ressonância. Além disso, substratos com diferentes constantes de permissividade elétrica relativa podem mudar significativamente as dimensões da antena como um todo (KRETLY et al., 2004, p. 657). Assim, diversas pesquisas vêm sendo realizadas com intuito de desenvolver substratos para atender requisitos específicos de projeto, bem como possibilitar a miniaturização desse tipo de antena para diversas aplicações.

Dentre os materiais pesquisados para aplicação em substratos, estão os materiais cerâmicos, como, por exemplo, o nanotitanato de bário ($\text{Ba}_2\text{Ti}_9\text{O}_{20}$) (REGINA DA FONSECA, 2005, p. 02), o titanato de bário (BaTiO_3) (BERNAL, 2010, p. 24), o niobato de bismuto (BiNbO_4) (CARNEIRO FILHO, 2010, p. 45), dentre outros. Devido a suas propriedades peculiares (estabilidade química e física em elevadas temperaturas, baixa condutividade, altos valores de permissividade relativa), os óxidos em geral têm se mostrado bons candidatos para o estudo e desenvolvimento de materiais para esse tipo de aplicação (CALLISTER JR. E RETHWISCH, 2013, p. 653).

Em paralelo a isso, tem sido observada frequentemente em várias pesquisas a utilização da metalurgia do pó para produção desses substratos cerâmicos. Nesse processo, um pó ou uma misturas de pós é(são) submetido(s) a compactação e posterior aquecimento (sinterização), sendo que o produto final pode ser dotado de porosidade (CHIAVERINI, 1986, p. 136-160).

De maneira mais específica, nas pesquisas de Zhang et al. (2004, p. 329), Kruzynski de Assis (2008, p. 103) e Regina da Fonseca (2005, p.2) o material cerâmico pentóxido de nióbio foi utilizado como um dos componentes na obtenção de compostos para o substrato de antenas de microfita pelo método da metalurgia do pó. Na pesquisa de Zhang et al. (2004, p. 329), esse óxido se mostrou um melhor candidato que o óxido de tântalo devido a sua menor temperatura de sinterização, o que consiste num menor gasto de energia para fabricação, e seus bons resultados quando usado em compostos de baixas tangentes de perdas e de altas constantes de permissividade.

Em contrapartida, de acordo com o levantamento bibliográfico feito no presente texto, não foram encontradas pesquisas que aplicaram unicamente o pentóxido de nióbio na produção de substratos cerâmicos processados pelo processo da metalurgia do pó.

Além dessas indicações, o contexto atual do nióbio em relação ao Brasil é bastante favorável ao estudo para mais uma possibilidade de aplicação desse elemento. O Brasil é o detentor de aproximadamente 98% do nióbio do planeta, e por não ter tecnologia suficiente para aplicar esse material internamente, exporta 95 % do que produz (SOUZA, FERNANDES E GUERRA, 2013, p. 68-69). Por isso, o país carece de estudos que viabilizem a aplicação desse material em tecnologia de ponta, como é o caso das telecomunicações.

Nesse contexto, o presente texto propõe o uso do pentóxido de nióbio para aplicação como substrato de antenas de microfita.

1.1 OBJETIVO GERAL

- Compactar e sinterizar o Nb_2O_5 em diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização e caracterizá-lo estruturalmente, eletricamente e mecanicamente;
- Confeccionar dispositivos planares e executar sua caracterização elétrica.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar estruturalmente o pó de Nb_2O_5 fornecido pela CBMM, granulometria D_{50} 40 μm ;
- Compactar uniaxialmente o pó de Nb_2O_5 , granulometria D_{50} 40 μm , nas pressões de 55,51 MPa, 111,02 MPa e 166,54 MPa;

- Sinterizar o material compactado nas temperaturas 800 °C, 900 °C, 1000 °C e 1100 °C, por 4 h;
- Realizar medições dimensionais e de massa antes e depois da sinterização, para cada temperatura e pressão de compactação;
- Caracterizar estruturalmente o Nb₂O₅ processado pelos métodos de: Difração de Raios-X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS e EDX);
- Caracteriza fisicamente o Nb₂O₅ processado estabelecendo: a Porosidade Aberta (φ_A); a Variação Percentual Mássica (VPM); a Variação Percentual Linear no Diâmetro (VPLD); a Variação Percentual Linear na Altura (VPLH);
- Estabelecer valores médios para o Limite de Resistência à Tração (LRT) do Nb₂O₅ processado, pelo método indireto de compressão diametral;
- Caracterizar eletricamente o Nb₂O₅ processado quanto às propriedades: Permissividade Elétrica Relativa (ϵ); Tangente de Perdas ($\tan(\delta)$);
- Confeccionar e caracterizar eletricamente dispositivos planares, com o Nb₂O₅ processado e usado como substrato, obtendo o gráfico da perda de retorno em função da frequência.

2 LEVANTAMENTO BIBLIOGRÁFICO

Esse capítulo aborda o conteúdo relevante para o entendimento de todo o estudo desenvolvido no presente texto: antenas de microfita e o substrato; propriedades do substrato estudadas (propriedades elétricas, estrutural e mecânica); o nióbio e o pentóxido de nióbio; metalurgia do pó; caracterização estrutural; tratamento estatístico de dados amostrais.

2.1 ANTENAS

Uma **antena** é uma estrutura, usualmente feita de um material condutor, que tem sido designada para ter forma e tamanho que a fará irradiar potência eletromagnética de uma maneira eficiente (COLLIN, 1985, p. 13, grifo nosso). São dispositivos usados para emissão e recepção de ondas eletromagnéticas, que possibilitam a transmissão de dados sem o uso de cabos condutores (BALANIS, 2009, p.1).

De fato, quando uma corrente elétrica que varie com o tempo passa através de um condutor, energia eletromagnética é irradiada no espaço em sua volta. A intensidade e direção dos campos gerados e principalmente a maneira como eles interagem entre si, dependem basicamente de quatro fatores: forma de variação com o tempo das cargas elétricas (chamado excitação); forma da variação das cargas elétricas no espaço, que depende da geometria do condutor; do material que é constituído o condutor e do meio físico no qual o condutor está inserido (CARNEIRO FILHO, 2010, p. 8). Segundo Notaroš (2012, p. 507), nesse contexto, “algumas configurações de condutores são especialmente projetados para maximizar a irradiação eletromagnética, em determinadas direções e frequências”. Esses sistemas são denominados antenas.

Nos modelos de engenharia utilizados para o estudo das antenas, estas são vistas com impedâncias (cargas) e podem ser utilizadas tanto para emissão como para recepção de ondas eletromagnéticas. Isto pode ser observado na seguinte passagem.

Uma antena é a estrutura intermediária entre o espaço livre e o dispositivo de guiamento [...]. O dispositivo de guiamento, ou linha de transmissão, pode ter a forma de um cabo coaxial ou um tubo oco (guia de onda), sendo usado para transportar a energia eletromagnética da fonte de transmissão à antena ou da antena ao receptor. No primeiro caso, temos uma antena transmissora, e, no segundo, uma antena receptora (BALANIS, 2009, p. 1).

Existe uma grande variedade de tipos de antenas e cada tipo tem suas características e parâmetros peculiares. Um desses parâmetros é a frequência de operação. No presente texto, as frequências estudadas estão dentro da faixa de frequência de micro-ondas. Essa faixa pode ser observada na ilustração mostrada na Figura 01.

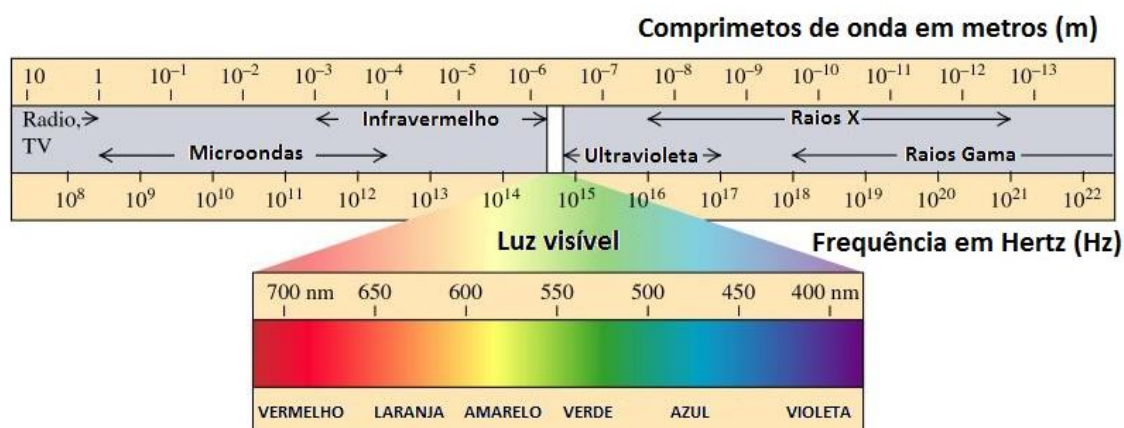


Figura 01: Ilustração do espectro eletromagnético.

Fonte: Adaptado de: Young e Freedman (2004, p. 375).

Além da frequência de operação, existem vários outros parâmetros característicos das antenas. A próxima seção aborda os parâmetros observados no presente texto e a modelagem utilizada para a sua compreensão.

2.1.1 Alguns Parâmetros de Funcionamento das Antenas e Definição de Dispositivos Irradiantes como Antenas

Balanis (2009, p. 17-72), lista vários parâmetros ditos fundamentais das antenas: diagramas de radiação, densidade de potência radiada, intensidade de radiação, largura de feixe, diretividade, eficiência, ganho, eficiência de feixe, largura de banda, polarização, impedância de entrada, eficiência de radiação, temperatura de antenas, etc. Carneiro Filho (2010, p. 16-21), também aborda sobre esses parâmetros: parâmetros de espalhamento, impedância, coeficiente de onda estacionária e perda de retorno, frequência de ressonância e largura de banda, fatores de qualidade e tangente de perdas. Desses, o parâmetro utilizado para aferir se um dispositivo funciona ou não como antena é a perda de retorno, que por sua vez varia com a frequência.

2.1.1.1 Perda de Retorno

Na interface entre a linha de transmissão e a antena, parte da energia transmitida é dispersa. De acordo com Pozar (2012, p. 58), a perda de retorno pode ser expressa por:

$$PR_i = -20 \log \left| \frac{V_i^-}{V_i^+} \right| \quad (1)$$

onde:

V_i^+ é tensão refletida na conexão;

V_i^- é tensão de entrada na conexão;

Nessa expressão, as unidades de tensão devem ser as mesmas no numerador e no denominador, e a unidade da perda de retorno o decibel, dB.

Para que um dispositivo que irradie energia eletromagnética seja considerado uma antena, ele deve apresentar para alguma frequência (ou intervalo de frequências) valores abaixo de -10 dB.

2.1.1.2 Frequência de Ressonância e Largura de Banda

De acordo com Balanis (2009, p. 39), a frequência central ou frequência de ressonância de uma antena, f_r , é o valor da frequência no ponto de menor valor de perda de retorno abaixo de -10 dB ($PR_i < -10$ dB). A largura de banda de uma antena, LB, pode ser definida como sendo a faixa de frequências em torno de sua frequência de operação, considerando-se os dois pontos com perda de retorno igual a -10 dB ($PR_i = -10$ dB). Estas frequências são denominadas de frequência inferior, f_{inf} , e frequência superior, f_{sup} , da faixa de frequências. É possível observar uma representação para estas definições na Figura 02.

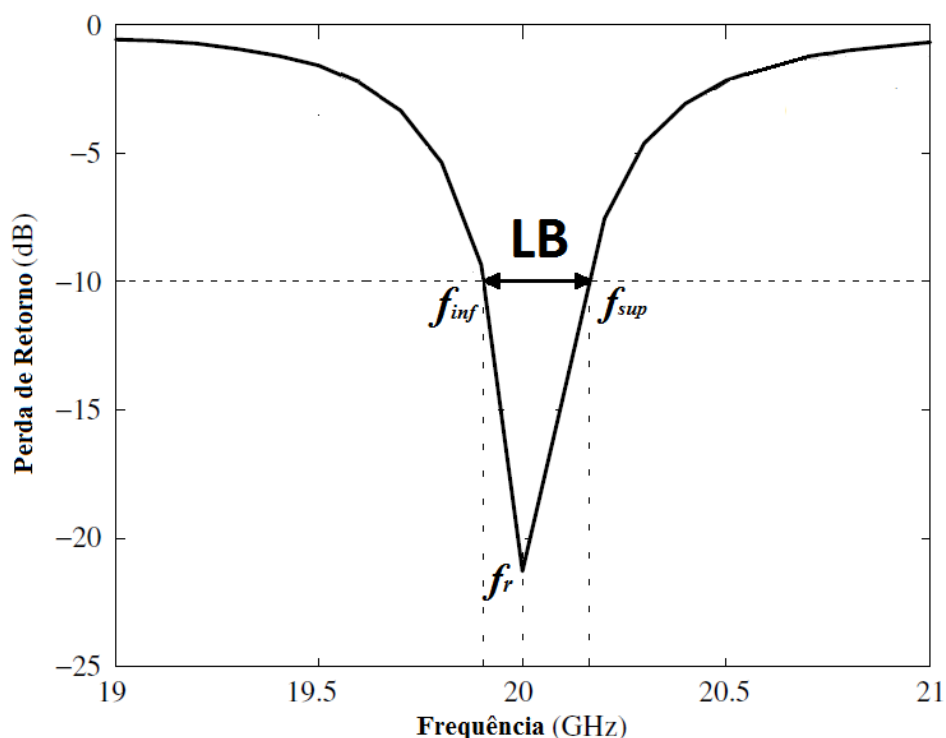


Figura 02: Gráfico da perda de retorno em função da frequência para uma antena e as indicações da frequência de ressonância, da frequência superior, da frequência inferior e da largura de banda. Fonte: Adaptado de: Balanis (2005, p. 984).

Importante lembrar que além da necessidade de uma antena apresentar perda de retorno abaixo de -10 dB, ela deve ser projetada de maneira a direcionar a energia eletromagnética irradiada numa determinada direção que depende de cada aplicação particular, da geometria da antena, dentre outros fatores. Para isso, existem os diagramas de radiação, mas este estudo não será abordado no presente texto.

2.1.2 Antenas de Microfita e o Substrato

Um dos tipos de antenas é a antena de microfita. Segundo Feitosa (2005, p. 19), Lacerda e Santos Jr. (2008, p. 3), e Linhares de Vasconcelos (2006, p. 4), esse tipo de antena consiste basicamente de um dispositivo planar composto por duas placas condutoras (a plaqueta ou patch e o plano de terra), paralelas, separadas por um material dielétrico (ou semiconductor) denominado **substrato**. É possível observar uma representação para uma antena de microfita e suas principais partes na Figura 03.

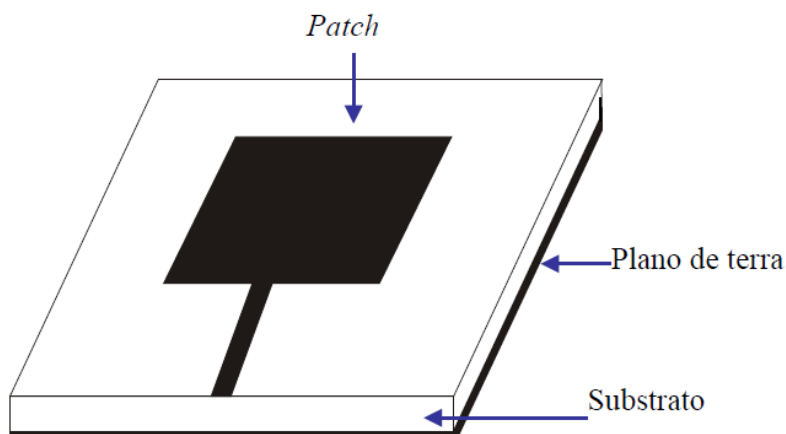


Figura 03: Representação para uma antena de microfitas comum. Fonte: Adaptado de: Linhares de Vasconcelos (2006, p. 4).

Segundo Deschamp, citado por Balanis (2005, p. 812), as antenas de microfitas foram idealizadas em 1953 e sua patente foi concebida em 1955 (Gutton; Baissinot; citado por Balanis, 2005, p. 812), sendo que elas receberam atenção considerável apenas a partir da década de 70.

De acordo com Dionísio de Andrade (2013, p. 18, grifo nosso),

Através de décadas de investigação, verificou-se que o desempenho e funcionamento de antenas de microfitas dependem principalmente da geometria usada para o elemento radiante (quadrada, retangular, etc.) e **das características do substrato** onde a antena está impressa. [...]. Este dispositivo planar inerentemente tem uma escassa largura de banda que normalmente é exigida para aplicações práticas. Além disso, as aplicações atualmente na área de sistemas de comunicação móvel, normalmente exigem antenas de menor dimensão, a fim de satisfazer a miniaturização das unidades móveis. Desta forma, o tamanho e boa largura de banda estão a tornar-se importantes para a concepção nas aplicações práticas de antenas de microfitas.

2.1.2.1 Propriedades do substrato estudadas

As características do substrato afetam o desempenho desse tipo de antena como um todo e, por vezes, limitam suas aplicações. A resistência mecânica é uma das propriedades importantes para ele, pois, a depender da aplicação, tanto a antena como o substrato são submetidos a solicitações mecânicas diversas. Chagas do Nascimento (2007, p. 82), por exemplo, afirma que “em aplicações aeronáuticas, devido ao aumento de equipamentos

aviônicos para navegação, comunicação e vigilância, várias antenas necessitam ser instaladas sobre a superfície externa das aeronaves”. A planaridade também é uma característica das antenas de microfita, onde as plaquetas metálicas são colocadas sobre os substratos aterrados (BALANIS, 2009, p. 4). Nesse sentido, solicitações como tração, compressão, cisalhamento, torção, flexão ou uma combinação dessas podem acometer o substrato, sendo que o tipo particular de solicitação depende essencialmente da aplicação da antena.

Outra propriedade também importante para o substrato é a sua constante de permissividade elétrica (ou constante dielétrica). De acordo com Bernal (2010, p. 21), quanto menor o comprimento de onda de trabalho, menor será a dimensão do substrato e, conseqüentemente, menor será o dispositivo (a antena de microfita). Isso porque a dimensão máxima de uma antena é proporcional ao comprimento de onda de trabalho.

Segundo Carneiro Filho (2010, p. 31), a relação é dada por:

$$\lambda = \frac{\lambda_0}{\sqrt{\mu_r \varepsilon}}, \quad (2)$$

onde:

λ é o comprimento de onda num meio dielétrico, dado em metros, m;

λ_0 é o comprimento de onda do vácuo, dado em metros, m;

ε é a constante dielétrica relativa do material, adimensional;

μ_r é a permeabilidade magnética relativa do material, adimensional.

Na Equação 02, é importante observar a dependência direta do comprimento λ_0 com a frequência de operação, que está implícita em

$$\lambda_0 = \frac{v_0}{f_0}, \quad (3)$$

onde:

v_0 é a velocidade de propagação da onda no vácuo;

f_0 é a frequência de operação da onda no vácuo.

De toda maneira, de acordo com Kretly et al. (2004, p. 657), altos valores de ε tornam possível a miniaturização da antena de microfita.

Trazendo essa abordagem para outra perspectiva, fixada uma geometria para a antena de microfita, a permissividade afeta os parâmetros e a frequência de ressonância dela. Tavares da

Silva (2014, p. 100), por exemplo, simulou computacionalmente como a mudança da permissividade afeta uma antena de microfita e os principais resultados foram: o decrescimento da frequência de ressonância e diminuição da largura de banda do dispositivo. Isso pode ser observado na Figura 04.

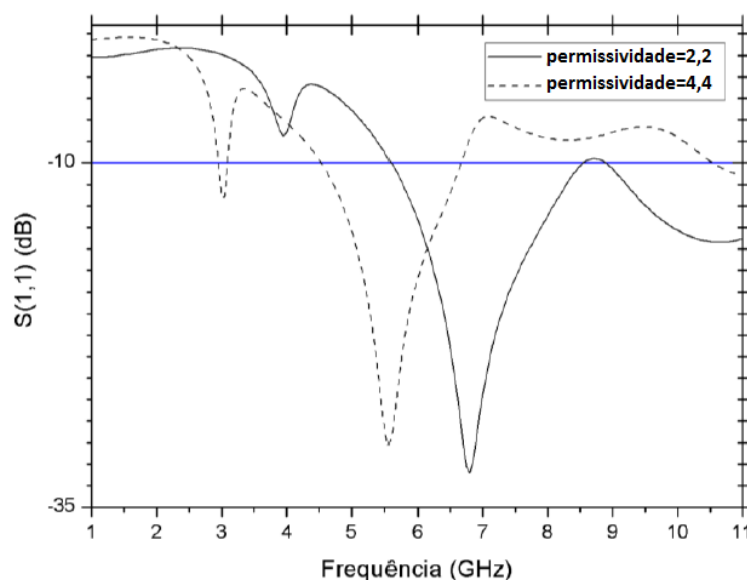


Figura 04: Gráfico da perda de retorno em função da frequência para uma antena de microfita, variando-se somente a permissividade do substrato de 2,2 para 4,4.

Fonte: Adaptado de: Tavares da Silva (2014, p. 101).

Os valores de permissividade elétrica comumente usados para os substratos de antenas de estão na faixa 2,2 a 12 (TAVARES DA SILVA, 2015, p. 21). Exemplos de várias matérias com permissividade diferentes pode ser observados na Tabela 01.

Tabela 01: Permissividade Elétrica Relativa e Tangente de Perdas* para Alguns Materiais

Material	Frequência	Permissividade Elétrica Relativa	Tangente de Perdas (25 °C)
Alumina (99,5%)	10 GHz	9,5–10.	0,0003
Tetratitanato de bário	6 GHz	37 ± 5%	0,0005
Cerâmica (A-35)	3 GHz	5,60	0,0041
Quartzo	10 GHz	3,78	0,0001
Arseneto de gálio	10 GHz	13,0	0,006
Nylon (610)	3 GHz	2,84	0,012
Parafina	10 GHz	2,24	0,0002
Poliestireno	10 GHz	2,54	0,00033

*A tangente de perdas será abordada na seção 2.2.3.

Fonte: Adaptado de: Pozar (2012, p.719).

Por fim, a condutividade elétrica também é uma propriedade muito importante a ser considerada. Quanto maior o seu valor para um dado material, maior a facilidade com que as cargas elétricas são transportadas através de sua dimensão (maior a corrente elétrica resultante). Também, quanto maior a corrente elétrica que atravessa um material, maior a energia dissipada na forma de calor (efeito Joule). Essa energia dissipada aquece o material e devido a isso, todas as suas propriedades podem ser afetadas. Inclusive, a temperatura do material pode atingir o seu ponto fusão para a referida pressão de operação. Esse é um fator limitante na utilização de materiais para o substrato, pois o referido material deve manter suas propriedades relativamente constantes em altas temperaturas.

Há uma classificação para os diversos materiais segundo sua condutividade elétrica em condutores (alta condutividade), semicondutores (média condutividade) e dielétricos (baixa condutividade). Callister Jr. e Rethwisch (2013, p. 6), classifica os diversos materiais conforme a Figura 05.

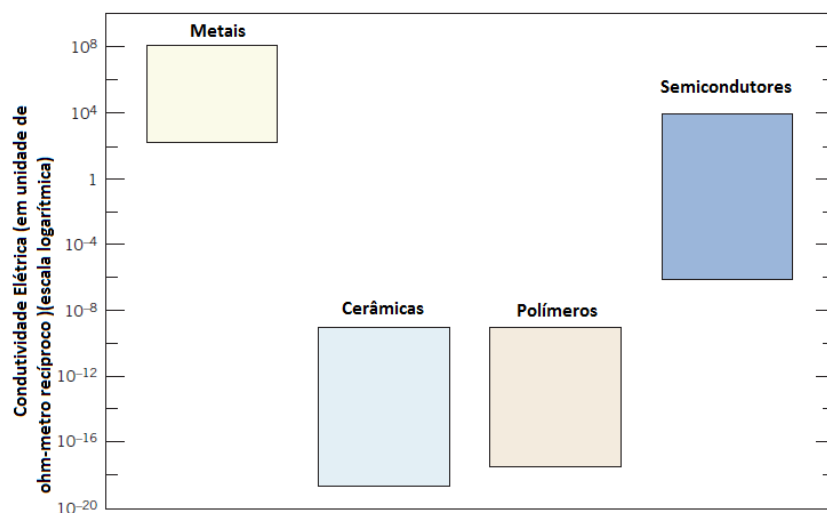


Figura 05: Classificação para os materiais quanto à condutividade elétrica.

Fonte: Adaptado de Callister Jr. (2007, p. 8).

Já Balanis (1989, p. 64), classifica diferentemente diversos materiais em faixas de valores de condutividade, como pode ser observado na Figura 06.

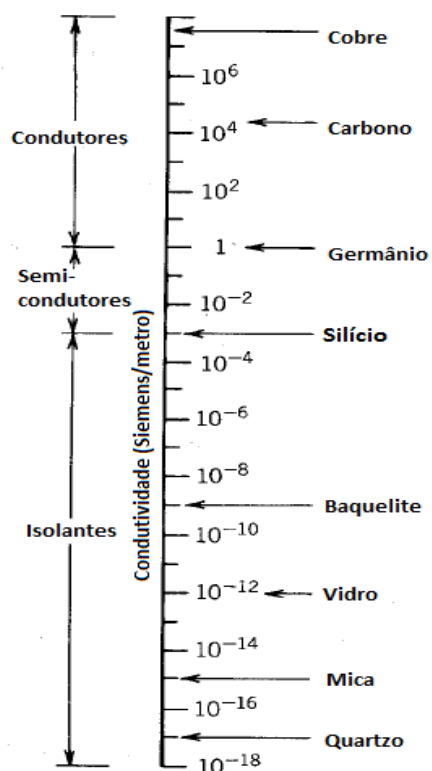


Figura 06: Classificação para diversos materiais quanto à condutividade elétrica.

Fonte: Adaptado de: Balanis (1989, p. 64).

Para aplicação em substratos de antenas de microfita, a condutividade pode ser relacionada com outra propriedade chamada tangente de perdas. De certa maneira, quanto maior a tangente de perdas, maior energia dispersa na forma de calor para o ambiente (efeito Joule). Assim, parte da energia eletromagnética que deveria ser irradiada pela antena é dispersa quando os substratos apresentam valores significativos para essa grandeza. Segundo Carneiro Filho (2010, p. 2), em um ressonador dielétrico com baixas perdas dielétricas deve-se ter um valor de tangente de perdas inferior a 0,001. Inclusive, o autor define o fator de qualidade, como o inverso da tangente de perdas.

As próximas seções tratam das propriedades físicas, elétricas e mecânicas de maneira específica, inclusive, define a tangente de perdas de maneira mais precisa.

2.2 PROPRIEDADES ELÉTRICAS

2.2.1 Permissividade elétrica e frequência de relaxação

A permissividade elétrica diz respeito à reorientação de dipolos elétricos¹ existentes num material quando eles são expostos a um campo elétrico externo. Devido à interação entre tais dipolos e um campo elétrico externo que seja aplicado ao material, ocorrerá um torque em cada um dos dipolos que tende a fazê-los se reorientar na direção das linhas de campo. Após a reorientação, o campo elétrico gerado pelos dipolos se superpõem ao campo externo. Uma ilustração para dipolos elétricos imersos num campo elétrico pode ser observada na Figura 07.

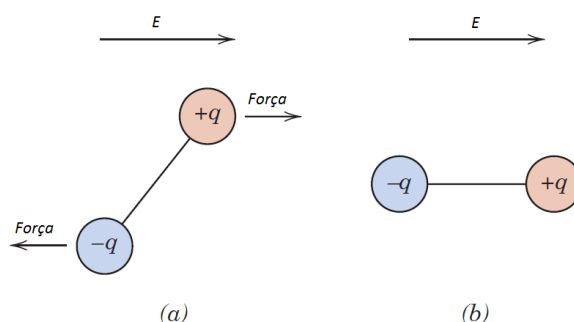


Figura 07: Representação para um dipolo imerso em um campo elétrico e interação entre ambos. Em (a), o campo elétrico está representado pelo segmento de linha de campo E .

Devido à interação entre as cargas do dipolo e o campo, ocorre uma força em cada carga gerando um torque sobre o dipolo. Em (b), é observado o resultado do torque sobre o dipolo (dipolo reorientado). Fonte: Adaptado de: Callister Jr. (2007, p. 705).

¹ Que são cargas elétricas de sinais opostos.

O efeito da reorientação dos dipolos é quantificado por uma constante denominada **constante dielétrica ou permissividade elétrica relativa**, (neste texto, denotada por ϵ). Os valores dessa constante dependem da natureza de cada material em particular e sua unidade de medida é o Faraday por metro, F/m.

Uma característica importante, que está relacionada à permissividade elétrica, está no fato de que, para um dipolo ser reorientado, é necessário um tempo finito. Caso um material provido de dipolos seja exposto a um campo elétrico alternado, é necessário um determinado tempo para que ocorra a mudança de orientação desses dipolos. Esse tempo é chamado tempo de relaxação e seu inverso é chamado de **frequência de relaxação**. Logicamente, caso a frequência do campo seja maior do que a frequência de relaxação do material, o efeito de reorientação de dipolos será prejudicado e a depender da diferença, poderá inclusive ser desprezível.

2.2.2 Condutividade

Como citado anteriormente, a condutividade de um material está relacionada à facilidade que ele oferece à passagem de elétrons através de sua dimensão. De fato, quanto maior o valor da condutividade de um material maior a facilidade de corrente elétrica percorre-lo. A unidade de medida da condutividade é o Siemens por metro (S/m) e o símbolo utilizado para sua quantificação neste texto é o sigma, σ .

Serway e Jewett (2010, p. 775), Griffiths (2011, p. 198) trazem outra abordagem para definir a condutividade: relação entre a densidade de corrente e o campo elétrico aplicado sobre um dado corpo (feito de um material particular).

$$\sigma = \frac{J}{E}, \quad (4)$$

onde:

J – é a densidade de corrente;

E – é o campo elétrico imposto sobre o material.

Materiais que apresentam relação linear entre a densidade de corrente e o campo elétrico, são chamados ôhmicos. E, os materiais que não apresentam essa relação, são chamados não-ôhmicos. Na verdade, a maioria dos autores define a condutividade como na

Equação 4, mas fica a ressalva que nem todos os materiais apresentam relação linear a densidade de corrente e o campo elétrico aplicado.

2.2.3 Tangente de perdas

Quando é aplicada uma tensão alternada em um capacitor, a corrente alternada induzida para um meio sem perdas está adiantada de 90° da tensão. Ao se introduzir um meio material entre as cargas de sinais opostos do capacitor, ocorre uma perda de energia associada ao realinhamento dos dipolos presentes no material entre as cargas. Isso faz com que o ângulo entre a corrente induzida e a tensão aplicada seja menor que 90° de δ . A tangente de perdas é definida como o valor da tangente desse ângulo δ . Ela pode ser relacionada com a condutividade dum material através da seguinte relação:

$$\tan(\delta) = \frac{\omega\varepsilon'' + \sigma}{\omega\varepsilon'}, \quad (5)$$

onde:

σ é a condutividade elétrica do meio; ω é a frequência angular da tensão aplicada; ε' é a parte real da permissividade; e ε'' é a parte imaginária da permissividade.

Para valores de frequência muito elevados, como é o caso das frequências de micro-ondas, o termo $\omega\varepsilon''$ é muito maior que σ . Assim, a tangente de perdas pode aproximada para:

$$\tan(\delta) \approx \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}, \text{ se } \omega\varepsilon'' \gg \sigma. \quad (6)$$

Como pode ser observada, a tangente de perdas é uma grandeza adimensional.

2.3 PROPRIEDADES FÍSICAS

Em se tratando do estudo para o desenvolvimento de materiais, de maneira geral, algumas características físicas merecem atenção, a fim de que se tenha um maior controle sobre as variáveis (e dos efeitos) do processo de fabricação em estudo, bem como do resultado.

Para os estudo e acompanhamento do processo de fabricação utilizado no presente trabalho, as seguintes propriedades são elencadas: a variação dimensional; a variação mássica;

e a porosidade. Quanto as duas primeiras, afim de que se evite valores dependentes da massa ou da dimensão do material processado, são tomados valores relativos aos estados iniciais. Assim, são tomados valores percentuais de variação de massa e de variação dimensional linear. As próximas três seções abordam sobre cada uma dessas características.

2.3.1 Variação dimensional linear percentual ante a sinterização

Na sinterização por fase sólida, quando o material não apresenta diferenças significativas de densidade, não ocorre variações dimensionais, pois é uma característica desse processo a precisão dimensional (CHIAVERINI, 1986, p. 148). A variação de comprimento em uma dimensão (alongamento/contração) pode ser quantificada e, no presente texto, e isso será feito através da variação percentual linear de comprimento (*VPLC*),

$$VPLC = \frac{L_f - L_i}{L_i}, \quad (7)$$

onde:

L_f é o comprimento final da amostra, posterior à sinterização;

L_i é o comprimento inicial da amostra, anterior à sinterização.

Caso *VPLC* seja positivo, será observado um aumento de comprimento na dada direção estudada. Caso contrário, será observada uma redução de comprimento na dada direção estudada. Consequentemente, poderão ser usados os termos alongamento percentual linear, APL, ($VPLC > 0$), ou redução percentual linear, RPL, ($VPLC < 0$). Ainda é possível a inexistência de variação dimensional numa direção, isto é, $VPLC = 0$. Para a definição de *VPLC*, as unidades dos comprimentos devem ser as mesmas.

Considerando um corpo cilíndrico de altura H e diâmetro D , são definidas as variação percentual linear na altura (*VPLH*) e variação percentual linear no diâmetro (*VPLD*), respectivamente, como:

$$VPLH = \frac{H_f - H_i}{H_i}, \text{ e} \quad (8)$$

$$VPLD = \frac{D_f - D_i}{D_i}, \quad (9)$$

onde:

o índice f refere-se a dimensão posterior à sinterização;

o índice i refere-se à dimensão anterior a sinterização,

H é a altura;

e D é o diâmetro.

Para estas definições as unidades de medida devem ser as mesmas.

2.3.2 Variação percentual de massa

O manuseio de amostras frágeis de pós compactados pode provocar a perda de material. De forma análoga as VPLH e VPLD, a variação percentual linear de massa, é definida neste texto como:

$$VPM = \frac{M_f - M_i}{M_i}, \quad (10)$$

onde:

M_f é a massa posterior à sinterização, massa final;

M_i é a massa anterior à sinterização, massa inicial.

Para esta definição, as unidades das massas devem ser as mesmas.

2.3.3 Porosidades total e aberta

É definida a porosidade total, segundo Craig (2007, p. 15) e Pinto (2006, p. 36), como a relação entre o volume poroso total e o volume total.

$$\varphi_T = \frac{V_{PT}}{V_T}, \quad (11)$$

onde:

V_{PT} é o volume poroso total; e

V_T é o volume total do material.

Nesse contexto também é definida a porosidade aberta dum material como a relação entre o seu volume poroso aberto (o qual um fluido tenha acesso aos poros, ao imergir esse

material no fluido) e o seu volume total (uma grandeza adimensional). Denotando a porosidade por φ ,

$$\varphi_A = \frac{V_{PA}}{V_T}, \quad (12)$$

onde:

V_{PA} é o volume poroso aberto; e

V_T é o volume total do material.

Para essas definições de porosidade, a unidades dos dois volumes devem ser as mesmas.

2.3.4 Massa específica

De acordo com Moran e Shapiro (2009, p. 9), a massa específica de um material, denominada por ρ , é definida, de maneira mais precisa, como

$$\rho = \lim_{V \rightarrow V'} \left(\frac{m}{V} \right), \quad (13)$$

onde:

V é o volume do corpo; m é a massa do corpo; e V' é um volume muito pequeno, mas não tanto para que os espaços entre os átomos sejam consideráveis.

No Sistema Internacional de Unidades (SI), a unidade para a massa específica é o quilograma por metro cúbico, kg/m^3 .

Segundo Munson, Young e Okiishi (2004, p. 10), para materiais considerados como contínuos, de forma aproximada, a seguinte expressão é usada para o cálculo da massa específica

$$\rho = \frac{m}{V}. \quad (14)$$

A massa específica de cada material varia com a temperatura e com a pressão. A massa específica da água a 4,0 °C e temperatura de 1,0 atm, de acordo com Fox, Pritchard e McDonald (2004, p. 19), é igual a 1000,0 kg/m^3 .

2.4 PROPRIEDADE MECÂNICA

Como visto, as antenas de microfitas e o substrato podem estar sujeitos a solicitações mecânicas variadas (trativas, compressivas, flexoras, cisalhantes, ou compostas). Devido a isso, também se faz necessário quantificar o limite de resistência a tração (LRT) do substrato, quando material frágil. Nesse caso, o LRT médio pode ser quantificado para estabelecer o valor da resistência às diversas solicitações (Hibbeler, 2010, p. 61).

O ensaio mais comumente utilizado para obtenção do LRT é o ensaio de tração. Nesse ensaio, segundo a Norma Brasileira (NBR) 6152 (2002, p. 09), “os corpos de prova devem ser presos por meios adequados, como por exemplo, cunhas, extremidades roscadas ou ombreadas, etc.”. Por isso, é necessária uma resistência mínima do material que compõe o corpo de prova para que ele possa suportar as tensões na região de fixação e consiga realizar o ensaio. Assim, outros métodos mais convenientes devem ser usados para o estudo e obtenção do LRT médio de materiais demasiados frágeis, como é o caso de materiais cerâmicos.

Uma opção é o ensaio de compressão diametral. Esse é o tema abordado na seguinte seção.

2.4.1 Ensaio de compressão diametral e o cálculo indireto do LRT

Esse ensaio consiste em comprimir um corpo de prova cilíndrico na direção de seu diâmetro até a fratura. Ele também é conhecido como ensaio brasileiro por ter sido estudado pela primeira vez pelo brasileiro Luiz L. B. Carneiro em 1943, para a tentativa de transportar uma igreja de uma local para outro sobre rolos de cimento.

Segundo Carneiro e Barcelos, citado por Villar, de Campos e Zornberg (2007, p. 423), o ensaio foi desenvolvido inicialmente para avaliar a resistência a tração do concreto. Posteriormente, de acordo com os trabalhos de Krishnayya e Eisenstein (1974, p. 632-642), Das, Yen e Dass (1995, p. 166-171), Hobbs (1964, p. 385-396), De With (1984, p. 1000-1002), Villar, de Campos e Zornberg (2007, p. 423) e Falcão e Soares (2002b, p. 2), ele tem sido utilizado para determinação do LRT de maneira indireta de solos, rochas e materiais cerâmicos: corpos com formato cilíndrico, de maneira geral. “A popularidade do ensaio se deve à simplicidade de sua execução, juntamente com a facilidade de moldagem em laboratório [...] (Falcão e Soares; 2002b; p. 2)”.

Segundo Villar, de Campos e Zornberg (2007, p. 423), esse ensaio é normatizado pela Associação ASTM (D 3967-95a). Entretanto, também é possível encontrar padronizações de

outras normas. De acordo com a norma do DNIT 136 (2010, p.1-2), a velocidade de deformação dos materiais asfálticos ensaiados sob compressão diametral deve ser 0,8 mm/s com tolerância de mais ou menos 0,1 mm/s. Frocht, citado por Mates et al. (2008, p. 512), DNIT 136 (2010, p.2), NBR 7222 (1994, p. 2), estabelecem que a tensão de ruptura σ_R é dada pela seguinte relação para ensaios:

$$\sigma_R = \frac{2F}{100\pi DH}, \quad (15)$$

onde:

F é a força máxima aplicada em Newtons, N;

D é o diâmetro do corpo de prova em centímetros, cm;

e H é a altura do corpo de prova em centímetros, cm.

O modelo atualmente mais utilizado para descrição das tensões e deformações na direção horizontal durante o ensaio de compressão diametral são utilizados por Hondros e Zhang et al., citado por Falcão e Soares (2002a, p. 3). De acordo o modelo, a distribuição da tensão normal média na direção horizontal, σ_{xx} , e das deformações axiais pontuais horizontais não uniformes, devido a cargas concentradas, no ensaio de compressão diametral, se mostram conforme a Figura 08.

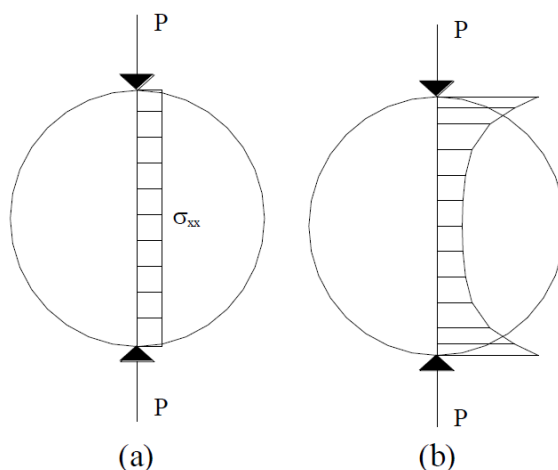


Figura 08: Ilustração da tensão média em (a) e as deformações em (b) que ocorrem em corpos submetidos ao ensaio de compressão diametral. Fonte: Adaptado de: Falcão e Soares (2002a, p. 3).

A máquina de ensaio de tração, com seus acessórios, não identifica deformações perpendiculares ao movimento do travessão. De toda maneira, é possível a utilização do

ensaio de compressão diametral para obtenção do LRT médio aproximado, utilizando-se da Equação 15, afim da validação dos resultados obtidos para materiais cerâmicos diversos do concreto. Para isso, a fratura deve ocorrer na direção do diâmetro conforme esperado pelas observações experimentais existentes.

As próximas duas seções abordam sobre o nióbio e o pentóxido de nióbio, material primordial utilizado no presente trabalho.

2.5 NIÓBIO

O elemento químico nióbio (Nb) foi descoberto pelo químico inglês Charles Hatchett, em 1801. Na época o elemento recebeu o nome de colúmbio por Charles em homenagem a América, lugar de onde veio o columbita, composto do qual Charles extraiu o nióbio. Posteriormente, Heinrich Rose pensou ter encontrado um novo elemento químico e o chamou de nióbio. Em 1866, Marignac provou que o nióbio de Heinrich era o mesmo columbita de Charles (Guimarães, citado por Mendes, 2005, p. 3).

Esse elemento consiste em um sólido metálico, macio, dúctil, de elevado ponto de fusão (2468°C), resistente à corrosão devido à formação de uma película superficial de óxido apassivadora. Quando combinado, exibe vários estados de oxidação, sendo o +5 o mais comum. À temperatura ambiente, o metal não reage com hidrogênio, ar, água ou ácidos, exceto o fluorídrico e sua mistura com o ácido nítrico. Sob aquecimento, ele reage com a maioria dos elementos não metálicos, gerando produtos que frequentemente são intersticiais e não estequiométricos.

A partir da década de 50, foi descoberta no Brasil a maior jazida mundial de pirocloro, um composto do nióbio. Até então, o interesse pelo metal era pouco e com essa descoberta isso mudou. Hoje, ele é produzido em larga escala, sendo o Brasil o responsável por 95% dessa produção e o detentor de aproximadamente 98% da reserva mundial (SOUSA, FERNANDES E GUERRA, 2013, p. 68-69).

Segundo Ziolek, citado por Rezende (2012, p. 17), “nas últimas décadas houve um aumento no interesse por materiais contendo nióbio devido às aplicações em diversos campos tecnológicos”. De fato, apesar de o Brasil obter a maior quantidade de nióbio do planeta, ele ainda carece de tecnologia para seu uso, sendo por esse motivo, a maior parte exportada. Devido a isso, atualmente, vêm sendo feitas várias pesquisas para processar e aplicar o nióbio no Brasil.

Quanto às aplicações atuais do nióbio, as principais se dão na produção de ligas (aços de alta resistência mecânica), que são usadas na indústria naval e na construção civil. Outras aplicações dizem respeito ao seu uso em ligas supercondutoras, cerâmicas eletrônicas, lentes óticas, sensores de pH e em filtros de receptores de TV (SOUSA, FERNANDES E GUERRA, 2013, p. 68-69).

2.5.1 Pentóxido de nióbio

Um dos compostos do nióbio é o pentóxido de nióbio, ou Nb_2O_5 , ou óxido de nióbio V, ou nióbia. Segundo Rodrigues, citado por Azevedo (2010, p. 32), o Brasil detém aproximadamente 6.149.958 toneladas de óxido de nióbio, sendo que as jazidas estão distribuídas entre os estados de Minas Gerais, mais especificamente nas cidades de Araxás e Taipira, em Goiás, nas cidades de Catalão e Ouvidor, e, no Amazonas, em São Gabriel da Cachoeira e Presidente Figueiredo. Segundo Nowak e Ziolek (1999, p. 3403), os principais países produtores de Nb_2O_5 são o Brasil, com aproximadamente 60% da produção total, Canadá, Nigéria e Zaire.

Bolzon, citado por Azevedo (2010, p. 37), trata sobre algumas características do Nb_2O_5 na seguinte passagem:

De aparência branca, o óxido de nióbio se apresenta na natureza no estado sólido, é estável, insolúvel em água e inerte. Apresenta uma característica anforética, ou seja, se comporta como ácido em meio básico e o contrário em meio ácido. É muito utilizado em processos de catálise como desidratação, hidratação, esterificação, hidrólise, condensação, alquilação e desidrogenação e em reações de oxidação. Nessas reações, o óxido de nióbio é utilizado puro ou como promotor e suporte.

Além dessas características, de acordo com Souza Jr. (2011, p. 32), a massa específica do pentóxido de nióbio e o seu ponto de fusão são, respectivamente, $4,95 \text{ g/cm}^3$ e 1495°C .

Quanto à classificação segundo a condutividade (em: condutores, dielétricos ou semicondutores), autores diversos apresentam classificações distintas, sendo que alguns deles o apontam como dielétrico e outros como semicondutor. Para Lopes (2013, p. 7), por exemplo, o pentóxido de nióbio é um material semicondutor. Já, para Romero (2004, p. 888), o Nb_2O_5 é um material dielétrico.

Em se tratando da permissividade elétrica relativa, de maneira geral, a maioria dos óxidos apresenta-se como materiais de altos valores. Segundo Romero et al. (2004, p. 888), a

permissividade relativa do Nb_2O_5 , está na faixa entre 10 e 100, mas o autor não especifica a forma como esse material se apresenta para os diversos valores. De toda maneira, a seguir será feito um estudo fundamentalista e teórico, afim de uma indicação para os possíveis valores de ϵ .

O efeito para uma alta constante de permissividade, como vista na seção 2.2.1, só é possível através da reorientação de dipolos existentes em um material, sejam permanentes ou momentâneos. Essa existência, por sua vez, está condicionada a determinados tipos de ligações químicas: as ligações polares. Segundo Mitchell (2004, p. 11), para caracterizar teoricamente o tipo de ligação que existe num composto binário, como é o caso do pentóxido de nióbio, pode-se utilizar a expressão

$$\% \text{ de característica iônica} = 100\{1 - \exp[-0.25(X_A - X_B)^2]\}, \quad (16)$$

onde:

X_A e X_B são as eletronegatividades dos elementos envolvidos na ligação; e $\exp\{\}$ indica a exponencial de um valor.

Nessa expressão, quanto maior diferença de eletronegatividade entre os compostos envolvidos, maior a tendência para a ligação ser iônica. Caso a diferença de eletronegatividade seja maior do que 2,0, a ligação correspondente será iônica. Caso essa diferença seja menor que 2,0, a expressão supracitada mostra o caráter iônico da ligação existente. Mais especificamente, para valores de diferenças menores que 0,4, a ligação será covalente apolar (a tendência à polaridade é mínima); para valores entre 0,4 e 2,0, a ligação será covalente polar (a tendência para ligação iônica existe e é indicada pela Equação 16) (MITCHELL, 2004, p. 11).

Para o pentóxido de nióbio, os valores para X_A e X_B são: $X_A = 1,6$ e $X_B = 3,44$. Como a diferença

$$|X_A - X_B| = |1,6 - 3,44| = |-1,84| = 1,84, \quad (17)$$

a ligação nesse composto é teoricamente **covalente polar**. Utilizando a Equação 25, o grau dessa polaridade pode ser indicado:

$$\% \text{ de característica iônica} = 100\{1 - \exp[-0.25(1,84)^2]\} \cong 57,11\%. \quad (18)$$

Combinando esse resultado com a teoria anteriormente abordada para materiais aplicados em substratos, o composto pentóxido de nióbio, quando imerso em um campo elétrico deverá exibir considerável constante dielétrica e os valores citados por Romero et al. (2004, p. 888) estão intuitivamente de acordo.

Outro ponto importante a ser elencado quanto a constante de permissividade elétrica, é a frequência de relaxação. No trabalho de Ravikiran et al. (2006, p. 1144), foi observado que a frequência de relaxação, para um compósito com 100% de Nb_2O_5 em massa, está na ordem de 50 MHz. Em 1 KHz, a permissividade quantificada foi de 50, mas não está clara, no referido trabalho, a forma do Nb_2O_5 no compósito de 100% em massa. Entretanto, é importante observar que para valores de frequência acima de 50,0 MHz, o efeito da reorientação dos dipolos pode ser prejudicado e os valores de permissividade podem se mostrar relativamente baixos.

Em se tratando da estrutura física do Nb_2O_5 , as principais pesquisas apontam que ela é complicada e que o óxido apresenta um considerável polimorfismo. O trabalho de Holtzberg et al. (1957, p. 2039), tratou sobre as descobertas de diferentes variações polimórficas, constatou a irreversibilidade das reações associadas, constatou a massa específica do óxido e a sua temperatura de fusão. Na época em que a pesquisa foi feita, considerava-se a existência de três fases cristalinas distintas do pentóxido de nióbio e estudava-se a possibilidade de duas delas ser a mesma.

Após décadas de estudo, em 1990, Ko e Weissman (1990, p. 28) já consideravam a existência de doze possíveis formas polimórficas do Nb_2O_5 , e constataram as características principais das fases mais comuns do Nb_2O_5 conhecidas: TT, T, M e H- Nb_2O_5 .

As diversas pesquisas com Nb_2O_5 mostram que essas continuam sendo as fases mais comuns. No entanto, de acordo com Leindecker (2013, p. 25, grifo nosso), o Nb_2O_5 pode apresentar estrutura amorfa ou cristalina e, quando cristalino, pode formar **onze possíveis polimorfos**. Cada fase pode ser composta por mais de uma estrutura cristalina, tais como: αf , β , γ , δ , $\delta(\gamma'')$, γ'' , α difusa, ξ , I, II, III, $\beta(\alpha'')$, β'' , η , ϵf e l-high. É possível observar na Tabela 02 as principais variantes alotrópicas observadas em cada fase.

Tabela 02: Principais fases do Nb_2O_5 e suas respectivas variações polimórficas.

FASE	Amorfa	TT	T	M	H
FORMAS CRISTALINAS	-	$\delta(\gamma'')$	γ	$\beta(\alpha'')$	αf
	-	δ	γ	β	αf
	-	-	αf	β	β
	-	α difusa	αf	β	β''
	-	-	III	II	I

Fonte: Adaptado de: Meyer, citado por Braga (2007, p. 4).

A fase TT- Nb_2O_5 é pseudo-hexagonal, a T- Nb_2O_5 é ortorrômbica e a H- Nb_2O_5 é monoclinica. A estrutura mais estável termodinamicamente é a H-fase, enquanto que a T-fase é a menos estável. Todas elas são descritas em diversos textos recentes. Nowak e Ziolk, Ko e Weissman e Braga, citados por Braga (2007, p. 5-6) abordam as principais características de cada fase como segue:

Fase TT: Fase cristalina formada em temperaturas muito baixas, sendo constituída por octaedros distorcidos e bipirâmides pentagonais, sendo que estudos variados apontam que esta forma cristalina é simplesmente uma fase menos cristalina que a fase T;

Fase T: Refere-se à fase cristalina formada em baixas temperaturas, onde a célula unitária contém quarenta e dois átomos de oxigênio, oito átomos de nióbio, presentes em octaedros distorcidos e oito átomos de nióbio formando bipirâmides pentagonais. Uma proporção de 0,8 átomos de nióbio por célula unitária é localizada em sítios nanocoordenados intersticiais na célula unitária;

Fase B: Consiste em uma estrutura de fitas do tipo rutilo compartilhando os octaedros de NbO_6 pelas arestas;

Fase M: Refere-se a fase cristalina formada em temperatura média (M de médium). É uma fase similar a fase H, porém de menor cristalinidade;

Fase H: refere-se a fase cristalina formada em alta temperatura (H de high). Trata-se de uma estrutura de lâminas consistindo em bloco octaédricos (3x4 e 3x5), compartilhados pelos vértices no próprio bloco e pelas arestas com octaedros de outros blocos. Um átomo de nióbio, do total de vinte e oito átomos presentes em cada célula unitária, está presente em sítio tetraédrico fazendo as junções de alguns blocos.

Segundo Braga (2007, p. 6), estudos recentes por difração de raio-X (método que será abordado posteriormente neste texto) realizados pelo grupo de pesquisa do laboratório de catálise da Universidade de Brasília, que dá ênfase nas transições de fases do $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ em diferentes condições de temperatura (400, 500, 600 e 800 °C), confirmaram o aparecimento de novas reflexões do Nb_2O_5 com aumento da temperatura de calcinação. Em torno de 600 °C, foi observado o indício do surgimento de novos picos em pequeno desdobramento de picos em $2\theta \sim 28,5$ e $36,7$, sugerindo, portanto, e esta amostra, a existência da fase T- Nb_2O_5 .

A temperatura de formação de cada uma das principais fases do Nb_2O_5 está resumida na Figura 09.

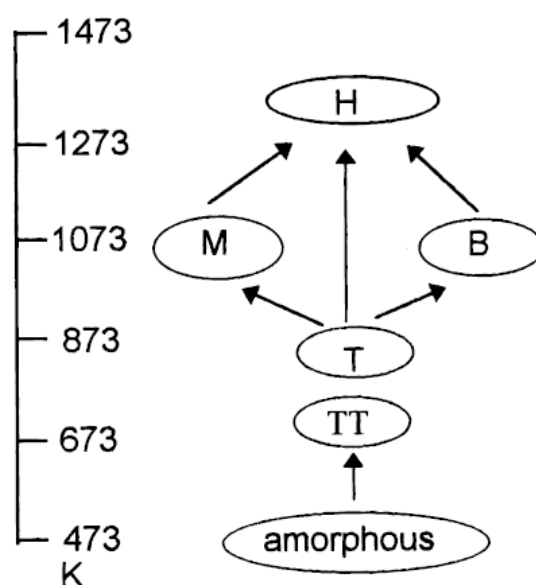


Figura 09: Principais fases do Nb_2O_5 com suas respectivas temperaturas de formação.

Adaptado de: Ko e Weissman, citado por Nowak e Ziolk (1999, p. 3607).

Representações para as principais fases do Nb_2O_5 pode ser observadas nas Figuras 10, 11 e 12.

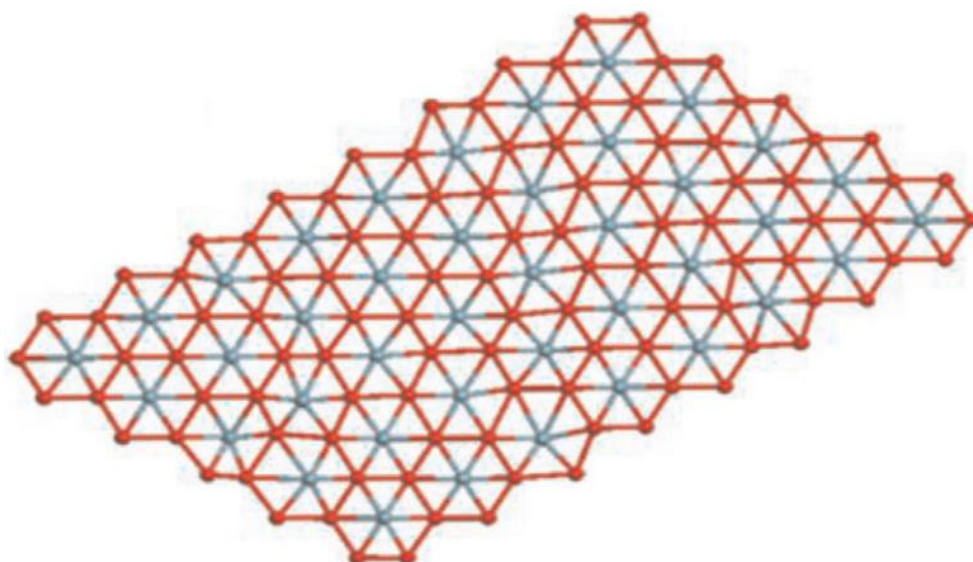


Figura 10: Representação para fase TT-Nb₂O₅. Os átomos de nióbio estão representados por pontos azuis e os de oxigênio por pontos vermelhos. Adaptado de: Zhao et al. (2012, p. 3).

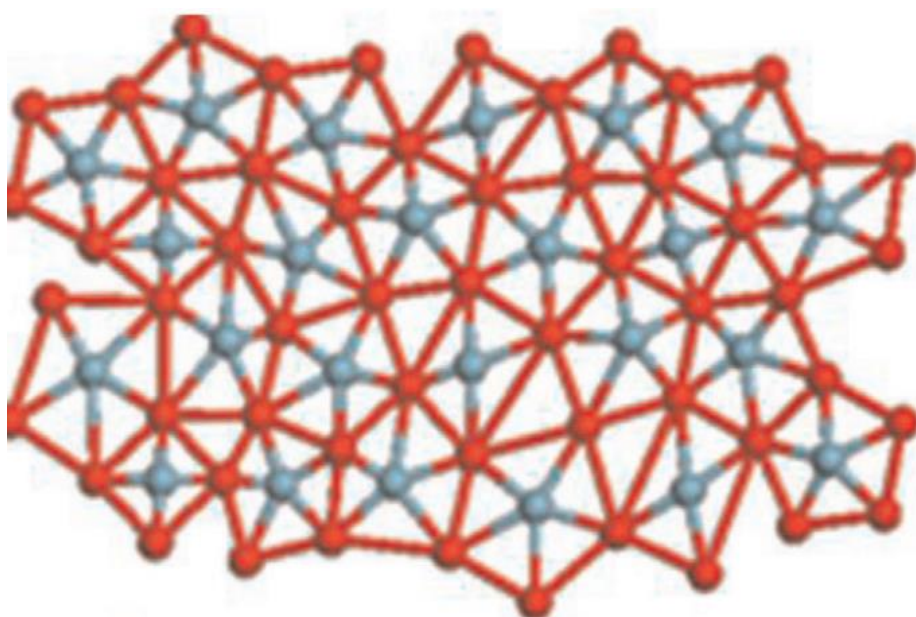


Figura 11: Representação para fase T-Nb₂O₅. Os átomos de nióbio estão representados por pontos azuis e os de oxigênio por pontos vermelhos. Adaptado de: Zhao et al. (2012, p. 3).

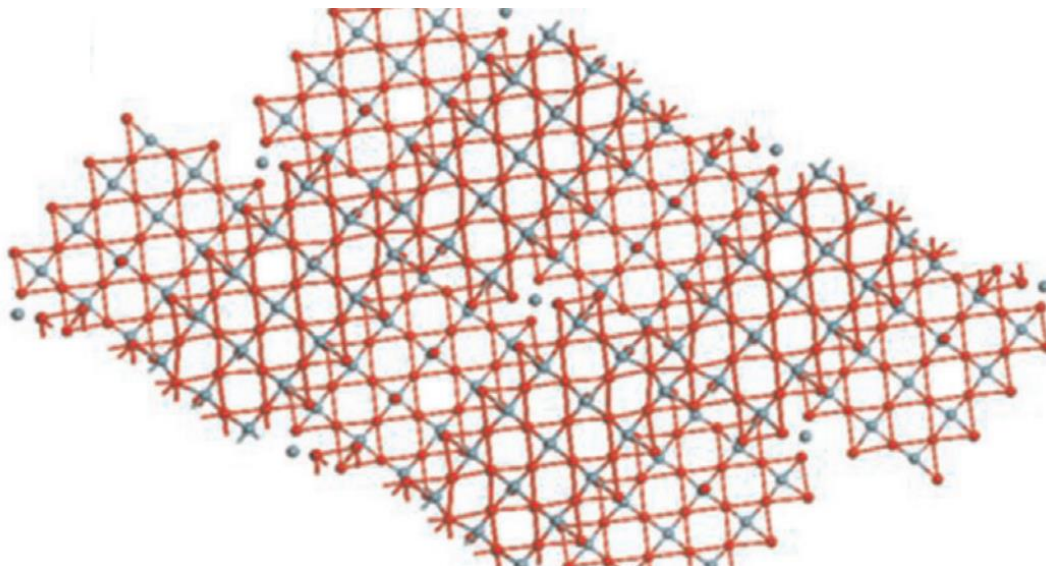


Figura 12: Representação para fase H-Nb₂O₅. Os átomos de nióbio estão representados por pontos azuis e os de oxigênio por pontos vermelhos. Adaptado de: Zhao et al. (2012, p. 3).

Quanto a possíveis mudanças de composição dos compostos a base de oxigênio e nióbio, é possível observar na Figura 13 que o aquecimento na faixa de 800 °C a 1100 °C, com presença suficiente de oxigênio, o composto dificilmente irá apresentar-se como NbO ou NbO₂.

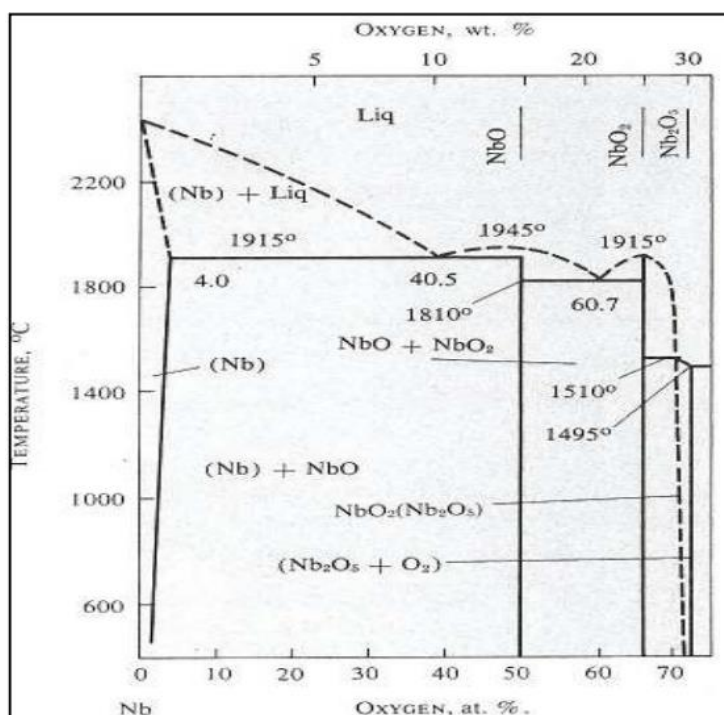


Figura 13: Diagrama de fase oxigênio-nióbio.
Fonte: Lyakishev, citado por Souza Jr. (2011, p. 31).

De toda maneira, segundo Lopes (2013, p. 12-13, grifo nosso), “*Compostos de óxido de nióbio* geralmente apresentam coordenação octaédrica (NbO_6), estrutura que pode ser distorcida em ângulos diferentes. Em algumas fases podem ser encontradas estruturas hepta (NbO_7) e octacoordenadas (NbO_8)”. Por isso, não é de se eliminar a hipótese da existência dessas formas após processar o Nb_2O_5 individualmente.

De acordo com Lyakishev, citado por Mariano (2008, p. 25),

A introdução de oxigênio no nióbio leva a um significativo aumento na força de ligação interatômica, resistência à tração e limite de proporcionalidade, e ainda, a elongação é reduzida. Há também alguma evidência da existência de subóxidos de nióbio Nb_6O , Nb_4O e Nb_2O , resultado da decomposição de solução sólida supersaturada de oxigênio em nióbio a temperaturas abaixo de 600 °C.

A passagem acima fornece as indicações que o pentóxido de nióbio deve apresentar elevada resistência mecânica (isto é, elevado LRT) quando comparado com óxidos cujo oxigênio apresente menor valência, como o NbO e o NbO_2 .

Diante do levantamento bibliográfico feito no presente trabalho, não há uma caracterização mecânica do Nb_2O_5 (que obtém valores médios do LRT), quando processado via metalurgia do pó. Esse processo é abordado na seguinte seção.

2.6 METALURGIA DO PÓ

Alguns materiais são fabricados com base em um processo conhecido como fundição, no qual toda a massa do material é fundida. Outros materiais, no entanto, apresentam ponto de fusão demasiado elevado. Essencialmente devido a esse fator, o gasto relativamente alto de energia para fundir a matéria prima dificulta a fabricação de elementos com tais materiais pelo processo de fundição. Por isso, alguns outros métodos são utilizados como alternativa. Um desses é conhecido como metalurgia do pó (ou tecnologia do pó).

Nesse processo, um pó, ou misturas de pós de diversas naturezas, (previamente concebido por processos específicos) é comprimido(a) em um molde conhecido como matriz. Subsequentemente, o material comprimido é levado a um forno (onde é aquecido em temperaturas menores que o ponto de fusão do material) e passa por um processo conhecido como sinterização (tema abordado na seção 2.6.1). Após a sinterização, o elemento resultante

apresenta características muito semelhantes ao material completamente fundido, pode ser poroso, mas com precisão dimensional significativa.

A seguinte seção trata da sinterização e do fundamento para o entendimento de seu mecanismo.

2.6.1 Sinterização: tipos e mecanismo

A sinterização consiste num processo de coalescimento de grânulos de pó compactados, através do aquecimento desses, diminuindo sua energia livre (superficial e interna aos grânulos). O resultado da sinterização, comumente, consiste em um corpo íntegro e poroso ou contínuo.

Ela pode ser dividida basicamente em três tipos: por fase sólida, por fase líquida e por fase vapor. Segundo Pereira da Silva e Alves Júnior (1998, p. 225-232),

Na sinterização por fase sólida, material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. Existem diversas formas de transporte de material: por fluxo viscoso (caso dos vidros, materiais amorfos e também cristalinos, submetidos à pressão), por difusão atômica (os cristais) ou por transporte de vapor (materiais com alta pressão de vapor). Em todos estes casos, material é transferido para a região de contato entre partículas vizinhas. Outras formas de transporte, até mais eficientes do que estas citadas, devem ser consideradas porque envolvem deslocamento de partículas inteiras, como deslizamento e rotação de partículas, e não deslocamento de átomos individuais. Sejam quais forem os mecanismos atuantes, rigidez e densificação são conseguidas pelo aumento da área de contato entre as partículas e o melhor empacotamento de matéria. Outros mecanismos podem ser encontrados em sistemas particulares.

Em se tratando do segundo tipo de sinterização mencionada, parte do sistema passa para a fase líquida e a outra parte continua na fase sólida. Nesse caso, a estrutura é sinterizada pela ação da fase líquida ou pela interação entre as fases líquidas e sólidas. No terceiro tipo, a sinterização ocorre devido à presença de uma atmosfera particular.

Independente do tipo de sinterização, o mecanismo por detrás dela está relacionado a energia livre na superfície das partículas do pó compactados, que são dotadas de muitos defeitos estruturais e de ligações químicas rompidas. Matematicamente, a energia interfacial total do pó compactado pode ser expressa por

$$\gamma A, \quad (19)$$

onde:

γ é a energia específica de superfície (interfaces);

e A é área total do material (soma das áreas de todos os grânulos).

A redução da energia total pode ser expressa como

$$\Delta(\gamma A) = (\Delta\gamma) \cdot A + \gamma \cdot (\Delta A). \quad (20)$$

Na Equação 20, o termo $\Delta\gamma$ (variação da energia superficial) deve-se a densificação (redução da porosidade) e o termo ΔA (variação da área dos grânulos) deve-se ao coalescimento dos grânulos (KANG, 2005, p. 6). Esses efeitos podem ser observados na representação feita na Figura 14.

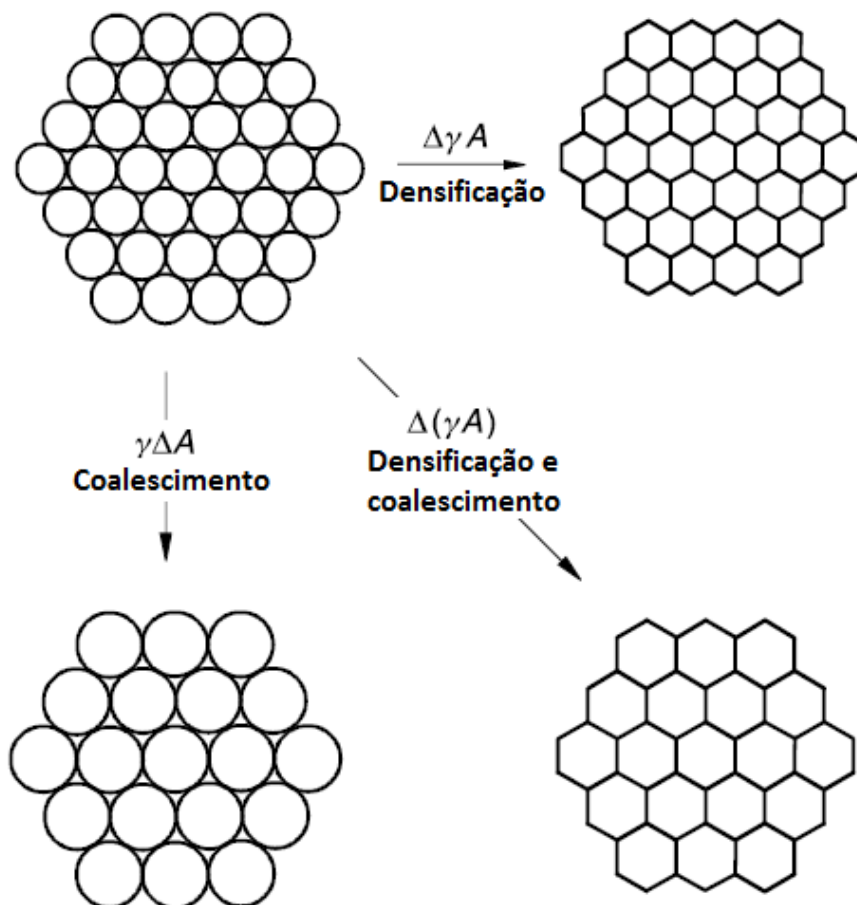


Figura 14: Representação para as parcelas dos fenômenos que ocorrem durante a sinterização: coalescimento e densificação.

Fonte: Adaptado de: Kang (2005, p. 6).

Segundo Kang (2005, p. 7), “as variáveis que determinam a sinterabilidade e a microestrutura sinterizada de um pó compactado podem ser divididas em duas categorias: variáveis de materiais e variáveis de processo”.

As variáveis de materiais incluem: composição química do pó compactado, tamanho dos grânulos, forma dos grânulos, distribuição dos tamanhos dos grânulos, gradiente de aglomeração do pó, etc. Essas variáveis influenciam na compressibilidade e na sinterabilidade (densificação e crescimento de grão). Já as outras variáveis envolvidas na sinterização são, em sua maioria, variáveis termodinâmicas, tais como: temperatura, tempo, atmosfera, pressão, taxas de aquecimento e de resfriamento. Muitos estudos têm sido feitos para estabelecer o efeito da temperatura e do tempo no processo (KANG, 2005, p. 7). Além disso, muitos estudos também têm sido feitos para estabelecer a influência da pressão de compactação nesse processo.

A seção seguinte trata dos estudos feitos que utilizam o nióbio, processado via metalurgia do pó, em diversas aplicações e trás exemplos relacionados a aplicação objetivo do presente trabalho.

2.7 NIÓBIO NA METALURGIA DO PÓ E NO DESENVOLVIMENTO DE SUBSTRATOS PARA ANTENAS DE MICROFITA

Algumas pesquisas vêm sendo feitas com intuito de desenvolver materiais mais adequados para aplicação em substratos cerâmicos (ou em materiais isolantes), seja no sentido de aumentar a constante de permissividade (e consequente diminuição da dimensão do dispositivo), seja no sentido de ajustar características de operação específicas (como a adequação da frequência de ressonância ou da largura de banda, fixadas geometrias específicas de substratos).

Em alguns casos, o nióbio tem sido utilizado na composição do material estudado e/ou desenvolvido, bem como a metalurgia do pó tem sido utilizada como processo de fabricação do material cerâmico.

De maneira mais direcionada à aplicação objetivada no presente texto, no trabalho Regina da Fonseca (2005, p. 02), o Nb_2O_5 foi uma das matérias primas utilizadas para confecção de ressoadores dielétricos de nanotitanato de bário ($\text{Ba}_2\text{Ti}_9\text{O}_{20}$), sendo o nióbio uma das substâncias adicionadas para composição e uma das etapas do processo de fabricação consistiu na metalurgia do pó. Nesse trabalho, o material foi prensado em pressões de 40 e 300 MPa, sinterizados na temperatura de 1300,0 °C com duração de 3,0 horas.

No trabalho Zhang et al. (2004, p. 329), o pentóxido de nióbio também foi um dos componentes utilizados na confecção de material cerâmico dielétrico (o $\text{Ba}_5\text{NdZnNb}_9\text{O}_{30}$) que foi caracterizado física e eletricamente, com constante de permissividade elétrica igual 282 com perdas de 0,0048.

Pelos exemplos supracitados, e diante do levantamento bibliográfico feito no presente trabalho, o pentóxido de nióbio é utilizado como componente para confecção de materiais cerâmicos, processados via metalurgia do pó, inclusive com caracterizações elétricas e físicas em diversos. No entanto, não há estudos que tratem somente da caracterização do pentóxido de nióbio, processado pela tecnologia do pó para aplicações em substratos de antenas de microfita.

Além desse argumento, no trabalho de Zhang et al. (2004, p. 329), é feita uma comparação dos resultados obtidos no desenvolvimento do composto cerâmico com adição de pentóxido de tântalo e com adição do pentóxido de nióbio. E, os resultados apontam o Nb_2O_5 como uma melhor alternativa, devido ao maior valor da permissividade elétrica, ao menor valor das perdas e a menor temperatura de sinterização.

De toda maneira, quando processado pela metalurgia do pó, muitos espaços vazios poderão estar presentes no material resultante devido a não união total dos grânulos. Assim, variando-se a porosidade através da variação dos parâmetros do processo (temperatura de sinterização, pressão de compactação e tempo de sinterização), o material resultante deverá apresentar diferentes valores de ϵ , LRT, σ , VPLD, VPLH e VPM.

Toda essa explanação fornece indicações para o estudo e desenvolvimento do Nb_2O_5 para aplicação em substrato de antenas de microfita, consistindo em uma aplicação para o nióbio que é tão abundante no Brasil.

2.8 TRATAMENTO ESTATÍSTICO

Diante de variáveis quantitativas contínuas e grupos amostrais de populações infinitas (ou desconhecidas), é importante estabelecer intervalos de confiança para os valores médios inferidos por essas amostras, como a média. Isso possibilitará estabelecer, com base em modelos estatísticos de probabilidade, que a média da população está dentro de determinado intervalo para níveis de confiança especificados. Os modelos mais usuais na estatística presumem a distribuição normal da população para serem utilizados, como é o caso da distribuição t de student. Esta seção faz uma abordagem sobre os testes de aderência a

normalidade, bem como o modelo aproximado t de student e a forma de estabelecer intervalos de confiança baseados neste.

2.8.1 Testes de normalidade e estratégia de estudo estatístico

Muitas variáveis na natureza, de maneira geral, se comportam segundo a distribuição normal, outras apenas aproximadamente, e existem também as que não seguem esse modelo. Há diversos testes estatísticos que verifica a normalidade de distribuições ou tendência a normalidade de distribuições, como: teste Jarque-Beta, teste D'Agostino-Pearson, teste Shapiro-Wilk, teste Lilliefors, teste Anderson-Darling e teste Cramer-Von Mises.

O trabalho de Torman, Coster e Riboldi (2012, p. 232), estudou as porcentagens de acertos de vários testes de aderência a normalidade e o teste de Shapiro-Wilk foi o segundo que obteve maior índice de acertos, com 72,15 % (a diferença para o primeiro, Shapiro-Francia², não chegou a 1,0 %). Especificamente em relação ao teste de normalidade, o teste de Shapiro-Wilk obteve 95,66 % dos acertos.

Outro teste de aderência também bastante comum, e o mais famoso, é o teste de Lilliefors. No trabalho de Torman, Coster e Riboldi (2012, p. 232), esse teste também esteve dentre os melhores com 95,28 % para o teste de normalidade.

De maneira geral, ao se trabalhar com amostras de populações desconhecidas, deve-se estabelecer indicações sobre a normalidade da distribuição populacional, bem como se deve buscar estabelecer intervalos de confiança para os valores médios calculados, utilizando-se de modelos estatísticos apropriados. Nesse contexto, vários fatores influenciam no planejamento estatístico no qual se deve proceder, como: o número de indivíduos de cada amostra, o conhecimento da média e do desvio padrão da população, se duas amostras apresentam desvios padrão iguais ou diferentes, se a distribuição é normal ou não.

É possível observar na Figura 15 um fluxograma que pode ser usado para inferência estatística da média populacional de uma dada variável (LARSON e FARBER, 2010, p. 266):

² Consiste no teste de Shapiro-Wilk para amostras com 12 ou mais indivíduos.

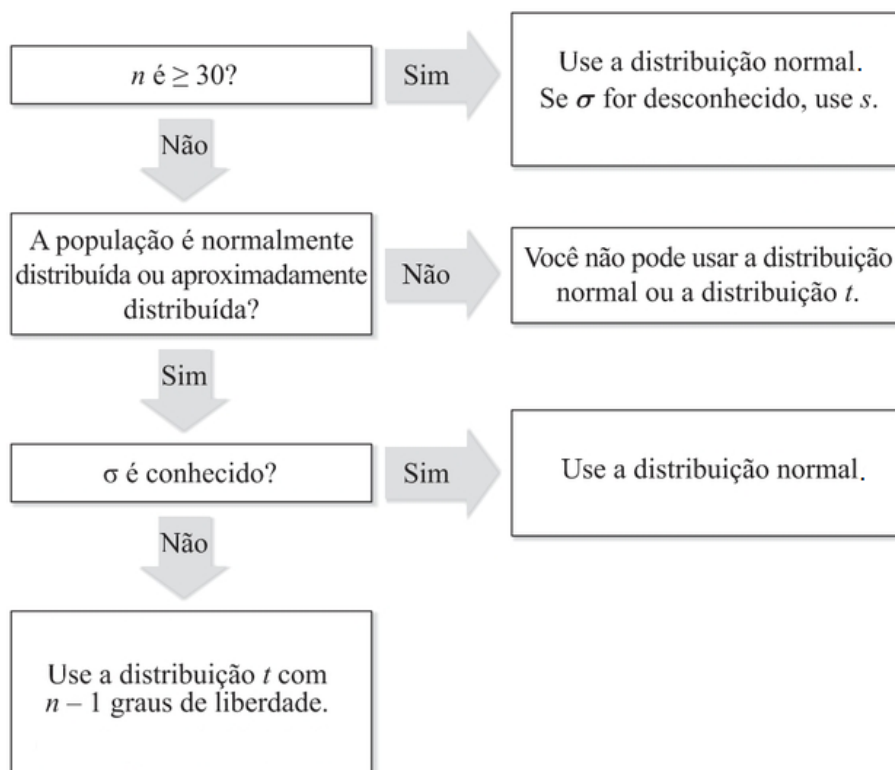


Figura 15: Fluxograma para o estudo estatístico de variáveis quantitativas contínuas: n corresponde ao número de indivíduos da amostra; $(n-1)$ corresponde ao número de graus de liberdade da distribuição (abordado na seção 2.10.4); e σ corresponde ao desvio padrão da população. Fonte: Adaptado de: Larson e Farber (2010, p. 266).

Dessa maneira, para amostras menores que 30 de populações normais, com variâncias e médias populacionais desconhecidas, é indicada a utilização da distribuição t de Student. Por outro lado, para amostras maiores que 30, é indicada a utilização da distribuição normal. Nestes casos, para populações cujo valor de σ é desconhecido, usa-se o desvio padrão amostral.

As seções 2.10.2, 2.10.3 e 2.10.4 abordam sobre os testes de normalidade utilizados no presente texto (Shapiro-Wilk e Lilliefors) e sobre o modelo da distribuição t de Student, respectivamente (utilizado para pequenas amostras).

2.8.2 Teste Shapiro-Wilk

Esse teste foi proposto em 1965 por S. S. Shapiro e M. B. Wilk (SHAPIRO; WILK, 1965, p. 591-611). Segundo o PORTAL ACTION (2015, p. 1), esse teste é baseado na estatística W dada por:

$$W = \frac{b^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}, \quad (21)$$

onde:

x_i são os valores da variável da amostra ordenados, sendo x_1 o menor valor;

b é uma constante definida da seguinte forma:

$$b = \begin{cases} \sum_{i=1}^{n/2} a_{n-i+1} \cdot (x_{n-i+1} - x_{(i)}), & \text{se } n \text{ é par;} \\ \sum_{i=1}^{\frac{n+1}{2}} a_{n-i+1} \cdot (x_{n-i+1} - x_{(i)}), & \text{se } n \text{ é ímpar.} \end{cases} \quad (22)$$

onde:

a_{n-i+1} são constantes geradas pelas médias, variâncias e covariâncias das estatísticas de ordem de uma amostra de tamanho n de uma distribuição normal. Seus valores são tabelados e podem ser encontrados para amostras de tamanho até 50 em PORTAL ACTION (2015, p. 1).

As hipóteses a serem testadas são:

$$\begin{cases} H_0: A \text{ amostra provém de uma distribuição normal} \\ H_1: A \text{ amostra não provém de uma distribuição normal} \end{cases} \quad (23)$$

De acordo com o número de indivíduos da amostra e o nível de significância (α) do teste, existem valores críticos para a variável W . No PORTAL ACTION (2015, p. 1), é possível observar esses valores para amostras de até 14 indivíduos e 9 valores distintos de α , inclusive $\alpha = 0,05$.

Quando o valor do W calculado é superior ao valor do W crítico, com nível de significância α , não é possível descartar a hipótese nula, isto é, a amostra provém de uma distribuição normal de probabilidade. Caso contrário, rejeita-se a hipótese nula.

Apesar da explicação nesta seção tratar com detalhes sobre o procedimento para o teste de hipótese de Shapiro-Wilk e fornecer subsídios para execução do mesmo no presente trabalho, o nível de significância utilizado foi $\alpha = 0,05$.

2.8.3 Teste Lilliefors

Esse teste foi proposto por Hubert W. Lilliefors em 1967 como uma modificação do teste de Kolmogorov-Smirnov (LILLIEFORS; 1967, p. 399-402).

Nele, as hipóteses a serem testadas são:

$$\begin{cases} H_0: A \text{ amostra provém de uma distribuição normal} \\ H_1: A \text{ amostra não provém de uma distribuição normal} \end{cases} \quad (24)$$

Considerando os estimadores,

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{N}, \text{ e} \quad (25)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{N-1}}, \quad (26)$$

para a média e o desvio padrão da população, respectivamente, onde:

N é o número de elementos da amostra;

x é o valor de cada elemento da amostra.

Considerando, ainda, os N valores da variável

$$\{x_i\}, i = 1, \dots, N, \quad (27)$$

organizados do menor para o maior, esse teste se baseia na estatística

$$De = \max \{De^+, De^-\} \quad (28)$$

onde:

$$De^+ = \max_{i=1, \dots, N} \left\{ \frac{i}{N} - p_i \right\}, \quad (29)$$

$$De^- = \max_{i=1, \dots, N} \left\{ p_i - \frac{i-1}{N} \right\}, \text{ e} \quad (30)$$

$$p_i = \Phi \left(\frac{x_i - \bar{x}}{s} \right), \quad (31)$$

é a função de distribuição normal acumulada padrão. Os valores de p_i são tomados da tabela de distribuição normal acumulada de probabilidade (área total à esquerda da curva normal) com o conhecimento de $z_{i=1,\dots,N} = \frac{x_i - \bar{x}}{s}$ e o nível de significância, α , escolhido para o referido método. Esses valores podem ser encontrados em (LARSON e FARBER, 2010, p. 422).

O valor de De calculado é então comparado com valores de “dê críticos”, D_c . Estes valores foram obtidos como resultado dos cálculos de Monte Carlos, usando 1000 ou mais amostras para cada valor de N (LILLIEFORS, 1967, p. 400).

De acordo com Lilliefors (1967, p. 399), para valores de De calculado inferiores ao valor do D_c (obtido da referida tabela), não há indícios para rejeitar a hipótese nula, isto é, com nível de significância α , os dados estudados pertencem a uma população cuja distribuição é normal (ou aproximadamente normal).

Mais uma vez, apesar da explanação trazida no presente texto ser suficiente para obtenção dos resultados dos testes de normalidade pelo método de Lilliefors, todos os teste realizados por esse método (nesta dissertação) foram feitos nível de significância $\alpha = 0,05$.

2.8.4 Distribuição t de Student

Segundo Larson e Farber (2010, p. 262, grifo do autor), se a distribuição de uma variável aleatória x for aproximadamente normal, então,

$$t = \frac{\bar{x} - \mu}{\frac{s}{\sqrt{N}}} \quad (32)$$

segue uma **distribuição t**. Na Equação 32, $\bar{x}$ é a média amostral, μ é a média da população, s é a variância da amostra, e N é número de elementos da amostra.

São propriedades da distribuição t de Student, segundo Larson e Farber (2010, p. 263):

- Tem forma de sino e é simétrica sobre a média;
- É uma família de curvas, cada uma determinada por um parâmetro chamado grau de liberdade. Os graus de liberdade

$$g.l. = N - 1 \quad (33)$$

são o número de escolhas livres deixadas depois que uma amostra estatística tal como a média é calculada. Quando é usada a distribuição t para estimar a média da população, os graus de liberdade são iguais ao tamanho da amostra menos um;

- A área total sob a curva t é igual a 1 (ou 100 %);
- A média, a mediana e a moda da distribuição t são iguais a zero;
- Conforme os graus de liberdade aumentam, a distribuição t aproxima a distribuição normal. Depois de 30 *g.l.*, a distribuição t está muito próxima á distribuição normal.

De acordo com a Figura 16, para *g.l.* = 5 a curva já se assemelha bastante à normal. Também é perceptível que as caudas das curvas t são mais espessas que a cauda da distribuição normal.

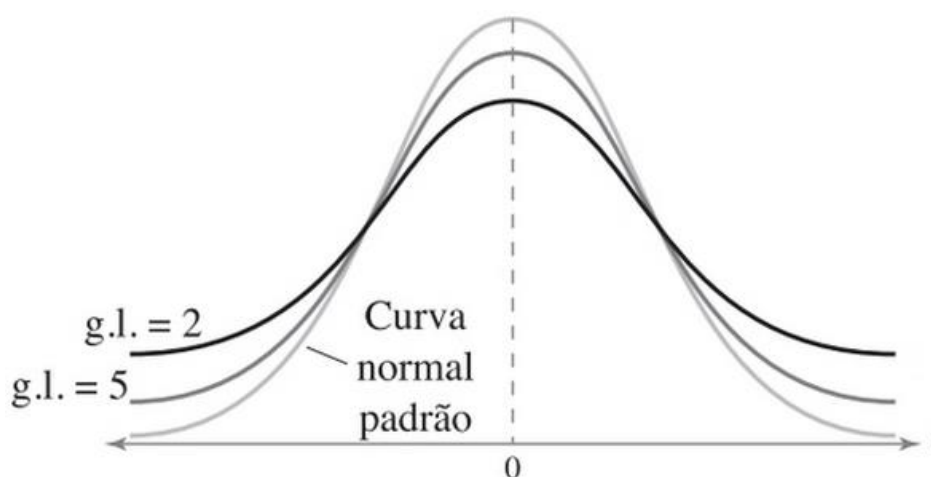


Figura 16: Comparação da curva da distribuição normal (linha mais clara) e duas curvas da distribuição t de Student (para os graus de liberdade 2 e 5). Fonte: Adaptado de: Larson e Farber (2010, p. 263).

2.8.5 Intervalos de Confiança

Considerando: os estimadores dados pelas Equações 25 e 26, e o número de graus de liberdade dado pela Equação 33; a margem de erro do intervalo de confiança a ser estabelecido para pequenas amostras é dada pela relação (LARSON; FARBER, 2010, p. 264):

$$Er = t_c \cdot \frac{s}{\sqrt{N}}, \quad (34)$$

onde t_c são valores denominados críticos ou coeficientes de confiança (SPIEGEL, 1993, p. 284).

Assim, o intervalo de confiança para a média populacional, com base no nível de significância α (nível de confiança de $(1 - \alpha)$), é estabelecido como:

$$\bar{x} - Er < \mu < \bar{x} + Er. \quad (35)$$

Para grandes amostras, o procedimento é semelhante. No entanto, para o cálculo de Er , se utiliza os valores de z crítico, z_c :

$$Er = z_c \cdot \frac{s}{\sqrt{N}}, \quad (36)$$

No presente texto, é utilizada a confiabilidade $\alpha=0,05$. Nesse caso, $z_c = 1,96$.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo trata de todos os procedimentos experimentais executados para o estudo desenvolvido no presente trabalho: experimentos preliminares, delimitação da metodologia, confecção das amostras, medições físicas, ensaio de compressão diametral e caracterizações física, elétrica e mecânica. O seguinte diagrama ilustra a metodologia delimitada e utilizada.

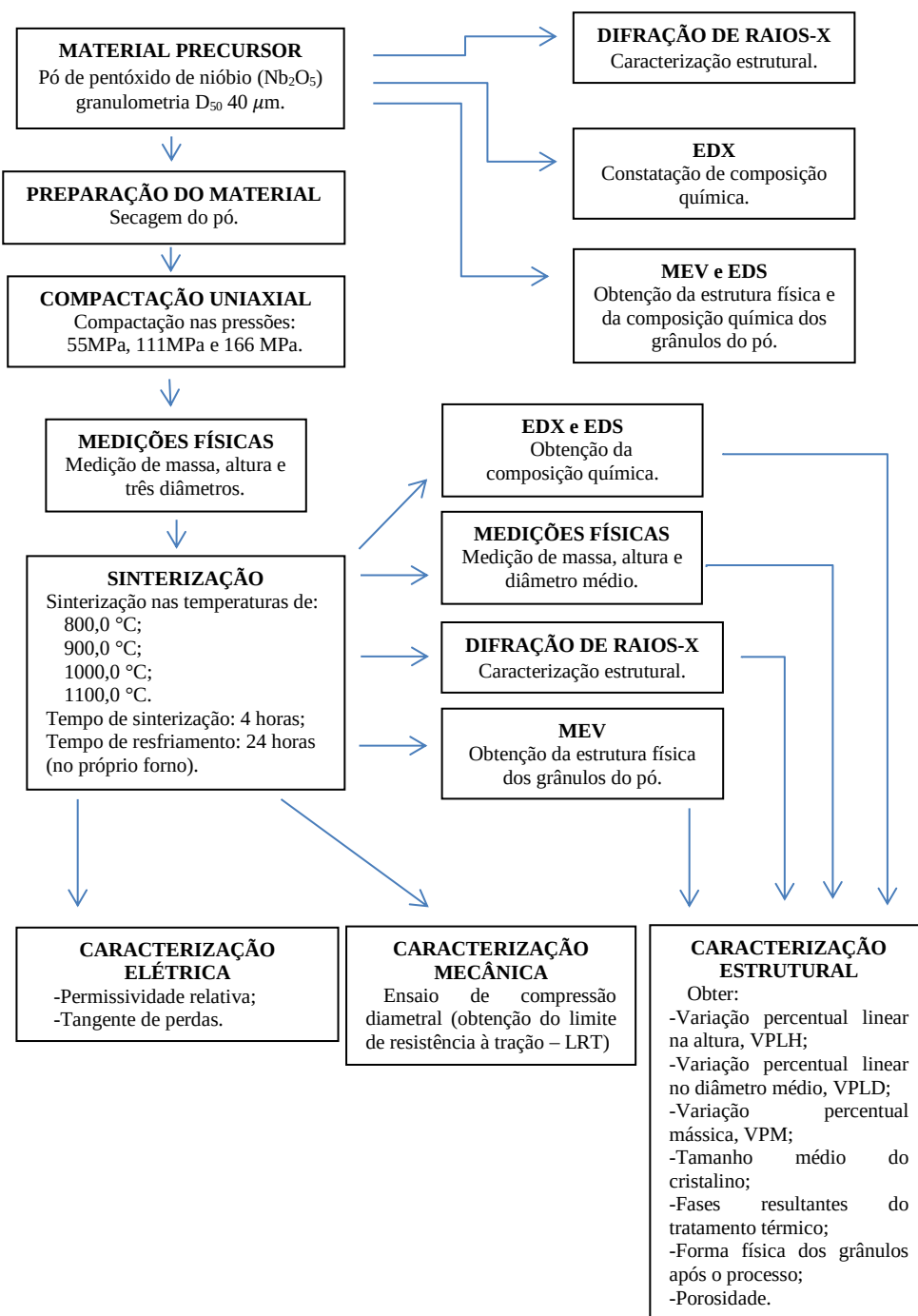


Figura 17: Fluxograma para a metodologia utilizada no presente trabalho.

3.1 PRIMEIRAS AMOSTRAS (ESTUDO PRELIMINAR)

Inicialmente, pó do pentóxido de nióbio³ com granulometria $D_{50} 40 \mu\text{m}$ ⁴, foi seco numa estufa, marca Nova Ética, à temperatura de 105,0 °C durante 24 horas.

O pó retirado da estufa foi posto num mini-dessecador, na presença de sílica, para resfriamento até a temperatura ambiente.

Subsequentemente, foram medidas massas de 5,00 g, numa balança digital Marca SHIMADZU, Modelo TX3202L, precisão 0,01 g.

As primeiras amostras foram confeccionadas através da compactação uniaxial nas pressões de 2, 4 e 6 toneladas (111 MPa, 222 MPa e 333 MPa, respectivamente), numa matriz de aço ferramenta cujo diâmetro interno mede 15,0 mm., como mostrado na Figura 18.

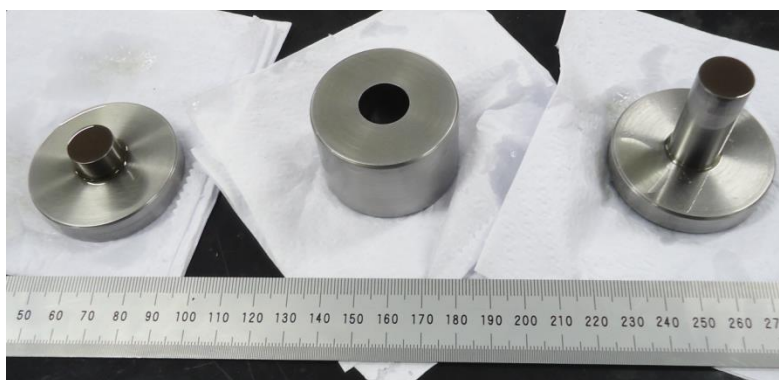


Figura 18: Matriz utilizada para compactação das amostras.

Para a compactação foi utilizada uma prensa hidráulica manual marca MARCON, com capacidade de até 10 toneladas.

No procedimento de prensagem, foi dado um tempo de relaxação de 10 s a cada meia tonelada, sendo que atingida a pressão máxima, cada corpo foi deixado por, pelo menos, 15 s antes da retirada da carga.

A Figura 19 mostra corpos-de-prova confeccionados após o procedimento supracitado.

³ Fornecido gratuitamente pela CBMM.

⁴ Significa que, pelo menos, 50 % dos grânulos do pó têm diâmetro médio igual a 40 μm .

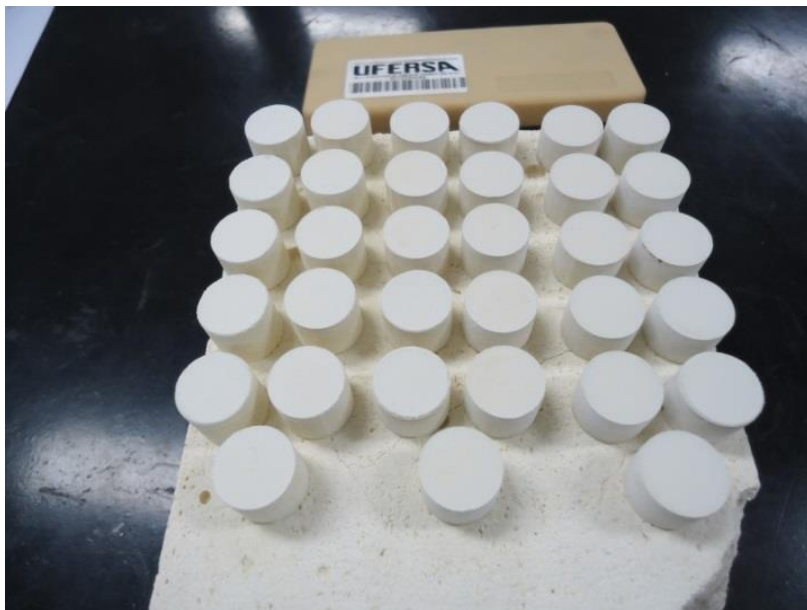


Figura 19: Corpos-de-prova compactados.

As amostras compactadas foram sinterizadas à temperatura de 900 °C, num forno tipo mufla, GP CIENTÍFICA, com oscilações de 20 °C para mais e para menos. Foi utilizado um tijolo refratário como “bandeja de suporte”.

O tempo de sinterização foi de 4,0 horas e os corpos sinterizados foram resfriados no próprio forno por um período de 24,0 h até a temperatura ambiente. A Figura 27 mostra os corpos-de-prova sinterizados.

Com base nos resultados preliminares e nas indicações bibliográficas, a metodologia a ser utilizada nos procedimentos seguintes foi delimitada.

3.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA

Para confecção das amostras, foi utilizado um procedimento semelhante ao do estudo preliminar: secagem do pó por 24,0 horas em estufa a temperatura de 105 °C; resfriamento até a temperatura ambiente em mini-dessecador com presença de sílica em grãos; medição de massas (5,0 g pra cada corpo); compactação uniaxial para o formato cilíndrico com 15,0 mm de diâmetro (nas pressões relativas a 1, 2 e 3 toneladas (55, 111 e 166 MPa)); sinterização nas temperaturas de 800 °C, 900 °C, 1000 °C e 1100 °C, durante 4,0 horas; resfriamento no próprio forno até a temperatura ambiente durante 24,0 h.

Os corpos-de-prova utilizados na caracterização elétrica na faixa de frequência 0,2 GHz a 4,0 GHz foram feitos com um procedimento semelhante ao descrito acima. As únicas

diferenças estiveram no diâmetro interno da matriz utilizada, que nesse caso foi de 20,0 mm e na massa a ser posta na matriz que foi de 6,00 g.

Para confecção de cada um dos corpos utilizados para caracterização elétrica na faixa de frequência de 8,2 GHz a 21,4 GHz, foram utilizados dois corpos de prova cilíndricos de 15,0 mm de diâmetro, relacionados a cada temperatura e pressão. Cada par foi lixado manualmente até obtenção de um corpo paralelepipedal, com as dimensões compatíveis para a caracterização no guia de ondas WR-90. Essas dimensões são de aproximadamente: (10,0 mm)x(10,16 mm)x(22,86 mm).

No lixamento, foram utilizadas duas lixas:

- Granulometria 200, para retirada inicial de material (desbaste mais grosseiro);
- Granulometria 400, para ajuste dimensional final.

3.3 MEDIÇÕES DIMENSIONAIS E DE MASSA

Para cada temperatura e pressão estudadas no presente texto, foram feitas medidas da massa, do diâmetro e da altura em doze corpos de prova. Isso foi feito antes e após a sinterização para todos os corpos.

Para a medição da massa dos corpos compactados, foi utilizada a mesma balança usada na medição da massa a ser posta na matriz.

Quanto ao diâmetro, foi observada uma variação muito pequena ao se medir diâmetros em direções distintas. Por isso, optou-se por medir três diâmetros angularmente equidistantes e calcular um diâmetro médio. Tanto as medidas de diâmetros como as medidas de altura, foram feitas com uso de um micrômetro Mitutoyo, com precisão de 0,01 mm.

Os resultados das medições de massa e medições e cálculos dimensionais estão mostrados no APÊNDICE A.

3.4 MEDIÇÃO E CÁLCULO DA POROSIDADE

Quatro corpos-de-prova de 15,0 mm de diâmetro, associados a cada pressão e temperatura, tiveram sua porosidade aberta calculada através da medição de suas dimensões (altura e diâmetro médio), de suas massas umedecidas em água destilada e de suas massas secas.

No procedimento, foram medidas as massas secas dos corpos com uso de balança analítica digital, Marca Marte, precisão 0,0001 g e tolerância de 0,001 g.

Após isso, cada corpo foi imerso em água destilada em temperatura ambiente (aproximadamente 26,0 °C), pelo período 15,0 minutos, e, retirado o excesso com auxílio de papel toalha, foi medida a massa do corpo umedecido na mesma balança.

3.5 ENSAIO DE COMPRESSÃO DIAMETRAL

Seis corpos-de-prova de 15,0 mm de diâmetro, associados a cada temperatura de sinterização e a cada pressão de compactação foram submetidos ao ensaio de compressão diametral numa máquina de ensaio de tração e compressão, marca EMIC – 100 kN, usando uma célula de carga com capacidade de 30 kN.

Nos primeiros ensaios de compressão diametral (ensaio preliminares), usou-se a velocidade do travessão (velocidade de ensaio) de 0,8 mm/s. Em todos os outros (os que, de fato foram contabilizados na caracterização mecânica) foi utilizada a velocidade 0,01 mm/s.

3.6 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA

Foi tomada uma amostra relacionada a cada temperatura de sinterização e pressão de compactação, e foram feitas caracterizações elétricas em dois equipamentos distintos:

- Analisador de Redes Vetorial da Rohde Schwartz, modelo ZVB14 de 2 portas, funciona até 14 GHz; com implemento do guia de ondas WR-90 (0,9" x 0,4" – 22,86mm x 10,16mm) para frequências de 8,2 GHz a 12,4 GHz;
- Analisador de Redes Vetorial da Agilent, modelo E5071C de 2 portas, que funciona até 4 GHz.

No Analisador de Redes Vetorial da Rohde Schwartz foi feita uma varredura no range de 8,2 GHz até 12,4 GHz em cada um dos corpos de formatos paralelepipedal confeccionados e lapidados por lixamento. No procedimento, os corpos foram posicionados no porta amostra (um pequeno flange metálico) e, subsequentemente, o flange foi fixado ao guia de ondas do equipamento.

No analisador de Redes Vetorial da Agilent, foi feita uma varredura no range de 0,2 GHz até a 4,0 GHz em cada um dos corpos de com 20,0 mm de diâmetro. No procedimento, os corpos foram posicionados de forma centralizada em relação ao eixo do guia de ondas circular.

Nestas caracterizações, o procedimento experimental foi executado no Laboratório de Caracterizações Elétricas da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN). Os resultados podem ser observados nas Figuras 60 a 68, na seção 4.4 deste texto.

3.7 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL

3.7.1 Caracterização por Difração de Raios-X

Uma amostra relacionada a cada temperatura de sinterização e pressão de compactação, com 15,0 mm de diâmetro, foi caracterizada por difração de raios-X, num difratômetro marca Rigaku, modelo MiniFlex II. As varreduras foram feitas no range de 15° a 85°, com passo de 1 grau por minuto.

No procedimento, foi retirado material da região central de cada corpo de prova, a fim de evitar indicações de contaminações pelo equipamento.

Esse procedimento experimental foi executado no laboratório de Caracterização Estrutural da UERN, LACE, pelo professor Dr. Rodolfo Bezerra da Silva, com auxílio do técnico do laboratório Sr. João Barbosa Neto e dos bolsistas de laboratório.

3.7.2 Caracterização pelo Método de EDX

Uma amostra referente a cada temperatura e pressão foi caracterizada num espectrômetro de fluorescência de raios-X, marca Shimadzu, modelo DRX-7000, mostrado na Figura 41. No procedimento, cada amostra posicionada em relação ao eixo do colimador do equipamento num porta amostra com auxílio de uma lâmina plástica transparente.

3.7.3 Caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS

Uma amostra relativa a cada temperatura de sinterização e pressão de compactação, bem como o pó de Nb₂O₅ de granulometria D₅₀ 40 µm, foram observados num microscópio eletrônico de varredura modelo MIRA3 LM, Fabricante TESCAN.

No procedimento, inicialmente, as amostras foram deixadas numa estufa na temperatura de 100,0 °C, por 24 horas, a fim de evitar ao máximo a presença de umidade. Subsequentemente, foram retirados fragmentos das amostras e esses foram postos sobre uma

fita adesiva de carbono. As fitas foram posicionadas no porta amostra do equipamento, e essas superfícies foram observadas.

Também foram observadas as superfícies de fratura dos corpos submetidos ao ensaio de compressão diametral, e tanto o pó do óxido quanto algumas amostras sinterizadas foram caracterizadas por EDS no mesmo equipamento.

Esse procedimento experimental foi executado no Laboratório de Microscopia Eletrônica (LAMEV) da UERN. O APÊNDICE G mostra as imagens geradas pelo método MEV para todas as amostras processadas no presente texto.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este capítulo trata sobre todos os resultados obtidos, de acordo com a metodologia utilizada. Ele está dividido em seis subseções, a primeira relacionada ao cálculo da massa a ser posta na matriz, a segunda relacionada às observações experimentais preliminares e à normalidade dos dados obtidos, e as outras relacionadas às caracterizações propostas.

4.1 CÁLCULO DA MASSA A SER POSTA NA MATRIZ

A massa ser posta na matriz foi calculada considerando material com um contínuo. Com base na massa específica do Nb_2O_5 e no volume dum cilindro de 6,0 mm de altura e 15,0 mm de diâmetro, a massa do pó foi calculada:

$$\rho = \frac{m}{V} \rightarrow m = \rho \cdot V = \left(4,69 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) \cdot \left[\frac{\pi \cdot (1,5 \text{ cm})^2}{4} \cdot 0,6 \text{ cm} \right] = 4,97 \approx 5,0 \text{ g}. \quad (37)$$

Para obtenção do valor da massa de 6,00 g, foi considerado um cilindro de 0,4 cm de altura e 20,0 mm de diâmetro.

4.2 SOBRE AS OBSERVAÇÕES PRELIMINARES E A NORMALIDADE DOS DADOS

Quanto as pressões relativas às cargas de 4 e 6 toneladas, foi observado um difícil processamento do material, pelo que bastante pó impregnou nas superfícies internas da matriz após cada compactação. Também, o cálculo da tensão aplicada à matriz e a estimativa do limite de escoamento dela, indicou risco de dano a ela. Aliando isso ao fato de que, na pressão menor, o material já apresentava aspecto físico coeso, optou-se por pressões menores: relativas a 1, 2 e 3 tons (55 MPa, 111 MPa e 166 MPa), pelo mais fácil processamento.

Quanto às temperaturas de sinterização, foram utilizadas quatro temperaturas distintas, baseadas nas indicações da bibliografia consultada e na observação do aspecto físico coeso dos corpos sinterizados em 900 °C, a saber: 800, 900, 1000 e 1100 °C. O tempo de sinterização foi de 4 horas, por indicação de Cerniak (2011, p. 63), de Droeher (2009, p. 15), de Kruszynskide Assis (2008, p. 103), de Regina da Fonseca (2005, p. 02) e da observação das amostras preliminares.

Quanto a normalidade dos dados obtidos, os testes forneceram indicações positivas para a maioria das propriedades estudadas. De acordo com os resultados observados na Tabela 03,

é possível observar que a maioria dos dados obedeceu a uma distribuição normal (valores positivos, “+”, para os testes). A bibliografia consultada sugere que apenas a indicação de que os dados de materiais cerâmicos seguem a distribuições normais é suficiente para aferir sobre a normalidade de diversas variáveis relacionadas a esses materiais. Por isso, é indicado na Tabela 03 que as propriedades aqui estudadas seguem uma distribuição normal e assim, é perfeitamente possível calcular intervalos de confiança de acordo com os modelos t de Student e Normal.

Tabela 03: Resultados dos Testes de Normalidade

Propriedade Estudada	Método com nível de confiança de 95,0 %									
	Shapiro -Wilk					Lilliefors				
	Temperatura (°C)					Temperatura (°C)				
	Pressão (MPa)	800	900	1000	1100	Pressão (MPa)	800	900	1000	1100
LRT	55	+	+	+	+	55	+	+	+	+
	111	+	+	+	+	111	+	+	+	+
	166	+	+	+	+	166	+	+	+	+
ϕ_A	55	+	+	+	+	55	+	+	+	+
	111	+	+	+	+	111	+	+	+	+
	166	+	+	+	-	166	+	+	+	+
VPLH	55	-	-	-	-	55	-	-	+	-
	111	+	+	+	+	111	-	+	+	-
	166	+	+	+	+	166	+	+	+	+
VPLD	55	-	+	+	+	55	-	+	+	+
	111	-	+	+	+	111	-	+	+	-
	166	-	+	+	+	166	-	+	+	+
VPM	55	+	+	+	+	55	+	+	+	+
	111	-	+	+	+	111	-	+	-	+
	166	-	+	-	+	166	-	+	-	+
ε'	55	+	+	-	*	55	+	+	+	*
	111	+	-	+	*	111	+	-	+	*
	166	+	-	-	*	166	+	-	+	*
$\tan(\delta)$	55	+	-	-	*	55	+	+	-	*
	111	+	+	+	*	111	+	+	+	*
	166	+	+	+	*	166	+	+	+	*

Legenda:

+ significa que a população é aproximadamente normal;

- significa que a população não é aproximadamente normal;

* valores não caracterizados.

4.3 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL

Quanto a medição de porosidade, foi observado que com apenas alguns segundos, os sons e o aparecimento de bolhas característicos da penetração da água nos poros e microporos dos corpos-de-prova cessavam. Além disso, foi observada determinada fragmentação ou deterioração das amostras, pelo que pouca quantidade de pó desprende-se delas e depositou-se no fundo do recipiente de vidro. Devido a essas observações, optou-se por deixar os corpos de prova por 15,0 min imersos na água destilada, afim de que houvesse a penetração no volume vazio das amostras e posterior cálculo da porosidade aberta das amostras diversas.

Os valores dos desvios padrão observados forneceram indicações da eficácia do método, bem como o número suficiente de amostras utilizadas para quantificação da porosidade aberta média. Os valores calculados da porosidade total estiveram de acordo com os da porosidade aberta (inferiores e proporcionais em todos os casos). Isso também fornece indicação para a eficácia do método utilizado com a absorção de água destilada.

Para o cálculo da porosidade aberta foram usadas as Equações 12 e 14, onde se obteve a Equação 38:

$$\varphi_A = \frac{V_{PA}}{V_T} = \frac{m_{\text{liquido absorvido}}/\rho_{\text{liquido}}}{\pi \cdot R^2 \cdot L} = \frac{(m_u - m_s)}{\pi \cdot R^2 \cdot L \cdot \rho_{\text{liquido}}} \quad (38)$$

onde:

m_u é a massa do corpo úmido (posteriormente à inserção no líquido), dada em quilograma, kg;

m_s é a massa do corpo seco (anteriormente à inserção no líquido), dada em quilograma, kg;

ρ_{liquido} é massa específica da líquido nas pressão e temperatura dadas, dada em quilograma por metro cúbico, kg/m³;

R é o raio da amostra, dado em metros, m;

L é o comprimento da amostra, dado em metros, m;

π é uma constante adimensional igual a 3,14159265358979 (com 15 dígitos).

Para as medições dimensionais, os procedimentos e os instrumentos utilizados foram os mesmo abordados na seção anterior. Os valores obtidos estão mostrados no APÊNDICE B.

Foram tomados os dados obtidos das medições físicas dimensionais e de massa e a porosidade total de cada grupo de amostras foi calculada através das Equações 11 e 14, onde se obteve a Equação 39:

$$\varphi_T = \frac{V_{PT}}{V_T} = \frac{V_T - V_M}{V_T} = 1 - \frac{V_M}{V_T} = 1 - \frac{m_a/\rho_{Nb_2O_5}}{\pi \cdot R^2 \cdot L} \quad (39)$$

onde:

V_M é o volume da amostra que tem massa de Nb_2O_5 ;

m_a é a massa medida da amostra, dada em quilogramas, kg;

$\rho_{Nb_2O_5}$ é massa específica do Nb_2O_5 , em quilogramas por metro cúbico, kg/m^3 ;

R é o raio medido da amostra, dado em metros, m;

L é o comprimento medido da amostra, dado em metros, m;

π é uma constante adimensional igual a 3,14159265358979 (com 15 dígitos).

Quanto a porosidade aberta, é mostrado na Figura 20 que essencialmente a variação da pressão de compactação ocasionou diferenças nessa propriedade, sendo que, em todos os casos, ocorreu diminuição da porosidade aberta com o aumento da pressão (exceto para as amostras compactadas a 55 MPa e sinterizadas a 1000 °C). No caso específico dessas amostras, ocorreram valores muito discrepantes, de forma que o intervalo de confiança se apresentou demasiado elevado.

Com a variação da temperatura, apenas alguns valores realmente divergiram, como, por exemplo, de 800 °C para 1100 °C, nas pressões de 55 e 111 MPa. Os outros valores, para a confiança de 95,0 %, praticamente não variaram.

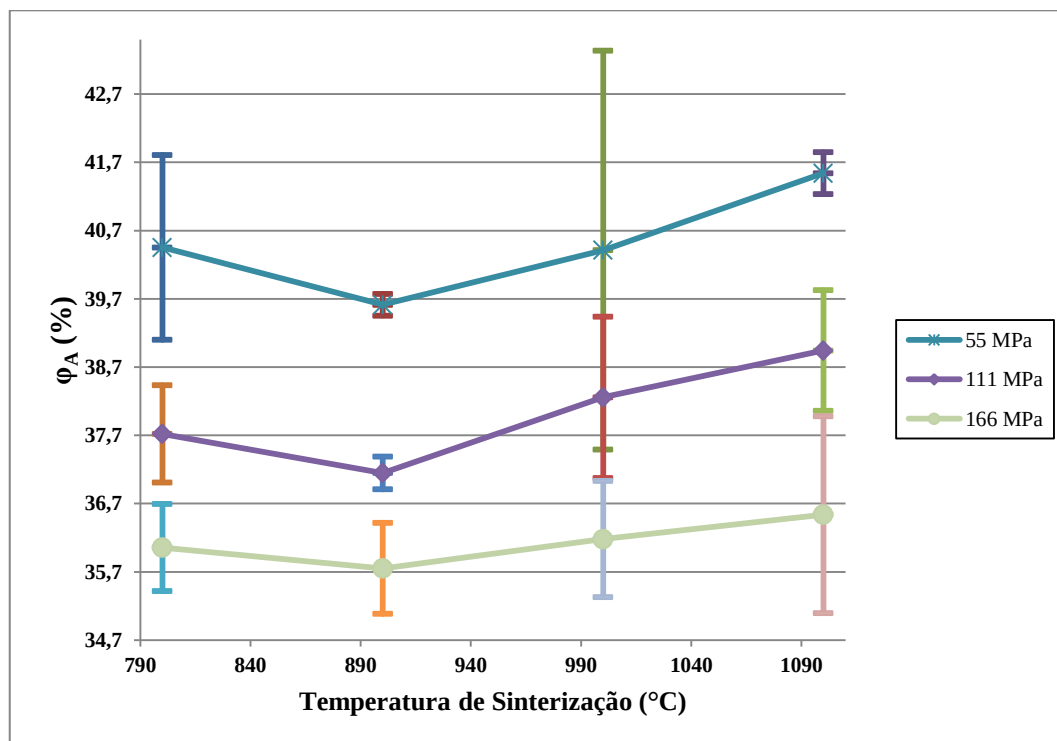


Figura 20: Gráfico porosidade aberta vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.

A eficácia do método utilizado para calcular a porosidade aberta pode ser estabelecida pela comparação com os resultados encontrados para a porosidade total (ver Figura 45), que se mostraram relativamente proporcionais. O número de amostras utilizadas para o cálculo da porosidade total foi superior ao número de amostras utilizadas para o cálculo da porosidade aberta. Isso mostrou desvios padrões inferiores e consequentemente, intervalos de confiança menores, conforme pode ser observado pela comparação das Figuras 20 e 21.

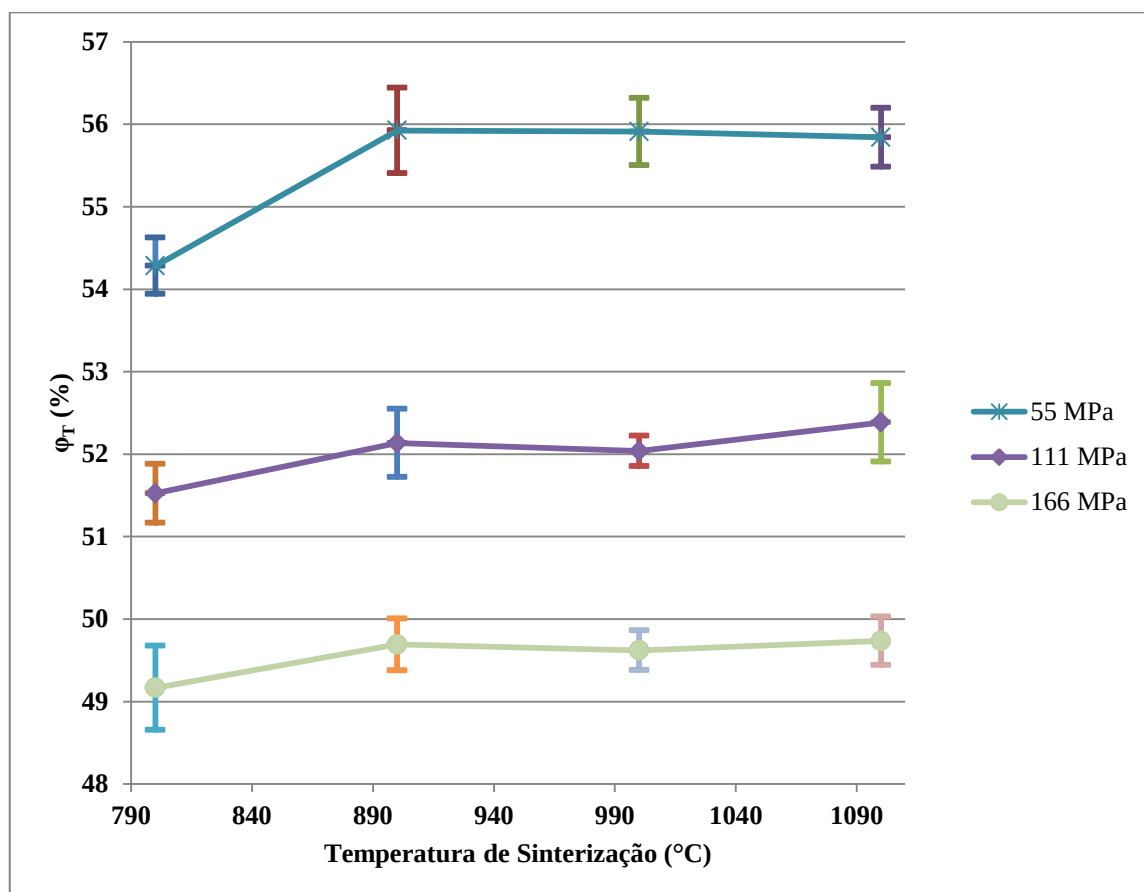


Figura 21: Gráfico porosidade total vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.

O efeito da variação da porosidade com a variação da pressão de compactação pode ser explicado pela maior aproximação dos grânulos do pó compactado diante de pressões maiores, sendo que com os grânulos mais próximos uns dos outros, ocorre menos espaços livres no material (preenchidos com ar). Nesse ponto, é importante destacar a indicação de que a porosidade caiu com o aumento da pressão de compactação.

Quanto a variação percentual linear no diâmetro, é mostrado na Figura 22 que ocorreu contração apenas na temperatura de 800 °C e expansão nas demais. Para cada temperatura de

sinterização estudada, os valores de VPLD foram praticamente os mesmos nas diversas pressões de compactação (com confiabilidade de 0,05), com apenas um valor diferente na temperatura de 1100 °C e na pressão de 55 MPa.

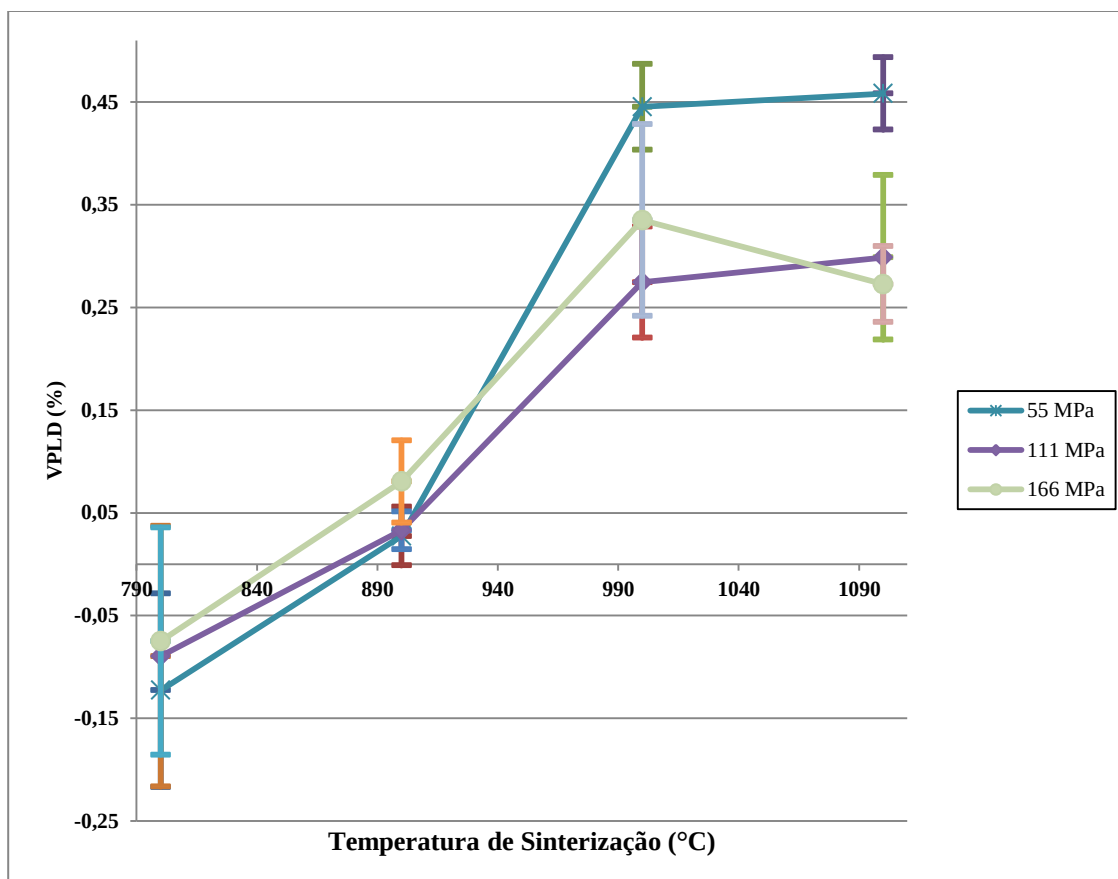


Figura 22: Gráfico variação percentual linear no diâmetro médio vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.

Com exceção para as amostras compactadas a 111 MPa e sinterizadas a 800 °C e a 900 °C, onde ocorreu intersecção nos intervalos; na faixa de 800 °C a 1000 °C ocorreu aumento nos valores de VPLD em todas as pressões de compactação. Isso fornece indicações de que o aumento da temperatura de sinterização provoca um aumento na VPLD na faixa de 800 °C a 1000 °C.

Quanto a variação percentual linear na altura, é mostrado na Figura 23 que assim como nos valores de VPLD, ocorreu contração apenas na temperatura de 800°C e expansão nas demais. Para cada temperatura de sinterização estudada, os valores de VPLH foram os

mesmos nas diversas pressões de compactação (com confiabilidade de 0,05), sem nenhuma diferença significativa.

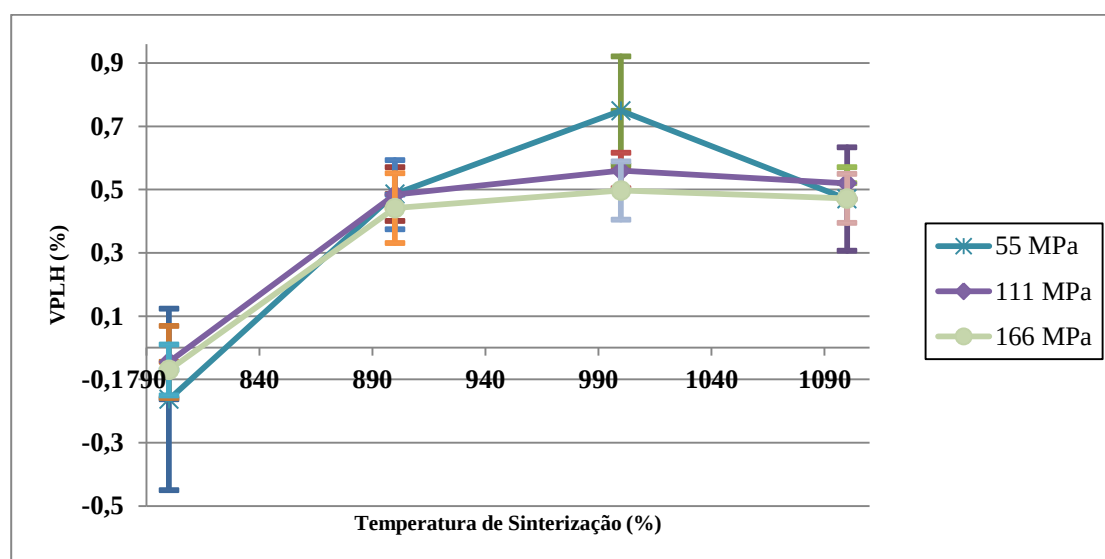


Figura 23: Gráfico variação percentual linear na altura vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.

Para diferentes valores de temperaturas, foi observado aumento na VPLH apenas de 800 °C para as demais temperaturas, sendo que nestas não ocorreu diferenças significativas para o nível de confiança estabelecido.

De maneira geral, as variações dimensionais indicam que o efeito do coalescimento foi mais significativo nas temperaturas de 900 °C, 1000 °C e 1100 °C, enquanto que o efeito da densificação foi mais significativo a 800 °C. Além disso, é possível observar diferenças significativas entre os valores de VPLH e de VPLD para todas as pressões estudadas, nas temperaturas 900 °C e 1000°C.

Em se tratando das variações percentuais mássicas, é mostrado na Figura 24 que, com 95 % de confiança, não foram estabelecidas diferenças, para as diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização. Isso muito, talvez, se deve a perda de massa durante o próprio manuseio das amostras. No entanto, como o Nb_2O_5 trata-se de um material higroscópico, é evidente a evaporação de umidade em todas as amostras processadas especificamente durante o aquecimento referente a sinterização.

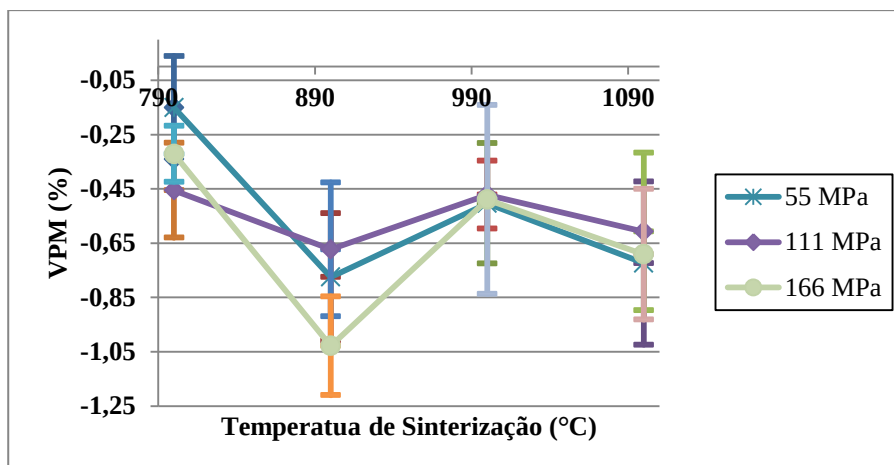
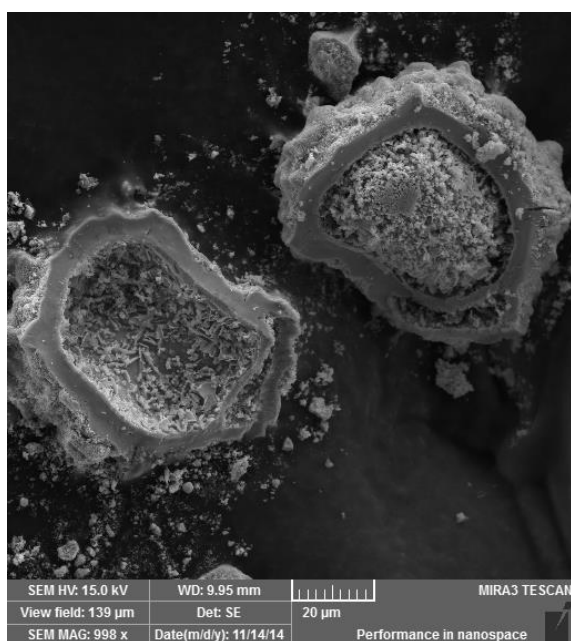
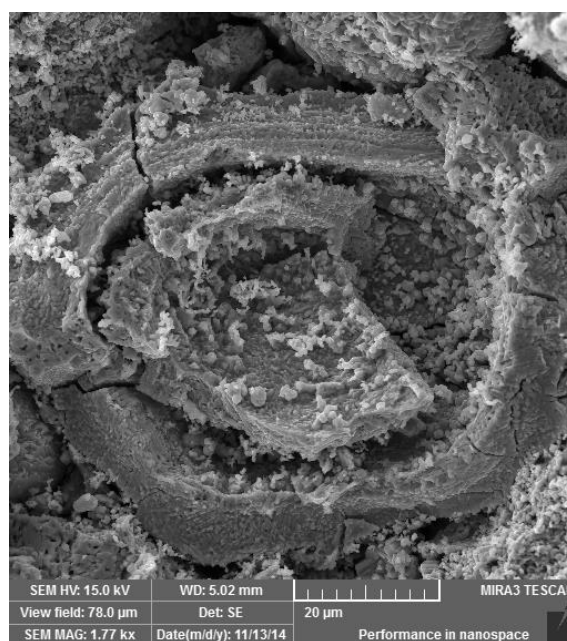


Figura 24: Gráfico variação percentual mássica vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.

As imagens formadas no microscópio eletrônico de varredura mostraram uma estrutura relativamente complexa do Nb_2O_5 , como esferas dentro de outras (ver Figura 25 (a)). Em alguns casos, foram observadas mais de duas camadas aproximadamente esféricas (ver Figura 25 (b)).



(a)



(b)

Figura 25: Imagem obtida por MEV. Em (a): um grânulo do pó do Nb_2O_5 fornecido pela CBMM; em (b): um exemplo de grânulo com mais de uma camada esférica (material compactado a 55 MPa e sinterizado a 900 °C).

Pouca ou quase nenhuma diferença pôde ser observada entre o pó cru e o material processado (compactado e sinterizado), além da maior proximidade dos grânulos compactados. Em todas as amostras processadas, foi observado o aspecto semelhante dos grânulos do material: esferas e fragmentos de cascas esféricas compactados, formando um conglomerado material. É mostrado na Figura 26 a mesma imagem sob diferentes resoluções, sendo possível observar o aspecto microscópico do material resultante do processamento feito e do particulado especificamente.

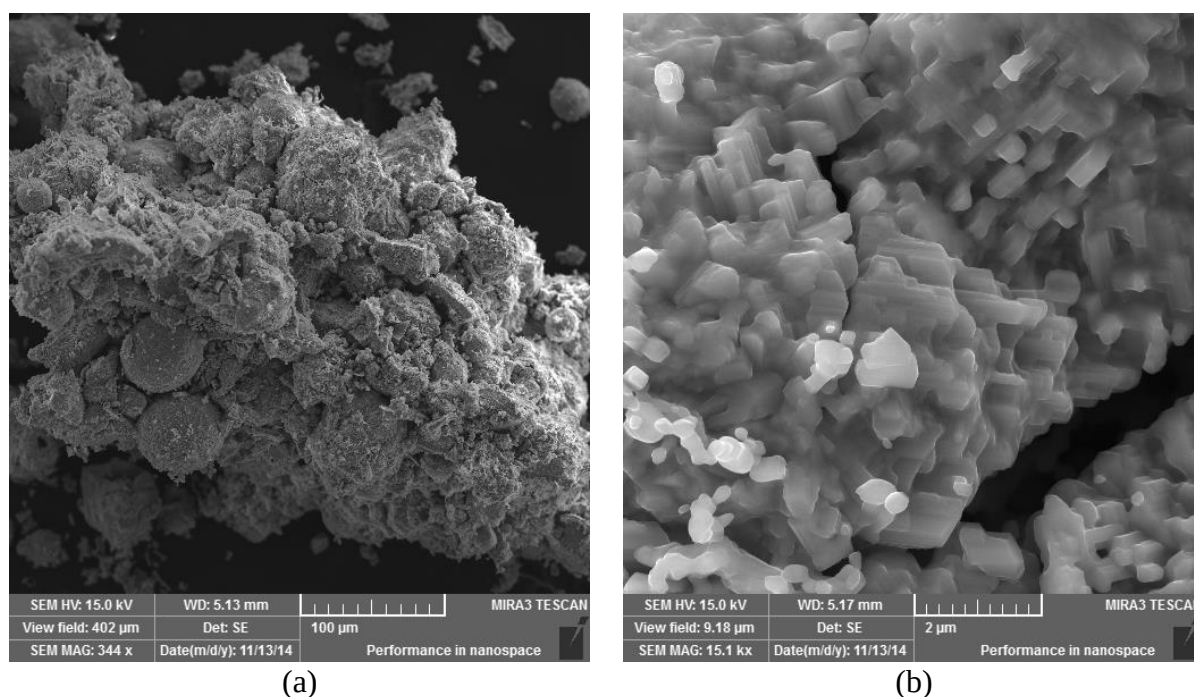


Figura 26: Imagem do aspecto de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 900 °C sob diferentes resoluções. Em (a), um fragmento do material processado, escala de 100 μm ; em (b), o cristalito formado, escala de 2 μm .

Em alguns pontos, foi observado um maior coalescimento dos particulados. Principalmente nas amostras sinterizadas nas temperaturas de 1000 °C e 1100 °C, esse efeito ocorreu com maior frequência. Isso pôde ser observado pelos valores dos tamanhos médios dos cristalitos observados na Tabela 05.

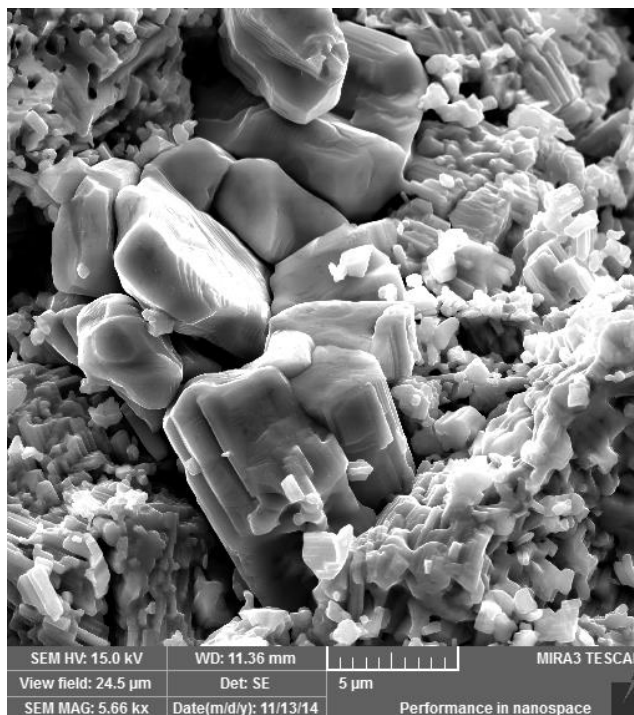


Figura 51: Um ponto onde ocorreu coalescimento de particulados devido ao efeito da sinterização. Material compactado em 111 MPa e sinterizado em 1000 °C.

A caracterização pelo método EDS foi feita em duas amostras processadas por parâmetros distintos do processo de fabricação e no pó fornecido pela CBMM. Nessas amostras, ocorreu boa concordância entre os valores fornecidos via EDS pelo MEV para as percentagens de elementos químicos e de massa, com os valores calculados com base nas massas atômicas do Nb e do O. Os valores para a percentagem em massa e de átomos são dados a seguir.

Em massa:

$$\%m Nb = 2 \cdot 92,9 / (2 \cdot 92,9 + 5 \cdot 16) = 69,90 \%m; \quad (40)$$

$$\%m O = 5 \cdot 16 / (2 \cdot 92,9 + 5 \cdot 16) = 30,10 \%m. \quad (41)$$

Em átomos:

$$\%a Nb = 2 / (2 + 5) = 28,57 \%a; \quad (42)$$

$$\%a O = 5 / (2 + 5) = 71,43 \%a. \quad (43)$$

É mostrada na Figura 28 os valores percentuais mássicos fornecidos pelo MEV para uma das amostras caracterizadas, com os parâmetros (800 °C e 55 MPa).

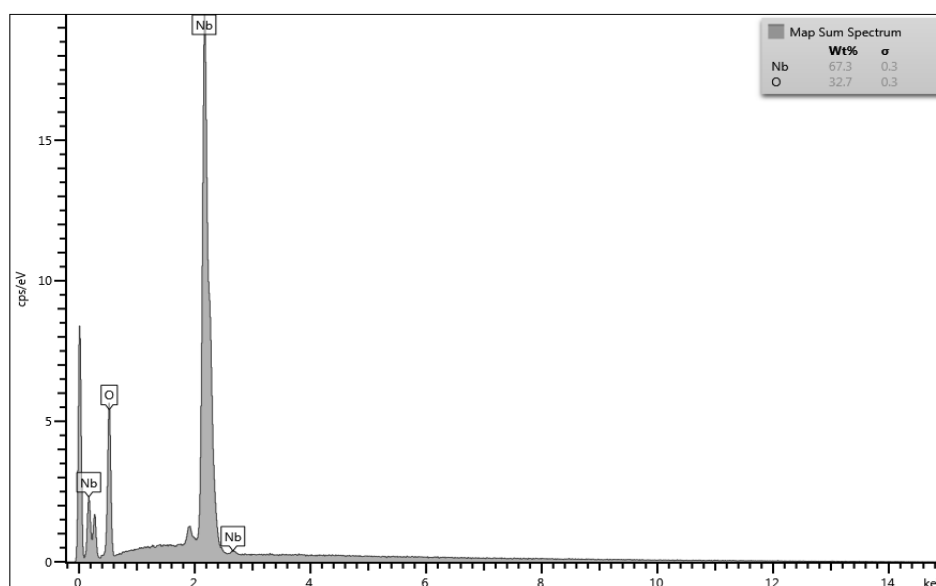


Figura 28: Resultado fornecido pelo MEV para uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 800 °C. Wt% indica a percentagem em massa.

A percentagem em átomos fornecidos pelo microscópio eletrônico de varredura para a mesma amostra mostrada na Figura 28 foi de 73,86 % para o oxigênio e de 26,14 % para o nióbio. É mostrada na Figura 29 uma imagem para os componentes nióbio e oxigênio, presentes na amostra citada.

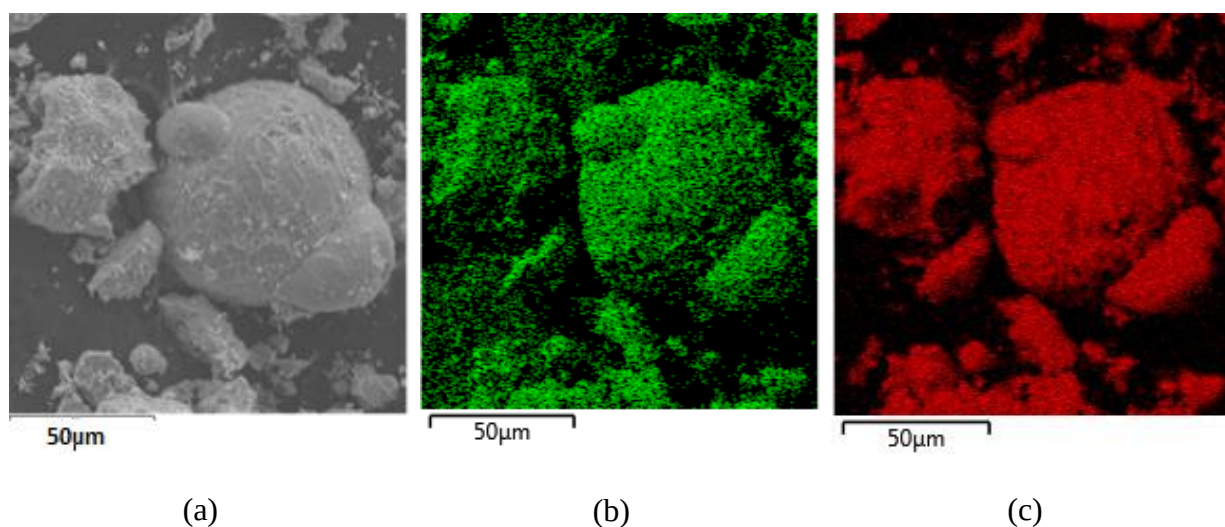


Figura 29: Imagem EDS formada. Em (a) a imagem estudada; em (b) imagem do oxigênio presente no composto; em (c) imagem do nióbio presente no composto.

Os valores das outras amostras caracterizadas, com parâmetros 55 MPa e 900 °C e o pó fornecido pela CBMM podem ser observados na Tabela 04.

Tabela 04: Percentagens de Átomos e de Massa para Duas Amostras Caracterizadas por EDS

Material	Percentagem em massa (%)		Percentagem em átomos (%)	
	Oxigênio	Nióbio	Oxigênio	Nióbio
Pó	32,85	67,15	73,97	26,03
Amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 900 °C	29,92	70,08	71,26	28,74

Esses resultados indicam que, nas referidas amostras caracterizadas, o composto se manteve na fórmula Nb_2O_5 , sendo que a fase foi caracterizada por difração de raios-X como $\text{H-Nb}_2\text{O}_5$.

Em se tratando da caracterização via DRX, foi observado que, após processadas, todas as amostras se mantiveram na mesma fase: $\text{H-Nb}_2\text{O}_5$ (de estrutura cristalina monoclinica). A célula unitária dessa fase gerada pelo Maud TM pode ser observada na Figura 30.

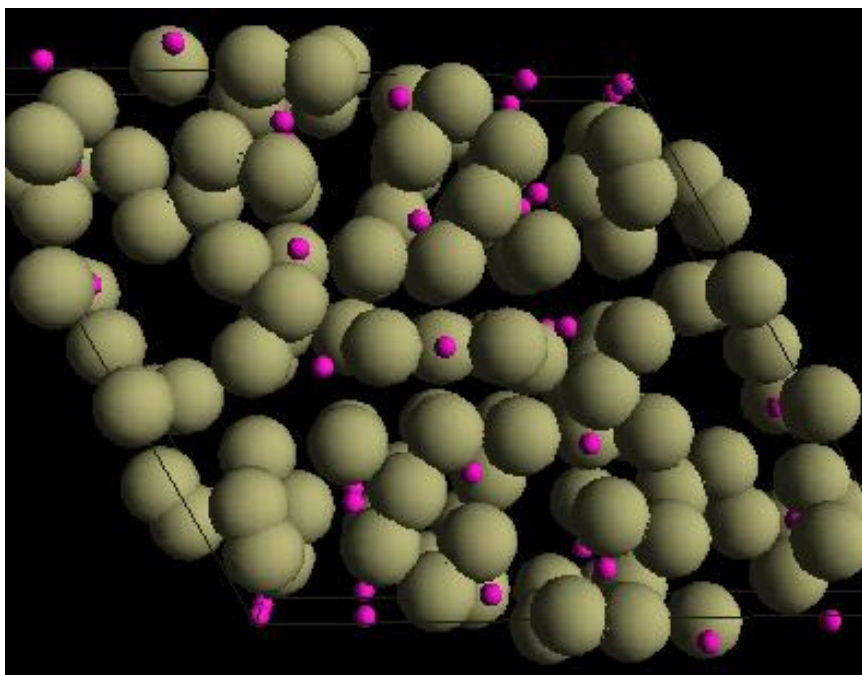


Figura 30: Célula unitária do Nb_2O_5 processado. As esferas brancas representam o nióbio e as esferas lilás representam o oxigênio.

A única diferença marcante observada pelo DRX esteve no tamanho médio do cristalito. Esses valores são mostrados na Tabela 05.

Tabela 05: Valores dos Tamanhos Médios de Cristalito (em Angstroms)

Pressão de Compactação (MPa)	Temperatura de sinterização (°C)			
	800	900	1000	1100
55	905,7237	655,8324	863,3160	1027,4257
111	878,11694	612,28345	814,5616	1157,3558
166	865,0122	620,16583	744,0852	1043,5648

Como pode ser observado na Figura 31, as principais variações no tamanho médio de cristalito ocorreram com o aumento da temperatura. Isso mostra que a parcela de energia referente a aplicação de temperatura foi muito mais significativa para o coalescimento e para a densificação dos cristais do que a parcela referente a pressão.

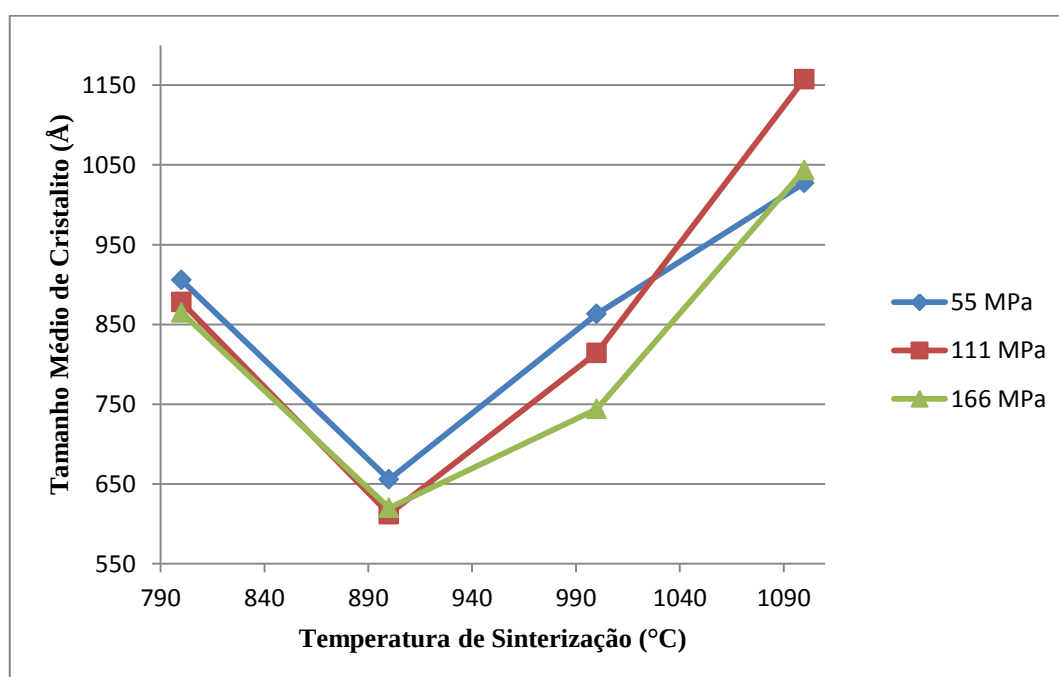


Figura 31: Tamanho médio do cristalito para as diferentes temperaturas de sinterização e pressões de compactação.

Foi observado que as amostras sinterizadas a 800 °C apresentaram tamanhos médios de cristalito maiores que as amostras sinterizadas nas temperaturas de 900 °C e de 1000 °C, nas suas respectivas pressões de compactação. Aliando-se isso as variações dimensionais

observadas, ocorre a indicação de que o efeito de densificação foi muito mais significativo em 800 °C, mesmo os cristais apresentando-se maiores.

Já para as outras temperaturas, o aumento do tamanho médio do cristalito com o aumento da temperatura de sinterização, ocorreu em concordância com o efeito de coalescimento.

Em se tratando da caracterização feita pelo método EDX, o pó do Nb₂O₅ fornecido pela CBMM apresentou 99,98 % de pureza. No entanto, em todas as amostras processadas, foi observada a presença do composto tri-óxido de enxofre (SO₃) em pequenas quantidades (em torno de 5 a 6 % em massa, ver Tabelas 06 e 07).

Tabela 06: Percentagem de Nb₂O₅ pelo Método EDX (%)

Pressão de Compactação (MPa)	Temperatura de Sinterização (°C)			
	800	900	1000	1100
55	93,931	93,875	93,861	94,036
111	93,457	93,312	93,442	93,212
166	93,155	93,012	92,907	93,310

Tabela 07: Percentagem de SO₃ pelo Método EDX (%)

Pressão de Compactação (MPa)	Temperatura de Sinterização (°C)			
	800	900	1000	1100
55	5,723	5,811	5,851	5,640
111	6,275	6,238	6,274	6,494
166	6,496	6,518	6,577	6,226

Diante do processo de fabricação utilizado, é praticamente impossível o aparecimento desse composto nas amostras resultantes. Mesmo que uma contaminação houvesse ocorrido, uma vez que diante da exposição a radiação as amostras aquecem acima da temperatura de ebulição do óxido e o equipamento não identificaria fases gasosas. Por isso, é presumido um erro do equipamento, que possivelmente indicou algum material próximo de uma variação do Nb₂O₅ e que está presente em seu banco de dados.

4.4 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Quanto à compressão diametral, as primeiras observações dos pontos gerados pela máquina de ensaio, levou a conclusão de que um valor adequado para o estabelecimento do comportamento do material, deveria ser de 0,01 mm/s. Essa foi a velocidade utilizada em todos os ensaios de compressão diametral subsequentes e considerados no presente trabalho.

Após os ensaios, os corpos rompidos foram observados, principalmente no que diz respeito a forma de fratura. Seriam possíveis duas possibilidades nesse ponto: fratura na direção do diâmetro (conforme esperado no ensaio pela teoria), divisão irregular do corpo de prova.



Figura 32: Corpos-de-prova fraturados após os ensaios de compressão diametral.

Os dados obtidos estão mostrados no APÊNDICE C.

Toda a confecção dos corpos de prova, medições físicas e o ensaio de compressão diametral foram realizados nos Laboratórios Ensaios Mecânicos da Engenharia Mecânica da UFERSA.

Como mostrado na Figura 32, foi observada fratura de acordo a teoria do ensaio de compressão diametral, isto é, fratura exatamente na direção do diâmetro solicitado. Assim, o

uso da Equação 15 para aferir o LRT dos corpos de prova rompidos nesse ensaio pode ser justificado.

Como pode ser observado claramente na Figura 33, para uma confiança de 95 % e fixada uma temperatura de sinterização, o aumento da pressão de compactação ocasionou aumento do LRT. De acordo com a teoria estudada em Kang (2005, p. 6), isso é esperado, pois, devido a uma maior compactação dos grânulos, maior é a energia livre associada à estrutura, e mais significativos são os efeitos de densificação e de coalescimento que ocorrem no processo de sinterização. Assim, com essa maior união das partículas processadas, torna-se mais difícil separá-las por intermédio de solicitações mecânicas externas.

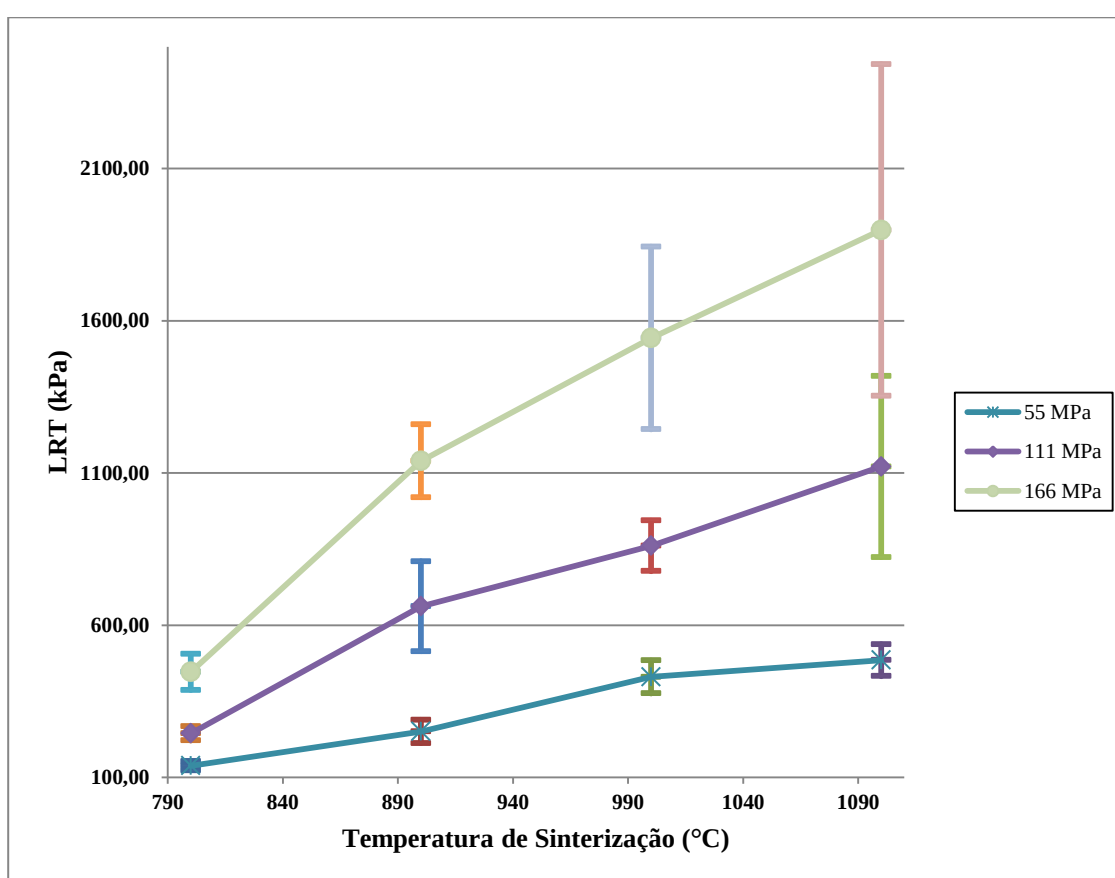


Figura 33: Gráfico limite de resistência a tração vs. temperatura de sinterização para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.

É observado, ainda, o aumento do LRT com o aumento da temperatura de 800 °C para 900 °C em todas as pressões utilizadas. Um aumento também ocorreu para as amostras compactadas em 55 MPa, de 900 °C para 1000 °C. Nas amostras compactadas em 111 MPa e

166 MPa, os intervalos se interceptam numa pequena faixa, de modo que fica mais difícil afirmar sobre o aumento do LRT nesse intervalo de temperatura. De 1000 °C para 1100 °C, praticamente não ocorreu aumento do LRT, com a confiança do modelo estatístico utilizado.

O comportamento “aumento do LRT com aumento da temperatura de sinterização” é esperado devido tanto ao maior coalescimento como a maior densificação. Isso esteve de acordo com os resultados observados, principalmente com o aumento de 800 °C para 900 °C, um pouco de 900 °C para 1000 °C e minimamente de 1000 °C para 1100 °C (apesar das médias apresentarem este resultado, os intervalos se interceptam em quase sua totalidade). Essas observações mostram, ainda, indicações de certa dificuldade para aumentar o LRT com o aumento da temperatura de sinterização em faixas de temperaturas maiores. Assim, outro parâmetro que pode fornecer melhores condições para esse aumento no LRT é o tempo de sinterização.

Em todas as amostras estudadas, também foi observado que os valores do LRT ainda se mostram muito baixos, quando comparados a outros materiais cerâmicos sinterizados, como, por exemplo, o IPS-Empress 2/Ivoclar e o In-Ceram Zirconia/Vita (MEDEIROS et al., 2009, p. 73) ou com o material cerâmico a base de alumina (BERUTTI, 2004, p. 85), como pode ser observado na Figura 34.

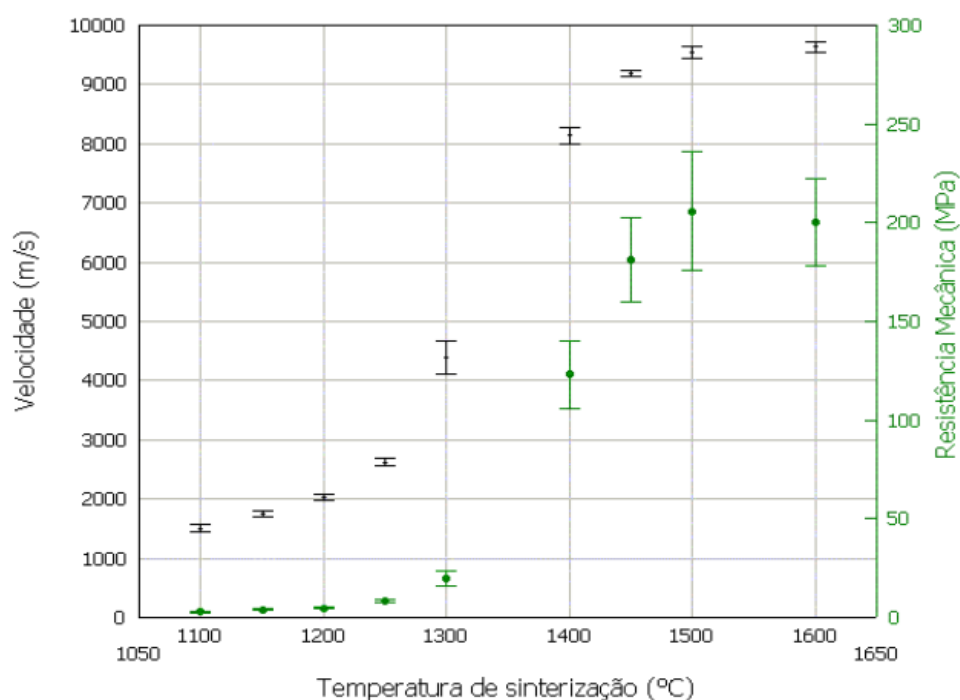


Figura 34: Limite de resistência à tração de material cerâmico a base de alumina.

Fonte: Berutti (2004, p. 85).

Isso indica uma limitação significativa do material processado pela metalurgia do pó para suportar solicitações mecânicas diversas e consequente limitam as solicitações mecânicas impostas na antena de microfita quando confeccionada.

4.5 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DO MATERIAL PARA O SUBSTRATO

Ao final do procedimento de lixamento das amostras, as duas partes referentes a cada temperatura e pressão foram unidas formando um corpo final. Esses corpos podem ser observado na Figura 35.

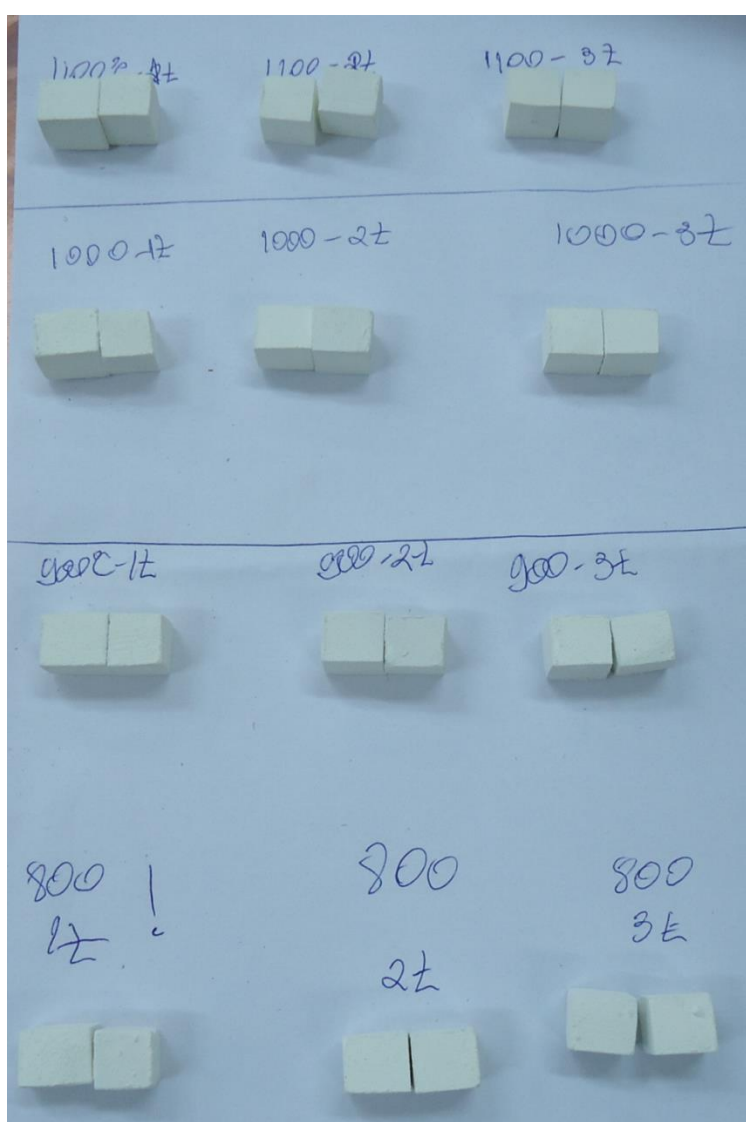


Figura 35: Corpos utilizados na caracterização elétrica na faixa de frequência de 8,2 GHz a 12,4 GHz.

Quanto à caracterização elétrica feita no *range* de 0,2 GHz a 4,0 GHz, a principal diferença ocorreu para valores diferentes de pressão de compactação, como esperado conforme a variação da porosidade. As amostras sinterizadas tiveram o comportamento variacional esperado, que é “maiores valores de permissividade elétrica relativa e de tangente de perda para menores valores de porosidades”.

É mostrado na Figura 36 que para as amostras sinterizadas a 800 °C, os maiores valores de permissividade elétrica estiveram para a amostra compactada a 166 MPa, valores intermediários para a amostra compactada a 111 MPa e menores valores para as amostras compactadas a 55 MPa. Isso está de acordo com o esperado, pois quanto menor a porosidade, menos ar está presente na amostra (no material) e, conseqüentemente, maior o valor da permissividade relativa.

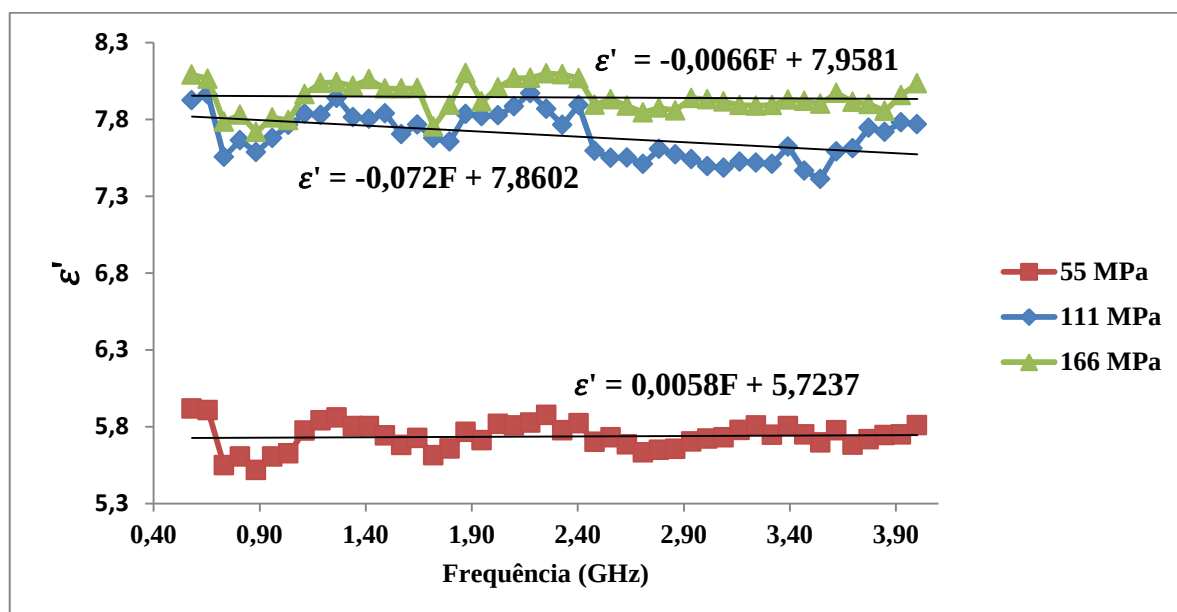


Figura 36: Permissividade elétrica em função da frequência para amostras sinterizadas a 800 °C.

Quanto às amostras sinterizadas a 900 °C, como pode ser observado na Figura 37, o comportamento também ocorreu como esperado sendo que o aumento da pressão de compactação acarretou no aumento da permissividade elétrica.

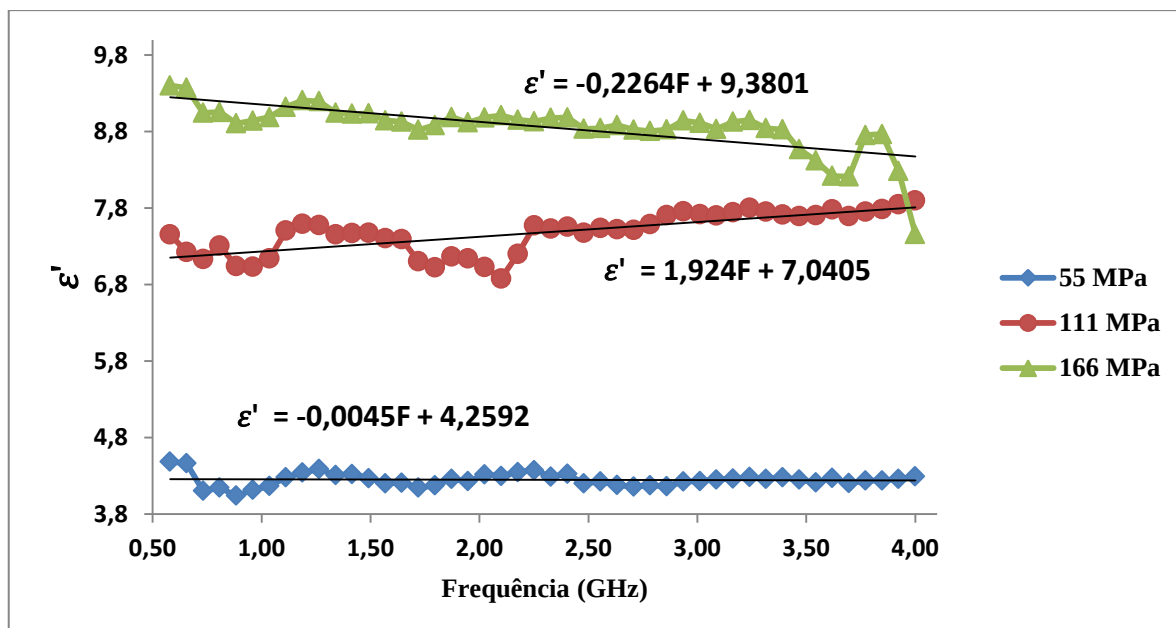


Figura 37: Permissividade elétrica em função da frequência para amostras sinterizadas a 900 °C.

Quanto às amostras sinterizadas na temperatura de 1000 °C, também foi observado um comportamento conforme esperado e análogos aos já observados para as temperaturas de 800 °C e 900 °C. De toda maneira é importante observar que os valores para a amostra compactada a 111 MPa, oscilaram muito em relação aos outros, sendo esse um indicador de possível não homogeneidade da porosidade do material sob essas condições.

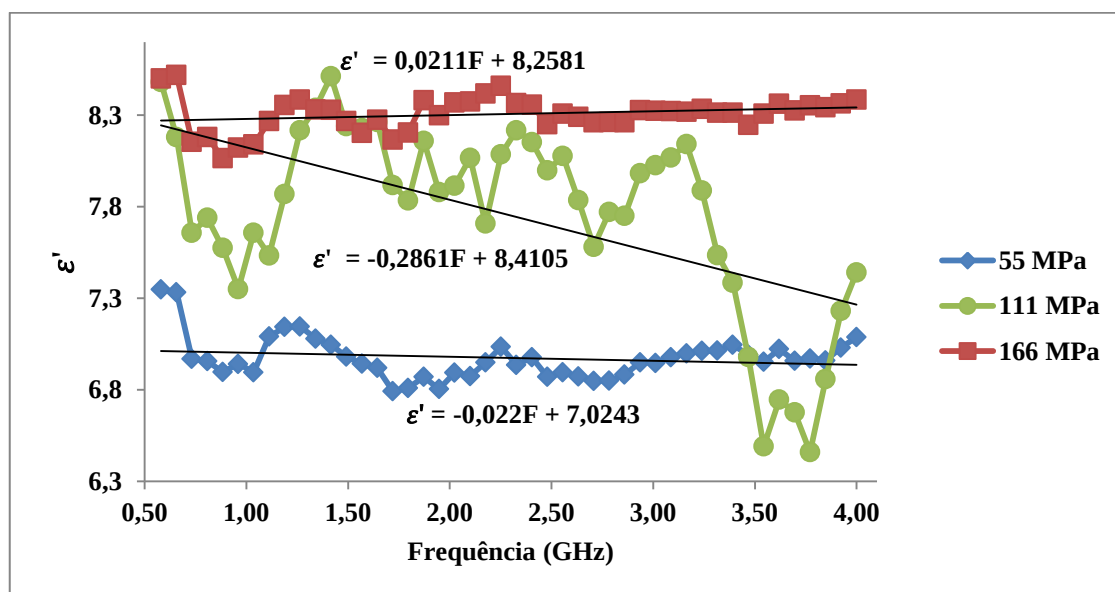


Figura 38: Permissividade elétrica em função da frequência para amostras sinterizadas a 1000 °C.

Em se tratando da tangente de perdas, como pode ser observado nas Figuras 39, 40 e 41, mais uma vez, houve concordância com as indicações da bibliografia consultada para todas as amostras sinterizadas, onde o decrescimento da porosidade ocasionou aumento dessa propriedade. No entanto, todos os valores observados são inadequados para aplicação nos substratos conforme indicações de (CARNEIRO FILHO, 2010, p. 2).

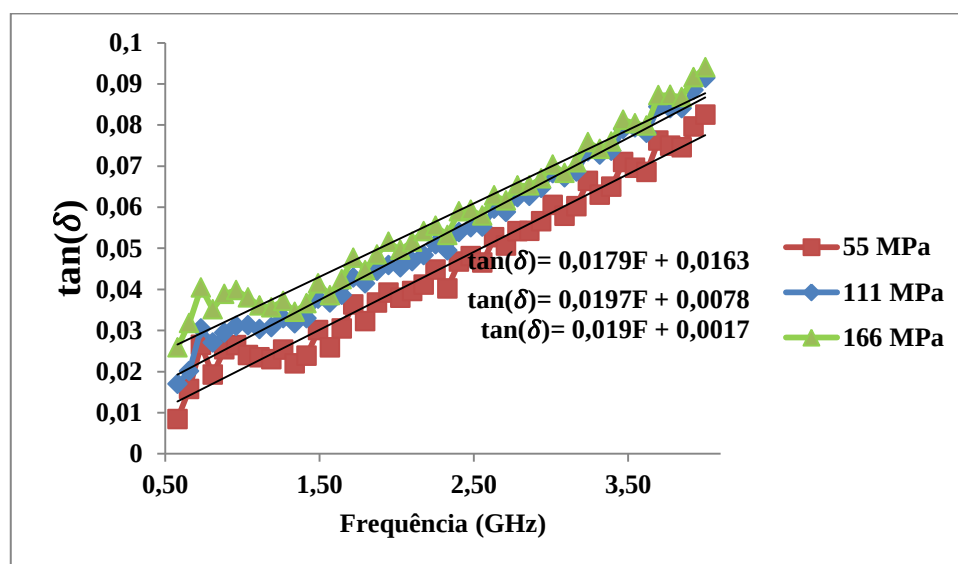


Figura 39: Tangente de perdas em função da frequência para amostras sinterizadas a 800 °C.

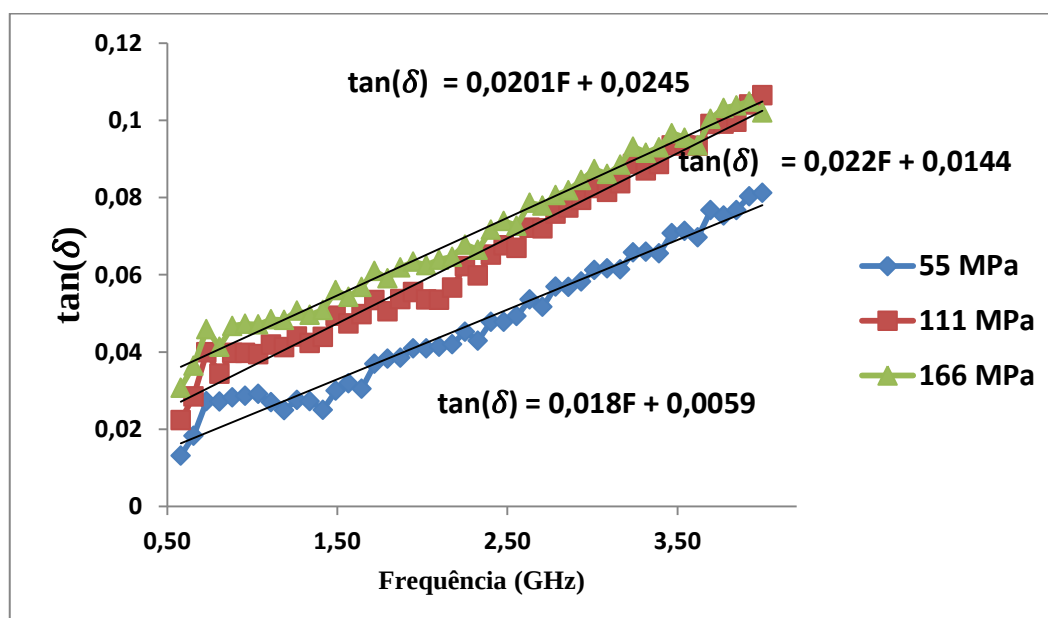


Figura 40: Tangente de perdas em função da frequência para amostras sinterizadas a 900 °C.

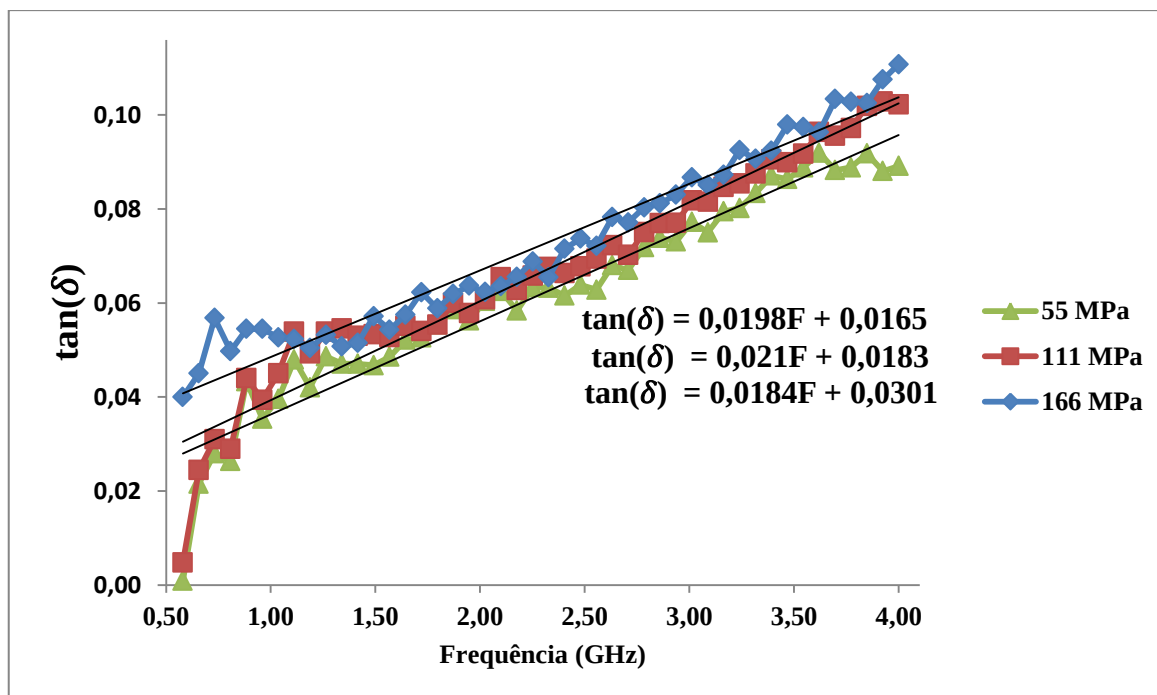


Figura 41: Tangente de perdas em função da frequência para amostras sinterizadas a 1000 °C.

Inerentemente, foi observado, em todos os casos, um aumento da tangente de perdas com o aumento da frequência. Isso mostra um maior aumento da parte imaginária da permissividade elétrica com o aumento de frequência.

Em se tratando do processamento estatístico dos dados, é mostrado na Figura 42 que o material processado apresentou grande versatilidade no sentido do controle da permissividade elétrica relativa pelo controle das variáveis do processo de fabricação. Isso é observado pelo fato de que apenas as amostras compactadas a 111 MPa e sinterizadas a 800 °C não mostram valores diferentes das outras amostras compactadas a 111 MPa e sinterizadas a 1000 °C. Todas as outras amostras mostraram valores distintos. Esse resultado é essencial para o consequente controle dos parâmetros de funcionamento dos dispositivos confeccionados com o Nb_2O_5 processado pela tecnologia do pó, devido aos valores diferentes de permissividade encontrados.

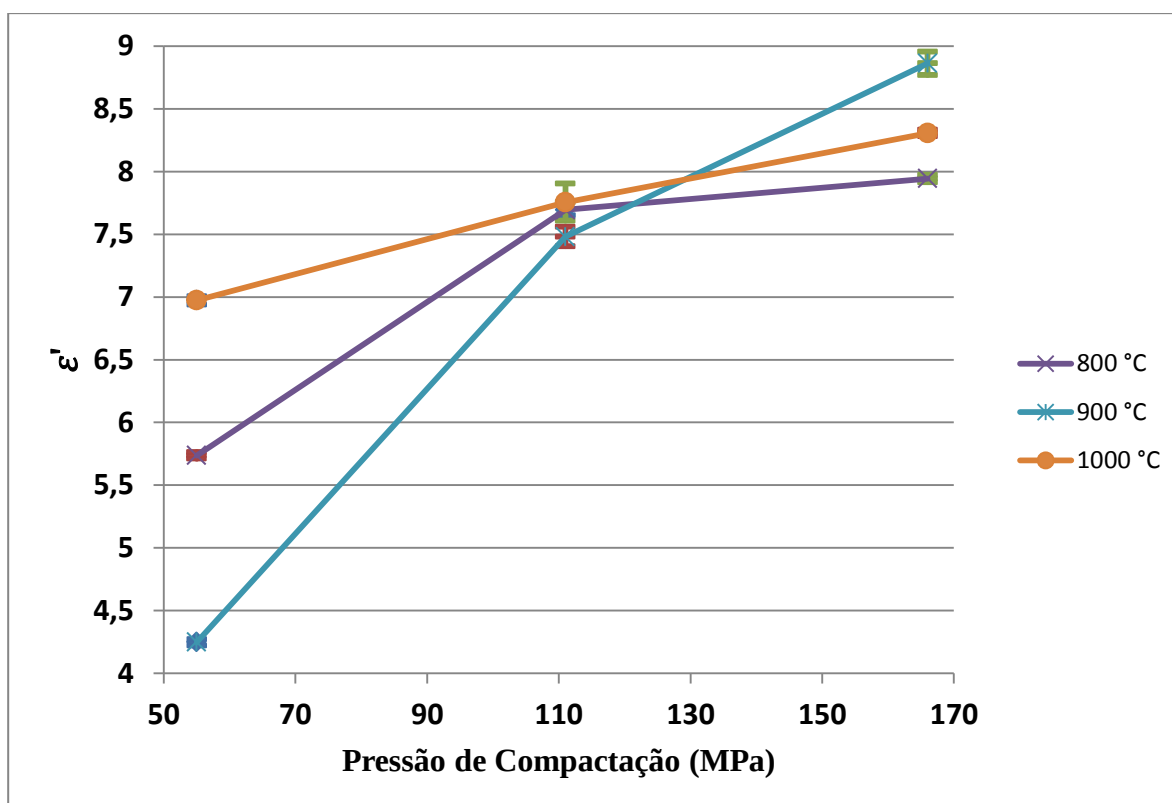


Figura 42: Gráfico permissividade elétrica relativa vs. pressão de compactação para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.

Os valores observados estiveram acima dos usuais para dispositivos de banda larga. Ainda, esses valores estiveram conforme o esperado pelo estudo bibliográfico, que indicou valores de permissividade elétrica relativa entre 10 e 100. Sendo o material dotado de significativa porosidade (faixa de 49,3 % a 55,9 %, conforme Figura 66), eram esperados valores abaixo dessa faixa, exatamente pela presença de partes não preenchidas de Nb_2O_5 e sim de ar. Como podem ser observados na Figura 65, os valores de permissividade estiveram na faixa de 4,2 a 9,0.

Ainda de acordo com a Figura 65, os valores de permissividade foram afetados de maneira distinta em todos os conjuntos de amostras estudadas. No entanto, uma vez que, segundo os resultados do DRX, não houve mudança de fase e, segundo os resultados do MEV, não houve mudanças significativas na geometria dos grânulos, essas variações estiveram de acordo com o esperado, onde a porosidade diminuiu (ver Figura 45) com o aumento da pressão de compactação.

Todas essas observações podem ser visualizadas também na Figura 43, onde a porosidade aparece no eixo da abcissas.

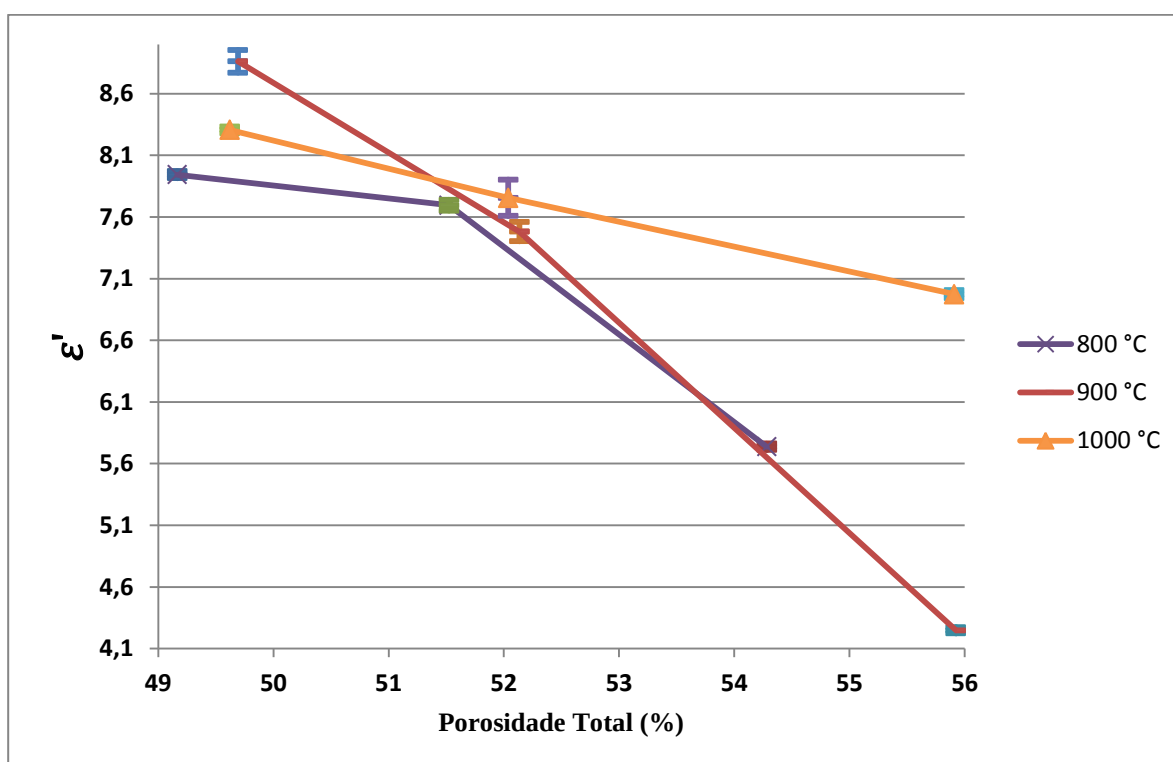


Figura 43: Gráfico permissividade elétrica relativa vs. porosidade total para todas as amostras confeccionadas sob diferentes temperaturas de sinterização.

Em se tratando da tangente de perdas, como mostrado na Figura 44, em poucos grupos estudados ocorreu divergência nos valores. A diminuição da porosidade com aumento da pressão de compactação ocasiona mais material para o qual a corrente elétrica poderá percorrer e aumentar o efeito da dissipação de energia na forma de calor. Isso possibilita o aumento da condutividade e o conseqüente aumento da tangente de perdas. Assim, é esperado que o aumento da pressão de compactação leve ao aumento da tangente de perdas. Com base nos valores médios, isso foi observado em todas as amostras caracterizadas. No entanto, com base nos intervalos de confiança, isso só esteve de acordo em alguns casos.

Para a temperatura de 800 °C, apenas de 55 MPa para 166 MPa ocorreu aumento da tangente de perdas com o aumento da pressão de compactação. Para a temperatura de 900 °C, de 55 MPa para 111 MPa e de 55 MPa para 166 MPa ocorreu aumento da tangente de perdas com o aumento da pressão de compactação. Para a temperatura de 1000 °C, os valores não divergiram.

De maneira geral, os valores obtidos para a tangente de perdas em todas as amostras se mostraram bastante significativos, quando Carneiro Filho (2010, p. 2) indica que bons valores para aplicação em substratos de antenas de microfita estão abaixo de 0,001.

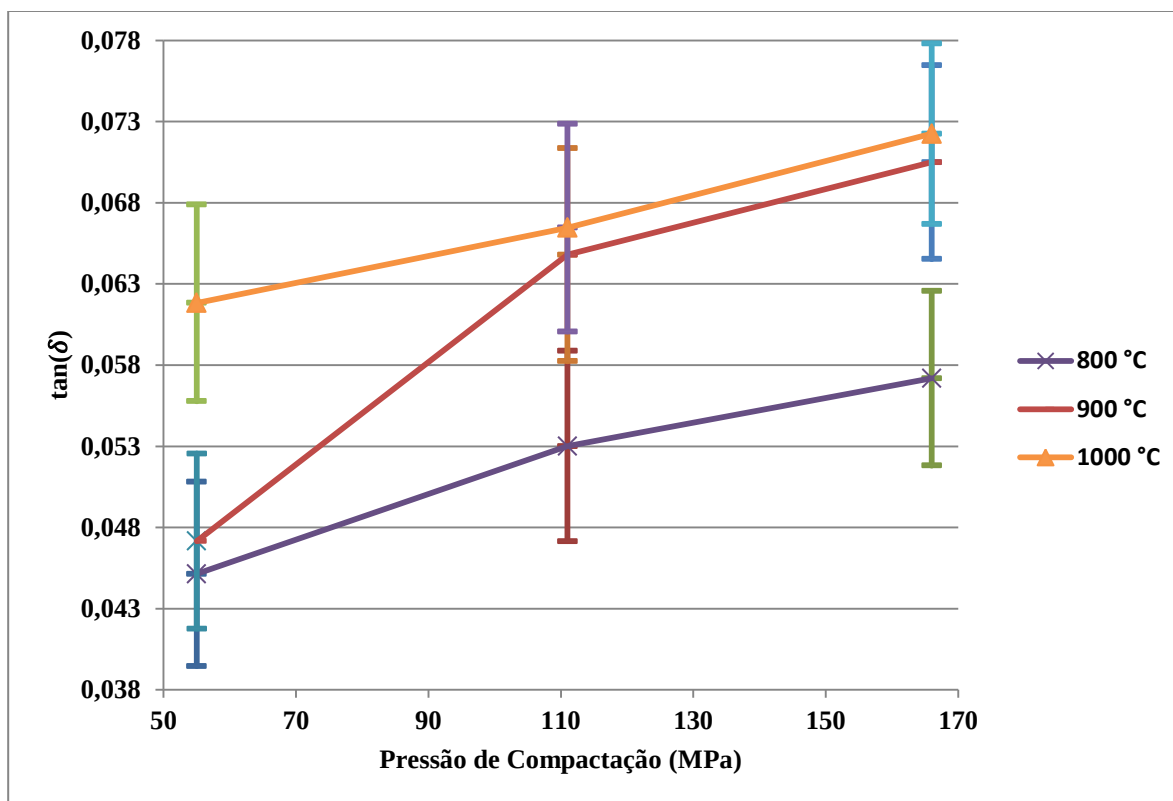


Figura 44: Gráfico tangente de perdas vs. pressão de compactação para todas as amostras confeccionadas sob diferentes pressões de compactação e temperaturas de sinterização.

Esses resultados também podem ser observados na Figura 45.

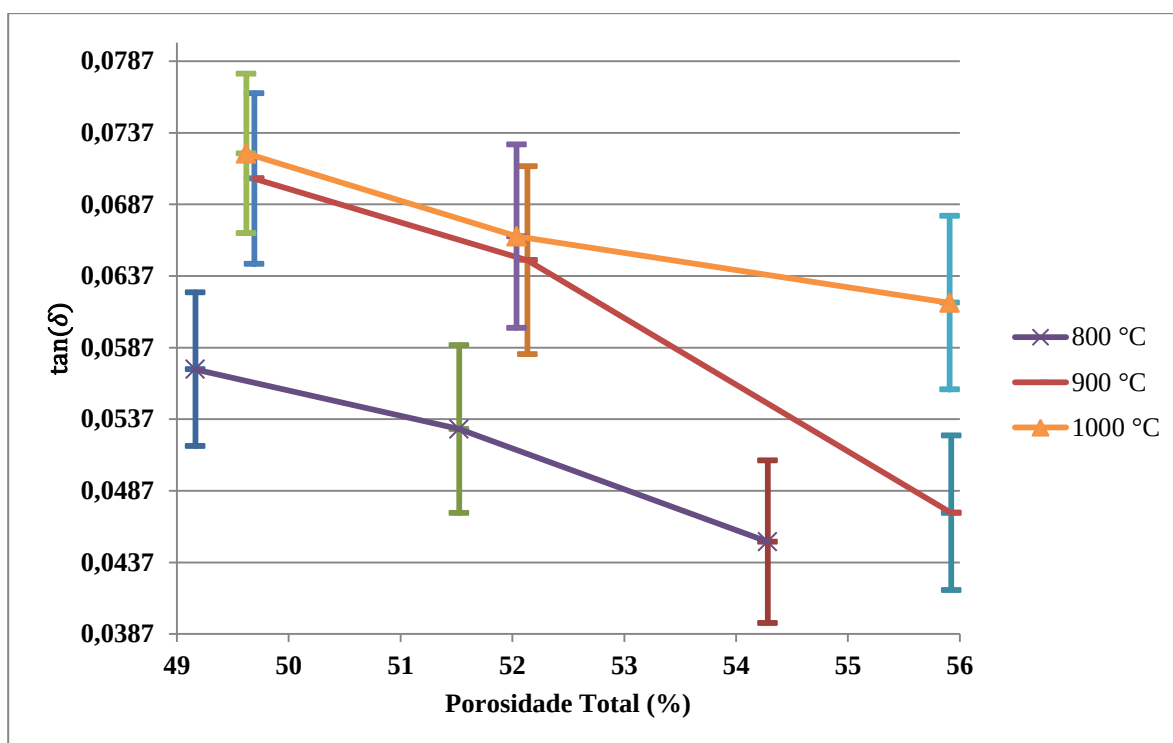


Figura 45: Gráfico tangente de perdas vs. porosidade total para todas as amostras confeccionadas sob diferentes temperaturas de sinterização.

Em se tratando da caracterização elétrica para faixa de frequência de 8,2 GHz a 12,4 GHz, os resultados não mostraram valores devidamente estabelecidos, como pode ser observado no APÊNDICE F. A hipótese é que esse resultado se deva ao *GAP* de ar existente entre os dois blocos utilizados para cada amostra. De toda maneira, uma vez que os substratos caracterizados são muito porosos, os valores mostrados para a permissividade elétrica relativa estiveram de acordo com o esperado, de acordo com Romero et al. (2004, p. 888). Já os valores da condutividade, se mostraram muito inferiores ao esperado, quando algumas referências, como, por exemplo, Lopes (2013, p. 7) apontam o Nb₂O₅ como semicondutor. Isso pode estar relacionado com transformações alotrópicas.

Um ponto muito importante a ser observado tanto para análise de 0,2 GHz a 4,0 GHz como para a de 8,2 GHz a 12,4 GHz está na frequência de relaxação, que segundo Ravikiran et al. (2006, p. 1144) está na ordem de 50 MHz para o Nb₂O₅. É possível que o efeito de reorientação dos dipolos esteja prejudicado para as frequências acima desta e a maioria dos resultados aqui obtidos ocorrem nesse caso. Isso também pode ser uma justificativa para valores relativamente baixos da permissividade elétrica relativa do Nb₂O₅ processado pela metalurgia do pó, encontrados no presente texto.

4.6 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DE DISPOSITIVOS CONFECCIONADOS

Foram tomadas amostras referentes as temperaturas de sinterização de 800 °C, 900 °C e 1000 °C e pressões de compactação de 55 MPa, 111 MPa e 166 MPa, de diâmetro de 15,0 mm, e foi feito lixamento até que elas adquirissem altura de 2,8 mm. Paths, linhas de microfitas e planos de terra foram confeccionados através do corte de uma folha de cobre com 0,7 mm de espessura. No procedimento, inicial, foi utilizada uma palha de aço para retirada do excesso de gordura ou impurezas presentes na placa. A geometria dos planos de terra consistiu de círculos com 15,0 mm de diâmetro (coerente com o diâmetro dos substratos confeccionados). A geometria do patch confeccionado foi circular com diâmetro de 6,0 mm e a geometria da linha de microfita foi retangular com 2,0 mm de espessura e 4,5 mm de comprimento. É mostrado na Figura 46 uma das antenas confeccionadas.

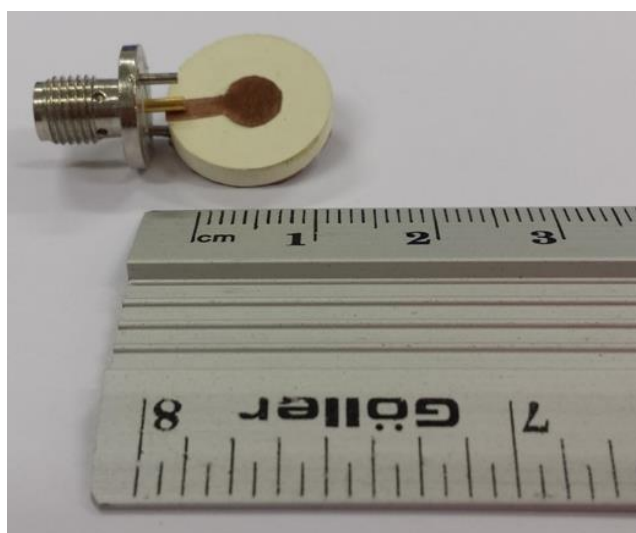
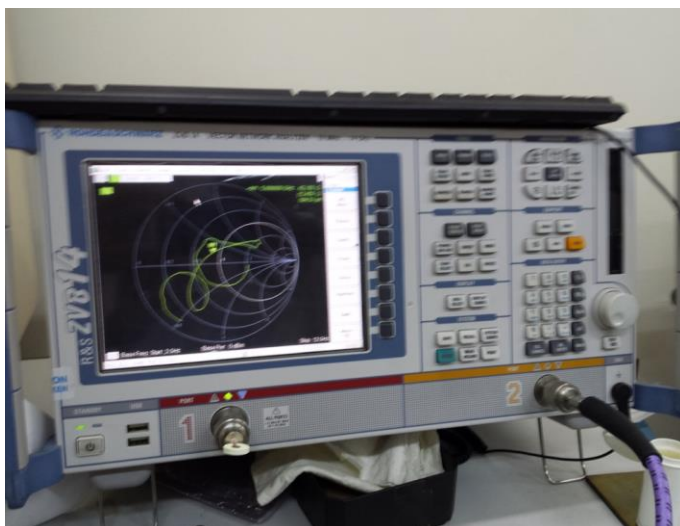


Figura 46: Antena de microfita circular confeccionada para ser caracterizada.

A caracterização elétrica foi feita no mesmo analisador de redes vetorial da Rohde Schwartz utilizado para caracterização elétrica dos substratos, conforme a Figura 47.



a)



b)

Figura 47: Antena sendo caracterizada no analisador de redes. Em (a), o analisador com a antenas conectada na porta 1; em (b), o detalhe da conexão feita.

Os resultados dessas caracterizações podem ser observados nas Figuras 48, 49 e 50. Em todos os casos, foi observado que o dispositivo funcionou como antena, isto é, apresentou perdas de retorno menores que -10 dB, principalmente para faixa de 8,0 GHz a 14,0 GHz. Esses resultados podem ser observados nas Figuras de 48 a 50.

De acordo com a Figura 48, para as antenas relacionadas aos substratos sinterizados a 800 °C, a frequência para o substrato compactado a 111 MPa foi de 9,13 GHz e para o substrato compactado a 166 MPa foi de 10,10 GHz. Isso não se mostrou de acordo com o esperado, uma vez que as permissividades correspondentes dos substratos compactados a 166 MPa foram maiores que os compactados a 111 MPa. De maneira análoga as observações feitas por Tavares da Silva (2014, p. 100), o aumento da permissividade elétrica provoca diminuição da frequência de ressonância dos dispositivos, e não como foi observado nos dispositivos confeccionados nessa temperatura.

Vários pontos merecem menção para tentativa de justificar esses resultados inesperados. Imperfeições geométricas dos dispositivos confeccionados, presença do cianoacrilato para fixação entre as parte da antena, presença da solda de alumínio, etc. Também vale salientar que a amostra utilizada para caracterização elétrica do substrato foi diferente da utilizada para confecção da antena. Por isso, algumas diferenças singulares podem ocorrer, mesmo para os mesmos parâmetros do processo de fabricação.

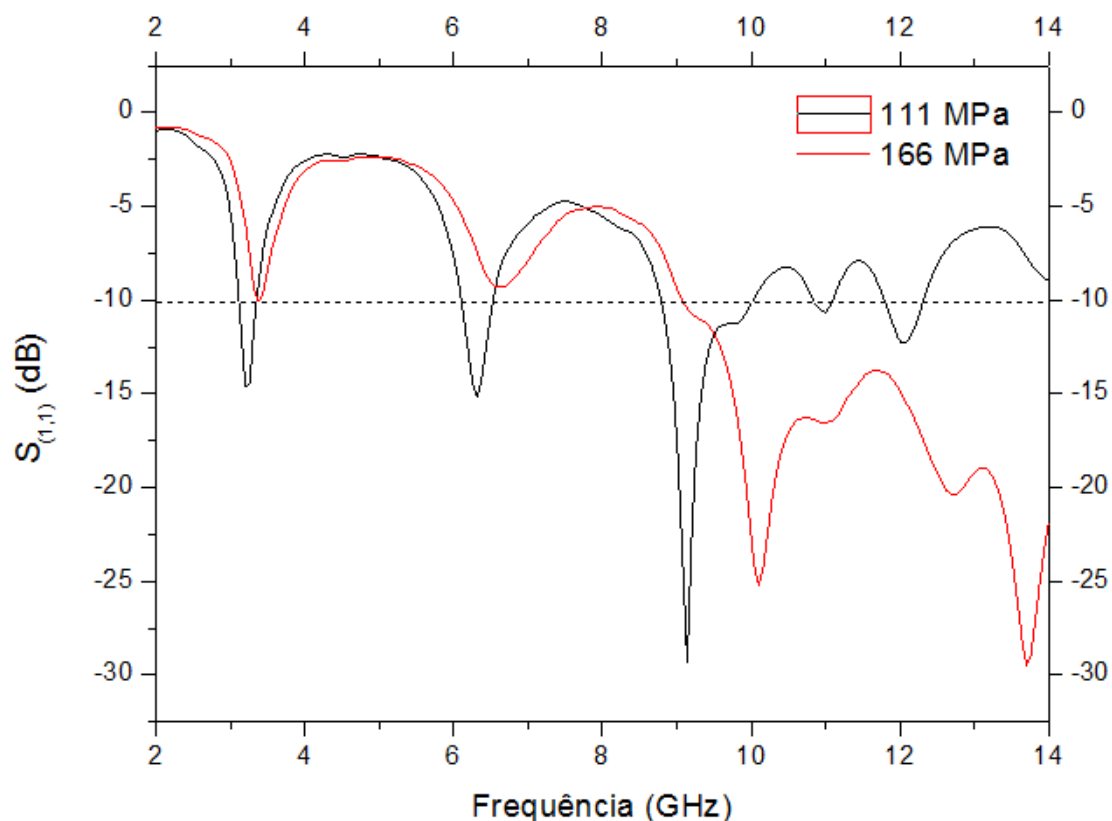


Figura 48: Perda de retorno para as antenas cujos substratos foram sinterizados a 800 °C.

Quanto às antenas relacionadas aos substratos sinterizados a 1000 °C, conforme observado na Figura 49, os valores das frequências relacionados aos substratos compactados em 55 MPa, 111 MPa e 166 MPa foram, respectivamente, 10,93 GHz, 9,04 GHz e 8,14 GHz. Isso mostrou que o aumento da pressão de compactação acarretou na diminuição de frequência de ressonância. Essa observação está de acordo com as indicações da bibliografia onde o aumento da pressão de compactação ocasiona diminuição da porosidade do substrato, que consequentemente ocasiona aumento da permissividade elétrica relativa e da tangente de perdas.

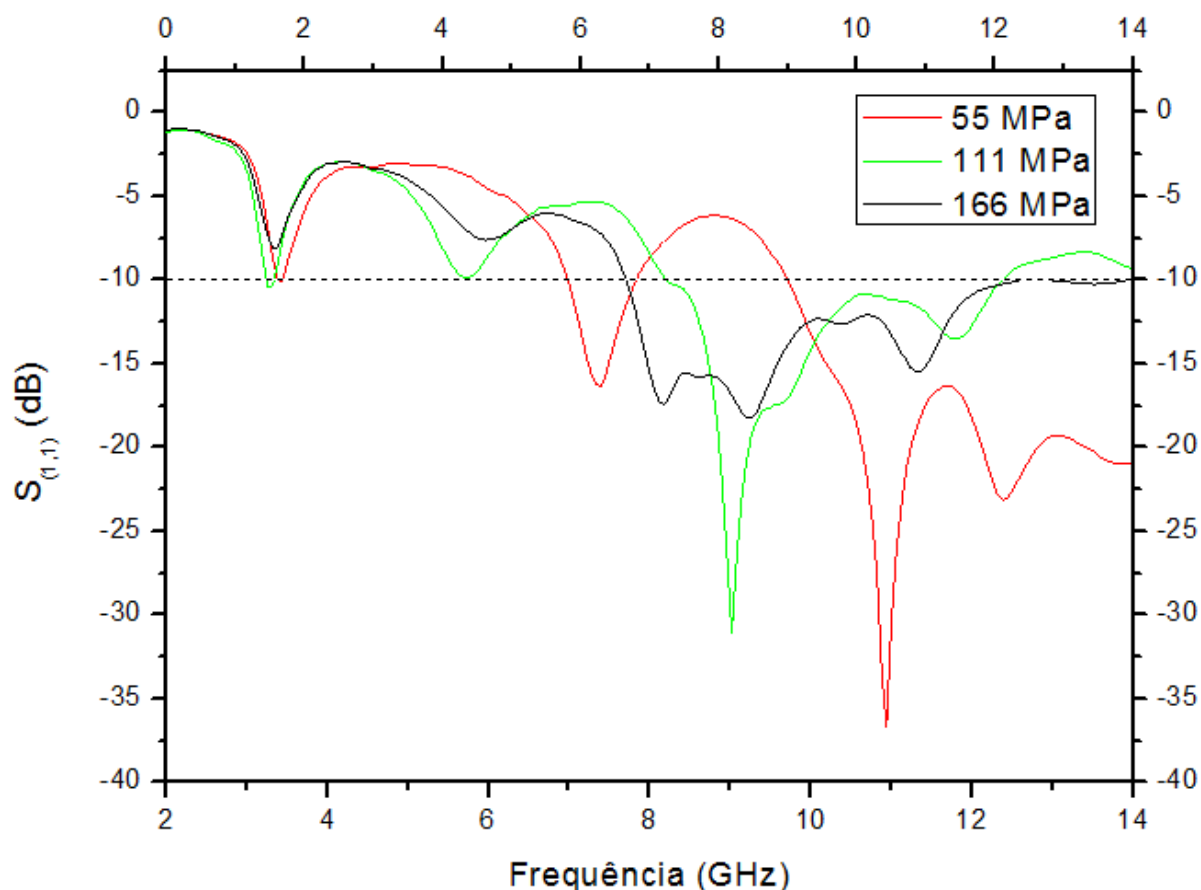


Figura 49: Perda de retorno para as antenas cujos substratos foram sinterizados a 1000 °C.

Quanto às antenas cujos substratos foram sinterizados a 1100 °C, como pode ser observado na Figura 50, os valores das frequências de ressonância relacionados a as amostras compactadas a 55 MPa, 111 MPa e 166 MPa, foram, respectivamente, (7,2 GHz e 10,76 GHz), 5,54 GHz e 5,0 GHz. Esse resultado, de forma análoga a análise feita para as amostras sinterizadas na temperatura de 1000 °C, se mostra de acordo com as indicações da bibliografia consultada.

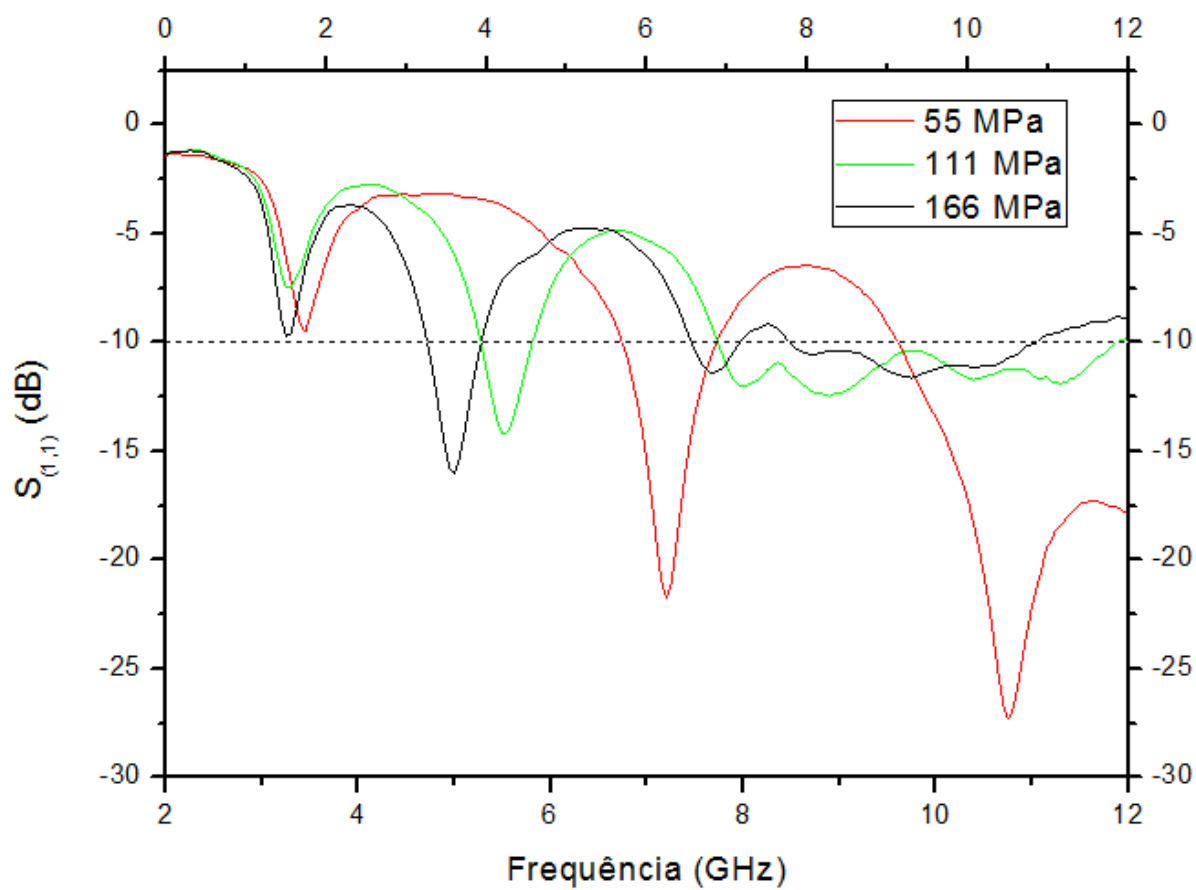


Figura 50: Perda de retorno para a as antenas cujos substratos foram sinterizados a 1100 °C.

5 CONCLUSÕES

Diante das observações dos resultados experimentais, foi possível observar a possibilidade da aplicação do Nb_2O_5 como substrato de antenas de microfita individualmente. Isso, especificamente para o pó de granulometria D_{50} 40 μm , compactado nas pressões 55 MPa, 111 MPa e 166 MPa, e sinterizado nas temperaturas de 800 °C, 1000 °C e 1100 °C. Apesar de não terem sido confeccionados dispositivos com substratos sinterizados em 900 °C, através da observação da caracterização elétrica feita e pela verossimilhança entre as diversas amostras, ocorre a indicação da possibilidade da aplicação do Nb_2O_5 em substratos também para essa temperatura.

Quanto à resistência mecânica, foi observado que o material processado apresenta valores de LRT muito baixos (na faixa de 0,12 a 1,9 MPa), se comparado a outros materiais cerâmicos processados pela metalurgia do pó (ver Figura 34). Isso acarreta em limitações para a aplicação do Nb_2O_5 em substratos no que se refere sua resistência mecânica a solicitações diversas. Nesse ponto, também foi observado que tanto o aumento da pressão de compactação quanto o da temperatura de sinterização, acarretaram em maiores valores para os valores médios de LRT. Esse fato esteve associado ao maior efeito de coalescimento (observado principalmente com o aumento da temperatura de sinterização), e ao maior efeito de densificação (observada principalmente com o aumento da pressão de compactação).

Com base nos parâmetros utilizados no presente estudo, a porosidade do Nb_2O_5 processado pela tecnologia do pó foi afetada principalmente com a variação da pressão de compactação e não foi modificada com a variação da temperatura de sinterização. Isso mostrou que o efeito de coalescimento não provocou modificações significativas na porosidade, mas apenas o efeito da densificação.

Também foi observado que o material resultante, em todos os casos, apresentou-se na fase H- Nb_2O_5 , cuja estrutura cristalina é monoclínica. Esse fato está de acordo com as indicações de Ko e Weissman, citado por Nowak e Ziolek (1999, p. 3607), uma vez que a aplicação de pressão na compactação, de certa forma, compensou a aplicação de energia necessária para chegar nessa fase, especificamente para as amostras sinterizadas em temperaturas abaixo de 1100 °C.

Em todas as amostras processadas, o material final se mostrou demasiado poroso ($49\% < \varphi_T < 56\%$). Por isso, os valores de permissividade elétrica relativa inferiores a 10 ($4,1 < \varepsilon < 9,0$) estão em concordância com as indicações da bibliografia consultada. Nesse ponto, os parâmetros 900 °C e 166 MPa apresentaram os melhores valores de permissividade

elétrica afim da redução dimensional da antena de microfita, a saber: 8,77-8,95, com 95 % de confiança. No extremo oposto, foram observados os parâmetro 900 °C e 55 MPa, com valores compreendidos entre 4,22 e 4,27, também com 95 % de confiança. Todos os valores da tangente de perdas se mostraram relativamente equivalentes, muito elevados e inadequados para antenas (maiores do que 0,001), conforme a bibliografia consultada e o modelo estatístico utilizado. Isso indica uma importante limitação para aplicação do Nb₂O₅ como substrato no que se refere ao aquecimento do dispositivo (efeito Joule) quando estiver ressoando. Para valores significativos de tangente de perdas, a energia que deveria ser irradiada pela antena é dispersa em parte por esse efeito.

A relação observada entre os valores de permissividade elétrica relativa e os valores dos parâmetros do processo de fabricação ocorreu conforme as expectativas, onde o aumento da pressão de compactação ocasionou diminuição da porosidade e consequente aumento nos valores de ϵ . Isso pode ser confirmado através das observações da frequência de ressonância obtidas para os dispositivos confeccionados, com exceção dos dispositivos confeccionados com os substratos sinterizados a 800 °C. Todos os outros valores concordaram principalmente pela variação da porosidade total.

A relação observada entre os valores de tangente de perdas e os valores de pressão de compactação esteve de acordo com as expectativas em todas as amostras estudadas.

Uma importante conclusão, esperada anteriormente a execução deste trabalho, foi a grande versatilidade do material utilizado quanto a possibilidade do controle de alguns dos parâmetros de funcionamento da antena confeccionada. Isso por intermédio do controle dos parâmetros do processo de fabricação (temperatura e pressão, no presente texto). Contudo, muitos outros protótipos, testes e pesquisas ainda devem ser realizadas afim da utilização do Nb₂O₅ para aplicação real em substratos de antenas de microfita.

6 SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

Diante das observações feitas no presente trabalho, ficam como sugestões para trabalhos futuros:

- Realizar as caracterizações feitas com parâmetros distintos do processo de fabricação (principalmente maiores pressões de compactação e tempos de sinterização ou diferentes granulometrias do pó utilizado);
- Utilizar fundentes de sinterização e caracterizar o material resultante física, mecânica e eletricamente;
- Refazer os as caracterizações feitas utilizando-se de maiores tempos de relaxação durante a compactação;
- Utilizar um corpo de prova íntegro para caracterização na faixa de frequência de 8,2 GHz a 12,4 GHz;
- Projetar uma matriz que possibilite confecção de substratos sob maiores pressões de compactação;
- Projetar uma matriz que possibilite a confecção de um corpo de prova íntegro para caracterização elétrica na faixa de frequência de 8,2 GHz a 12,4 GHz;
- Realizar um trabalho semelhante, mas com mais pontos de temperatura entre 800 °C e 1100 °C e mais pontos de pressão entre 55 MPa a 166 MPa, ou maiores.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6152**: Materiais metálicos – Ensaio de tração à temperatura ambiente. Rio de Janeiro, 2002. 2 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7222**: Argamassa e concreto – determinação da resistência a tração por compressão diametral de corpos-de-prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 1994, 3 p.

AZEVEDO, Luciana Maria dos Santos. **Síntese do niobato de sódio a partir do óxido de nióbio e do nióbio metálico**. Rio de Janeiro, 2010, 95 p. Dissertação (Mestrado). Instituto Militar de Engenharia.

BALANIS, C. A. **Antenna theory: analysis and desing**. 3. ed. New Jersey: John Wiley e Sons, 2005.

BALANIS, Constantine A. **Advanced engineering electromagnetics**. Estados Unidos da America: John Wiley e Sons, 1989.

BALANIS, Constatine. A. **Teoria de antenas: análise e síntese**. Tradução de J. R. Souza. Vol. 1. 3. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2009. Título original: Antenna theory: anlysis and design, 3rd. ed.

BERNAL, José Inacio Marulanda. **Dispositivos de microondas utilizando filmes de alta constante dielétrica**. Rio de Janeiro, 2010, 101 p. Tese (Doutorado), Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

BERUTTI, Felipe Amorin. **Aplicação de métodos de ultra-som para avaliação e caracterização da microestrutura de materiais cerâmicos à base de alumina e sua associação com propriedades mecânicas**. Porto Alegre, 2004, 152 p. Tese (Doutorado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

BRAGA, Valdeilson Sousa. **Preparação e caracterização de catalizadores baseados em pentóxido de nióbio e óxido de cobre (II) aplicados em reações de esterificação e transesterificação**. Brasília, 2007, 114 p. Tese (Doutorado em Química). Universidade de Brasília.

CALLISTER JR. William D. **Materials science and engineering: an introduction**. 7th. ed. New York: John Wiley & Sons, 2007.

CALLISTER JR., William D.; RETHWISCH, David G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Tradução de Sergio Murilo Stamile Soares. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2013. Título original: Material science and engineering: an introduction, 8th. ed.

CARNEIRO FILHO, Ranilson. **Desenvolvimento de substrato cerâmico BiNbO_4 para antenas de microfita de sistemas de comunicações sem fio**. Natal, 2010, 82 p. Tese (Doutorado em Ciências). Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

CRAIG, Robert F. **Craig: mecânica do solos**. Tradução de Amir Kurban. Rio de Janeiro: LTC, 2007. Título original: Craig's soil mechanics, 7th ed.

CERNIAK, Samuel Nogueira. **Estudo e desenvolvimento de um capacitor eletrolítico de nióbio**. Natal, 2011, 120 p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

CHAGAS DO NASCIMENTO, Daniel. **Antenas para comunicações móveis**. São José dos Campos, 2007, 169 p. Tese (Mestrado). Instituto Técnico de Aeronáutica.

CHIAVERINI, Vicente. **Tecnologia mecânica: processos de fabricação e tratamento**. 2. ed. São Paulo: McGraw Hill, 1986.

COLLIN, Robert E. **Antennas and radiowave propagation**. United States of America: McGraw Hill, 1985.

DAS, B. M.; YEN, S. C.; DASS, R. N. **Brazilian tensile strength test of lightly cemented sand**. Canadian Geotechnical Journal: Canadá: n. 1, p. 166-171, 1995. Artigo.

DE WITH, G. **Note on the use of the diametral compression test for the strength measurement of ceramics**. Journal of materials science letters. The etherlands: n. 3, p. 1000-10002, 1984. Artigo.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **NORMA DNIT 136/2010 – ME: Pavimentação asfáltica - Misturas asfálticas – Determinação da resistência à tração por compressão diametral – Método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2010, 6 p. Disponível em:< http://ipr.dnit.gov.br/normas/DNIT136_2010_ME.pdf>. Acesso em: 15 mai. 14.

DIONÍSIO DE ANDRADE, Humberto. **Desenvolvimento de um ressoador retangular de fenda com múltiplas camadas de substrato e com utilização material PBG para sistemas**

de comunicação sem fio. Natal, 2013, 100 p. Tese (Doutorado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

DROECHER, Roberta Elisabeth. **Obtenção e caracterização microestrutural e elétrica de cerâmicas PZT-PMN.** Porto Alegre, 2009, 76 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

FALCÃO, Marcius Flaure B.; SOARES, Jorger Barbosa. **Considerações sobre o ensaio de compressão diametral no estudo de materiais de pavimentação.** XVI ANPET. Natal: p. 1-13, 2002a. Artigo.

FALCÃO, Marcius Flaure B.; SOARES, Jorger Barbosa. **Discussão sobre os modos de ruptura observados no ensaio de compressão diametral.** Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás. Rio de Janeiro: p. 1-8, dez. 2002b. Artigo.

FEITOSA, Giordano Miranda. **Análise de antenas de microfita com patches circulares sobre substratos anisotrópicos usando o método dos potenciais de Hertz.** Natal, 2005, 98 p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

FOX, Robert W.; PRITCHARD, Philip J.; MCDONALD, Alan T. **Introduction to fluid mechanics.** 6th. ed. [s.l.]: John Wiley e Sons, Inc, 2004.

GRIFFITHS, David J. **Eletro Dinâmica.** Tradução de Heloisa Coimbra de Sousa. 3. ed. São Paulo: Pearson, 2011. Título original: Introduction to electrodynamics.

HIBBELER, Russel Charles. **Resistência dos materiais.** Tradução de Arlete Simile Marques. 7. ed. São Paulo: Pearson, 2010. Título original: Mechanics of materials.

HOBBS, D. W. **The tensile strength of rocks.** Int. J. Rock Mech. Grã-Bretanha: p. 385-396, set. 1964. Artigo.

HOLTZBERG, Frederic; REISMAN, Arnold; BERRY, Margaret; BERKENBLIT, Melvin. **The polymorphism of Nb₂O₅.** Chemistry of the group VB pentoxides. [s.l.]: p. 2039-2043, 1957. Artigo.

KANG, Suk-Joong L. **Sintering: densification, grain growth, and microstructure.** [s.l.]: Butterworth-Heinemann, 2005.

KO, E. I.; WEISSMAN, J. G. **Structures of niobium pentoxide and their implications on chemical behavior.** Amsterdam: n. 8, p.27-36, 1990. Artigo.

KRETLY, L. C.; ALMEIDA, A. F. L.; FECHINE, P. B. A.; DE OLIVEIRA, R. S. **Dielectric permittivity and loss of $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (CCTO) substrates for microwave devices and antennas**. Journal of materials science: materials in electronics. [s.l.]: n. 15, p. 657-663, 2004. Artigo.

KRISHNAYYA, A. V. G.; EISENSTEIN, Z. **Brazilian Tensile Test for Soils**. Canadian Geotechnical Journal. Canadá: n. 4, p. 632-642, 1974. Artigo.

KRUSZYNSKI DE ASSIS, João Marcos. **Estudo comparativo de compósitos alumina-zircônia tetragonal e de cerâmicas de alumina aditivada com nióbia para aplicações estruturais**. São José dos Campos, 2008, 113 p. Dissertação (Mestrado). Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais.

LACERDA, Daniel Camelo; SANTOS Jr., Aluisio Cesar. **Projeto e construção de antenas de microfita para sistema móvel celular**. Brasília, 2008, 55 p. Monografia (Graduação). Universidade de Brasília.

LARSON, Ron; FARBER, Betsy. **Estatística aplicada**. Tradução de Luciane Ferreira Pauleti Vianna. 4 ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2010. Título original: Elementary Statistics.

LEINDECKER, Gisele Cristina. **Síntese por electrospinning de fibras de Nb_2O_5 e caracterização microestrutural e de propriedades ópticas**. Porto Alegre, 2013, 79 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

LILLIEFORS, Hubert W. **On the Kolmogorov-Smirnov test for normality with mean and variance unknown**. Journal of the American Statistical Association. [s.l.]: n. 318, p. 399-402, jun. 1967. Artigo.

LINHARES DE VASCONCELOS, Cristianne de Fátima. **Antenas de microfita com patch em anel de múltiplas camadas dielétricas anisotrópicas uniaxiais**. Natal, 2006, 81 p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

LOPES, Osmaldo Ferreira. **Síntese e caracterização de nanopartículas de Nb_2O_5 e estudo de suas propriedades fotocatalíticas**. São Carlos, 2013, 74 p. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade Federal de São Carlos.

MARIANO, Carolina. **Obtenção de revestimentos de nióbio depositados por aspersão térmica para proteção à corrosão marinha**. Curitiba, 2008, 78 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais). Universidade Federal do Paraná.

MATES, Steven P.; RHORER, Richard; BANOVIC, Stephen; WHITENTON, Eric; FILDS, Richard. **Tensile strength measurements of frangible bullets using the diametral compression test**. International Journal of Impact Engineering. [s.l.]: n. 35, p. 511-520, 2008. Artigo.

MEDEIROS, Flavia Regina; CHAVES, Caroline de Andrade Lima; SCHALCH, Max Von; CRUZ, Carlos Alberto dos Santos. **Avaliação mecânica das cerâmicas IPS-Empress 2 e In-Ceram Zircônia**. Cienc Odontol Bras. [s.l.]: n. 1, p. 70-76, mar. 2009, Artigo.

MENDES, Marcio Willians Duarte. **Obtenção de pós de Nb a partir da redução aluminotérmica com ignição por plasma**. Natal, 2005, 77 p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

MITCHELL, Brian S. **An introduction to materials engineering and science: for chemical and materials engineers**. New Jersey: John Wiley & Sons, 2004.

MORAN, Michael J.; SHAPIRO, Howard N. **Princípios de termodinâmica para engenharia**. Tradução de Gisele Maria Ribeiro. 6. ed. Rio de Janeiro: LCT, 2009. Título original: Fundamentals of engineering thermodynamics, 6th. ed.

MUNSON, Bruce R.; YOUNG, Donald F.; OKIISHI, Theodore H. **Fundamentos da mecânica dos fluidos**. Tradução de Euryale de Jesus Zerbini. São Paulo: Edgard Blücher LTDA, 2014. Título original: Fundamental of fluid mechanics, 4th. ed.

NOTAROŠ, Branislav M. **Eletromagnetismo**. Tradução de Lara Freitas. São Paulo: Pearson Education do Brasil, 2012. Título original: Eletromagnetism.

NOWAK, Izabela; ZIOLEK, Maria. **Niobium compounds: preparation, characterization, and Application in Heterogeneous Catalysis**. Chemical reviews. [s.l.]: n. 99, p. 3603-3624, 1999. Artigo.

PEREIRA DA SILVA, Angelus Giuseppe; ALVES JÚNIOR, Clodomiro. **A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização**. Cerâmica. São Paulo: n. 290, p. 225-232, 1998. Artigo.

PINTO, Carlos de Sousa. **Curso básico de mecânica dos solos**. 3. ed. São Paulo: Oficina de Textos, 2006.

PORTAL ACTION – **6.4 Teste de Shapiro Wilk**. São Carlos: ESTCAMP, 2015. Disponível em: < <http://www.portalaction.com.br/inferencia/64-teste-de-shapiro-wilk>>. Acesso em: 04 abr. 2015.

POZAR, David M. **Microwave Engineering**. 4 ed. United States of America: John Wiley & Sons, 2012.

RAVIKIRAN, Y. T.; LAGARE, M. T.; SAIRAM, M.; MALLIKARJUNA, N. N.; SREEDHAR, B.; MANOHAR, S.; MACDIARMID, A. G.; AMINABHAVI, T. M. **Synthesis, characterization and low frequency AC conduction of polyaniline/niobium pentoxide composites**. Synthetic Metals. [s.l.]: n 156, p. 1139-1147, 2006. Artigo.

REGINA DA FONSECA, Tatiana. **Processamento e caracterização de cerâmicas de SrO-Nb₂O₅ - Ba₂Ti₉O₂₀ para aplicação como ressoadores dielétricos de micro-ondas**. N São José dos Campos, 2005, 36 p. Relatório (Projeto de Iniciação Científica). Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais.

REZENDE, Carlos Cândido de. **Síntese e caracterização de compostos de nióbio e ferro: testes como catalizadores na decomposição de azul de metileno**. Lavras, 2012, 64 p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Lavras.

ROMERO, R; RAMOS-BARRADO, J. R; MARTIN, F; LEINEN, D. **Nb₂O₅ thin films obtained by chemical spray pyrolysis**. Surface and interface analysis. Málaga: n 36, p. 888-891, 2004. Artigo.

SERWAY, Raymond A.; JEWETT JR., John W. **Physics for scientists and engineers with modern physics**. 8 th. ed. United States of America: Brooks/Cole, Cengage Learning, 2010.

SHAPIRO, S. S.; WILK, M. B. **An Analysis of Variance Test for Normality (Complete Samples)**. Biometrika Trust. Gran Bretanha: n. 52, p. 591-611, dez. 1965. Artigo.

SOUSA, Raquel Maria Ferreira de; FERNANDES, Luciano Eduardo; GUERRA, Wendel. **Nióbio**. Química nova na escola. [s.l.]: n. 1, p. 68-69, fev. 2013. Seção elemento químico. Artigo. Disponível em: <http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc35_1/11-EQ-13-11.pdf>. Acesso em: 05 mai. 2014.

SOUZA JR., Jair Garcia de. **Revestimento à base de nióbio e nióbio-ferro obtido por aspersão térmica hipersônica sobre aço API 5L X70**. Porto Alegre, 2011, 93 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

SPIEGEL, R. Murray. **Estatística**. Tradução de Pedro Consetino. 3 ed. São Paulo: Pearson Makron Books, 1993. Título original: Schum's outline of theory and problems of statistics. 2nd. ed.

TAVARES DA SILVA, Isaac Barros. **Projeto e análise de antena de microfita com utilização de metamaterial do tipo CSRR**. Mossoró, 2014, 115 p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal Rural do Semi-Árido.

TORMAN, Vanessa Bielefeldt Leotti; COSTER, Rodrigo; RIBOLDI, João. **Normalidade de variáveis: métodos de verificação e comparação de alguns testes não-paramétricos por simulação**. Revista HCPA. Rio Grande do Sul: n. 32, p. 227-234, 2012. Artigo.

VILLAR, L. F. S.; DE CAMPOS, T. M. P.; ZORNBERG, J. G. **Relação entre a resistência a tração obtida via ensaio brasileiro, a sucção e índices físicos de um solo**. NSAT. Salvador: n. 2, p. 421-432, out. 2007. Artigo. Disponível em: <http://www.cae.utexas.edu/prof/zornberg/pdfs/CP/Villar_deCampos_Zornberg_2007.pdf>. Acesso em: 26/02/2015.

YOUNG, Hugh D.; FREEDMAN, Roger A. **Física III: eletromagnetismo**. Tradução de Adir Moysés Luiz. 10. ed. São Paulo: Pearson-Addison Wesley, 2004. Título original: University physics with modern physics, 10th ed.

ZHANG, H.; FANG, L.; YANG, J. F.; YUAN, R. Z.; LIU, H. X. **Characterization and dielectric properties of Ba₅NdZnM₉O₃₀ (M =Nb, Ta) ceramics**. J. Mater. Sci. Materials in Electronics. [s.l.]: n. 15, p. 327-329, 2004. Artigo.

ZHAO, Yun; ZHOU, Xiwen; YE, Lin; Edman, Shik Chi. **Nanostructured Nb₂O₅ catalysts**. Nano Review. [s.l.]: n. 3, p. 17631, ago. 2012.

**APÊNDICE A – TABELAS COM VALORES DE MEDIÇÕES FÍSICAS
REALIZADAS E COM VALORES DAS VARIAÇÕES DIMENSIONAIS E
MÁSSICAS CALCULADAS**

Tabela 08: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,98	4,96	12	12,02	15,167	15,163
B	4,97	4,95	12,12	12,12	15,157	15,157
C	4,95	4,94	12,1	12,09	15,150	15,153
D	4,95	4,91	12,31	12,31	15,147	15,150
E	4,97	4,96	12,25	12,27	15,167	15,147
F	4,94	4,94	12,27	12,3	15,143	15,147
G	4,99	4,98	12,26	12,27	15,150	15,153
H	4,98	4,97	12,03	11,99	15,170	15,130
I	4,96	4,97	12,12	12,09	15,160	15,123
J	4,95	4,96	12,16	12,13	15,160	15,120
K	4,95	4,96	12,3	12,27	15,153	15,110
L	4,96	4,96	12,31	12,13	15,163	15,110
Média	4,96	4,96	12,19	12,17	15,16	15,14
Desvio Padrão	0,01544786	0,01834	0,111229	0,112691	0,00862617	0,01888072

Tabela 09: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,02	0,02	-0,00333
B	-0,02	0	0
C	-0,01	-0,01	0,003333
D	-0,04	0	0,003333
E	-0,01	0,02	-0,02
F	0	0,03	0,003333
G	-0,01	0,01	0,003333
H	-0,01	-0,04	-0,04
I	0,01	-0,03	-0,03667
J	0,01	-0,03	-0,04
K	0,01	-0,03	-0,04333
L	0	-0,18	-0,05333
Média	-0,0075	-0,02	-0,01861
Desvio Padrão	0,01484771	0,055432	0,022494

Tabela 10: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,17	15,18	15,15	15,15	15,18	15,16
B	15,15	15,15	15,17	15,14	15,17	15,16
C	15,14	15,15	15,16	15,14	15,17	15,15
D	15,14	15,16	15,14	15,15	15,14	15,16
E	15,17	15,18	15,15	15,15	15,16	15,13
F	15,15	15,13	15,15	15,15	15,14	15,15
G	15,17	15,16	15,12	15,17	15,14	15,15
H	15,18	15,15	15,18	15,12	15,14	15,13
I	15,14	15,18	15,16	15,13	15,11	15,13
J	15,15	15,15	15,18	15,13	15,13	15,10
K	15,13	15,15	15,18	15,10	15,10	15,13
L	15,15	15,16	15,18	15,12	15,11	15,10

Tabela 11: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,4016	0,1667	-0,0220
B	-0,4024	0,0000	0,0000
C	-0,2020	-0,0826	0,0220
D	-0,8081	0,0000	0,0220
E	-0,2012	0,1633	-0,1319
F	0,0000	0,2445	0,0220
G	-0,2004	0,0816	0,0220
H	-0,2008	-0,3325	-0,2637
I	0,2016	-0,2475	-0,2419
J	0,2020	-0,2467	-0,2639
K	0,2020	-0,2439	-0,2859
L	0,0000	-1,4622	-0,3517
Média	-0,1509	-0,1633	-0,1227
Desvio Padrão	0,2995	0,4511	0,1484

Tabela 12: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,95	4,93	11,36	11,37	15,167	15,173
B	4,93	4,93	11,32	11,33	15,173	15,177
C	4,94	4,9	11,4	11,42	15,163	15,177
D	4,93	4,93	11,45	11,46	15,163	15,187
E	4,94	4,92	11,33	11,33	15,167	15,173
F	4,95	4,92	11,42	11,43	15,157	15,170
G	4,93	4,91	11,6	11,61	15,160	15,167
H	4,94	4,9	11,22	11,2	15,170	15,120
I	4,93	4,91	11,3	11,27	15,187	15,140
J	4,95	4,93	11,36	11,35	15,193	15,140
K	4,93	4,91	11,28	11,24	15,183	15,137
L	4,95	4,91	11,28	11,25	15,180	15,140
Média	4,94	4,92	11,36	11,36	15,17	15,16
Desvio Padrão	0,009003366	0,011547	0,099727	0,113978	0,01149952	0,02148525

Tabela 13: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,02	0,01	0,006667
B	0	0,01	0,003333
C	-0,04	0,02	0,013333
D	0	0,01	0,023333
E	-0,02	0	0,006667
F	-0,03	0,01	0,013333
G	-0,02	0,01	0,006667
H	-0,04	-0,02	-0,05
I	-0,02	-0,03	-0,04667
J	-0,02	-0,01	-0,05333
K	-0,02	-0,04	-0,04667
L	-0,04	-0,03	-0,04
Média	-0,0225	-0,005	-0,01361
Desvio Padrão	0,01356801	0,020226	0,030333

Tabela 14: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,18	15,16	15,16	15,16	15,19	15,17
B	15,18	15,15	15,19	15,17	15,19	15,17
C	15,15	15,16	15,18	15,19	15,17	15,17
D	15,14	15,18	15,17	15,19	15,17	15,20
E	15,16	15,18	15,16	15,18	15,18	15,16
F	15,16	15,14	15,17	15,18	15,15	15,18
G	15,15	15,15	15,18	15,17	15,18	15,15
H	15,15	15,17	15,19	15,13	15,11	15,12
I	15,19	15,17	15,20	15,14	15,16	15,12
J	15,19	15,19	15,20	15,14	15,12	15,16
K	15,16	15,21	15,18	15,13	15,16	15,12
L	15,16	15,20	15,18	15,15	15,14	15,13

Tabela 15: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,4040	0,0880	0,0440
B	0,0000	0,0883	0,0220
C	-0,8097	0,1754	0,0879
D	0,0000	0,0873	0,1539
E	-0,4049	0,0000	0,0440
F	-0,6061	0,0876	0,0880
G	-0,4057	0,0862	0,0440
H	-0,8097	-0,1783	-0,3296
I	-0,4057	-0,2655	-0,3073
J	-0,4040	-0,0880	-0,3510
K	-0,4057	-0,3546	-0,3074
L	-0,8081	-0,2660	-0,2635
Média	-0,4553	-0,0450	-0,0896
Desvio Padrão	0,2744	0,1787	0,1998

Tabela 16: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,96	4,95	11,03	11,03	15,170	15,183
B	4,93	4,9	10,88	10,88	15,173	15,177
C	4,94	4,93	10,86	10,86	15,177	15,187
D	4,93	4,91	11,02	11,01	15,163	15,180
E	4,89	4,86	10,84	10,85	15,180	15,177
F	4,91	4,9	10,68	10,69	15,183	15,193
G	4,94	4,93	11,01	11,01	15,167	15,183
H	4,93	4,91	10,65	10,64	15,190	15,150
I	4,91	4,9	10,7	10,67	15,190	15,153
J	4,95	4,94	10,66	10,63	15,193	15,150
K	4,94	4,92	10,69	10,67	15,193	15,153
L	4,92	4,91	10,74	10,73	15,193	15,150
Média	4,93	4,91	10,81	10,81	15,18	15,17
Desvio Padrão	0,019286516	0,023484	0,146804	0,153295	0,01104018	0,01684501

Tabela 17: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,01	0	0,013333
B	-0,03	0	0,003333
C	-0,01	0	0,01
D	-0,02	-0,01	0,016667
E	-0,03	0,01	-0,003333
F	-0,01	0,01	0,01
G	-0,01	0	0,016667
H	-0,02	-0,01	-0,04
I	-0,01	-0,03	-0,03667
J	-0,01	-0,03	-0,04333
K	-0,02	-0,02	-0,04
L	-0,01	-0,01	-0,04333
Média	-0,01583333	-0,0075	-0,01139
Desvio Padrão	0,00792961	0,013568	0,026456

Tabela 18: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,17	15,18	15,16	15,20	15,16	15,19
B	15,17	15,17	15,18	15,19	15,18	15,16
C	15,19	15,17	15,17	15,20	15,19	15,17
D	15,15	15,18	15,16	15,19	15,17	15,18
E	15,19	15,19	15,16	15,16	15,20	15,17
F	15,20	15,17	15,18	15,20	15,18	15,20
G	15,18	15,16	15,16	15,18	15,18	15,19
H	15,19	15,18	15,20	15,16	15,13	15,16
I	15,17	15,20	15,20	15,14	15,16	15,16
J	15,20	15,19	15,19	15,15	15,16	15,14
K	15,17	15,20	15,21	15,15	15,17	15,14
L	15,17	15,21	15,20	15,16	15,15	15,14

Tabela 19: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,2016	0,0000	0,0879
B	-0,6085	0,0000	0,0220
C	-0,2024	0,0000	0,0659
D	-0,4057	-0,0907	0,1099
E	-0,6135	0,0923	-0,0219
F	-0,2037	0,0936	0,0659
G	-0,2024	0,0000	0,1099
H	-0,4057	-0,0939	-0,2633
I	-0,2037	-0,2804	-0,2414
J	-0,2020	-0,2814	-0,2852
K	-0,4049	-0,1871	-0,2633
L	-0,2033	-0,0931	-0,2852
Média	-0,3214	-0,0701	-0,0749
Desvio Padrão	0,1617	0,1268	0,1742

Tabela 20: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,97	4,91	12,20	12,26	15,217	15,217
B	5,00	4,93	12,47	12,53	15,187	15,197
C	4,92	4,90	12,37	12,43	15,190	15,187
D	4,94	4,92	12,21	12,27	15,200	15,203
E	4,98	4,92	12,13	12,17	15,207	15,213
F	4,95	4,94	12,14	12,19	15,187	15,190
G	4,94	4,91	12,15	12,21	15,190	15,197
H	4,97	4,92	12,23	12,28	15,190	15,193
I	4,97	4,94	12,59	12,65	15,197	15,190
J	4,91	4,87	12,53	12,64	15,200	15,207
K	4,88	4,85	12,41	12,47	15,193	15,213
L	4,85	4,81	12,46	12,51	15,190	15,190
Média	4,94	4,90	12,32	12,38	15,20	15,20
Desvio Padrão	0,043693145	0,039274	0,165555	0,174744	0,00902671	0,01058475

Tabela 21: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,06	0,06	0
B	-0,07	0,06	0,01
C	-0,02	0,06	-0,00333
D	-0,02	0,06	0,003333
E	-0,06	0,04	0,006667
F	-0,01	0,05	0,003333
G	-0,03	0,06	0,006667
H	-0,05	0,05	0,003333
I	-0,03	0,06	-0,00667
J	-0,04	0,11	0,006667
K	-0,03	0,06	0,02
L	-0,04	0,05	0
Média	-0,03833333	0,06	0,004167
Desvio Padrão	0,01850471	0,017056	0,006835

Tabela 22: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,21	15,22	15,22	15,21	15,21	15,23
B	15,18	15,19	15,19	15,20	15,20	15,19
C	15,18	15,19	15,20	15,20	15,18	15,18
D	15,20	15,20	15,20	15,22	15,20	15,19
E	15,20	15,21	15,21	15,20	15,23	15,21
F	15,18	15,18	15,20	15,20	15,18	15,19
G	15,18	15,19	15,20	15,21	15,19	15,19
H	15,20	15,19	15,18	15,18	15,21	15,19
I	15,20	15,18	15,21	15,18	15,20	15,19
J	15,21	15,20	15,19	15,19	15,22	15,21
K	15,20	15,18	15,20	15,21	15,21	15,22
L	15,20	15,20	15,17	15,20	15,20	15,17

Tabela 23: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-1,2072	0,4918	0,0000
B	-1,4000	0,4812	0,0658
C	-0,4065	0,4850	-0,0219
D	-0,4049	0,4914	0,0219
E	-1,2048	0,3298	0,0438
F	-0,2020	0,4119	0,0219
G	-0,6073	0,4938	0,0439
H	-1,0060	0,4088	0,0219
I	-0,6036	0,4766	-0,0439
J	-0,8147	0,8779	0,0439
K	-0,6148	0,4835	0,1316
L	-0,8247	0,4013	0,0000
Média	-0,7747	0,4861	0,0274
Desvio Padrão	0,3698	0,1338	0,0450

Tabela 24: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,93	4,89	11,23	11,29	15,200	15,210
B	4,93	4,94	11,38	11,43	15,183	15,187
C	4,96	4,91	11,38	11,44	15,190	15,193
D	4,97	4,92	11,33	11,36	15,193	15,203
E	4,94	4,92	11,11	11,21	15,210	15,213
F	4,94	4,92	11,25	11,29	15,197	15,197
G	4,95	4,92	11,4	11,45	15,180	15,180
H	4,97	4,92	11,3	11,34	15,190	15,197
I	4,93	4,9	11,56	11,62	15,190	15,193
J	4,95	4,93	11,65	11,73	15,197	15,203
K	4,95	4,89	11,52	11,57	15,203	15,217
L	4,94	4,9	11,4	11,44	15,200	15,200
Média	4,95	4,91	11,38	11,43	15,19	15,20
Desvio Padrão	0,014354811	0,01557	0,149755	0,149816	0,0084487	0,01071517

Tabela 25: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,04	0,06	0,01
B	0,01	0,05	0,003333
C	-0,05	0,06	0,003333
D	-0,05	0,03	0,01
E	-0,02	0,1	0,003333
F	-0,02	0,04	0
G	-0,03	0,05	0
H	-0,05	0,04	0,006667
I	-0,03	0,06	0,003333
J	-0,02	0,08	0,006667
K	-0,06	0,05	0,013333
L	-0,04	0,04	0
Média	-0,03333333	0,055	0,005
Desvio Padrão	0,01922751	0,019306	0,004381

Tabela 26: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,21	15,20	15,19	15,21	15,19	15,23
B	15,17	15,17	15,21	15,21	15,17	15,18
C	15,18	15,19	15,20	15,18	15,21	15,19
D	15,18	15,18	15,22	15,19	15,20	15,22
E	15,21	15,22	15,20	15,23	15,21	15,20
F	15,20	15,17	15,22	15,17	15,22	15,20
G	15,19	15,18	15,17	15,16	15,19	15,19
H	15,18	15,20	15,19	15,21	15,18	15,20
I	15,21	15,17	15,19	15,19	15,18	15,21
J	15,21	15,20	15,18	15,22	15,19	15,20
K	15,21	15,18	15,22	15,21	15,23	15,21
L	15,20	15,19	15,21	15,21	15,17	15,22

Tabela 27: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,8114	0,5343	0,0658
B	0,2028	0,4394	0,0220
C	-1,0081	0,5272	0,0219
D	-1,0060	0,2648	0,0658
E	-0,4049	0,9001	0,0219
F	-0,4049	0,3556	0,0000
G	-0,6061	0,4386	0,0000
H	-1,0060	0,3540	0,0439
I	-0,6085	0,5190	0,0219
J	-0,4040	0,6867	0,0439
K	-1,2121	0,4340	0,0877
L	-0,8097	0,3509	0,0000
Média	-0,6732	0,4837	0,0329
Desvio Padrão	0,3878	0,1720	0,0288

Tabela 28: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,95	4,92	10,81	10,86	15,187	15,193
B	4,97	4,90	10,73	10,77	15,193	15,193
C	4,97	4,90	10,72	10,81	15,183	15,193
D	5,00	4,95	10,88	10,91	15,190	15,203
E	4,97	4,91	10,78	10,82	15,183	15,200
F	4,93	4,90	10,66	10,70	15,190	15,203
G	4,96	4,91	10,74	10,78	15,190	15,213
H	4,98	4,91	10,79	10,81	15,193	15,220
I	4,90	4,85	10,73	10,77	15,183	15,210
J	4,88	4,84	10,89	10,95	15,203	15,210
K	4,82	4,78	10,60	10,65	15,187	15,187
L	4,92	4,87	10,83	10,90	15,203	15,207
Média	4,94	4,89	10,76	10,81	15,19	15,20
Desvio Padrão	0,050833954	0,045193	0,084889	0,086388	0,00693889	0,00983021

Tabela 29: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,03	0,05	0,006667
B	-0,07	0,04	0
C	-0,07	0,09	0,01
D	-0,05	0,03	0,013333
E	-0,06	0,04	0,016667
F	-0,03	0,04	0,013333
G	-0,05	0,04	0,023333
H	-0,07	0,02	0,026667
I	-0,05	0,04	0,026667
J	-0,04	0,06	0,006667
K	-0,04	0,05	0
L	-0,05	0,07	0,003333
Média	-0,05083333	0,0475	0,012222
Desvio Padrão	0,01443376	0,018647	0,00957

Tabela 30: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,19	15,20	15,17	15,18	15,22	15,18
B	15,20	15,19	15,19	15,19	15,21	15,18
C	15,18	15,19	15,18	15,19	15,19	15,20
D	15,17	15,22	15,18	15,22	15,18	15,21
E	15,16	15,18	15,21	15,19	15,20	15,21
F	15,19	15,19	15,19	15,22	15,19	15,20
G	15,19	15,20	15,18	15,24	15,18	15,22
H	15,21	15,17	15,20	15,21	15,21	15,24
I	15,18	15,19	15,18	15,21	15,20	15,22
J	15,20	15,22	15,19	15,19	15,21	15,23
K	15,19	15,19	15,18	15,20	15,18	15,18
L	15,18	15,22	15,21	15,21	15,20	15,21

Tabela 31: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 900 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,6061	0,4625	0,0439
B	-1,4085	0,3728	0,0000
C	-1,4085	0,8396	0,0659
D	-1,0000	0,2757	0,0878
E	-1,2072	0,3711	0,1098
F	-0,6085	0,3752	0,0878
G	-1,0081	0,3724	0,1536
H	-1,4056	0,1854	0,1755
I	-1,0204	0,3728	0,1756
J	-0,8197	0,5510	0,0439
K	-0,8299	0,4717	0,0000
L	-1,0163	0,6464	0,0219
Média	-1,0282	0,4414	0,0805
Desvio Padrão	0,2864	0,1733	0,0630

Tabela 32: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,99	4,96	12,03	12,10	15,16333	15,24
B	4,92	4,90	12,19	12,27	15,15	15,22
C	4,99	4,99	12,41	12,50	15,16	15,22667
D	4,97	4,97	12,52	12,61	15,16	15,22
E	4,95	4,94	12,25	12,32	15,16667	15,21667
F	4,98	4,94	12,53	12,63	15,16	15,24333
G	4,96	4,91	12,48	12,67	15,15	15,21333
H	4,91	4,90	12,32	12,43	15,15667	15,22667
I	5,00	4,96	12,43	12,51	15,17	15,22333
J	4,96	4,92	12,25	12,35	15,16333	15,23
K	4,95	4,91	12,41	12,47	15,15333	15,22333
L	4,95	4,93	12,14	12,21	15,15333	15,23333
Média	4,96	4,94	12,33	12,42	15,16	15,23
Desvio Padrão	0,027455198	0,029375	0,159545	0,176745	0,00641	0,00904

Tabela 33: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,03	0,07	0,07667
B	-0,02	0,08	0,07
C	0	0,09	0,06667
D	0	0,09	0,06
E	-0,01	0,07	0,05
F	-0,04	0,1	0,08333
G	-0,05	0,19	0,06333
H	-0,01	0,11	0,07
I	-0,04	0,08	0,05333
J	-0,04	0,1	0,06667
K	-0,04	0,06	0,07
L	-0,02	0,07	0,08
Média	-0,025	0,0925	0,0675
Desvio Padrão	0,01732051	0,034145	0,009962

Tabela 34: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,16	15,17	15,16	15,24	15,23	15,25
B	15,14	15,16	15,15	15,23	15,23	15,20
C	15,17	15,14	15,17	15,23	15,24	15,21
D	15,17	15,14	15,17	15,21	15,23	15,22
E	15,17	15,15	15,18	15,23	15,20	15,22
F	15,17	15,14	15,17	15,25	15,25	15,23
G	15,14	15,17	15,14	15,23	15,21	15,20
H	15,15	15,17	15,15	15,21	15,24	15,23
I	15,16	15,18	15,17	15,23	15,20	15,24
J	15,16	15,16	15,17	15,21	15,24	15,24
K	15,14	15,18	15,14	15,21	15,23	15,23
L	15,16	15,15	15,15	15,25	15,23	15,22

Tabela 35: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,6012	0,5819	0,5056
B	-0,4065	0,6563	0,4620
C	0,0000	0,7252	0,4398
D	0,0000	0,7188	0,3958
E	-0,2020	0,5714	0,3297
F	-0,8032	0,7981	0,5497
G	-1,0081	1,5224	0,4180
H	-0,2037	0,8929	0,4618
I	-0,8000	0,6436	0,3515
J	-0,8065	0,8163	0,4397
K	-0,8081	0,4835	0,4619
L	-0,4040	0,5766	0,5279
Média	-0,5036	0,7489	0,4453
Desvio Padrão	0,3482	0,2708	0,0658

Tabela 36: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,92	4,90	11,36	11,43	15,18333	15,23667
B	4,99	4,95	11,41	11,48	15,18333	15,22333
C	4,91	4,88	11,15	11,23	15,17333	15,22
D	4,91	4,89	11,23	11,30	15,19333	15,21667
E	4,91	4,90	11,28	11,34	15,18333	15,21667
F	4,95	4,93	11,32	11,39	15,18667	15,22667
G	4,95	4,94	11,31	11,37	15,17	15,23667
H	4,96	4,94	11,50	11,57	15,17667	15,22333
I	4,91	4,89	11,33	11,38	15,18	15,21667
J	4,94	4,91	11,27	11,33	15,18333	15,21333
K	4,96	4,94	11,30	11,35	15,19667	15,22333
L	4,98	4,94	11,34	11,39	15,17	15,22667
Média	4,94	4,92	11,32	11,38	15,18	15,22
Desvio Padrão	0,028749177	0,024909	0,087421	0,08676	0,008349	0,007522

Tabela 37: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,02	0,07	0,05334
B	-0,04	0,07	0,04
C	-0,03	0,08	0,04667
D	-0,02	0,07	0,02334
E	-0,01	0,06	0,03334
F	-0,02	0,07	0,04
G	-0,01	0,06	0,06667
H	-0,02	0,07	0,04666
I	-0,02	0,05	0,03667
J	-0,03	0,06	0,03
K	-0,02	0,05	0,02666
L	-0,04	0,05	0,05667
Média	-0,02333333	0,063333	0,041668
Desvio Padrão	0,00984732	0,009847	0,012911

Tabela 38: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,19	15,16	15,20	15,23	15,23	15,25
B	15,17	15,17	15,21	15,23	15,23	15,21
C	15,16	15,20	15,16	15,22	15,23	15,21
D	15,20	15,18	15,20	15,21	15,24	15,20
E	15,16	15,21	15,18	15,23	15,21	15,21
F	15,19	15,19	15,18	15,22	15,25	15,21
G	15,16	15,19	15,16	15,25	15,21	15,25
H	15,17	15,19	15,17	15,23	15,21	15,23
I	15,19	15,18	15,17	15,20	15,24	15,21
J	15,17	15,19	15,19	15,20	15,24	15,20
K	15,19	15,20	15,20	15,22	15,24	15,21
L	15,19	15,16	15,16	15,21	15,25	15,22

Tabela 39: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,4065	0,6162	0,3513
B	-0,8016	0,6135	0,2634
C	-0,6110	0,7175	0,3076
D	-0,4073	0,6233	0,1536
E	-0,2037	0,5319	0,2196
F	-0,4040	0,6184	0,2634
G	-0,2020	0,5305	0,4395
H	-0,4032	0,6087	0,3074
I	-0,4073	0,4413	0,2416
J	-0,6073	0,5324	0,1976
K	-0,4032	0,4425	0,1754
L	-0,8032	0,4409	0,3736
Média	-0,4717	0,5598	0,2745
Desvio Padrão	0,1972	0,0880	0,0852

Tabela 40: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,90	4,88	10,63	10,69	15,18333	15,24333
B	4,91	4,90	10,64	10,69	15,17667	15,22667
C	4,95	4,94	10,80	10,87	15,17667	15,22667
D	4,91	4,90	10,77	10,82	15,22	15,21667
E	4,90	4,90	10,62	10,67	15,17333	15,23
F	4,91	4,90	10,68	10,71	15,17	15,23333
G	4,94	4,90	10,75	10,79	15,19333	15,23333
H	4,92	4,86	10,76	10,82	15,16333	15,24
I	4,90	4,90	10,73	10,77	15,16333	15,23667
J	4,94	4,91	10,74	10,79	15,19667	15,22
K	4,92	4,91	10,87	10,92	15,16667	15,23
L	4,96	4,87	10,72	10,81	15,18	15,23667
Média	4,92	4,90	10,73	10,78	15,18	15,23
Desvio Padrão	0,02081666	0,020505	0,073911	0,077043	0,01642	0,007827

Tabela 41: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,02	0,06	0,06
B	-0,01	0,05	0,05
C	-0,01	0,07	0,05
D	-0,01	0,05	-0,00333
E	0	0,05	0,05667
F	-0,01	0,03	0,06333
G	-0,04	0,04	0,04
H	-0,06	0,06	0,07667
I	0	0,04	0,07334
J	-0,03	0,05	0,02333
K	-0,01	0,05	0,06333
L	-0,09	0,09	0,05667
Média	-0,02416667	0,053333	0,050834
Desvio Padrão	0,02712206	0,01557	0,022254

Tabela 42: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,19	15,19	15,17	15,24	15,22	15,27
B	15,16	15,20	15,17	15,23	15,21	15,24
C	15,17	15,18	15,18	15,23	15,22	15,23
D	15,23	15,20	15,23	15,21	15,23	15,21
E	15,16	15,17	15,19	15,25	15,21	15,23
F	15,18	15,16	15,17	15,23	15,26	15,21
G	15,17	15,23	15,18	15,25	15,22	15,23
H	15,16	15,17	15,16	15,26	15,21	15,25
I	15,16	15,18	15,15	15,24	15,23	15,24
J	15,21	15,20	15,18	15,22	15,23	15,21
K	15,18	15,15	15,17	15,25	15,22	15,22
L	15,18	15,20	15,16	15,25	15,21	15,25

Tabela 43: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,4082	0,5644	0,3952
B	-0,2037	0,4699	0,3295
C	-0,2020	0,6481	0,3295
D	-0,2037	0,4643	-0,0219
E	0,0000	0,4708	0,3735
F	-0,2037	0,2809	0,4175
G	-0,8097	0,3721	0,2633
H	-1,2195	0,5576	0,5056
I	0,0000	0,3728	0,4837
J	-0,6073	0,4655	0,1535
K	-0,2033	0,4600	0,4176
L	-1,8145	0,8396	0,3733
Média	-0,4896	0,4972	0,3350
Desvio Padrão	0,5478	0,1449	0,1468

Tabela 44: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,98	4,91	11,95	12,02	15,17333	15,23
B	4,93	4,89	12,14	12,21	15,16333	15,22667
C	4,93	4,91	12,19	12,26	15,16	15,22667
D	4,98	4,94	12,28	12,35	15,15	15,22333
E	4,94	4,88	12,36	12,42	15,14667	15,20333
F	4,91	4,87	12,40	12,46	15,14333	15,20667
G	4,92	4,92	12,33	12,40	15,14667	15,22333
H	4,98	4,95	12,18	12,26	15,15333	15,23333
I	4,93	4,91	12,28	12,34	15,15333	15,23
J	5,00	4,93	12,37	12,44	15,14	15,22
K	4,87	4,83	12,36	12,41	15,14667	15,22
L	4,94	4,94	12,50	12,46	15,15333	15,22
Média	4,94	4,91	12,28	12,34	15,15	15,22
Desvio pAdrão	0,036711405	0,034466	0,145467	0,129927	0,009332	0,009041

Tabela 45: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,07	0,07	0,05667
B	-0,04	0,07	0,06334
C	-0,02	0,07	0,06667
D	-0,04	0,07	0,07333
E	-0,06	0,06	0,05666
F	-0,04	0,06	0,06334
G	0	0,07	0,07666
H	-0,03	0,08	0,08
I	-0,02	0,06	0,07667
J	-0,07	0,07	0,08
K	-0,04	0,05	0,07333
L	0	-0,04	0,06667
Média	-0,03583333	0,0575	0,069445
Desvio Padrão	0,0235327	0,031659	0,008388

Tabela 46: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,17	15,17	15,18	15,24	15,24	15,21
B	15,18	15,14	15,17	15,23	15,24	15,21
C	15,16	15,15	15,17	15,22	15,22	15,24
D	15,16	15,14	15,15	15,23	15,21	15,23
E	15,14	15,16	15,14	15,19	15,20	15,22
F	15,15	15,13	15,15	15,19	15,22	15,21
G	15,13	15,15	15,16	15,21	15,23	15,23
H	15,14	15,17	15,15	15,25	15,22	15,23
I	15,17	15,14	15,15	15,22	15,23	15,24
J	15,14	15,14	15,14	15,20	15,23	15,23
K	15,15	15,13	15,16	15,21	15,22	15,23
L	15,16	15,17	15,13	15,23	15,23	15,20

Tabela 47: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 1,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-1,4056	0,5858	0,3735
B	-0,8114	0,5766	0,4177
C	-0,4057	0,5742	0,4398
D	-0,8032	0,5700	0,4840
E	-1,2146	0,4854	0,3741
F	-0,8147	0,4839	0,4183
G	0,0000	0,5677	0,5061
H	-0,6024	0,6568	0,5279
I	-0,4057	0,4886	0,5060
J	-1,4000	0,5659	0,5284
K	-0,8214	0,4045	0,4841
L	0,0000	-0,3200	0,4400
Média	-0,7237	0,4700	0,4583
Desvio Padrão	0,4729	0,2573	0,0555

Tabela 48: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,93	4,89	11,58	11,63	15,17667	15,21667
B	4,94	4,94	11,23	11,29	15,18	15,23
C	4,94	4,89	11,18	11,24	15,19333	15,22
D	4,95	4,96	11,39	11,45	15,17667	15,22667
E	4,93	4,91	11,26	11,31	15,16667	15,22
F	4,95	4,92	11,26	11,33	15,20333	15,22
G	4,99	4,95	11,27	11,34	15,21333	15,22
H	4,91	4,87	11,52	11,58	15,15667	15,21667
I	4,96	4,90	11,47	11,53	15,15667	15,21333
J	4,92	4,86	11,36	11,42	15,14667	15,20333
K	4,94	4,92	11,63	11,70	15,14667	15,21667
L	4,88	4,87	11,53	11,57	15,14	15,19667
Média	4,94	4,91	11,39	11,45	15,17	15,22
Desvio Padrão	0,027080128	0,032567	0,152375	0,150542	0,023459	0,009101

Tabela 49: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,04	0,05	0,04
B	0	0,06	0,05
C	-0,05	0,06	0,02667
D	0,01	0,06	0,05
E	-0,02	0,05	0,05333
F	-0,03	0,07	0,01667
G	-0,04	0,07	0,00667
H	-0,04	0,06	0,06
I	-0,06	0,06	0,05666
J	-0,06	0,06	0,05666
K	-0,02	0,07	0,07
L	-0,01	0,04	0,05667
Média	-0,03	0,059167	0,045278
Desvio Padrão	0,02256304	0,009003	0,019091

Tabela 50: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (111,03 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,19	15,16	15,18	15,24	15,21	15,20
B	15,19	15,19	15,16	15,24	15,23	15,22
C	15,17	15,21	15,20	15,21	15,24	15,21
D	15,19	15,17	15,17	15,21	15,25	15,22
E	15,17	15,16	15,17	15,22	15,21	15,23
F	15,24	15,15	15,22	15,21	15,23	15,22
G	15,21	15,26	15,17	15,21	15,24	15,21
H	15,18	15,16	15,13	15,24	15,19	15,22
I	15,14	15,18	15,15	15,20	15,20	15,24
J	15,12	15,18	15,14	15,19	15,23	15,19
K	15,12	15,16	15,16	15,24	15,19	15,22
L	15,14	15,14	15,14	15,21	15,19	15,19

Tabela 51: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 2,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,8114	0,4318	0,2636
B	0,0000	0,5343	0,3294
C	-1,0121	0,5367	0,1755
D	0,2020	0,5268	0,3295
E	-0,4057	0,4440	0,3516
F	-0,6061	0,6217	0,1096
G	-0,8016	0,6211	0,0438
H	-0,8147	0,5208	0,3959
I	-1,2097	0,5231	0,3738
J	-1,2195	0,5282	0,3741
K	-0,4049	0,6019	0,4621
L	-0,2049	0,3469	0,3743
Média	-0,6074	0,5198	0,2986
Desvio Padrão	0,4564	0,0806	0,1261

Tabela 52: Massa, Altura e Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Massa (g)		Altura (mm)		Diâmetro Médio (mm)	
	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização	Antes da sinterização	Depois da sinterização
A	4,90	4,87	10,79	10,87	15,17	15,22333
B	4,92	4,91	10,77	10,83	15,18333	15,22667
C	4,96	4,94	10,70	10,75	15,19333	15,22333
D	4,94	4,93	10,71	10,77	15,18333	15,22667
E	4,93	4,91	10,75	10,78	15,19	15,22667
F	4,94	4,90	10,74	10,79	15,20333	15,22667
G	4,93	4,91	10,81	10,87	15,16	15,21333
H	4,94	4,89	10,66	10,70	15,18667	15,22333
I	4,95	4,90	10,81	10,86	15,18333	15,23
J	4,95	4,90	10,86	10,91	15,17667	15,21667
K	4,97	4,90	10,79	10,83	15,18333	15,22667
L	4,94	4,90	10,97	11,01	15,17667	15,22333
Média	4,94	4,91	10,78	10,83	15,18	15,22
Desvio Padrão	0,018319554	0,017838	0,081352	0,08196	0,011111	0,004679

Tabela 53: Variações Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Variação de Massa (g)	Variação de Altura (mm)	Variação de Diâmetro Médio (mm)
A	-0,03	0,08	0,05333
B	-0,01	0,06	0,04334
C	-0,02	0,05	0,03
D	-0,01	0,06	0,04334
E	-0,02	0,03	0,03667
F	-0,04	0,05	0,02334
G	-0,02	0,06	0,05333
H	-0,05	0,04	0,03666
I	-0,05	0,05	0,04667
J	-0,05	0,05	0,04
K	-0,07	0,04	0,04334
L	-0,04	0,04	0,04666
Média	-0,03416667	0,050833	0,04139
Desvio Padrão	0,01880925	0,013114	0,008813

Tabela 54: Diâmetros dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (166,54 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Antes da Sinterização			Depois da Sinterização		
	D1	D2	D3	D1	D2	D3
A	15,15	15,19	15,17	15,23	15,21	15,23
B	15,16	15,17	15,22	15,24	15,21	15,23
C	15,23	15,18	15,17	15,21	15,24	15,22
D	15,19	15,18	15,18	15,23	15,21	15,24
E	15,21	15,19	15,17	15,23	15,22	15,23
F	15,21	15,17	15,23	15,23	15,22	15,23
G	15,16	15,15	15,17	15,20	15,23	15,21
H	15,17	15,19	15,20	15,22	15,20	15,25
I	15,20	15,18	15,17	15,21	15,24	15,24
J	15,15	15,18	15,20	15,24	15,20	15,21
K	15,18	15,19	15,18	15,24	15,22	15,22
L	15,17	15,19	15,17	15,21	15,23	15,23

Tabela 55: Variações Percentuais Individual de Massa, de Altura e de Diâmetro Médio dos Corpos Comprimidos a 3,0 t (55,51 MPa) e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Variação Percentual de Massa (%)	Variação Percentual de Altura (%)	Variação Percentual de Diâmetro Médio (%)
A	-0,6122	0,7414	0,3515
B	-0,2033	0,5571	0,2854
C	-0,4032	0,4673	0,1975
D	-0,2024	0,5602	0,2854
E	-0,4057	0,2791	0,2414
F	-0,8097	0,4655	0,1535
G	-0,4057	0,5550	0,3518
H	-1,0121	0,3752	0,2414
I	-1,0101	0,4625	0,3074
J	-1,0101	0,4604	0,2636
K	-1,4085	0,3707	0,2854
L	-0,8097	0,3646	0,3074
Média	-0,6911	0,4716	0,2727
Desvio Padrão	0,3788	0,1218	0,0582

**APÊNDICE B – TABELAS COM DADOS DAS POROSIDADES ABERTA
CALCULADAS**

Tabela 56: Porosidade dos Corpos Compactados a 55,51 MPa e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,9564	5,8084	12,27	15,153	981	39,250	40,454	0,8508
2	4,9459	5,8017	11,99	15,130	981	40,468		
3	4,9307	5,8036	12,09	15,123	981	40,974		
4	4,9173	5,7960	12,13	15,120	981	41,126		

Tabela 57: Porosidade dos Corpos Compactados a 111,03 MPa e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,8913	5,6366	11,2	15,120	981	37,779	37,722	0,4477
2	4,9092	5,6691	11,27	15,140	981	38,179		
3	4,9031	5,6613	11,35	15,140	981	37,825		
4	4,9115	5,6478	11,24	15,137	981	37,106		

Tabela 58: Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 800 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,8884	5,5893	11,01	15,183	981	35,842	36,056	0,4015
2	4,9066	5,5903	10,64	15,150	981	36,336		
3	4,8725	5,5445	10,67	15,153	981	35,600		
4	4,8884	5,5735	10,63	15,150	981	36,445		

Tabela 59: Porosidade dos Corpos Compactados a 55,51 MPa e Sinterizados a 900°C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,9028	5,7919	12,65	15,19	981	39,535	39,614	0,1006
2	4,8501	5,7437	12,64	15,21	981	39,678		
3	4,8145	5,6933	12,47	15,21	981	39,522		
4	4,7783	5,6617	12,51	15,19	981	39,722		

Tabela 60: Porosidade dos Corpos Compactados a 111,03 MPa e Sinterizados a 900°C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,9012	5,6656	11,62	15,193	981	36,989	37,149	0,1501
2	4,9334	5,7130	11,73	15,203	981	37,321		
3	4,8973	5,6656	11,57	15,217	981	37,220		
4	4,9004	5,6552	11,44	15,200	981	37,065		

Tabela 61: Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 900°C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,8566	5,5383	10,77	15,21	981	35,511	35,752	0,4198
2	4,8525	5,5552	10,95	15,21	981	36,003		
3	4,7905	5,4756	10,65	15,19	981	36,199		
4	4,8910	5,5765	10,90	15,21	981	35,297		

Tabela 62: Porosidade dos Corpos Compactados a 55,51 MPa e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,9594	5,8162	12,67	15,21333	981	37,922	40,413	1,8366
2	4,9952	5,9127	12,43	15,22667	981	41,321		
3	4,9030	5,8020	12,51	15,22333	981	40,246		
4	4,9589	5,8895	12,35	15,23	981	42,164		

Tabela 63: Porosidade dos Corpos Compactados a 111,03 MPa e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,9047	5,7022	11,37	15,23667	981	39,213	38,257	0,7431
2	4,9492	5,7394	11,57	15,22333	981	38,249		
3	4,8858	5,6451	11,38	15,21667	981	37,400		
4	4,8811	5,6522	11,33	15,21333	981	38,166		

Tabela 64: Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 1000 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,8688	5,5746	10,79	15,23333	981	36,586	36,180	0,5355
2	4,9112	5,5971	10,82	15,24	981	35,425		
3	4,9329	5,6367	10,77	15,23667	981	36,534		
4	4,9334	5,6301	10,79	15,22	981	36,177		

Tabela 65: Porosidade dos Corpos Compactados a 55,51 MPa e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,9079	5,8292	12,40	15,22333	981	41,610	41,541	0,1931
2	4,9418	5,8471	12,26	15,23333	981	41,300		
3	4,9203	5,8412	12,34	15,23	981	41,758		
4	4,9282	5,8495	12,44	15,22	981	41,495		

Tabela 66: Porosidade dos Corpos Compactados a 111,03 MPa e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,8743	5,6724	11,34	15,22	981	39,433	38,943	0,5557
2	4,9160	5,7219	11,58	15,21667	981	39,010		
3	4,8701	5,6756	11,53	15,21333	981	39,177		
4	4,9465	5,7224	11,42	15,20333	981	38,151		

Tabela 67: Porosidade dos Corpos Compactados a 166,54 MPa e Sinterizados a 1100 °C

Corpo	Massa do corpo seco (g)	Massa do corpo umedecido (g)	Altura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Densidade da água (kg/m ³)	Porosidade aberta (%)	Porosidade aberta média (%)	Desvio padrão
1	4,9024	5,6152	10,87	15,21333	981	36,773	36,539	0,9065
2	4,8901	5,5982	10,70	15,22333	981	37,062		
3	4,8986	5,6191	10,86	15,23	981	37,123		
4	4,9322	5,6173	10,91	15,21667	981	35,199		

**APÊNDICE C – TABELAS COM OS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE
COMPRESSÃO DIAMETRAL**

Tabela 68: Limite de Resistência à Tração para os Corpos de Prova Sinterizados a 800 °C

Pressão de Compactação (MPa)	Corpo	Força Absoluta Máxima (N)	Diâmetro Médio (mm)	Altura (mm)	LRT (kPa)	Média (kPa)	Desvio Padrão
55,51	A	41,817	15,163	12,02	146,06	138,28	14,63
	B	41,817	15,157	12,12	144,92		
	C	45,619	15,153	12,09	158,53		
	D	36,115	15,150	12,31	123,28		
	E	39,917	15,147	12,27	136,73		
	F	35,165	15,147	12,3	120,16		
111,03	A	70,329	15,173	11,37	259,53	244,54	21,98
	B	70,329	15,177	11,33	260,37		
	C	62,726	15,177	11,42	230,40		
	D	58,925	15,187	11,46	215,54		
	E	73,181	15,173	11,33	271,00		
	F	63,677	15,167	11,60	230,41		
166,54	A	95,040	15,183	11,03	361,29	446,48	56,59
	B	120,70	15,177	10,88	465,34		
	C	116,90	15,187	10,86	451,22		
	D	109,30	15,180	11,01	416,33		
	E	116,90	15,177	10,85	451,94		
	F	135,91	15,193	10,69	532,73		

Tabela 69: Limite de Resistência à Tração para os Corpos de Prova Sinterizados a 900 °C

Pressão (MPa)	Corpo	Força Absoluta Máxima (N)	Diâmetro Médio (mm)	Altura (mm)	LRT (kPa)	Média (kPa)	Desvio Padrão
55,51	A	75,08	15,22	12,26	256,21	250,62	36,40
	B	75,08	15,20	12,53	251,02		
	C	79,83	15,19	12,43	269,23		
	D	56,07	15,20	12,27	191,36		
	E	68,43	15,21	12,17	235,29		
	F	87,44	15,19	12,19	300,62		
111,03	A	188,18	15,21	11,29	697,64	661,79	140,92
	B	210,04	15,19	11,43	770,15		
	C	123,55	15,19	11,44	452,63		
	D	152,06	15,20	11,36	560,63		
	E	225,24	15,21	11,21	840,99		
	F	174,87	15,20	11,29	648,72		
166,54	A	324,09	15,19	10,86	1250,71	1139,41	113,82
	B	313,63	15,19	10,77	1220,46		
	C	284,17	15,19	10,81	1101,73		
	D	318,38	15,20	10,91	1222,24		
	E	281,32	15,20	10,82	1088,95		
	F	243,3	15,20	10,70	952,35		

Tabela 70: Limite de Resistência à Tração para os Corpos de Prova Sinterizados a 1000 °C

Pressão (MPa)	Corpo	Força Absoluta Máxima (N)	Diâmetro Médio (mm)	Altura (mm)	LRT (kPa)	Média (kPa)	Desvio Padrão
55,51	A	135,91	15,217	12,26	463,78	430,18	51,63
	B	131,15	15,197	12,53	438,47		
	C	116,90	15,187	12,43	394,23		
	D	114,05	15,203	12,27	389,23		
	E	149,21	15,213	12,17	513,07		
	F	111,20	15,190	12,19	382,32		
111,03	A	248,05	15,210	11,29	919,59	860,62	79,19
	B	257,56	15,187	11,43	944,58		
	C	237,60	15,193	11,44	870,28		
	D	207,19	15,203	11,36	763,73		
	E	204,34	15,213	11,21	762,80		
	F	243,30	15,197	11,29	902,76		
166,54	A	362,10	15,193	10,86	1397,13	1543,27	286,03
	B	380,16	15,193	10,77	1479,07		
	C	433,38	15,193	10,81	1679,89		
	D	314,58	15,203	10,91	1207,42		
	E	526,52	15,200	10,82	2038,09		
	F	372,56	15,203	10,70	1458,02		

Tabela 71: Limite de Resistência à Tração para os Corpos de Prova Sinterizados a 1100 °C

Pressão (MPa)	Corpo	Força Absoluta Máxima (N)	Diâmetro Médio (mm)	Altura (mm)	LRT (kPa)	Média (kPa)	Desvio Padrão
55,51	A	140,66	15,23	12,02	489,15	484,95	49,88
	B	151,11	15,22667	12,21	517,43		
	C	134,96	15,22667	12,26	460,25		
	D	161,57	15,22333	12,35	547,10		
	E	146,36	15,20333	12,42	493,45		
	F	119,75	15,20667	12,46	402,35		
111,03	A	161,57	15,21667	11,63	581,22	1120,83	283,49
	B	375,41	15,23	11,29	1389,93		
	C	342,14	15,22	11,24	1273,22		
	D	314,58	15,22667	11,45	1148,68		
	E	334,54	15,22	11,31	1237,23		
	F	296,52	15,22	11,33	1094,69		
166,54	A	463,79	15,22333	10,87	1784,28	1897,90	518,85
	B	286,07	15,22667	10,83	1104,38		
	C	464,74	15,22333	10,75	1807,89		
	D	701,39	15,22667	10,77	2722,82		
	E	511,31	15,22667	10,78	1983,08		
	F	512,26	15,22667	10,79	1984,93		

APÊNDICE D – FIGURAS COM DIFRATOGRAMAS DE RAIOS-X

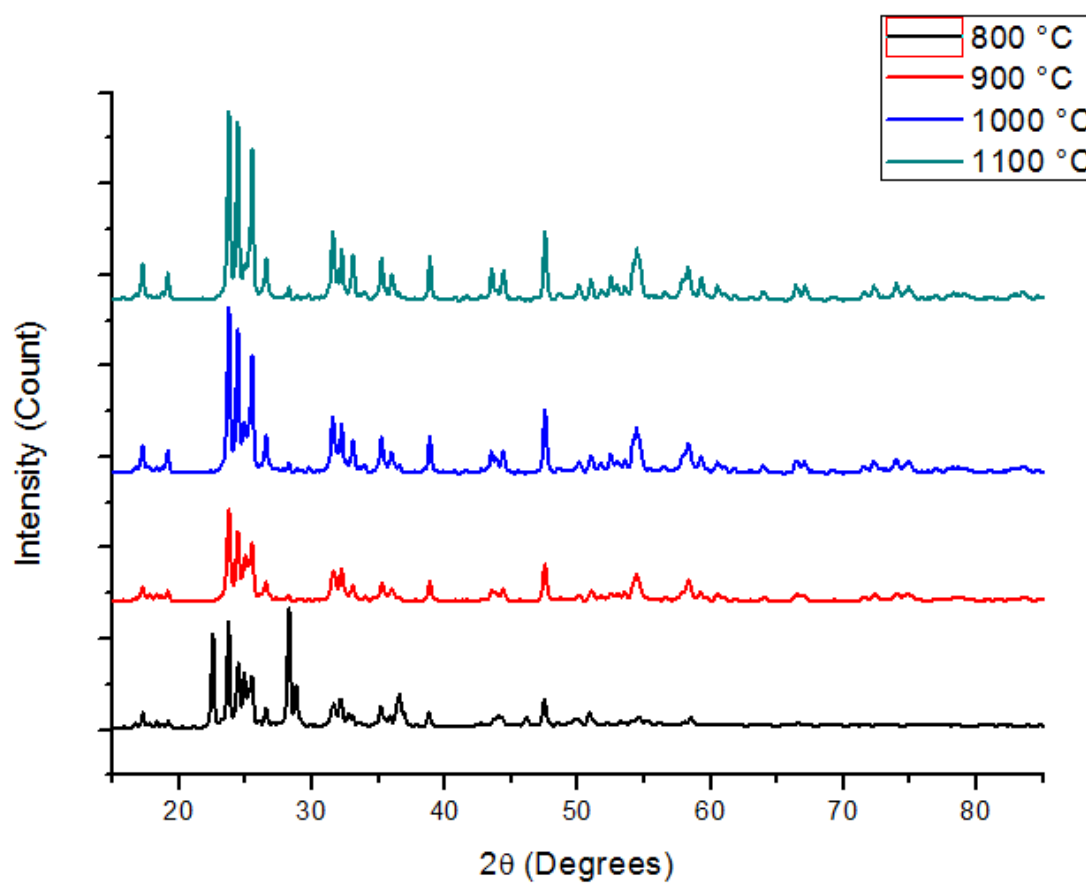


Figura 51: Difração de raios-X das amostras compactadas a 55 MPa.

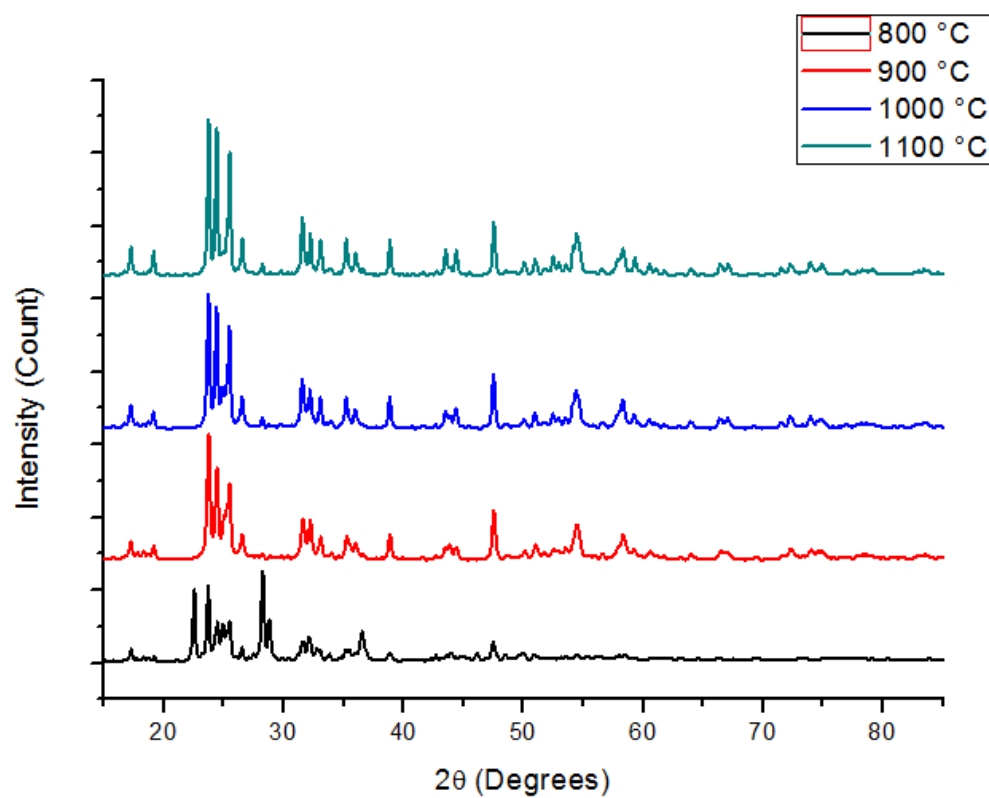


Figura 52: Difração de raios-X das amostras compactadas a 111 MPa.

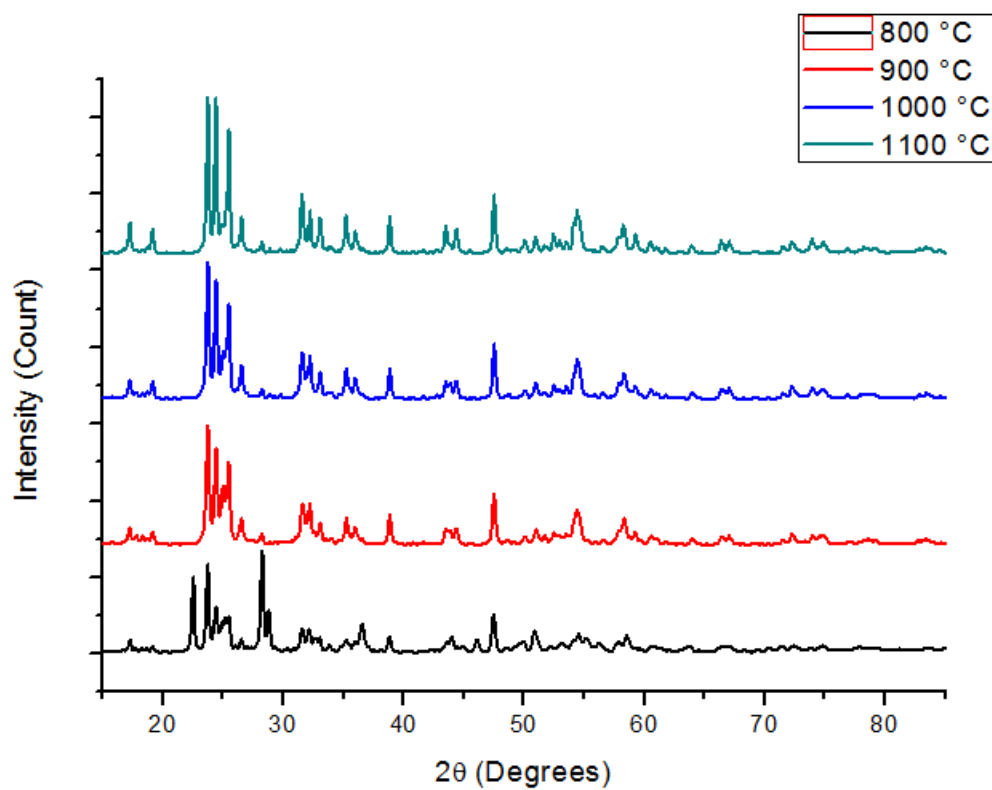


Figura 53: Difração de raios-X das amostras compactadas a 166 MPa.

APÊNDICE E – FIGURAS COM CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA NO RANGE DE 8,2 GHz A 12,4 GHz

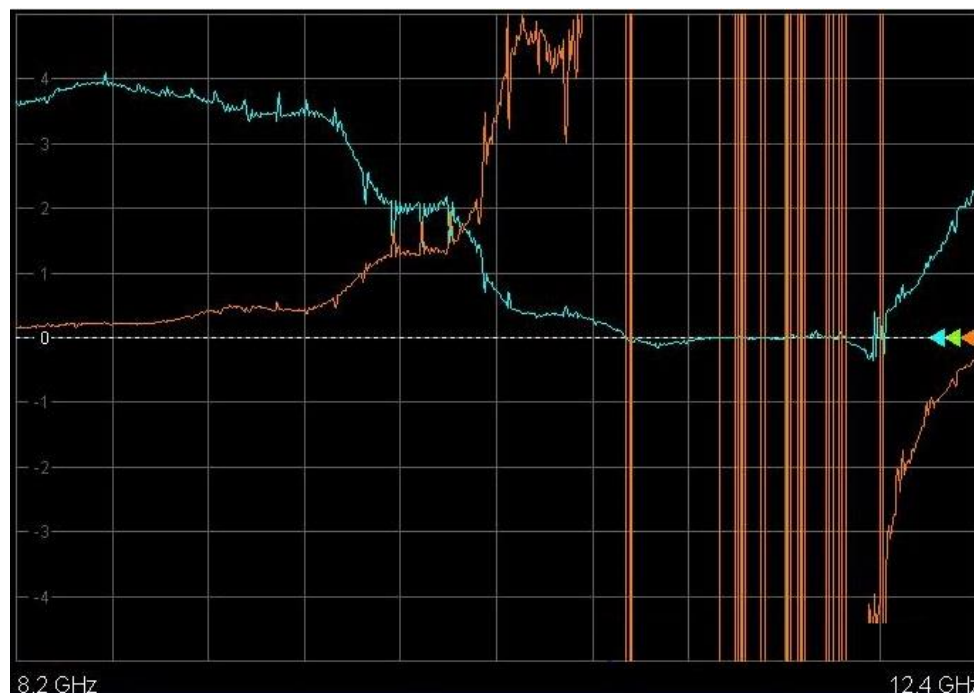


Figura 54: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 800 °C.

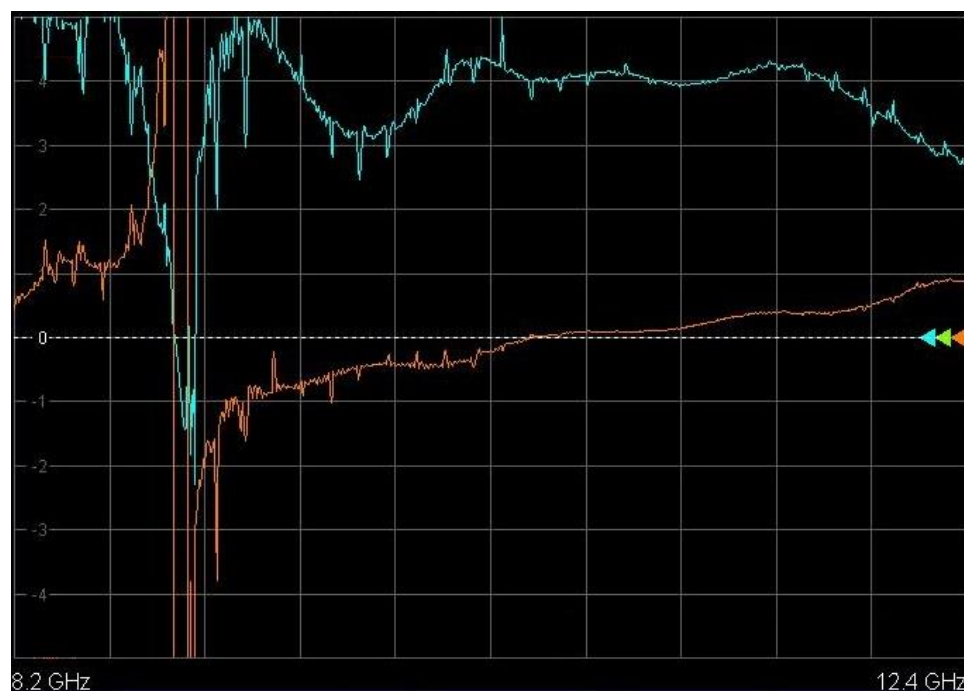


Figura 55: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 800 °C.

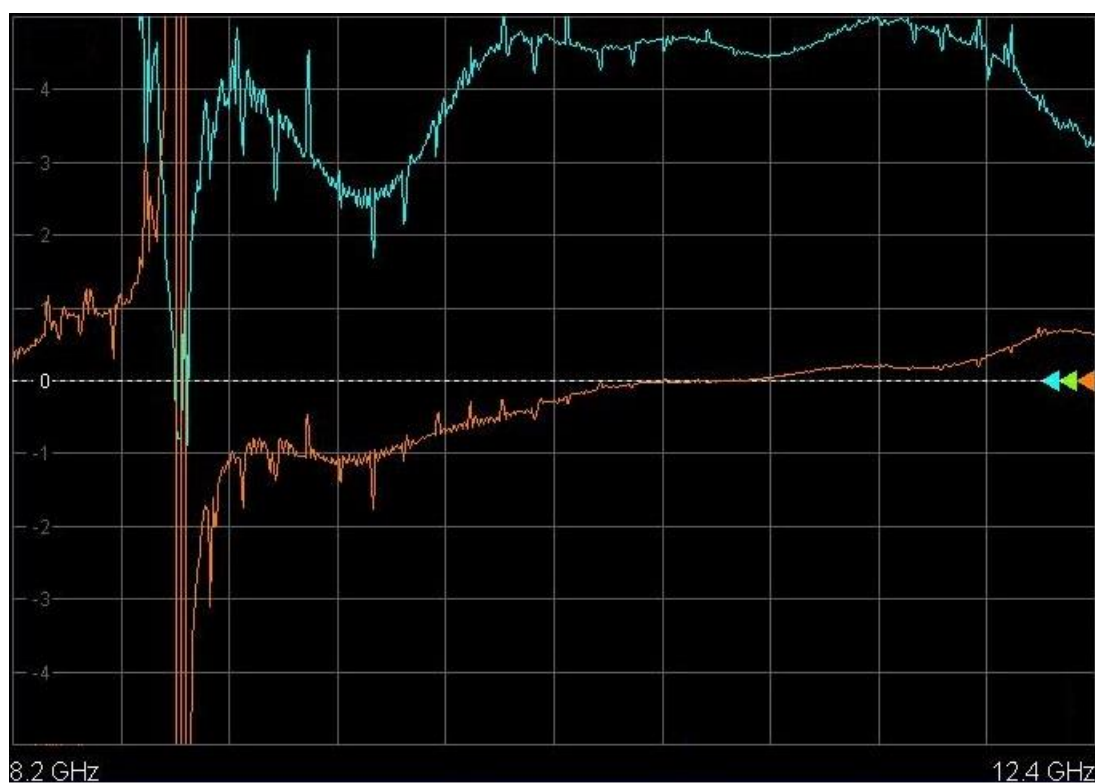


Figura 56: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 800 °C.

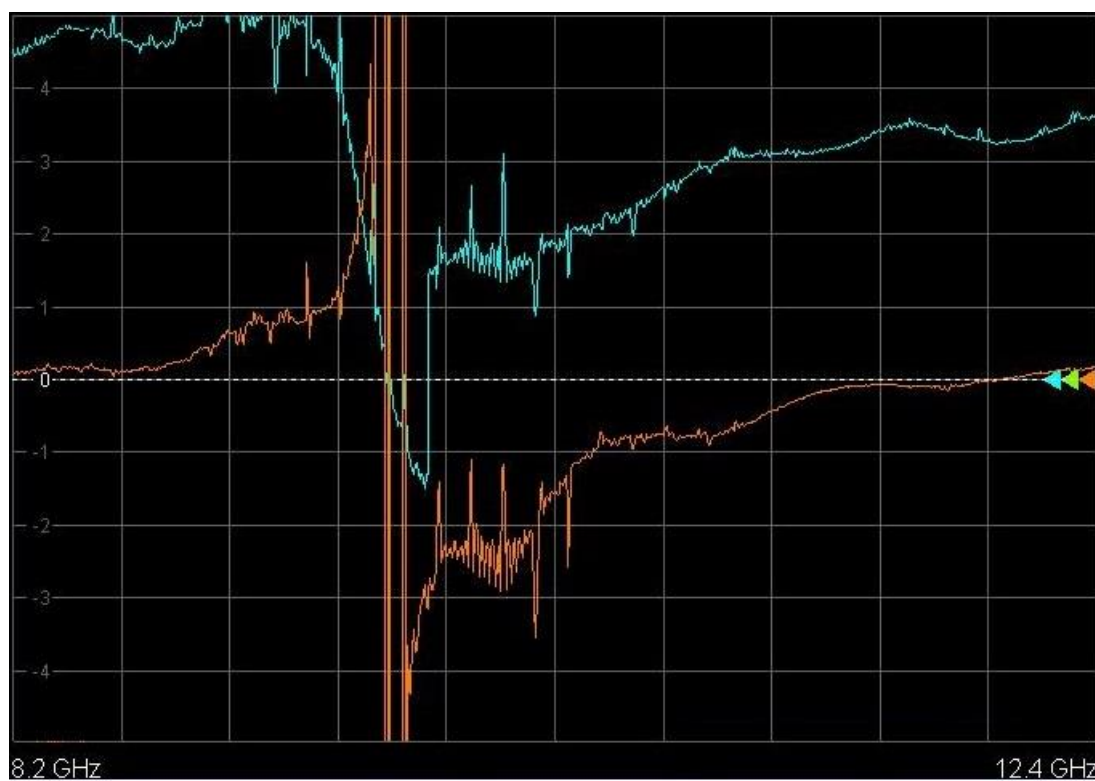


Figura 57: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 900 °C.

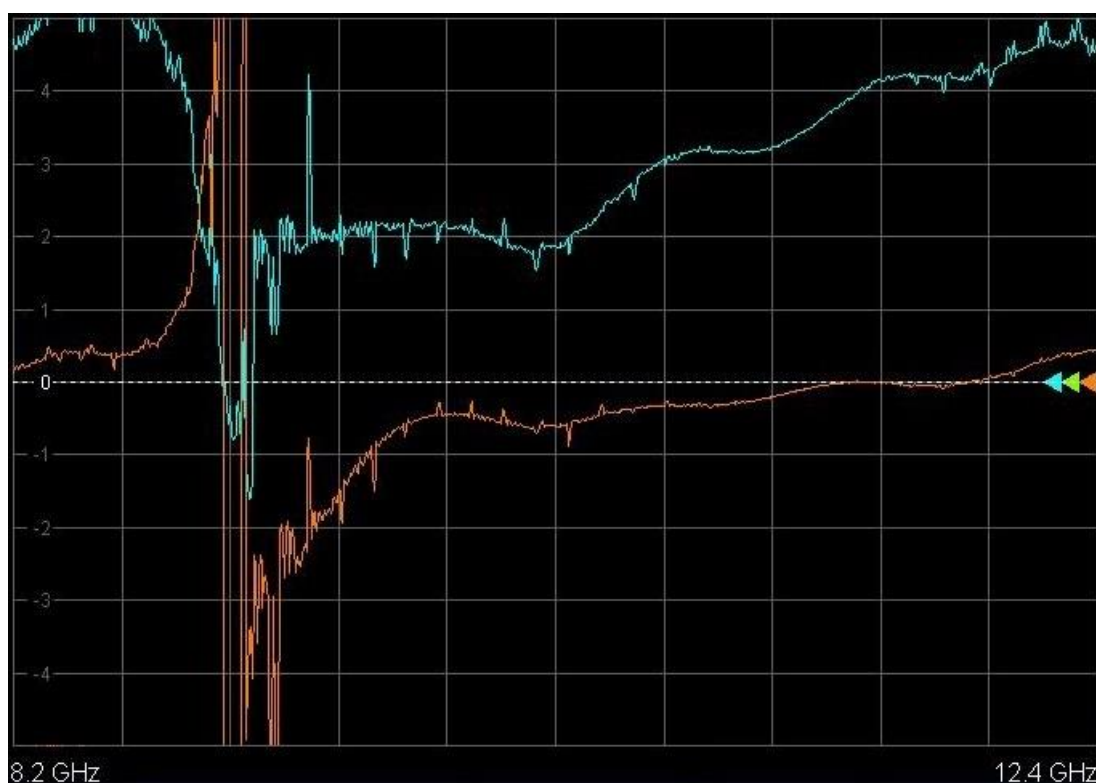


Figura 58: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 900 °C.

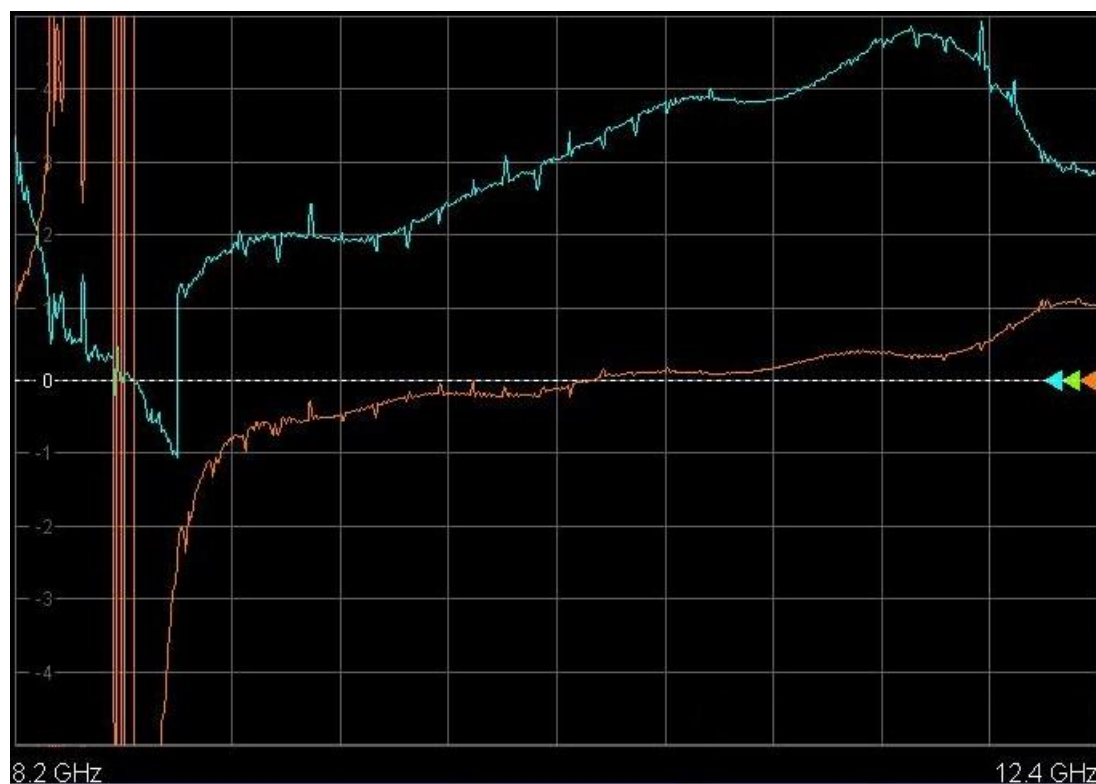


Figura 59: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 900 °C.

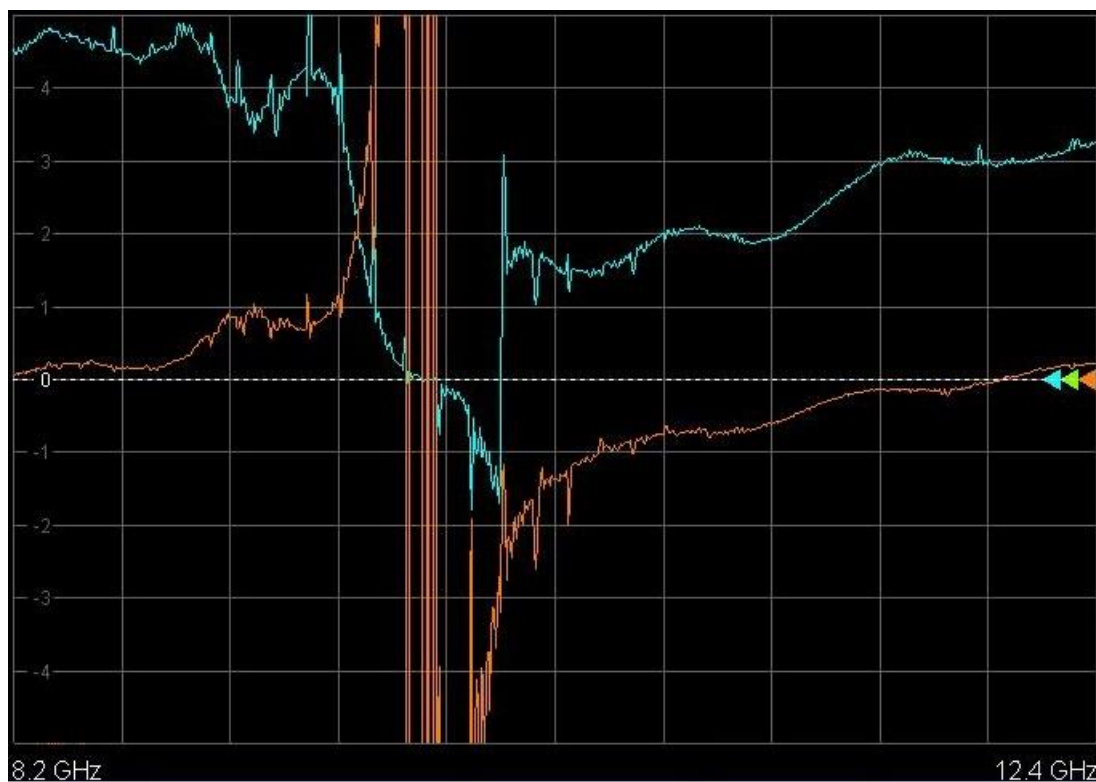


Figura 60: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 1000 °C.

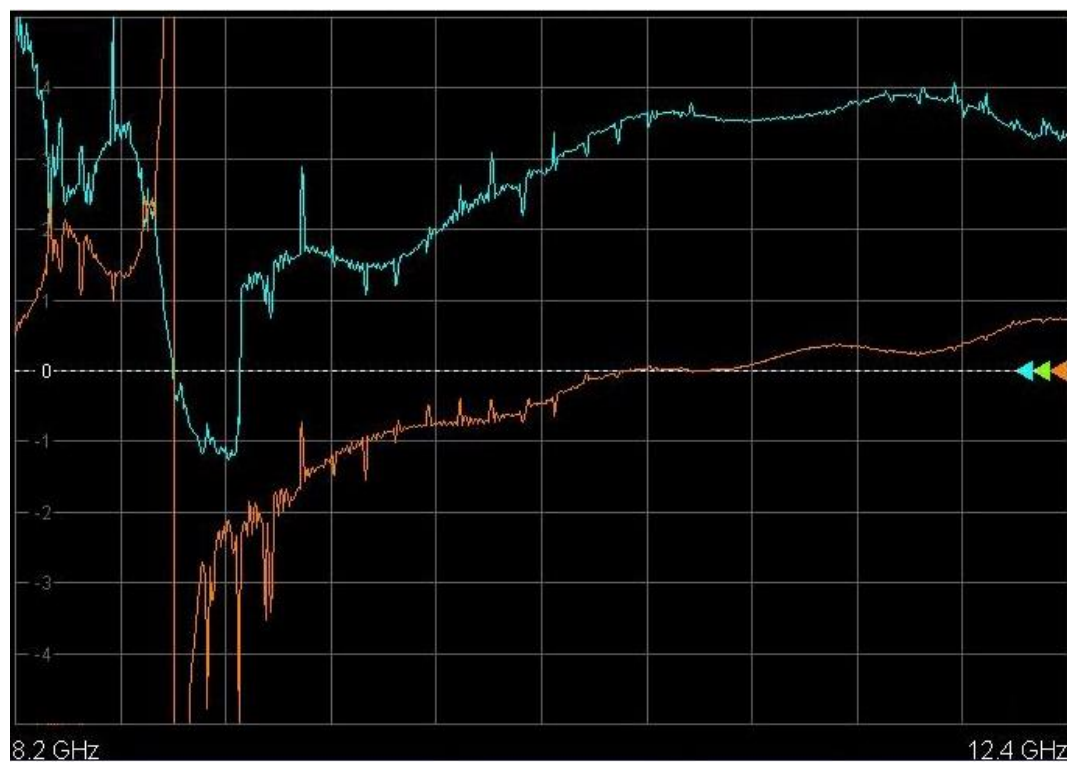


Figura 61: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 1000 °C.

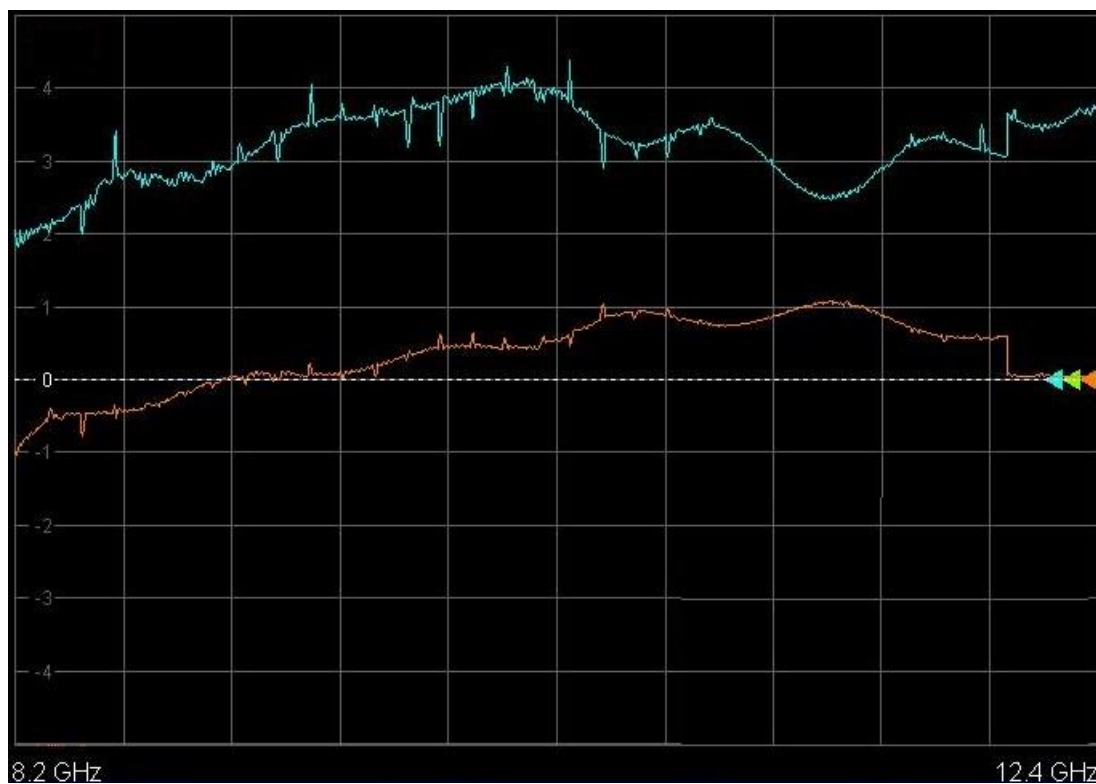


Figura 62: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 1000 °C.

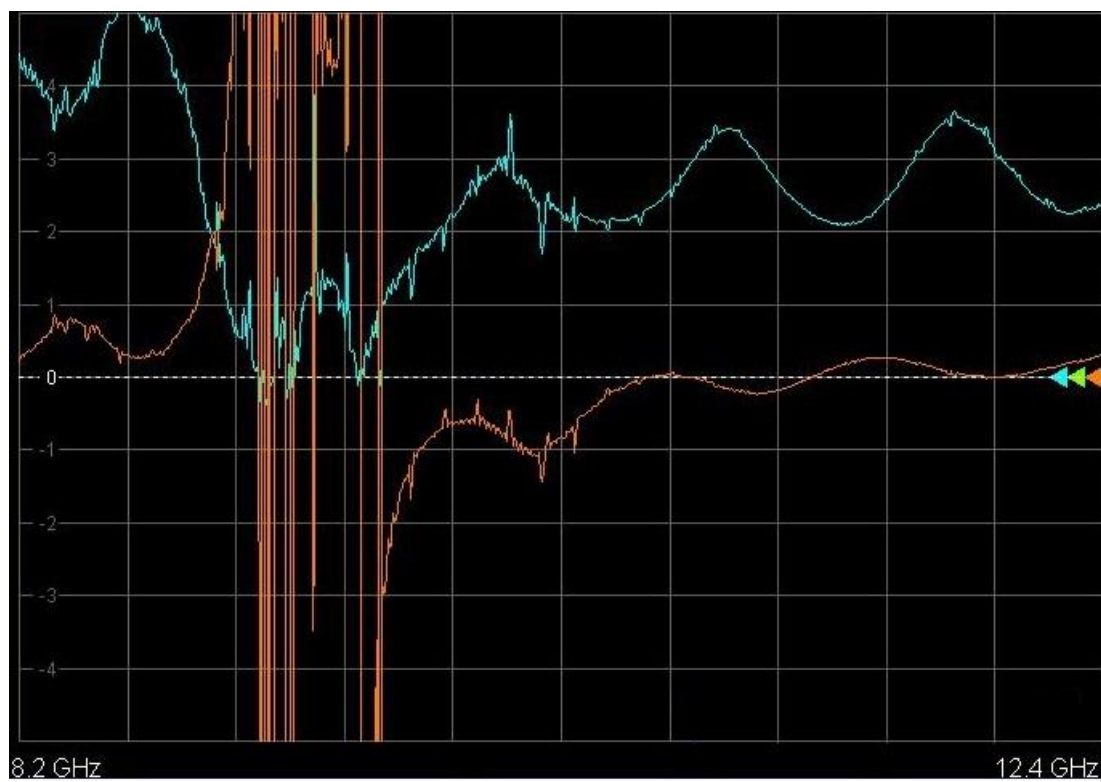


Figura 63: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 1100 °C.

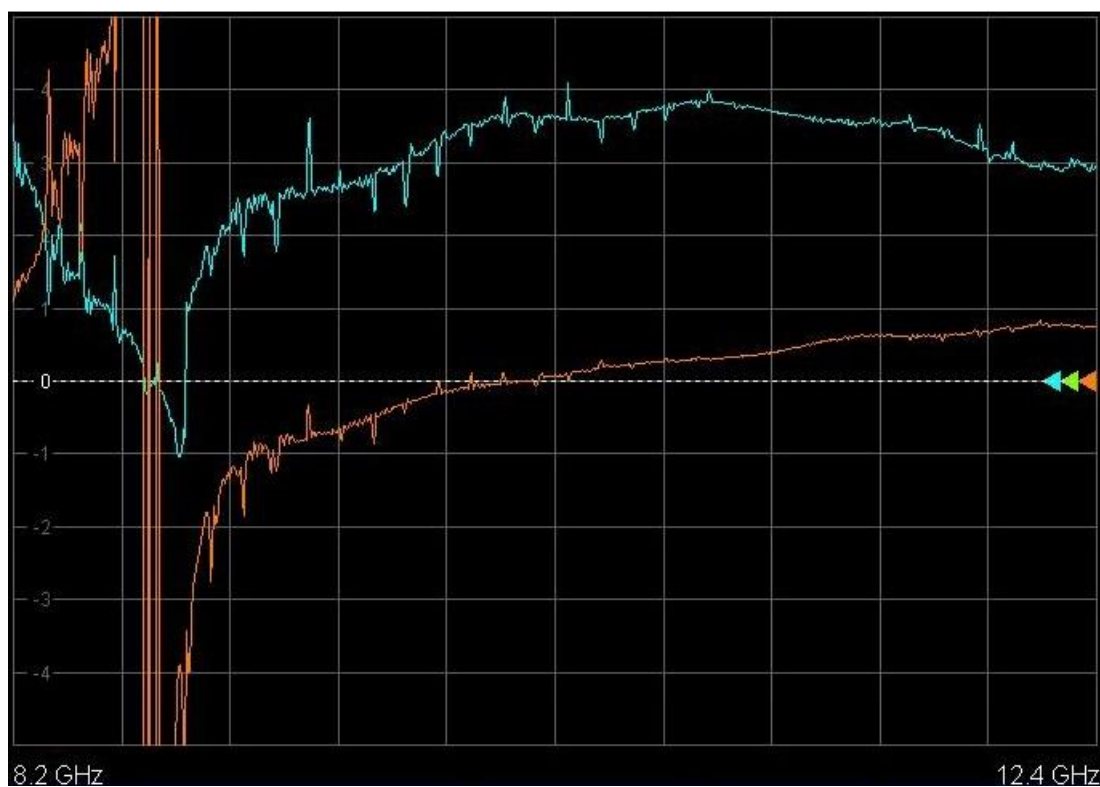


Figura 64: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 1100 °C.

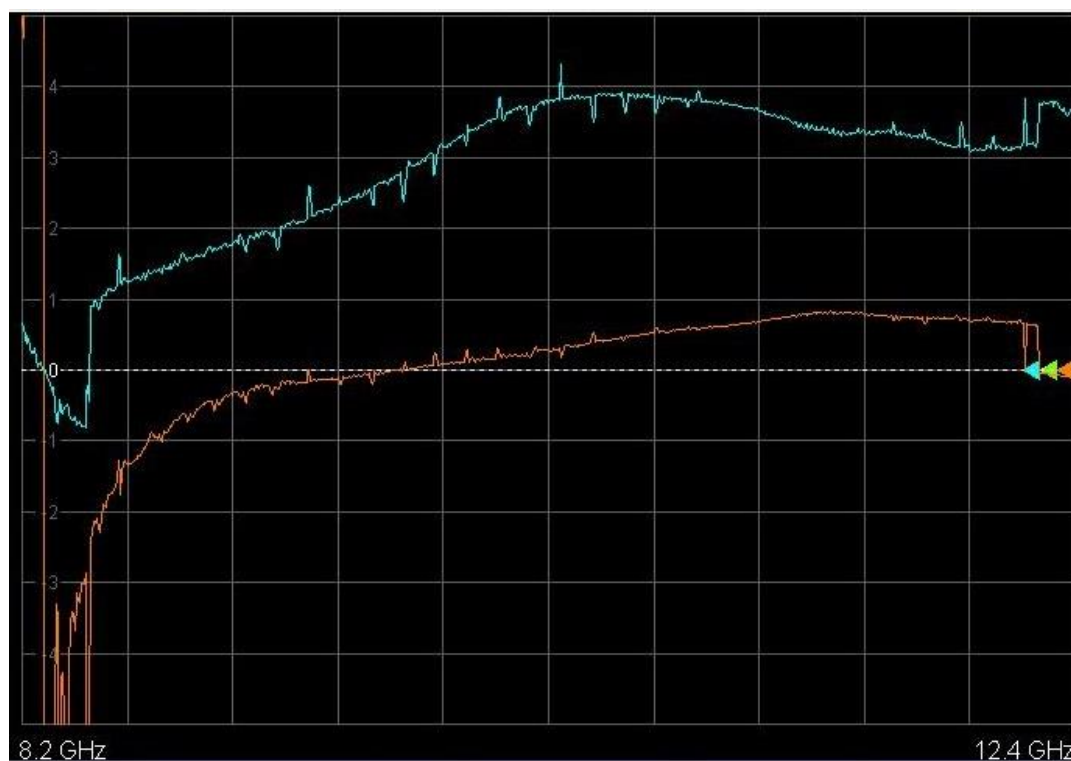


Figura 65: Permissividade elétrica relativa (em azul) e tangente de perdas (em laranja) para amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 1100 °C.

APÊNDICE F – IMAGENS OBTIDAS POR MEV

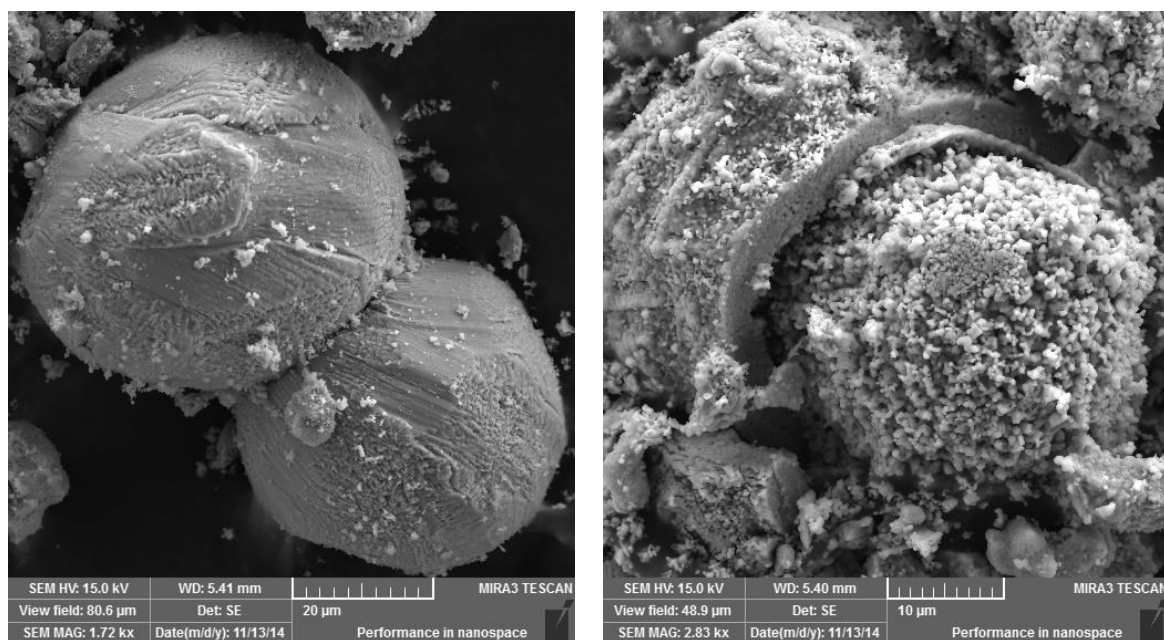


Figura 66: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 800 °C.

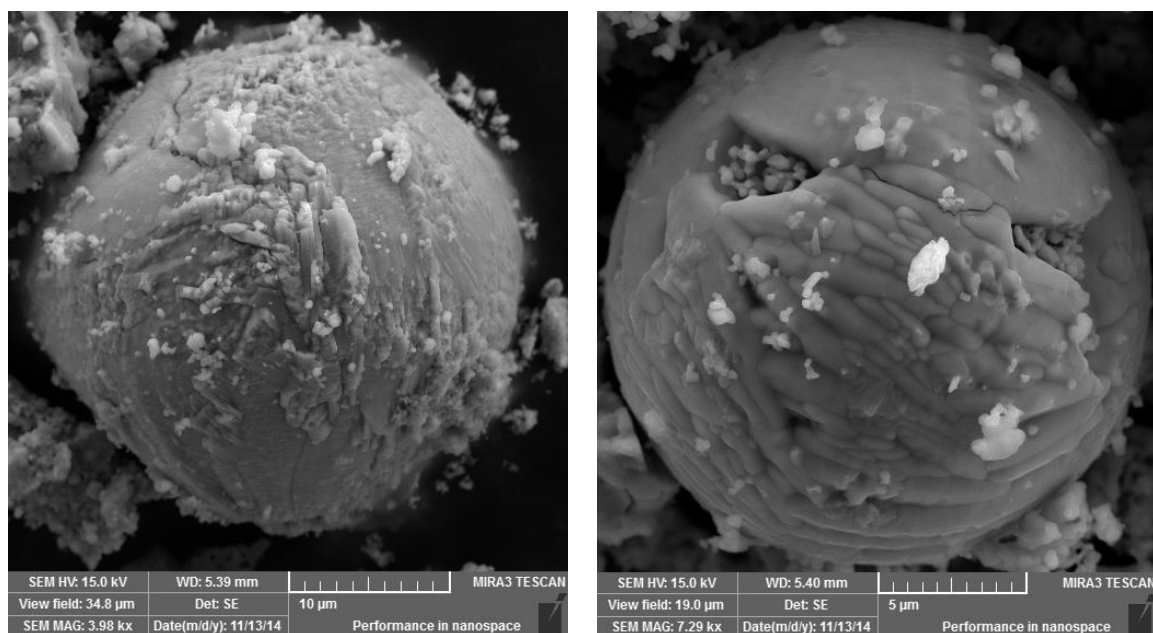


Figura 67: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 800 °C.

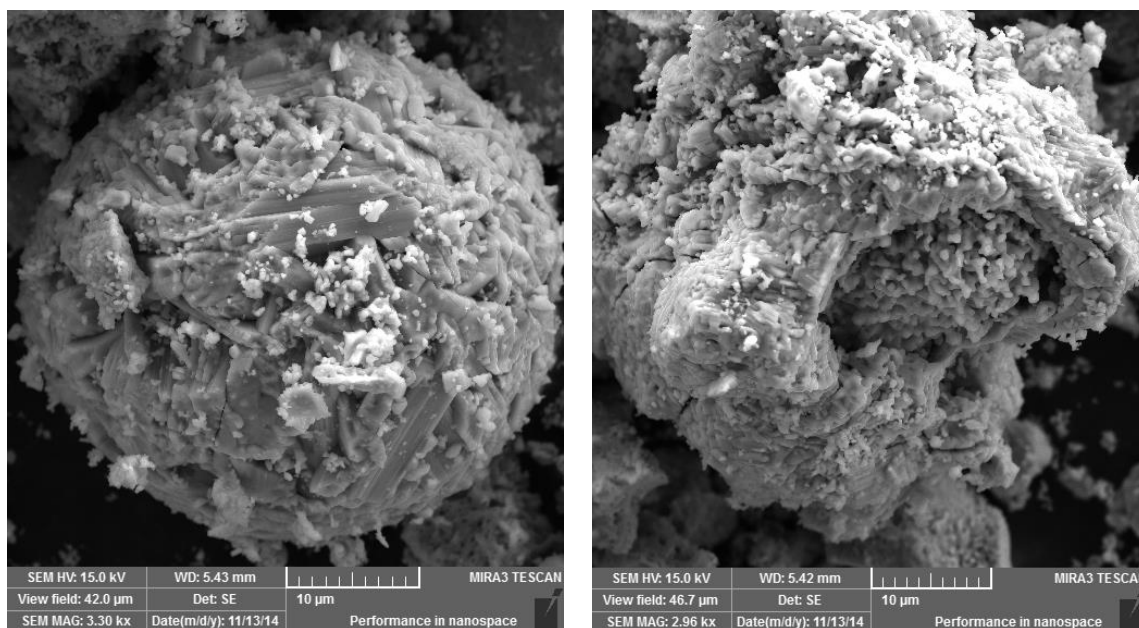


Figura 68: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 800 °C.

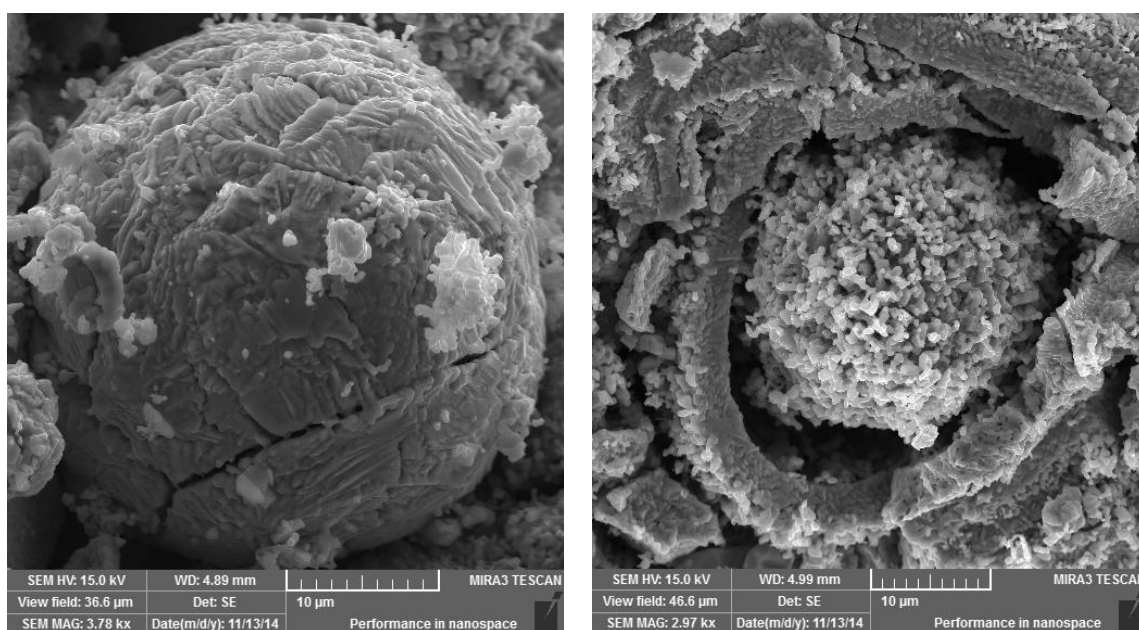


Figura 69: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 900 °C.

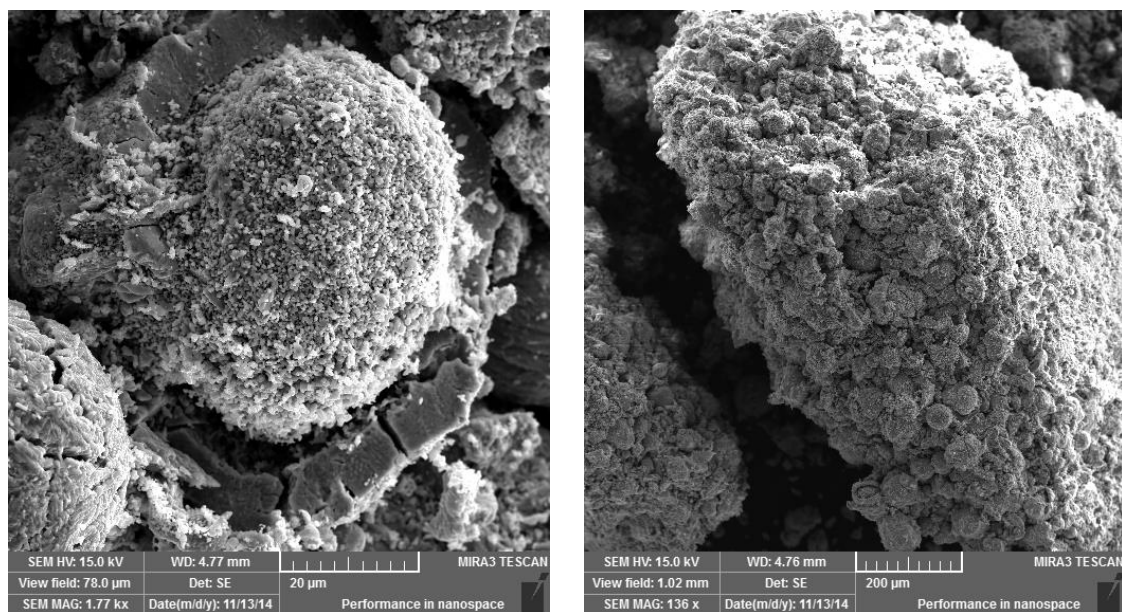


Figura 70: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 900 °C.

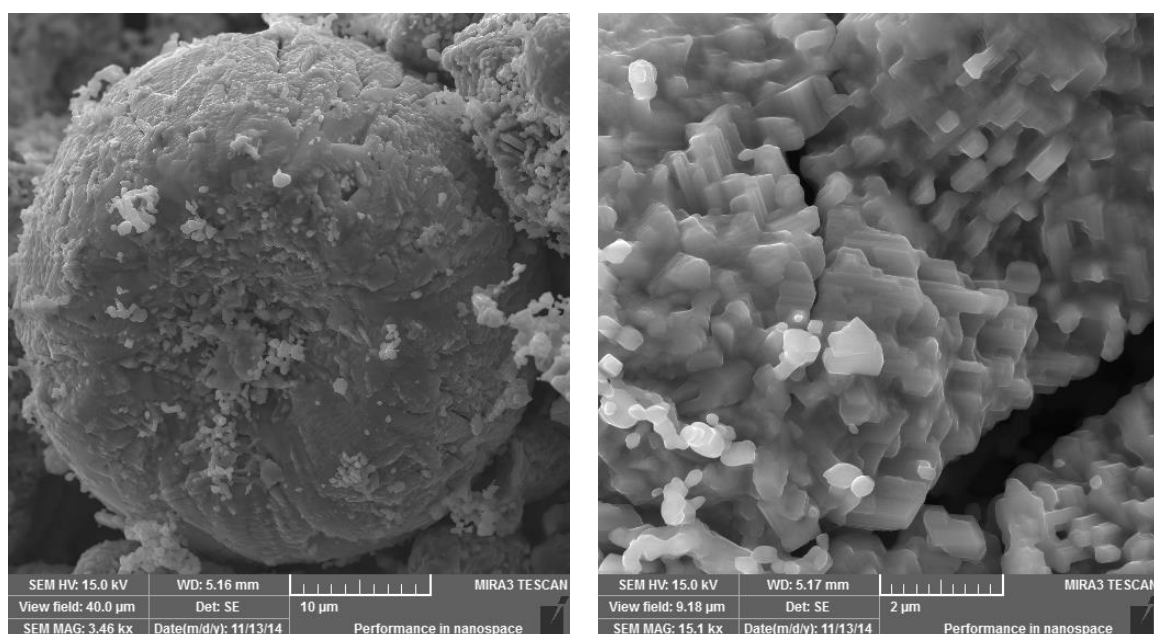


Figura 71: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 900 °C.

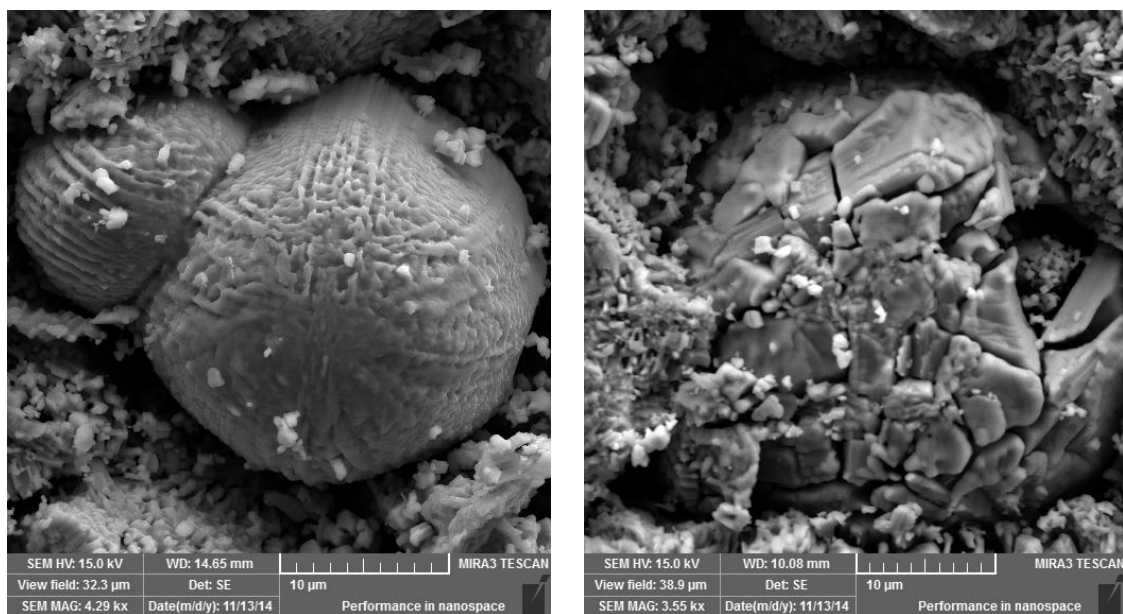


Figura 72: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 1000 °C.

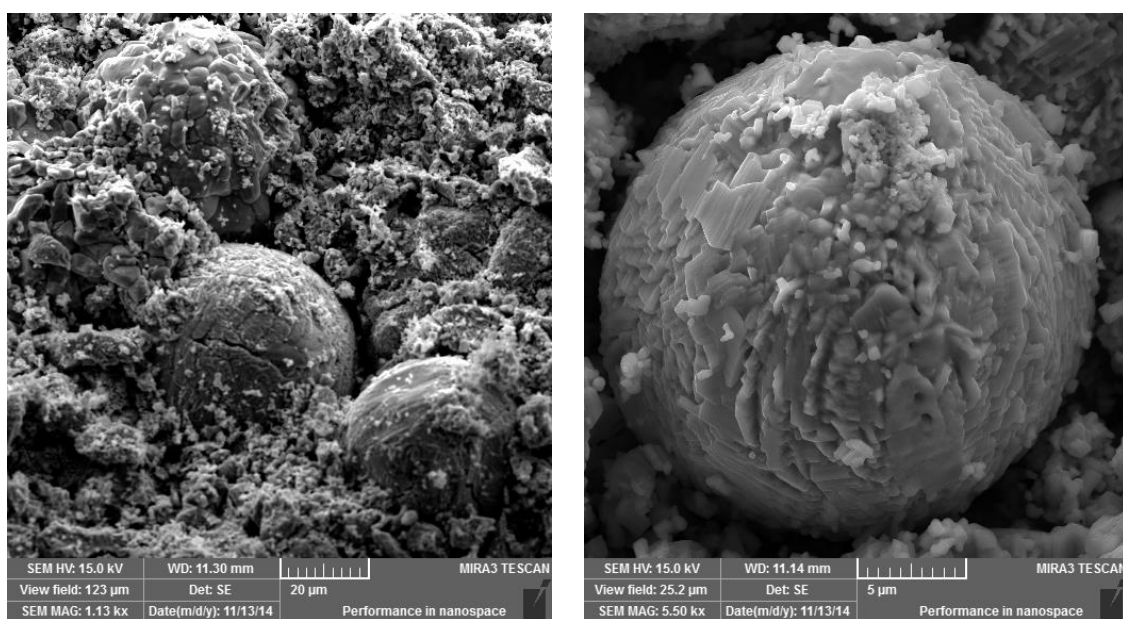


Figura 73: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 1000 °C.

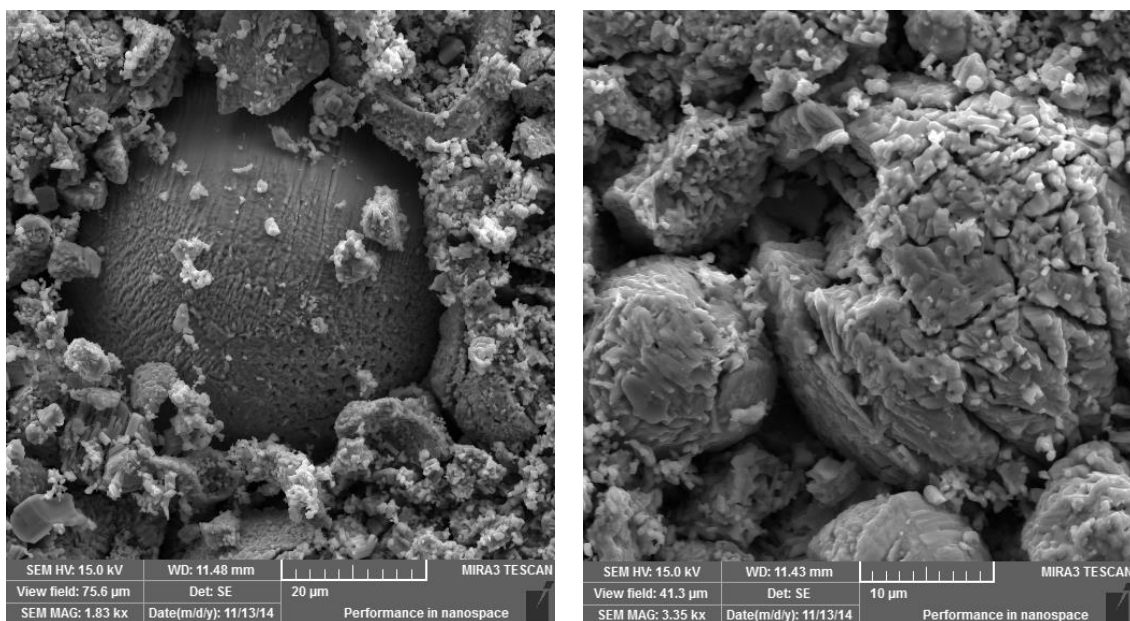


Figura 74: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 1000 °C.

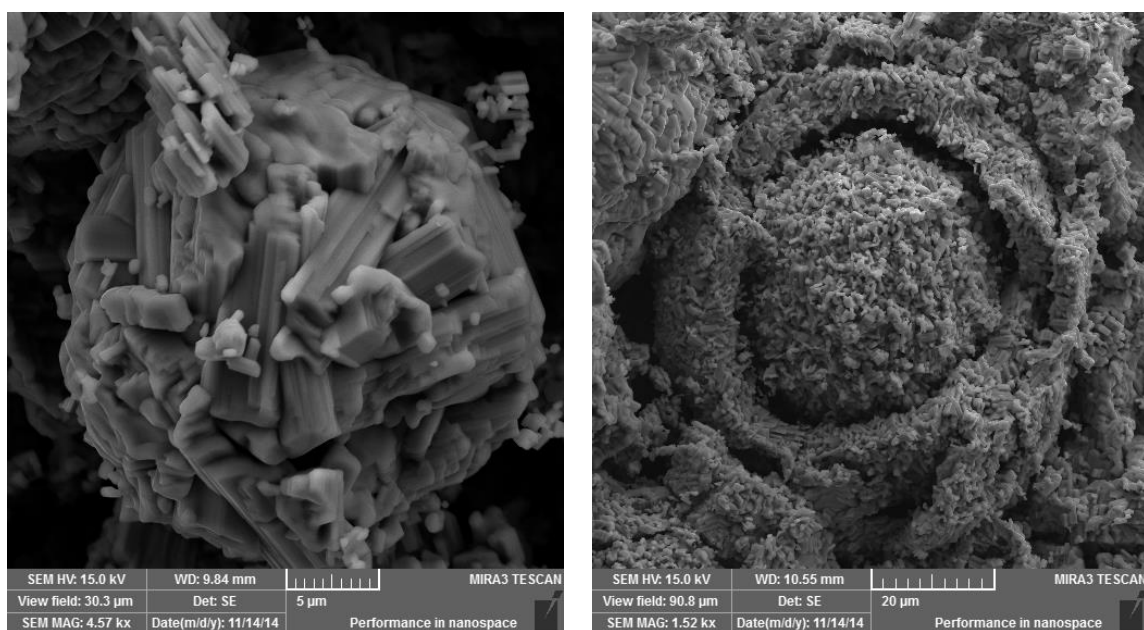


Figura 75: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 55 MPa e sinterizada a 1100 °C.

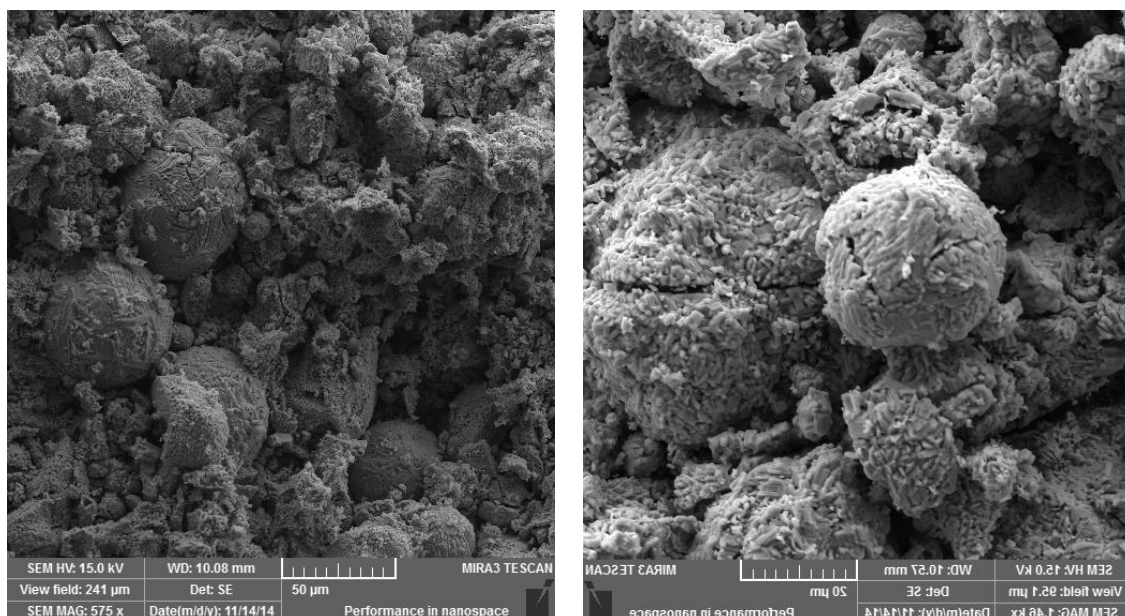


Figura 76: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 111 MPa e sinterizada a 1100 °C.

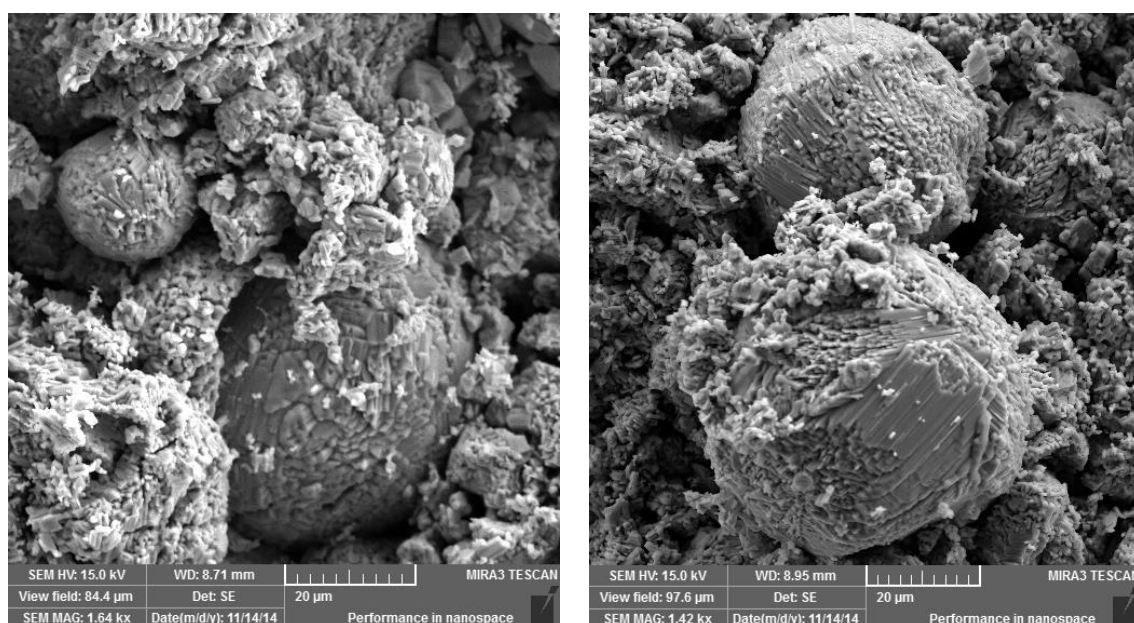


Figura 77: Imagens da microestrutura de uma amostra compactada a 166 MPa e sinterizada a 1100 °C.

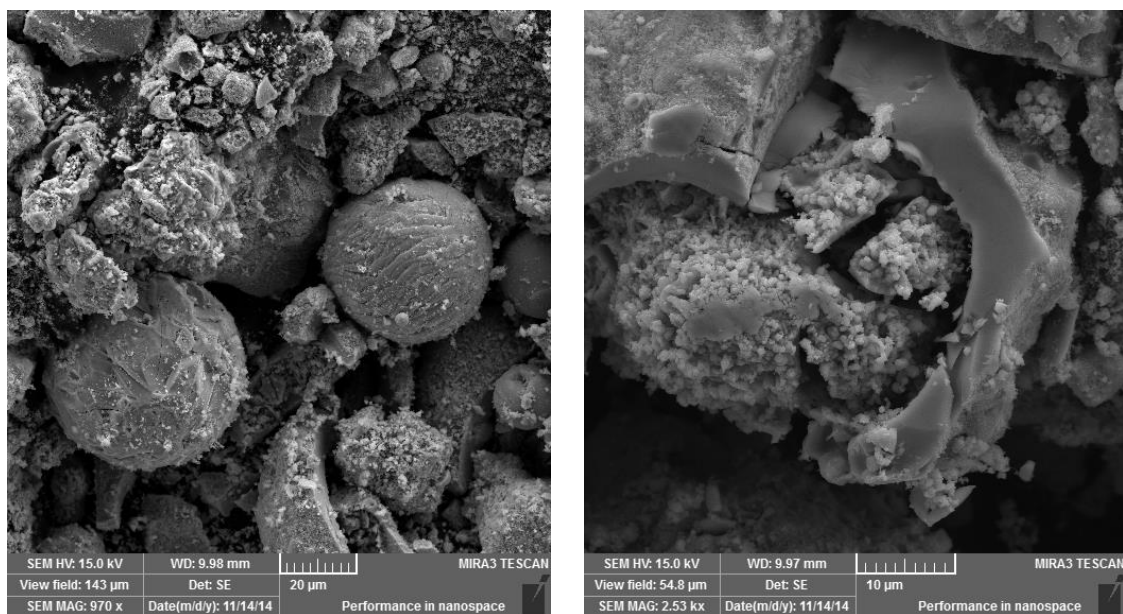


Figura 78: Imagens da microestrutura de uma amostra do pó fornecido pela CBMM