

DANIEL CONSOLI SILVEIRA

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ESTRUTURAS ABSORVEDORAS DE
MICRO-ONDAS BASEADAS EM LAMINADO DE FIBRA DE VIDRO/RESINA
EPÓXI/VÉU DE C/Ni**

Guaratinguetá
2016

DANIEL CONSOLI SILVEIRA

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ESTRUTURAS ABSORVEDORAS DE
MICRO-ONDAS BASEADAS EM LAMINADO DE FIBRA DE VIDRO/RESINA
EPÓXI/VÉU DE C/Ni

Dissertação apresentada à Faculdade de
Engenharia do Campus de
Guaratinguetá, Universidade Estadual
Paulista, para a obtenção do título de
Mestre em Engenharia Mecânica na
área de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho
Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Mirabel Cerqueira Rezende

Guaratinguetá – SP
2016

Silveira, Daniel Consoli
S587o Obtenção e caracterização de estruturas absorvedoras de micro-ondas
baseadas em laminado de fibra de vidro/resina epóxi/véu de C/Ni / Daniel
Consoli Silveira – Guaratinguetá, 2016.
172 f. : il.

Bibliografia: f. 142-157

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de
Engenharia de Guaratinguetá, 2016.

Orientador: Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

Coorientadora: Profa. Dra. Mirabel Cerqueira Rezende

1. Materiais compostos 2. Resinas epóxi 3. Fibras de vidro I. Título

CDU 620.1 (043)

DANIEL CONSOLI SILVEIRA

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA”**

**PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS**

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO


Prof. Dr. José Antonio Perrella Balestieri
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. EDSON COCCHIÉRI BOTELHO
UNESP/FEG


Prof. Dr. BRUNO RIBEIRO
UNESP/FEG


Prof. Dr. EVANDRO LUÍS NOHARA
UNITAU

Julho de 2016

DADOS CURRICULARES

DANIEL CONSOLI SILVEIRA

NASCIMENTO	18.03.1983 – Itajubá / MG
FILIAÇÃO	José Luz Silveira Rosangela Maris Consoli Silveira
2001/2006	Graduação em Engenharia Mecânica Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI)

Para minha filha, Eduarda, que tanto amo e que sempre buscou ser uma pessoa correta, estudiosa, paciente e esportista.

Para meu pai José, minha mãe Rosangela, meu irmão Felipe e minha irmã Letícia.

AGRADECIMENTOS

Obrigado a Deus!

Ao meu orientador *Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho* e a minha coorientadora *Prof^a. Dr^a. Mirabel Cerqueira Rezende* pela confiança e ensinamentos que me permitiram desenvolver este projeto. Além da amizade desenvolvida, aprimorada e continuada.

Ao Grupo de pesquisas em Materiais Compósitos Avançados do Departamento de Materiais e Tecnologia (DMT) da UNESP/FEG e todos os amigos pesquisadores desse time produtivo: *Alberto Lima Santos, Bruno Ribeiro, Cirlene Fourquet Bandeira, Luiza dos Santos Conejo, Natássia Lona Batista, Samia Danuta.*

Ao time do Laboratório de Guerra Eletrônica (LAB-GE) do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), em especial ao amigo e conhecedor da área *Newton Adriano dos Santos Gomes.*

Aos professores,

Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein, Dr. Evandro Luís Nohara, Dr^a. Michelle Leali Costa, Dr^a. Maria Odila Hilário Cioffi, Dr. Messias Borges Silva, Dr. Marcelo dos Santos Pereira, Dr^a. Luiza de Castro Folgueras.

A todos os professores e técnicos da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de Guaratinguetá, por manter esta casa de maneira acolhedora e produtiva.

Aos amigos da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI). Aos amigos da Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP). Aos amigos da Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena (USP-EEL). Aos amigos do Instituto de Pesquisa em Bioenergia (IPBEN) e do Laboratório de Otimização em Sistema Energéticos (LOSE) na UNESP FEG.

A todos que colaboraram direta ou indiretamente ao longo desses anos.

Este trabalho contou com o suporte das seguintes entidades de fomento à pesquisa:

- CAPES
- CNPQ
- FAPESP

RESUMO

Materiais compósitos multifuncionais estão em plenos desenvolvimentos científico e tecnológico, com utilização crescente nos setores espacial, aeronáutico, de telecomunicações e médico. Dentre esses, destacam-se as estruturas absorvedoras de micro-ondas (em inglês – *radar absorbing structures* – RAS). Essas estruturas multifuncionais combinam características de elevada resistência específica e atenuação de micro-ondas. O objetivo deste trabalho é preparar compósitos laminados de tecido de fibras de vidro/resina epóxi (FV/resina epóxi), adequadamente combinados com véu de fibras de carbono metalizado com níquel (C/Ni), avaliando os seus comportamentos eletromagnéticos na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz, por meio de medidas dos parâmetros de espalhamento (Par_S). Os materiais precursores foram avaliados por análises térmicas de calorimetria exploratória diferencial (DSC) e termogravimétricas (TGA), de modo a estabelecer o ciclo de cura apropriado a ser utilizado no processo de moldagem por compressão a quente, análises microscópicas e medidas dos Par_S (S_{ii} - refletividade e S_{ij} - transmissão). Para diminuir o caráter refletor identificado no véu de C/Ni foram realizados ataques em soluções de ácido nítrico em distintos tempos de ataque e concentrações. A remoção da camada de níquel foi monitorada via espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Apesar da remoção do Ni do véu de C, o seu caráter refletor, como também dos seus laminados, continuou elevado. Esse comportamento mostra potencial de aplicação desses laminados em blindagem eletromagnética. Buscando adequar as características do véu, com a proposta de se obter RAS, esse foi cuidadosamente perfurado com figuras circulares e quadráticas e, em seguida laminado. A caracterização desses novos laminados obtidos mostra valores de atenuação (S_{ii}) de -22,4 dB (> 99% de absorção) em 12,4 GHz (50 Ω). A conversão deste gráfico para 377 Ω , simulando propagação da onda no espaço livre, apresenta uma banda ressonante em 9,3 GHz de aproximadamente -29 dB (~99,9% de absorção). Este resultado mostra a obtenção de RAS, com característica de superfície seletiva de frequência (FSS), graças à periodicidade das figuras vazadas inseridas no véu de C/Ni.

PALAVRAS-CHAVE: Compósitos multifuncionais, Estruturas absorvedoras de micro-ondas, RAS, Compósitos de fibras de vidro/resina epóxi, Véu de C/Ni.

ABSTRACT

Multifunctional composite materials are in full scientific and technological development, with increasing application in the space, aeronautical, telecommunications and medical fields. Among these stand out the radar absorbing structures (RAS). These multifunctional structures combine high specific strength properties with microwaves attenuation. The aim of this work is to process glass fiber fabric/epoxy resin (GF/epoxy resin) laminates properly combined with carbon fiber veil metalized with nickel (C/Ni), evaluating their electromagnetic behaviors in the frequency range from 8.2 to 12.4 GHz, by measurements of their scattering parameters (Par_S). The starting materials were evaluated by thermal analysis, differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis (TGA), in order to establish the appropriate cure cycle to be used in the hot compression molding process, the materials were also assessed by microscopy and measurements of Par_S (S_{ii} – reflectivity and S_{ij} transmission). To decrease the reflector behavior identified for the C/Ni veil, its surface was treated in nitric acid solutions, with attacks conducted at several attack times and concentrations. The removal of the nickel layer was monitored and confirmed via energy dispersive spectroscopy (EDS). Even though, the C veil as well as its laminates remained with high reflector behavior. This behavior shows potential for the application of these laminates in electromagnetic shielding. Aiming to adequate the veil characteristics for obtaining RAS, the veil was carefully perforated with circular and square figures, and at sequence laminated. The characterization of the novel laminates shows attenuation values (S_{ii}) of -22.4 dB (> 99% absorption) at 12.4 GHz (50 Ω). The conversion of this chart to 377 Ω , simulating wave propagation in free space, has a resonant band at 9.3 GHz with approximately -29 dB (~ 99.9% absorption). This result shows the obtaining of RAS, with characteristics of frequency selective surface (FSS), due to the periodicity of the inserted void figures in the C/Ni veil.

KEYWORDS: Multifunctional composites, Radar absorbing structures, RAS, Glass fiber/epoxy resin composites, C/Ni veil.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Pá de rotor eólico fabricada com MARE e sendo acoplado em uma turbina Vestas V90 no parque eólico de Swaffham em Norfolk, Reino Unido.	28
Figura 2 – RAS de compósito silicone, pó de ferrocarbonila e camada intermediária de FSS, com absorção banda larga e espessura reduzida. Detalhe da camada FSS do lado direito.	37
Figura 3 – Relação para comprimento de onda e frequência do espectro eletromagnético, correlacionando com aplicações.....	43
Figura 4 – Relação entre campo magnético induzido e campo magnético externo aplicado pela Lei de Lenz.....	45
Figura 5 - Propagação de uma onda eletromagnética em uma linha de transmissão (Z_0) e incidente em um meio material (Z_L).	49
Figura 6 – Incidência e reflexão de uma onda eletromagnética em um material multicamadas, cada qual com sua permissividade elétrica (ϵ), permeabilidade (μ), condutividade (σ) e espessura (d) características.	51
Figura 7 – Representação da incidência, reflexão e transmissão de uma onda eletromagnética em um determinado material.....	53
Figura 8 – Representação de um analisador vetorial de redes com duas portas e respectivos parâmetros S.....	54
Figura 9 – Energias envolvidas durante a interação de uma onda eletromagnética e um material.	56
Figura 10 – Múltiplos fenômenos de reflexão e transmissão de uma onda eletromagnética e um material multicamadas: (a) sem e (b) com placa de metal.	57
Figura 11 – Representação do cancelamento de fase para ondas eletromagnéticas por meio de múltiplas reflexões.	57
Figura 12 – Fluxograma geral do projeto e principais atividades realizadas.	58
Figura 13 – (a) vista do pré-impregnado HexPly® F155 utilizado nesse trabalho, (b) representação esquemática da trama e urdume do tecido de fibras de vidro tipo plain weave 1x1, (c) tecido sem impregnação de resina.	60
Figura 14 – Véu de fibras de carbono metalizadas com níquel da HV & AFN®; (a) visão geral com 200x; (b) detalhe de região com aglutinante poliéster recoberto com níquel, 500x.....	61
Figura 15 – Véu de fibras de carbono após divisão em duas camadas de espessuras menores e consequentemente com gramatura (mg/cm^2) alterada.....	64

Figura 16 – Técnica de inserção de figuras geométricas vazadas no véu de FC: (a) dispositivos de furação circular e quadrática; (b) detalhe da ponta cortante dos dispositivos de furação; (c) furação do véu com posições definidas e véu de FC perfurado.	65
Figura 17 – Molde e dispositivo do processo de moldagem por compressão a quente: (a) placas superior e inferior do molde; (b) dispositivo fabricado por eletro-erosão após moldagem de compósito.	67
Figura 18 – Processo de moldagem por compressão a quente: (a) prensa Carver; (b) detalhe dispositivo e compósito com espessura inferior a 3 mm; (c) dimensões do molde.....	68
Figura 19 – Curva representativa do monitoramento minuto a minuto do aquecimento dos platôs superior e inferior.	69
Figura 20 – Máquina de corte e dispositivos utilizados na preparação de amostras de laminados para avaliações morfológicas e eletromagnéticas.	70
Figura 21 – Microscópio eletrônico de varredura ZEISS EVO LS15, utilizado no presente estudo.	72
Figura 22 – Microscópio Nikon Epiphot 200, utilizado no presente estudo.	73
Figura 23 – Aparelhos e dispositivos utilizados na caracterização eletromagnética: (a) analisador vetorial de redes; (b) guia de ondas e adaptadores; (c) porta-amostra retangular.	74
Figura 24 – Representação do posicionamento do material no porta-amostra do guia de ondas: (a) posicionamento correto; (b) e (c) amostra com desvio dimensional e incorretamente posicionada no porta-amostra.....	75
Figura 25 – Equipamento DSC Q20 da TA Instruments com detalhe do forno aberto do lado direito da imagem.	76
Figura 26 – Equipamento TGA/DTA da SII Nanotechnology com detalhe do forno aberto, balança termogravimétrica e porta-amostra ao lado direito da imagem.....	78
Figura 27 – Curva de DSC modo dinâmico representativa das análises realizadas para o pré-impregnado de FV/resina epóxi.	83
Figura 28 – Gráfico (boxplot) com as temperaturas de cura e de degradação do pré-impregnado de fibras de vidro e resina epóxi.....	86
Figura 29 – Isotermas de cura do pré-impregnado de FV/resina epóxi a 100, 115 e 130 °C.....	87
Figura 30 – Curva de TGA dinâmico do pré-impregnado de FV/resina epóxi em atmosfera oxidativa (ar).	89
Figura 31 – Curvas de TGA dinâmico do pré-impregnado de FV/resina epóxi em atmosfera de N ₂	90
Figura 32 – Curvas de TGA isotérmico do pré-impregnado de FV/resina epóxi em atmosfera oxidativa.....	91

Figura 33 – Orientações das fibras de vidro no material pré-impregnado avaliado na caracterização eletromagnética.	92
Figura 34 – Curvas de S_{22} em função da frequência do pré-impregnado de FV/resina epóxi na orientação 1.	94
Figura 35 – Curvas de S_{22} em função da frequência do pré-impregnado de FV/resina epóxi na orientação 2.	94
Figura 36 – Curvas de S_{24} em função da frequência do pré-impregnado FV/resina epóxi na orientação 1.	95
Figura 37 – Curvas de S_{24} em função da frequência do pré-impregnado FV/resina epóxi na orientação 2.	96
Figura 38 – Esquema que mostra a incidência de uma onda eletromagnética em lados opostos de uma mesma amostra de um material.	97
Figura 39 – Curvas de S_{44} em função da frequência do pré-impregnado FV/resina epóxi na orientação 1.	97
Figura 40 – Curvas de S_{44} em função da frequência do pré-impregnado FV/resina epóxi na orientação 2.	98
Figura 41 – MEV do véu de C/Ni como recebido, com magnificações de (a) 100x, (b) 500x, (c) 1000x, (d) 4000x.	99
Figura 42 – MO do véu de C/Ni como recebido, com a medição do diâmetro da fibra e espaçamento entre elas (100x).	101
Figura 43 – Resultados de EDS do véu de C/Ni, como recebido, no ponto assinalado como ‘Spectrum 1’	102
Figura 44 – Análise de EDS do véu de C/Ni, como recebido, no ponto assinalado como ‘Spectrum 2’	103
Figura 45 – Análise de EDS do véu de C/Ni, como recebido, no ponto assinalado como ‘Spectrum 3’	104
Figura 46 – TGA dinâmico do véu de C/Ni, como recebido, em atmosfera de N_2	105
Figura 47 – Curvas de S_{22} em função da frequência do véu de C/Ni, como recebido.	106
Figura 48 – Curvas de S_{24} em função da frequência do véu de C/Ni, como recebido.	107
Figura 49 – Curvas de S_{44} em função da frequência do véu de C/Ni, como recebido.	108
Figura 50 – Curvas de S_{42} em função da frequência do véu de C/Ni, como recebido.	108
Figura 51 – Curvas de S_{22} em função da frequência do véu de C/Ni após os ataques ácidos...	110
Figura 52 – Curvas de S_{42} em função da frequência do véu de C/Ni após os ataques ácidos...	112

Figura 53 – MEV do véu de C/Ni após ataque com solução aquosa de HNO_3 (5 mol/L, por 45 min) (a) 100x, (b) 1000x, (c) 4000x, (d) 4000x.	114
Figura 54 – Análises por MEV/EDS representativas do mapeamento químico do véu de C/Ni após o ataque ácido - (a) espectro 1, (b) espectro 2 e (c) espectro 3.	116
Figura 55 – TGA dinâmico do véu de C/Ni após ataque com solução de HNO_3 , em atmosfera de $\text{N}_{2(g)}$	118
Figura 56 – Esquema do caminho percorrido pela onda ao se propagar através do material compósito POPP.	123
Figura 57 – Curvas do parâmetro S_{22} em função da frequência dos laminados de pré-impregnado de FV/resina epóxi e véu de C/Ni.	124
Figura 58 – Curvas do parâmetro S_{44} em função da frequência dos laminados de pré-impregnado de FV/resina epóxi e véu de C/Ni.	124
Figura 59 – Curvas do parâmetro S_{42} em função da frequência dos laminados de pré-impregnados de FV/resina epóxi/véu de FC.	126
Figura 60 – Curvas do parâmetro S_{24} em função da frequência dos laminados de pré-impregnados de FV/resina epóxi/véu de FC.	126
Figura 61 – Curvas do parâmetro S_{22} em função da frequência do véu de C/Ni original com diferentes gramaturas (mg/cm^2).	129
Figura 62 – Véu de C/Ni original com furações (a) circular (V_C) e (b) quadrática (V_Q).	131
Figura 63 – Laminados de FV/resina epóxi e véu com furações (a) circulares (V_C) e (b) quadradas (V_Q).	134
Figura 64 – Parâmetro de espalhamento S_{ii} para um laminado preparado com o uso do véu com furação quadrada.	135
Figura 65 – Parâmetro de espalhamento S_{ii} para um laminado preparado com o uso do véu com furação circular.	137
Figura 66 – Parâmetro de espalhamento S_{ii} da RAS processada pelo uso do véu com furação circular, com impedância do meio convertida para espaço aberto (377Ω).	138
Figura 67 – Representação de um instante t de uma onda eletromagnética de variação senoidal propagando-se ao longo do eixo x.	158
Figura 68 – Detalhe de um elemento infinitesimal de largura dx e altura h do campo elétrico no plano xy.	159
Figura 69 – Detalhe de um elemento infinitesimal para o campo magnético no plano xz.	161
Figura 70 – Gráfico no formato LogM para parâmetro S_{22} durante calibração com uso de placa metálica, resultado correto de atenuação zero dB para material 100% refletor.	164

Figura 71 – Gráfico no formato Carta de Smith para parâmetro S_{22} durante calibração com uso de placa metálica, resultado correto para material 100% refletor.	165
Figura 72 – Gráfico no formato LogM para parâmetro S_{42} durante calibração com uso de placa metálica, resultado correto de atenuação máxima (dB), uma vez que o sinal emitido na porta 2 é impedido de alcançar a porta 4.....	166
Figura 73 – Gráfico no formato LogM para parâmetro S_{42} durante calibração sem material algum no porta-amostra, simulando uma linha de transmissão com casamento de impedâncias quase que perfeito.	167
Figura 74 – Gráfico no formato LogM para parâmetro S_{22} durante calibração sem material algum no porta-amostra, simulando uma linha de transmissão com casamento de impedâncias quase que perfeito.	168
Figura 75 – Gráfico no formato Carta de Smith para parâmetro S_{22} durante calibração sem material algum no porta-amostra, simulando uma linha de transmissão com casamento de impedâncias quase que perfeito.....	169
Figura 76 – Sistema para caracterização RCS: (1) Alvo MARE; (2) Antenas geradora e receptora; (3) Gerador de micro-ondas.	170
Figura 77 – Arco NRL.....	171
Figura 78 – Esquema representativo da técnica perda por inserção entre antenas.....	171

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Relações constitutivas para meios de propagação isotrópica.	47
Tabela 2 – Condições dos ataques com ácido HNO ₃	62
Tabela 3 – Diluição e preparação das soluções com concentrações ácidas desejadas.....	63
Tabela 4 – Parâmetros utilizados nas análises de DSC do pré-impregnado FV/resina epóxi.	77
Tabela 5 – Parâmetros utilizados nas análises termogravimétricas.....	79
Tabela 6 – Variáveis utilizadas nas análises por DSC em modo dinâmico, aplicando DOE.....	82
Tabela 7 – Matriz de planejamento e valores obtidos para variáveis de resposta das análises de DSC modo dinâmico.	84
Tabela 8 – Mapeamento químico por EDS da região indicada na Figura 43.	102
Tabela 9 - Mapeamento químico por EDS da região indicada na Figura 44.....	103
Tabela 10 – Mapeamento químico por EDS da região indicada na Figura 45.	104
Tabela 11 – Teores químicos em porcentagem em massa determinados por EDS das amostras de véu com ataque ácido (regiões indicadas na Figura 54).....	117
Tabela 12 – Alguns resultados das curvas TGA/DTG dinâmico para o véu de C/Ni como recebido, após ataque com solução de HNO ₃ e para o pré-impregnado de FV/resina epóxi. ...	120
Tabela 13 – Famílias de compósitos laminados eletromagneticamente caracterizados.	122
Tabela 14 – Amostras de véu com gramaturas (mg/cm ²) alteradas via remoção de filamentos de fibras de carbono.	128
Tabela 15 – Correlação entre gramatura (mg/cm ²) e o parâmetro S ₂₂ (dB) para os véus 545 e 52.	130
Tabela 16 – Dimensões das furações, circular e quadrática, feitas no véu de C/Ni original.....	132
Tabela 17 – Sequência de empilhamento de camadas na laminação manual das RAS baseadas no pré-impregnado de FV/resina epóxi combinado com o véu C/Ni com furação.	133
Tabela 18 – Valores das constantes de permissividade (ϵ_0) e permeabilidade (μ_0) no espaço livre.	162

LISTA DE ABREVIATURAS

ABS	- Acrilonitrila-butadieno-estireno
AFP	- <i>Automated fiber placement</i> (Aplicação automatizada de fibras)
ASTM	- American Society for Testing and Materials
ATP	- <i>Automated tape placement</i> (Aplicação automatizada de fitas)
AVR	- Analisador vetorial de redes
BA	- Bisfenol A
CD	- <i>Cross machine direction</i> (Direção cruzada de máquina)
CF	- <i>Carbon fiber</i> (Fibra de carbono)
CZ BSD	- <i>Backscattered electron detector</i> (Detetor de elétrons retroespalhados)
DGEBA	- Diglicidil éter de bisfenol A
DGEBF	- Diglicidil éter de bisfenol F
DIC	- <i>Differential interference contrast</i> (Contraste de interferência diferencial)
DOE	- <i>Design of experiments</i> (Planejamento de experimentos)
DSC	- Calorimetria exploratória diferencial
DTG	- Curva de derivada termogravimétrica
EDS	- Espectroscopia por energia dispersiva
EMA	- <i>Effective medium analysis</i> (Análise efetiva do meio material)
EMI	- <i>Electromagnetic interference</i> (Interferência eletromagnética)
FC	- Fibra de carbono
FEG	- Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá
FG	- Flocos de grafite
FSS	- <i>Frequency selective surface</i> (Superfície seletiva de frequência)
FT-IR	- <i>Fourier transform infrared spectroscopy</i> (Espectrometria de infravermelho por transformada de Fourier)
FV	- Fibra de vidro
GF	- <i>Glass fiber</i> (Fibra de vidro)
GPS	- <i>Global positioning system</i> (Sistema global de posicionamento)
HS	- <i>Harness satin</i>
ITA	- Instituto Tecnológico de Aeronáutica
LAIMat	- Laboratório de Imagens da UNESP/FEG

LFR	- <i>Long fiber reinforcement</i> (Reforço de fibra longa)
LGE	- Laboratório de Guerra Eletrônica
LT	- Linha de transmissão
MARE	- Material absorvedor de radiação eletromagnética
MD	- <i>Machine direction</i> (Direção de maquina)
MEV	- Microscopia eletrônica de varredura
MIR	- <i>Middle infrared</i> (Infravermelho médio)
MIT	- Massachusetts Institute of Technology
MO	- Microscopia óptica
NFC	- Nanofibras de carbono
NIR	- <i>Near infrared</i> (Infravermelho próximo)
PAN	- Poliacrilonitrila
Par_S	- Parâmetros de espalhamento
PC	- Policarbonato
pH	- Potencial hidrogeniônico
PMMA	- Polimetilmetacrilato
PPS	- <i>Periodic patterns surface</i> (Superfície de padrões periódicos)
RAS	- <i>Radar absorbing stucture</i> (Estrutura absorvedora de micro-ondas)
RAS FSS Circ	- Estrutura absorvedora de micro-ondas com véu FSS de furação circular
RAS FSS Quad	- Estrutura absorvedora de micro-ondas com véu FSS de furação quadrática
RCS	- <i>Radar cross section</i> (Seção reta radar)
RTM	- <i>Resin transfer molding</i> (Moldagem por transferência de resina)
SE	- <i>Secondary electrons</i> (Elétrons secundários)
SEM	- <i>Scanning electron microscopy</i> (Microscopia eletrônica de varredura)
SWCNT	- <i>Single wall carbon nanotubes</i> (Nanotubos de carbono de parede simples)
TGA	- Análise termogravimétrica
UNESP	- Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
Véu 545	- Véu de FC e níquel submetido a ataque em solução ácida de HNO ₃ com concentração de 5 mol/L e com duração do ataque igual a 45 minutos
Véu 52	- Véu de FC e níquel submetido a ataque em solução ácida de HNO ₃ com concentração de 5 mol/L e com duração do ataque igual a 120 minutos
WD	- <i>Working distance</i> (Distância de trabalho)

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	21
1.1. Considerações gerais.....	21
1.2. Objetivo do trabalho	22
1.3. Organização da dissertação.....	23
2. REVISÃO DA LITERATURA	25
2.1. Materiais absorvedores de ondas eletromagnéticas e proteção eletromagnética	25
2.1.1. Estruturas absorvedoras de ondas eletromagnéticas (RAS)	32
2.2. Espectro das ondas eletromagnéticas e as micro-ondas.....	42
2.3. Materiais e meios eletromagnéticos.....	44
2.4. Propagação das ondas eletromagnéticas em meios específicos	46
2.4.1. Linhas de transmissão e guia de ondas para micro-ondas	48
2.5. Coeficiente de reflexão (Γ) e coeficiente de transmissão (T)	52
2.6. Parâmetros de espalhamento (S).....	53
2.7. Atenuação (dB), atenuação (%) e refletividade (dB).....	55
3. MATERIAIS E MÉTODOS	58
3.1. Materiais	59
3.2. Tratamentos do véu de FC/Ni	61
3.2.1. Tratamentos ácidos	61
3.2.2. Alteração da gramatura.....	63
3.2.3. Inserção de figuras geométricas vazadas no véu de FC	64
3.3. Processamento dos compósitos laminados	66
3.4. Preparação dos corpos de prova	69
3.5. Caracterizações.....	71
3.5.1. Análise morfológica via MEV.....	71
3.5.2. Análise morfológica via MO	72
3.5.3. Caracterização dos parâmetros eletromagnéticos.....	73

3.5.4.	Análises térmicas.....	75
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	81
4.1	Caracterização do pré-impregnado de FV/resina epóxi.....	81
4.1.1.	Análises térmicas.....	81
4.1.2.	Caracterização eletromagnética.....	92
4.2	Caracterização do véu de C/Ni	98
4.2.1.	MEV/EDS.....	99
4.2.2.	TGA.....	104
4.2.3.	Caracterização eletromagnética.....	105
4.3.	Caracterização do véu de C/Ni após os ataques ácidos	109
4.3.1.	Caracterização eletromagnética.....	109
4.3.2.	MEV/EDS.....	113
4.3.3.	TGA.....	117
4.4.	Processamento e caracterização eletromagnética dos compósitos de FV/resina epóxi/véu de C/Ni.....	120
4.5.	Desenvolvimento de RAS com véu de C/Ni de menor gramatura e com furações repetitivas.....	127
5.	CONCLUSÕES.....	139
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	141
7.	REFERÊNCIAS	142
	ANEXO 1 - Compreendendo as ondas eletromagnéticas	158
	APÊNDICE 1 - Aferição e calibração do sistema de medidas com guia de ondas.....	163
	APÊNDICE 2 - Técnicas de caracterização eletromagnética dos materiais	170

1. INTRODUÇÃO

1.1. Considerações gerais

Grande parte dos avanços tecnológicos da sociedade moderna vem ocorrendo a partir da introdução de novos materiais e estruturas de engenharia. Dentre os materiais atualmente disponíveis destacam-se os materiais avançados e multifuncionais, os quais deixam de ser meramente passivos, para tornarem-se intrinsecamente ativos, combinando, por exemplo, resistência mecânica para suportar distintos esforços solicitantes, com propriedades magnéticas, térmicas, ópticas, dentre outras (GIBSON, 2010; GIBSON, 2012; SILVEIRA, 2015).

O desenvolvimento de novos materiais baseados em estruturas multifuncionais passa pela combinação de materiais com duas ou mais funções, podendo-se citar, por exemplo, a combinação de requisitos estruturais com outras não relacionadas à resistência mecânica. Sendo assim, podem ser combinados materiais com características de elevada rigidez, resistência à tração, resistência à flexão, com materiais não estruturais, mas que apresentam propriedades como condutividades elétrica e térmica, capacidade de autocura (*self-healing materials*), propriedades eletromagnéticas, biodegradabilidade, detecção e acionamento, dentre outras. Neste sentido, podem-se incluir os materiais compósitos nanoestruturados, os quais têm permitido a obtenção de propriedades mecânicas notáveis (GIBSON, 2010).

Entre os materiais compósitos multifuncionais têm-se as denominadas estruturas absorvedoras de radiação eletromagnética (*Radar Absorbing Structures* – RAS). Essas estruturas possuem a capacidade de suportar esforços mecânicos, portanto apresentam propriedades estruturais, associadas à característica inerente de atenuar a energia eletromagnética (SEO *et al.*, 2004).

As RAS quando são atingidas por uma onda eletromagnética, devido às suas características físico-químicas, sofrem excitação molecular e a energia da radiação eletromagnética, no caso deste trabalho ondas na faixa de frequências das micro-ondas (8,2 a 12,4 GHz), é parcial ou totalmente convertida em energia térmica (NOHARA, 2003).

Esse fenômeno é atribuído ao fato desses materiais (inseridos na denominada classe de materiais absorvedores de radiação eletromagnética - MARE) apresentarem em sua composição componentes, partículas, fases poliméricas, entre outros, com características elétricas e/ou magnéticas, que interagem com os campos elétrico e/ou magnético da onda. Nesse caso, os elétrons, núcleos, dipolos permanentes e dipolos induzidos do material são forçados a se movimentarem, induzindo corrente elétrica e causando efeito Joule. No caso das partículas apresentarem a impossibilidade de movimentação livre, ocorre reorientação das mesmas, entrando em fase com o campo eletromagnético e promovendo também a dissipação de energia da onda (JACOB *et al.*, 1995).

Ao sofrer depreciação do nível energético por efeito Joule no interior do material, a onda não é refletida ou é refletida com menor intensidade à fonte que a emitiu, diminuindo, assim, a sua detecção. Essa característica confere a denominada “transparência do objeto” na faixa de micro-ondas e permite muitas aplicações associadas a esses materiais em diferentes setores da sociedade. Dentre essas se destacam as aplicações de uso militar e de instituições governamentais no atendimento de suas respectivas legislações, quanto ao controle de radiações espúrias na faixa das micro-ondas. No entanto, o decréscimo/eliminação de radiação eletromagnética espúria tem também atraído a atenção de vários setores civis da sociedade, com inúmeras aplicações em indústrias de eletroeletrônicos, telecomunicações, computação, aparelhos eletrodomésticos, médicos, dentre outras (FOLGUERAS, 2005).

Considerando a crescente importância dos MARE, mais particularmente das RAS, em diferentes setores da sociedade, e os estimulantes desafios de processamento das denominadas estruturas absorvedoras de micro-ondas, o desenvolvimento deste trabalho foi motivado no sentido de contribuir com o domínio do processamento e caracterização dessa classe de materiais.

1.2. Objetivo do trabalho

O principal objetivo deste trabalho é processar e caracterizar compósitos estruturais multifuncionais absorvedores de radiação eletromagnética, mais especificamente RAS, pela adequada combinação de pré-impregnados de fibra de

vidro/resina epóxi e véu de fibras de carbono metalizadas com níquel, avaliados na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz.

Para atingir as propriedades desejadas foi realizado o ataque ácido do véu de FC/Ni, de forma a remover teores controlados de níquel, favorecendo a atenuação da onda eletromagnética no material processado, além da aplicação da técnica de superfície seletiva de frequência (em inglês – *frequency selective surface* – FSS) e consequente alteração da gramatura (mg/cm^2) do véu de FC/Ni permitindo atingir os níveis desejados de atenuação e absorção das micro-ondas banda X.

1.3. Organização da dissertação

Esta dissertação encontra-se estruturada em 07 capítulos, incluindo o Capítulo 01 referente à introdução e considerações gerais, um anexo e dois apêndices. Na sequência é apresentada uma breve descrição de cada um dos capítulos constituintes deste trabalho.

O Capítulo 2 apresenta a Revisão da Literatura, exibindo os principais conceitos e trabalhos disponíveis nas literaturas nacional e internacional sobre compósitos multifuncionais com propriedades estruturais e absorvedores de radiação eletromagnética, estruturas absorvedoras de micro-ondas (em inglês – *radar absorbing structure* – RAS), e seus respectivos mecanismos de interação onda-matéria.

No Capítulo 3 são apresentados os materiais empregados neste trabalho e detalhes dos métodos utilizados nas caracterizações morfológicas, avaliações térmicas, mapeamento químico via espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e caracterização eletromagnética via analisador vetorial de redes e guia retangular de ondas, para a faixa de 8,2 a 12,4 GHz. Apresenta, também, o processamento dos materiais, incluindo a metodologia de preparação do véu FC/Ni por meio de ataques ácidos, processamento do compósito multifuncional estrutural e de refletividade reduzida para as ondas eletromagnéticas por meio de moldagem por compressão a quente.

O Capítulo 4, Resultados e Discussões, apresenta os principais resultados da caracterização do pré-impregnado de tecido de fibras de vidro tipo *plain weave* 1x1 e resina epóxi DGEBA, do véu de fibras de carbono aglutinadas por poliéster e com camadas de metal níquel e caracterizações dos compósitos multicamadas processados.

Esse capítulo apresenta também os resultados da caracterização eletromagnética na faixa de frequências das micro-ondas de 8,2 a 12,4 GHz para os materiais separadamente, combinados nos compósitos multifuncionais preparados e nas RAS obtidas. Por meio de analisador vetorial de redes e guia de ondas foram realizadas medições dos parâmetros de espalhamento (parâmetros S), refletividade, transmissibilidade e absorção para as micro-ondas banda X.

O Capítulo 5 traz as Considerações Finais desse trabalho, apresentando as conclusões obtidas através dos estudos, dados e resultados levantados e avaliados ao longo do mesmo. No Capítulo 6 são apresentadas as sugestões para trabalhos futuros com base nos conhecimentos adquiridos e desenvolvidos nesse estudo, aliados ao estado da arte encontrado na literatura nacional e internacional. As referências para as literaturas nacionais e internacionais revisadas e consultadas ao longo desse estudo e desenvolvimento dessa dissertação encontram-se listadas no Capítulo 7.

Ao final é incluído um anexo envolvendo conceitos relacionados à compreensão das ondas eletromagnéticas e dois apêndices. O primeiro apêndice oferece dados e informações relacionados à metodologia de aferição e calibração do sistema de medidas com guia de ondas retangular e analisador vetorial de redes. O segundo apêndice apresenta informações sobre algumas das distintas técnicas de caracterização eletromagnética dos materiais e os dispositivos e aparelhos relacionados a cada uma delas. Juntos, anexo e apêndices, fornecem dados técnicos e científicos em apoio à completa compreensão do presente texto.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1. Materiais absorvedores de ondas eletromagnéticas e proteção eletromagnética

O desenvolvimento de materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE) teve seu início em 1930 logo após o advento dos radares, tendo sido impulsionado durante a Segunda Guerra Mundial. Ainda hoje, o desenvolvimento de MARE consiste em um campo vasto para pesquisas e avanços tecnológicos, tanto para aplicações civis quanto militares (ALVES, PORT, REZENDE, 2008; PORT, 2011; SAVILLE, 2005). Os primeiros MARE constituídos e aplicados com objetivos de camuflagem de submarinos durante a Segunda Guerra Mundial, eram constituídos por lâminas de materiais elastoméricos de 0,3 polegadas de espessura, contendo como aditivos ferro carbonila em pó, atingindo ressonância em frequências próximas a 3 GHz (ALVES, PORT, REZENDE, 2008; MIACCI, 2006; PORT, 2011; SAVILLE, HUBER & MAKEIFF, 2005; SAVILLE, 2005).

O interesse inicial na tecnologia de materiais absorvedores de radiação eletromagnética na banda de frequência de GHz surgiu principalmente na área militar, visando à redução da seção reta radar (RCS) de alvos frente ao monitoramento do inimigo. Conforme Saville (2005), ainda nesta época foram desenvolvidos absorvedores *Jaumann*, um dispositivo multicamadas no qual eram alternadas placas resistivas e polímeros rígidos, resultando em um dispositivo com cerca de 3 polegadas de espessura e redução da refletividade em -20 dB em frequências entre 2 e 15 GHz.

Ainda durante a Segunda Guerra Mundial surgiram *designs* de absorvedores que promoviam elevada atenuação dos sinais de radar, por meio de múltiplas reflexões e cancelamentos de ondas defasadas entre si em 180°, as chamadas *Salisbury Screen*. Nesse período ocorreu também o início das aplicações de materiais cerâmicos da classe das ferritas como centros absorvedores de radiação eletromagnética (FANTE & McCORMACK, 1988; SALISBURY, 1952; SAVILLE, 2005).

Entre os anos de 1940 e 1950, os Estados Unidos da América desenvolveram no Laboratório de Radiação do Massachusetts Institute of Technology (MIT) uma nova classe de materiais anti-radiação que ficou conhecida como HARP. Esse material consistia em um revestimento protetivo e absorvedor similar a uma tinta, sendo o

mesmo formado a partir de misturas específicas entre materiais poliméricos e dielétricos como, por exemplo, poliestireno com a adição de cargas floculares de alumínio, cobre, ferro e/ou grafite, com teores em massa variando entre 20 e 80% da mistura. A versão mais aplicada para este material na área aeronáutica ficou conhecida como MX-410 (HALPERN, 1960).

Nessa mesma época foi desenvolvido MARE com espessura de 0,025 polegadas, capacidade de ressonância na banda X (8,2 a 12,4 GHz) de frequências e constituído pela combinação de um material base originalmente dielétrico, porém com elevada permissividade, devido à adição de cargas de alumínio em forma de discos altamente orientados, sendo esses suspensos em uma matriz elastomérica com negro de fumo. Este material oferecia de 15 a 20 dB de atenuação da onda eletromagnética incidente (SAVILLE, 2005).

O momento pós-guerra, entre 1945 e 1960, foi marcado pelo avanço dos MARE de banda larga, com formas geométricas piramidais alongadas que promovem a atenuação gradual da onda eletromagnética. Muitos desses materiais são até hoje empregados em câmaras anecóicas para simulação de espaços livres de interferência e radiação espúria (CHUNG & CHUAH, 2003; EMERSON, 1973; SAVILLE, 2005). Os materiais utilizados para promover a atenuação de micro-ondas nessa época incluíam como cargas o grafite, óxidos de ferro, lã de aço, fios metálicos, pó de ferro, alumínio e cobre. Como matrizes aglomerantes diversos materiais eram utilizados, a maioria de natureza polimérica e/ou cerâmica, além da combinação destes materiais com espumas especiais e fibras (NEHER, 1953; PRATT, 1961; SALATI, 1954; SAVILLE, 2005; SAVILLE 2004; TILEY, 1944).

Durante os anos de 1960 a 1970, foi observado um grande avanço envolvendo a redução da espessura dos materiais compósitos absorvedores de radiação eletromagnética por meio do uso de cerâmicas do tipo ferritas. Nessa mesma época é intensificada a produção de revestimentos e tintas com capacidade de aplicação e moldagem sobre os mais diversos perfis e superfícies, muitos desses revestimentos eram formulados pela união de solventes poliméricos, particulados cerâmicos de ferrita e deposição de camadas de cromo e níquel por métodos de vapor (SAVILLE, 2005).

Na década de 1980 tem início as caracterizações das propriedades eletromagnéticas de MARE a partir da utilização de sistemas de guias de ondas. Nessa

mesma época surgem os polímeros condutores como materiais com potencial para emprego no processamento de MARE. A partir da década de 1980 iniciam-se os trabalhos, por meio do auxílio de computadores, voltados à otimização de modelos matemáticos e simulações para os MARE (PORT, 2011; SAVILLE, 2005).

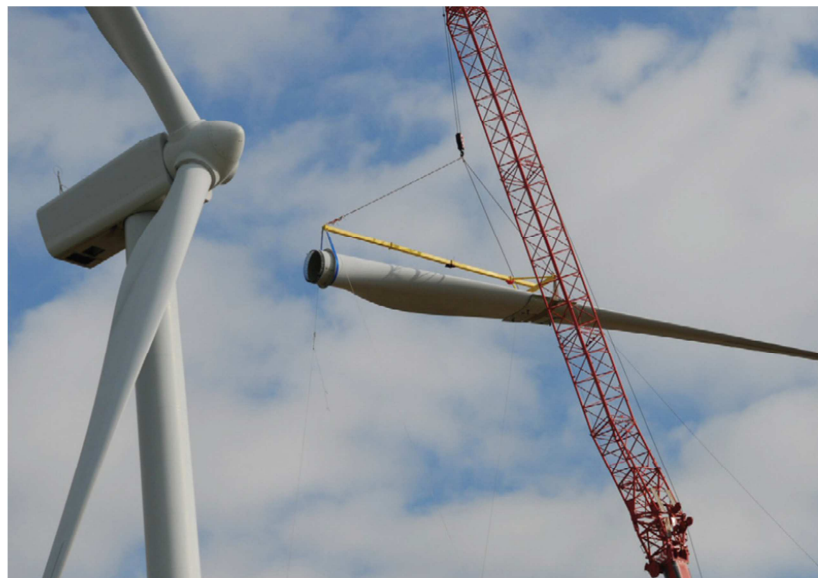
Na década de 1990, desenvolvimentos envolvendo a união de polímeros condutores e materiais compósitos reforçados com fibras contínuas foram conduzidos, permitindo a criação de estruturas com capacidade de absorção de ondas eletromagnéticas, associadas a materiais de elevada resistência específica. Ainda nessa mesma época, como resultado da capacidade de síntese de polímeros com a possibilidade de variação da resistividade e capacitância, foi possível a obtenção de MARE com a capacidade de ajuste das frequências ressonantes em faixas específicas (ADAMS *et al.*, 1994; CHAKRAVARTY *et al.*, 2001; NEWMAN *et al.*, 1996, PITTMAN & KUHN, 1992; SAVILLE; 2005).

Atualmente, materiais absorvedores de micro-ondas têm vasta aplicação em setores civis da sociedade, na redução da reflexão de micro-ondas e de radiação espúria originada por dispositivos eletroeletrônicos, tais como: celulares; antenas radiotransmissoras e computadores (KIM, LEE, KIM, 2008; PINTO, 2014; THOMASSIM *et al.*, 2013). Outros exemplos de sucesso na aplicação dos materiais absorvedores são encontrados na aeronáutica, podendo-se citar aeronaves equipadas com a tecnologia de materiais furtivos (*Stealth*), tais como a aeronave F-117A. Sendo esta a primeira aeronave detentora de baixa detecção em baixa altitude, além do B-2, F/A-22, assim como as aeronaves da família F-35 (JENN, 2005; NANGIA & PALMER, 2005; NOHARA, 2000; PORT, 2011). Os MARE também são empregados na produção de dispositivos para o setor de telecomunicações, sistemas de vigilância, sistemas eletroeletrônicos, instalações tecnológicas e na medicina, como proteção eletromagnética para válvulas aplicadas em cirurgias cardíacas (DIAS, 2000; FOLGUERAS, 2005; LEE, 1991).

Nos últimos anos tem-se destacado a aplicação dos materiais absorvedores de radiação eletromagnética também no setor de energia eólica (ALVES, FOLGUERAS & REZENDE, 2011; JENN & TON, 2012; MATTHEWS *et al.*, 2007; RASHID & BROWN, 2011; RICHARDSON, 2014). Conforme dados apresentados pelo Conselho Global de Energia Eólica (2010), instalações de geração de energia elétrica, a partir de

fazendas eólicas, vem crescendo cerca de 20% ao ano, o que proporciona um grande benefício como fonte alternativa e renovável de energia elétrica. Em contrapartida, o aumento de fazendas eólicas causa interferência significativa na transmissão e recepção de sinais de radar, rádio, televisão, GPS, celular e redes de internet sem fio (ALVES, FOLGUERAS & REZENDE, 2011; JENN & TON, 2012; LEMMON *et al.*, 2008). Richardson (2014) estima que, embora o desenvolvimento de turbinas eólicas com tecnologias de baixa assinatura e interferência para radares possa parecer de alguma forma algo tangente à indústria de geração de energia, cerca de 20 GW de potência motriz eólica não são instalados, devido às interferências em sinais de radar.

Figura 1 – Pá de rotor eólico fabricada com MARE e sendo acoplado em uma turbina Vestas V90 no parque eólico de Swaffham em Norfolk, Reino Unido.



Fonte: (MARSH, 2010).

Segundo Marsh (2010), a aplicação de materiais compósitos absorvedores de ondas eletromagnéticas em fazendas de geração de energia eólica pode reduzir a assinatura de radar e solucionar os desafios mencionados, contribuindo, desta forma, com os avanços nesta área de pesquisa.

A transparência e a refletividade de um objeto ao radar são dependentes da geometria do corpo e das propriedades dielétricas e magnéticas dos materiais empregados (LEE, 1991; NOHARA, 2003; REZENDE *et al.*, 2000; SATTAR, 1996; SILVA, 2000; STONIER, 1991; UFIMTSEV, 1996). Especificamente para as pás de

rotores e turbinas eólicas, a partir dos anos 2000, passa-se à utilização de camadas únicas de *Salisbury Screen*. Porém, a solução para esta aplicação fica restrita a uma faixa estreita de frequências atenuadas. Para os casos nos quais são necessárias proteções para ampla banda de frequências, múltiplas lâminas resistivas podem ser agrupadas, determinando arranjos similares a absorvedores *Jaumann*. Em ambos os casos, a camadas ativas do material podem ser fabricadas com polímeros reforçados, normalmente com fibras de vidro ou fibras de carbono, geralmente com resina epóxi (JANG *et al.*, 2011; MARSH, 2010).

Atualmente, materiais absorvedores aplicados nesse setor são também desenvolvidos utilizando-se espumas de poliuretano contendo como aditivos materiais carbonosos para garantir a condutividade necessária (PARK *et al.*, 2006; MARSH, 2010). Outro exemplo atual de materiais absorvedores utilizados na indústria eólica é a combinação entre silicone e neoprene, juntamente com aditivos à base de materiais carbonosos (MARSH, 2010). Na China MARE multicamadas foram obtidos a partir da combinação de lâminas de tecidos de fibras de vidro/fibras de carbono impregnados com resina epóxi com camadas de espuma de poliuretano dopado com nanotubos de carbono (JAGATHEESAN, 2015; MARSH, 2010).

Especificamente, o processamento de compósitos pela combinação de fibras de carbono, metal níquel e matriz polimérica vem sendo atualmente muito aplicado e estudado visando proteção contra interferência eletromagnética em diversos setores (CHANG *et al.*, 2010; FINLEY *et al.*, 2015; SHUMAKER *et al.*, 2015).

Compósitos com matriz polimérica de poliamida-6 contendo como aditivos de níquel metálico em pó e reforço de fibras de carbono aleatórias e de comprimento relativamente longo (em inglês – *Long fiber reinforcement* – LFR) foram obtidos pela combinação de dois processos, sendo esses: mistura por fusão e pultrusão de termoplástico. A combinação destes materiais e processos permitiu a obtenção de compósitos com elevada condutividade e permissividade, assim como elevadas perdas dielétricas. Devido à combinação de materiais com características condutivas e magnéticas os compósitos foram capazes de fornecer proteção contra interferência eletromagnética (ZHANG, WANG & WU, 2015).

Por outro lado, o uso de fibras de carbono levou os materiais compósitos anteriormente mencionados a alcançar melhorias significativas das propriedades

mecânicas, especificamente 195,17 MPa de resistência à tração, 266,19 MPa de resistência à flexão e valor máximo obtido durante os ensaios de impacto de 14,26 kJ/m². Sendo assim, o compósito obtido por Zhang, Wang e Wu (2015) comporta-se como multifuncional, ou seja, com características estruturais e de atenuação de ondas eletromagnéticas, caracterizando uma estrutura absorvedora de radiação eletromagnética do tipo RAS.

Especificamente para materiais compósitos empregando fibras de carbono metalizadas com níquel, já em 1990 era possível encontrar trabalhos e estudos com interesse em suas propriedades. Di Liello et al. (1990) avaliaram as propriedades de resistência à tração e comportamento fractográfico para compósitos de matriz polipropileno reforçados com fibras de carbono metalizadas com níquel. Em seu estudo os autores realizaram ensaios de tração e fratura por impacto dos compósitos destes materiais com distintas frações em massa de fibras e em variadas temperaturas e taxas de deformação.

Dentre algumas das conclusões do estudo com base nos ensaios de tração, pode-se mencionar que o módulo de elasticidade de tais compósitos sofre aumento em cerca de duas ordens de grandeza como consequência da variação do conteúdo de fibras de carbono até 28% em massa. Já a resistência à tração diminui linearmente com o aumento do teor de fibras de carbono. Além de concluírem que tanto os limites de resistência à tração como o módulo de Young sofrem redução com o aumento da temperatura. Já as análises fractográficas demonstraram, dentre outros pontos, que o comportamento de fratura do polipropileno é melhorado com o aumento do teor de fibras de carbono revestidas de níquel, considerando-se até 28% em massa de fibra, sendo que tal comportamento pode ser explicado pela formação de redes e interligações estruturais na matriz, o que exige uma energia de fratura mais elevada (DI LIELLO *et al.*, 1990).

Ainda com relação ao estudo de aplicações de fibras de carbono metalizadas com níquel, a patente US 4822950 A de Richard J. Schmitt relata o uso de malha de blindagem eletromagnética formada por fios de fibras de carbono recobertas com camada de níquel, sendo as fibras de diâmetros entre 5 e 10 µm e agrupadas em filamentos com 800 a 12.000 fibras. A camada de blindagem eletromagnética foi envolta via técnica de trançamento (em inglês - *braiding*) em cabos condutores de sinais,

permitindo redução da interferência de ruídos espúrios e melhorando a qualidade dos sinais transmitidos.

Geetha et al. (2009) revisaram diversos materiais e métodos aplicados no processamento de materiais voltados para proteção contra a poluição eletromagnética, uma vez que essa vem apresentando índices cada vez mais elevados devido ao aumento do uso de aparelhos eletrônicos em diversos setores. Especificamente para fibras de carbono metalizadas com níquel os autores revisaram diversos processos de deposição da camada de metal níquel e respectivos valores de proteção eletromagnética quando combinados com diversas matrizes poliméricas, dentre estas ABS, PC, Polipirrol e outras. A partir desse estudo são evidenciadas vantagens na utilização dos materiais FC/Ni, como por exemplo, garantir propriedades de reforço estrutural devido às fibras de carbono e propriedades condutivas devido à camada de metal níquel (GEETHA *et al.*, 2009).

A capacidade de proteção contra interferências eletromagnéticas de fibras de carbono (FC) metalizadas com níquel, juntamente com matriz termoplástica de ABS foi investigada por Tzeng & Chang (2000). Em seu estudo os autores empregaram o método de caracterização eletromagnética por linha coaxial de transmissão conforme ASTM ES-7-83. Nesse trabalho, a camada de níquel foi depositada nas fibras de carbono a partir de dois métodos distintos: o primeiro consiste de um banho alcalino na presença de sulfato de níquel e sem uso de corrente elétrica externa (em inglês - *electroless*); o segundo é conhecido como técnica de cimentação, bastante utilizado em indústrias de metalurgia e basicamente consistindo em reações de simples troca onde íons de metais mais nobres são deslocados por outro metal mais reativo em banhos de sais. Os autores concluíram que os materiais compósitos formados pela combinação de fibras de carbono metalizadas com níquel pelo método de banho alcalino e matriz termoplástica ABS apresentaram os melhores resultados de proteção contra interferência eletromagnética, com atenuações de -30 dB para frequências entre 30 e 1000 MHz, sendo tal resultado atribuído à adequada adesão entre matriz e fibras metalizadas obtida a partir deste processo, além da melhor distribuição de fibras atingida neste material, garantindo maior condutividade e conseqüentemente melhor proteção eletromagnética (TZENG & CHANG, 2000).

Fan et al. (2007) realizou a combinação de fibras de carbono e flocos de grafite (FG) metalizados com níquel sem uso de corrente elétrica externa. Inicialmente as FC passaram pela remoção da camada de *sizing* com o uso de acetona. Em uma segunda etapa tanto as FC como os FG foram submetidos a ataque em ácido nítrico durante 4 horas visando um aumento da adesão superficial da camada de níquel com as FC e FG. Posteriormente, tanto as FC como os FG passaram por processo de vibração ultrassônica, tratamento em solução de 20 g/L de SnCl_2 e 40 ml/L HCl e ativação em solução de 0,25 g/L de PdCl_2 e 2,5 ml/L de HCl, ambos com duração de 75 min. Na sequência, tanto as FC como os FG foram tratados por 20 min em banho alcalino com pH igual a 9,0 e constituído por 40 g/L de $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 20 g/L de $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 100 g/L de $\text{NaC}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e 50 g/L de NH_4Cl a uma temperatura de 70 °C. As placas de teste para absorção das micro-ondas foram preparadas a partir da mistura em proporções específicas de FC e FG metalizados com níquel, além de FG sem metalização com metal níquel em solução de etanol e fenol-formaldeído, e pintados sobre superfície metálica, com espessura média de 2 mm do material absorvedor. Os materiais chegaram a apresentar absorções superiores a -14 dB para frequências próximas a 18 GHz (FAN *et al.*, 2007).

Materiais compósitos híbridos absorvedores de ondas eletromagnéticas foram obtidos por meio da combinação de resina epóxi com nanofibras de carbono (NFC) metalizadas com camadas de Ni-Fe, a partir de técnica sem o uso de corrente elétrica externa e com espessura de camada Ni-Fe entre 200 e 300 nm. Os compósitos NFC-Ni-Fe e resina epóxi contendo 40% em massa de NFC apresentaram absorção de 10 dB para a faixa de frequências entre 8,3 e 12,0 GHz, com espessura final de 2,40 mm (PARK *et al.*, 2011).

2.1.1. Estruturas absorvedoras de ondas eletromagnéticas (RAS)

A compreensão e a minimização da interferência de sinais eletromagnéticos espúrios têm sido uma constante e importante preocupação tanto para o setor civil como para o militar. Assim, um foco cada vez maior tem sido dado aos materiais compósitos, mais particularmente nas estruturas absorvedoras de ondas eletromagnéticas (RAS). Materiais poliméricos reforçados são conhecidos por sua combinação de baixo peso

com elevada resistência mecânica, mas as suas características eletromagnéticas podem também ser importantes (OH *et al.*, 2004; ZHANG *et al.*, 2015). A técnica furtiva para a redução da detecção de aeronaves e navios envolve duas metodologias distintas. A primeira consiste, na otimização da seção reta radar (RCS) do alvo, por meio de ajustes na geometria do alvo, de modo que a onda eletromagnética incidente seja espalhada, porém não em direção à fonte de detecção, caracterizando uma área refletora mínima (KNOTT, 1993; PARK *et al.*, 2006; YOUSSEF, 1989). A outra forma é a aplicação de materiais e estruturas absorvedoras de ondas eletromagnéticas, o que também resulta em diminuição da reflexão (COSTA *et al.*, 2010; JUNG *et al.*, 2006; PARK *et al.*, 2006).

Atualmente, mais que atuar na redução da RCS do alvo por alterações em sua geometria, diversos pesquisadores vem se preocupando com o desenvolvimento de novos materiais absorvedores de radiação eletromagnética e esforços ainda maiores vem sendo conduzidos na investigação das RAS, principalmente aquelas constituídas por compósitos poliméricos utilizando fibras como reforço (BOTELHO *et al.*, 2006; De ROSA *et al.*, 2008; MAZUR, 2008; PARK *et al.*, 2006; PITKETHLY, 1992; XU *et al.*, 2007).

Estruturas absorvedoras de micro-ondas são principalmente formadas por fibras contínuas como reforço e materiais que promovam a perda de energia proveniente da onda eletromagnética, impedindo/diminuindo, consequente a reflexão da mesma. Para tanto são adicionados materiais como matriz, além de substratos na forma de cargas dispersas ou multicamadas, que promovem a dissipação da energia eletromagnética (LEE *et al.*, 2006). As propriedades de absorção e dissipação de energia pela estrutura podem ser ajustadas a partir da variação do conteúdo de carga, volume de camadas e posicionamento de camadas na estrutura.

A absorção e reflexão de uma RAS dependem de um número considerável de variáveis, dentre estas a frequência da onda eletromagnética, polarização, permissividade elétrica, permeabilidade magnética e espessura de cada material constituinte das multicamadas. Para lidar com essas variáveis e produzir uma RAS otimizada, deve-se buscar o projeto ideal da mesma, o que pode ser feito com a integração de modelos matemáticos no processo de obtenção e caracterização dos materiais constituintes de cada camada (CHUNG, 2001; LEE *et al.*, 2006; OH *et al.*, 2004; PERINI & COHEN, 1993; SHUI & CHUNG, 2000).

As RAS têm cada vez mais aplicação no setor de geração de energia eólica. Torres e rotores eólicos, devido à uma série de fatores, dentre estes a velocidade de rotação nas pontas das pás dos rotores, podem gerar falsos pontos em radares. Entretanto, este problema pode ser resolvido a partir da pesquisa e desenvolvimento de rotores eólicos furtivos e por meio do emprego das RAS (JANG, 2011; MATTHEWS *et al.*, 2007; RASHID & BROWN, 2011; RICHARDSON, 2014).

Jang et al (2011) desenvolveram estruturas absorvedoras para uso em rotores eólicos. As mesmas contavam com a repetição de células unitárias de padrão quadrático (em inglês – *Periodic patterns surface* – PPS) criadas no material base pelo método de impressão com máscara metálica. Como constituintes das RAS foram empregadas camadas de fibra de vidro combinadas a camadas de fibra de carbono laminadas manualmente e posteriormente submetidas a processo de moldagem por transferência de resina (em inglês – *Resin transfer molding* – RTM). As RAS apresentaram atenuação de ondas eletromagnéticas igual a -39,2 dB na frequência de 10 GHz e -10 dB de 7,9 a 12,7 GHz, representando redução de 99% da RCS para a frequência visada e mais de 80% para toda a banda X das micro-ondas (JANG, 2011).

Conforme Marsh (2010), cientistas da Coreia do Sul desenvolveram RAS de 3,5 mm de espessura processadas com a utilização de saco de vácuo e cura em autoclave, com tecidos *plain-weave* de fibras de vidro E-glass e fibras de carbono T300, dispostas em um padrão definido e, especificamente, produzido para o desenvolvimento de superfície seletiva de frequência (em inglês – *Frequency selective surface* – FSS). A matriz utilizada nas RAS foi a resina epóxi com adição de nanotubos de carbono para maximizar a dissipação de energia internamente nas RAS (JANG *et al.*, 2009; MARSH, 2010).

Também na Coreia do Sul, pesquisadores desenvolveram RAS utilizando pré-impregnados de fibra de vidro e resina epóxi e diferentes teores de negro de fumo como carga condutiva para a absorção de ondas eletromagnéticas na banda X (OH *et al.*, 2004). O material compósito utilizado na RAS foi preparado a partir da obtenção da mistura de resina epóxi e os diferentes teores de negro de fumo.

Muitos estudos descrevem a obtenção de RAS com a utilização de materiais absorvedores do tipo magnético, principalmente a partir do uso de materiais cerâmicos do tipo ferrita como centros absorvedores (KIM *et al.*, 2007; OH *et al.*, 2004), sendo

que muitos outros materiais promotores de perdas de energia por meio da interação com o campo magnético foram desenvolvidos com base nos conhecimentos obtidos com as ferritas, como, por exemplo, a manganita do tipo $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ (LI *et al.*, 2002) e hexaferrita $\text{Ca}(\text{CoTi})_x\text{Fe}_{12-2x}\text{O}_{19}$ (SINGH *et al.*, 1999).

As ferritas, apesar do uso em estruturas absorvedoras de radiação eletromagnética, apresentam como principal desvantagem, quando utilizadas em frequências mais elevadas as da banda X, a queda nas propriedades de absorção. Este demérito pode ser amenizado a partir de melhorias de sua composição microestrutural e combinação com outros materiais cerâmicos. Somado a isto, as ferritas ainda apresentam outro ponto negativo quando se pensa no peso da estrutura, em função de sua massa específica elevada (GIANNAKOPOULOU, 2002; OH *et al.*, 2004; SINGH *et al.*, 1999).

Considerando aplicações aeronáuticas, espaciais e para geradores de energia eólica, as pesquisas envolvendo materiais absorvedores dielétricos, ou seja, aqueles que promovem perdas de energia em função da sua interação com o campo elétrico da onda, tornam-se bastante importantes para o avanço das RAS. Para esta aplicação, atualmente, vem se destacando a utilização de materiais como nanotubos de carbono, véus de fibras de carbono metalizadas com níquel, polímeros condutores, dentre outros (CHUNG, 2001; DAS *et al.*, 2000; GIBSON, 2010; MATOS 2011; OH *et al.*, 2004; SILVA, 2011).

Estruturas absorvedoras multicamadas constituídas de reforços de carbono podem ser utilizadas para absorção de micro-ondas na banda X, ao invés de materiais condutores puramente metálicos, para tanto se deve submeter o reforço de fibra de carbono a processos de metalização. Propriedades de absorção podem ser melhoradas a partir da combinação do reforço tecido de fibras de carbono metalizadas com matriz polimérica de elevada resistividade, como compósitos poliméricos reforçados com fibras de vidro, aliando assim condutividade de um material com propriedades dielétricas do outro (MARSH, 2010; SAVILLE, 2004).

De Rosa (2010), desenvolveu RAS de espessura reduzida e com banda larga de atenuação de ondas eletromagnéticas. Os resultados mostraram que a adição de nanotubos de carbono pode levar a melhorias das propriedades eletromagnéticas dos compósitos constituídos por camadas de fibras de carbono curtas e metalizadas com

níquel, atingindo espessuras abaixo de 2 mm. A partir deste estudo foram obtidas atenuações de até -10 dB para frequências entre 8 e 18 GHz (De ROSA *et al.*, 2010).

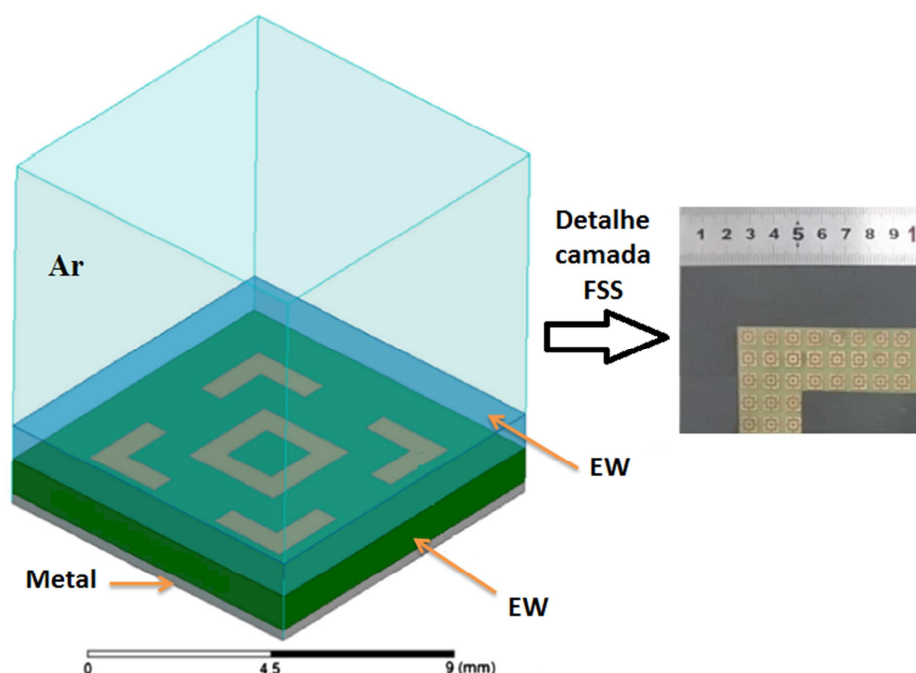
Usualmente, materiais compósitos contendo partículas metálicas como níquel, zinco e outras atuando como centros absorvedores promovem a perda de energia da onda eletromagnética, com bons resultados de atenuação das micro-ondas. Porém novos materiais como os nanotubos de carbono, nanofibras de carbono e outros materiais carbonosos, também vem sendo constantemente utilizados permitindo melhorias na interação onda-matéria e ainda assim mantendo massas específicas reduzidas. Li et al (2012), desenvolveram RAS pelo uso de fibras porosas de carbono, poros com diâmetros entre 0,1 e 3 μm , e nanofibras de carbono com 100 nm de diâmetro. Os materiais anteriormente apresentados foram combinados separadamente com matrizes de blenda polimérica poliacrilonitrila/polimetilmetacrilato (PAN/PMMA) nas proporções de 70/30 e 30/70 em porcentagem em massa. Os resultados mostraram que as RAS produzidas com fibras de carbono porosas apresentaram melhores propriedades eletromagnéticas que as estruturas produzidas com nanofibras de carbono. As RAS contendo 6% em massa de fibras porosas atingiram atenuação de -31 dB em 9,7 GHz; enquanto que as RAS desenvolvidas com nanofibras de carbono atingiram em torno de -12 dB em 10,7 GHz (LI *et al.*, 2012).

Lee et al. (2006), desenvolveram RAS com matriz de resina epóxi, tecido plano (*plain weave*) de fibras de vidro e nanotubos de carbono. As observações micro-estruturais e medidas de permissividade, permitiram concluir que o tecido utilizado pode ser empregado para a obtenção de RAS, garantindo perdas dielétricas e atenuação das micro-ondas na banda X, sendo os resultados de atenuação banda larga igual a -10 dB para toda a banda X e pico de atenuação de -20 dB entre 9,1 e 10,1 GHz.

As superfícies seletivas de frequências (em inglês – *frequency selective surface* – FSS) aliadas ao emprego de materiais estruturais reforçados permite a obtenção de estruturas absorvedoras de ondas eletromagnéticas. Xu et al. (2016) desenvolveram RAS com espessura de 1,7 mm e capacidade de atenuação banda larga de -10 dB para frequências entre 3,9 e 18 GHz, cobrindo frequências das bandas C, X e Ku das micro-ondas. As RAS foram desenvolvidas em três camadas, sendo duas camadas externas de elastômero à base de silicone e uma camada de FSS intermediária. As duas camadas externas são constituídas por matriz de silicone e pó de ferrocarbonila EW produzido

pela empresa BASF, sendo a primeira camada formada por 29,6% de silicone (em massa), 70,0% de EW e o restante de agentes de vulcanização. A terceira camada, mais ao fundo, é composta de EW e silicone na proporção em massa de 63,0% e 36,4%, respectivamente. A primeira camada possui ferrocarbonila esférica com diâmetros entre 1 e 8 μm e revestida com SiO_2 , o que propicia casamento de impedância com o ar. Ambas as camadas foram vulcanizadas a 170 °C por 8 min. A camada intermediária de FSS não magnética foi constituída de quadrados duplos concêntricos com quatro lacunas no meio de cada um dos lados do quadrado mais externo, a Figura 2 representa a RAS obtida (XU *et al.*, 2016).

Figura 2 – RAS de compósito silicone, pó de ferrocarbonila e camada intermediária de FSS, com absorção banda larga e espessura reduzida. Detalhe da camada FSS do lado direito.



Fonte: Adaptado de XU *et al.*, 2016

Materiais compósitos multifuncionais estruturais e absorvedores de ondas eletromagnéticas com constituição multicamadas são foco de pesquisas recentes e atuais na academia e na indústria. Segundo Qin & Brosseau (2012) a necessidade de absorvedores de micro-ondas está em constante crescimento, tanto nas aplicações de redução de assinaturas de radar na área militar como, por exemplo, na redução de

interferências eletromagnéticas entre componentes e circuitos para setores civis. Qualquer que seja a aplicação para a qual o material absorvedor é destinado, espessura e peso reduzidos, além de faixas otimizadas de frequências atenuadas são questões importantes. Neste sentido, materiais multicamadas podem ser de grande avanço e eficácia (QIN & BROSSEAU, 2012).

As propriedades de absorção de ondas eletromagnéticas na faixa de frequências de 4 a 12 GHz foram também avaliadas por Kim et al. (2007), a partir do uso de analisador vetorial de redes (AVR). Neste estudo, o material compósito multicamada foi obtido a partir da combinação de uma camada absorvedora com uma camada refletiva. A camada absorvedora foi obtida a partir da mistura de ferrita Ni-Zn, mais especificamente $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,6}\text{Fe}_2\text{O}_4$, e resina epóxi na proporção de 1:1 em massa, aproximadamente 20% em volume de ferrita. Por sua vez, a camada refletora foi constituída de compósito de resina epóxi bisfenol A e tecido de fibras de carbono tipo 8-HS, sendo o conteúdo de fibra de 60% em massa. Medidas de permeabilidade complexa (μ_r' e μ_r'') e permissividade complexa (ϵ_r' e ϵ_r'') foram realizadas para cada uma das camadas em separado, sendo que a camada de ferrita-epóxi apresentou μ_r' praticamente constante em 1,0 para toda a faixa analisada e μ_r'' com valores de 0,63 em 4 GHz e 0 para frequência de 12 GHz, ou seja, com μ_r'' sofrendo diminuição conforme a frequência aumenta. Para ϵ_r' e ϵ_r'' foram encontrados os respectivos valores de 4.6 e 0.3 para toda a faixa de frequências (KIM et al., 2007).

Além dos resultados apresentados anteriormente os autores avaliaram o caráter refletor do material multicamada a partir da medição da perda de reflexão (em inglês – *reflection loss*) das ondas incidentes, tanto para uma camada de ferrita-epóxi combinada com placa metálica na face contrária a face de incidência da onda eletromagnética, bem como para uma camada de ferrita-epóxi combinada com uma camada de compósito FC-epóxi. Os valores passam de -20 dB no primeiro caso, para -40 dB quando uma camada de ferrita-epóxi é combinada com uma camada do compósito de FC-epóxi, constituindo assim o material multicamadas absorvedor (KIM et al., 2007). A melhoria no desempenho absorvedor do material multicamada deve-se a impedância intrínseca distinta de zero das fibras de carbono e sua condutividade superficial, que alteram o modo de propagação das ondas eletromagnéticas da dupla camada (KIM et al., 2007; QIN & BROSSEAU, 2012; SHEN et al., 2007).

Ainda sobre materiais absorvedores multicamadas, Shen, Xu & Li (2005) utilizaram a técnica sol-gel para a produção de ferritas $\text{BaCo}_2\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$ e $\text{Ba}_{0,7}\text{La}_{0,3}\text{Co}_2\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$, nesta técnica quantidades estequiométricas dos sais $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ foram diluídos em água destilada e posteriormente quantidade estequiométrica de ácido cítrico foi adicionada. O pH da solução obtida foi ajustado até 6,0 por meio da adição de amônia, na sequência passou por evaporação em temperatura de 80 °C por 3 horas e finalmente foi realizada a calcinação em 1250 °C por 4 horas. No mesmo trabalho os autores prepararam compósitos de fibras de carbono curtas de 3 mm de comprimento e resina epóxi como matriz, com teor de fibras igual a 0,2% em massa. Os parâmetros eletromagnéticos complexos dos materiais foram medidos e sua reflexão foi calculada a partir da teoria das linhas de transmissão para a faixa de frequências de 12,4 a 18 GHz. Os resultados mostraram que as ferritas dopadas com lantânio apresentaram melhores propriedades absorvedoras que as ferritas não dopadas. Com base no último resultado foram preparados materiais multicamadas, com distintas espessuras, a partir da combinação de camadas de ferritas dopadas com lantânio e camadas de compósitos de fibras de carbono curtas e resina epóxi. Os materiais multicamadas tiveram seu caráter refletor avaliado e especificamente para o material formado por uma camada de ferrita com 0,5 mm combinada a uma camada de material compósito de 1,5 mm de espessura, foram atingidos valores de absorção superiores a -10 dB para toda a faixa de frequências de 12,8 a 18 GHz e com pico de absorção de -18,6 dB na frequência de 16 GHz (SHEN *et al.*, 2006).

São encontrados muitos trabalhos na literatura voltados ao desenvolvimento de materiais compósitos e estruturas multicamadas tendo como participantes matrizes poliméricas e materiais carbonosos, incluindo as fibras de carbono principalmente devido à sua elevada resistência específica, além de outros como nanofibras e nanotubos de carbono, grafite, fulereno, grafeno e outras variedades alotrópicas do carbono (JACOB, 2008; QIN & BROSSEAU, 2012; SAVILLE, 2004; SERKOV & RADISHEVSKII, 2008). Existe também o crescente interesse no uso de materiais compósitos multicamadas com fibras de carbono e outros materiais carbonosos combinando propriedades mecânicas com a capacidade de reduzir a interferência em radares e os níveis de radiação espúria a partir de sua propriedade de absorção das

micro-ondas (JACOB, 2008; LEDERER, 1986; QIN & BROSSEAU, 2012; SAVILLE, 2004; SAVILLE; 2005; SERKOV & RADISHEVSKII, 2008; VINOY & JHA; 1996). Porém, compósitos poliméricos reforçados com fibras de carbono em concentrações superiores a 60% em volume, são materiais quase perfeitamente refletores, principalmente devido a elevada condutividade das fibras de carbono, com valores aproximados de 10^{-5} a $10^{-6} \Omega.m$ para frequências da faixa das micro-ondas (KIM *et al.*, 2007; QIN & BROSSEAU, 2012; SHEN *et al.*, 2007).

Com base na informação anterior, muitos trabalhos foram desenvolvidos para a aplicação dos materiais carbonosos, juntamente com matrizes poliméricas, como compósitos multicamadas efetivos na proteção contra a interferência eletromagnética, sendo que essa aplicação tem como base a elevada condutividade, consequentemente caráter refletor e características intrínsecas que tendem a afastar as propriedades do material das ideais para a absorção das micro-ondas (AL-SALEH & SUNDARARAJ, 2009; HUNG & MO, 2002; HUANG *et al.*, 2004; JACOB, 2008; QIN & BROSSEAU, 2012; TZENG & CHANG, 2000).

Porém, se o material é intrinsecamente inaplicável como absorvedor das micro-ondas, pode-se transformá-lo por meio de técnicas adequadas, atuando sobre a geometria do material, sua dispersão e seu conteúdo, seja em massa ou volume, além de entender e modificar sua interface quando combinado com outros materiais (QIN & BROSSEAU, 2012; SAVILLE, 2004; SAVILLE; 2005). A partir de recentes avanços em nanopolímeros, resultados estimulantes tem demonstrado que polímeros com adição de materiais carbonosos podem apresentar propriedades únicas, como excelente absorção de ondas eletromagnéticas, combinada a elevada resistência específica e durabilidade, condutividade elétrica, resistência a chamas, baixo peso, além de outras quando submetidos às técnicas adequadas (CHEN *et al.*, 2011).

Nesse sentido, podem ser produzidos compósitos multicamadas absorvedores de ondas eletromagnéticas a partir de modelamentos numéricos em meios adequados, tais como os descritos pela teoria das linhas de transmissão (OH *et al.*, 2004; SHEN *et al.*, 2006; VINOY & JHA, 1996; YAN *et al.*, 2010), teoria das estruturas heterogêneas dielétricas (em inglês – *dielectric heterostructures theory*), dentro da última categoria encontram-se estudos complementares, analíticos e semi-empíricos, como as leis de mistura e abordagens do meio material, onde se trabalha a dependência da

permissividade complexa conforme se altera o conteúdo de partículas e cargas aditivas nos materiais (BROSSEAU & BEROUAL, 2003; BROSSEAU, 2006; SAHIMI, 2003; MILTON, 2002). A análise efetiva do meio material (em inglês – *effective medium analysis* – EMA) é amplamente conhecida por ser uma formulação alternativa como ferramenta para cálculos em dielétricos e compreensão das leis fenomenológicas de mistura para absorvedores de comprimento de ondas elevados (BROSSEAU, 2006; BROSSEAU & BEROUAL, 2003; SAHIMI, 2003; TORQUATO, 2001). Técnicas de modelamentos computacionais tem permitido lidar diretamente com experimentos intrinsecamente necessários para a otimização de materiais absorvedores, incluindo materiais multicamadas (MEJDOUBI & BROSSEAU, 2006; MYROSHNYCHENKO & BROSSEAU, 2005; SARENI, 1996; SARENI, 1997).

Deve-se salientar que em termos de multicamadas existem também os materiais desenvolvidos por meio de deposição de camadas metálicas sobre fibras de carbono, sendo as camadas depositadas de maneira sobreposta, compondo assim materiais multicamadas fibra a fibra. Nesse sentido Zeng et al. (2010), reportou que compósitos CuO/Co/FC foram desenvolvidos por oxidação térmica, sendo que primeiramente as FC receberam uma camada de Co a partir de uma técnica que utilizou solução aquosa de sulfato de cobalto sem o uso de corrente elétrica, e a partir desta uma segunda camada composta de Cu foi depositada sobre a primeira, constituindo o compósito Cu/Co/FC e posteriormente os compósitos CuO/Co/FC foram sintetizados pelo processo de *annealing*, no qual o material foi aquecido até 400 °C e mantido nesta temperatura por 4 horas para posteriormente ser resfriado e tornar-se um material consistente e com estado energético reduzido. A máxima absorção das micro-ondas foi superior a 99,9% para frequências de 10.8 GHz e espessura final do compósito igual a 2 mm (ZENG et al., 2010).

Ainda sobre estruturas multicamadas absorvedoras de micro-ondas, uma estrutura *sandwich* foi desenvolvida por Park et al. (2006). Nessa RAS os autores combinaram 3 camadas distintas. A primeira camada foi constituída de pré-impregnado de fibras de vidro e resina epóxi com adição de cargas para indução das perdas dielétricas, como negro de fumo e nanotubos de carbono com paredes múltiplas, sendo esta a região de incidência da onda eletromagnética. Os materiais citados anteriormente foram submetidos à cinética de cura em autoclave a 80 °C por 30 min e 130 °C por 90

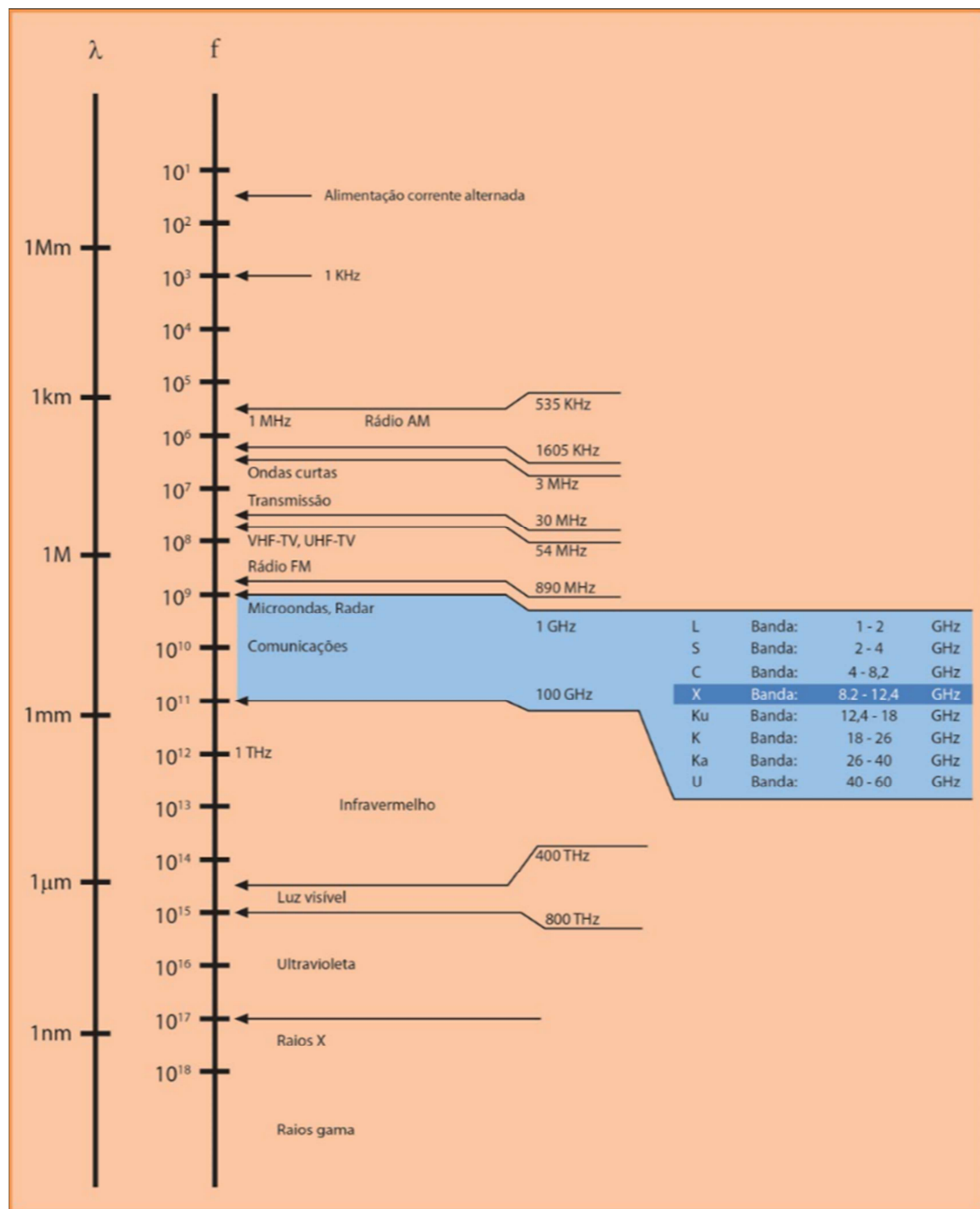
min, sendo a pressão aplicada de 3 atm. A segunda camada foi constituída de espuma de poliuretano com adição de nanotubos de carbono de paredes múltiplas. Para essa segunda camada os teores em massa foram de 79% de polioli, 0,2% de catalisador, 20,8% de nanotubos de carbono de paredes múltiplas e agentes formadores de bolhas, sendo a espessura final dessa camada igual a 10 mm. Finalmente uma camada de pré-impregnado de fibras de carbono e resina epóxi foi adicionada ao material compósito multicamadas, sendo essa aplicada como camada refletora e a última a sofrer incidência das microondas. A estrutura final com 3 camadas foi processada em autoclave utilizando-se de dois ciclos, sendo o primeiro de 30 min a 80 °C e pressão de 1,2 atm e o segundo de 2 horas a 130 °C e pressão de 7 atm. Como resultado foi atingida absorção de -10 dB para a faixa das microondas de 8,2 a 12,4 GHz (PARK *et al.*, 2006).

Deve-se salientar que relativamente poucos trabalhos são encontrados publicados na literatura nacional e internacional sobre estruturas multicamadas compostas por fibras de carbono, níquel e resina epóxi, empregando a técnica de superfície seletiva de frequência e absorvedoras de micro-ondas na faixa de 8,2 a 12,4 GHz. Neste sentido este estudo vem para colaborar com mais esta gama de RAS, sendo composta especificamente pelos materiais mencionados anteriormente, tratados pelas técnicas adequadas e combinados de maneira lógica para favorecer a atenuação das micro-ondas.

2.2. Espectro das ondas eletromagnéticas e as micro-ondas

As ondas eletromagnéticas transportam energia entre pontos distintos do espaço. A energia eletromagnética pode ser categorizada por meio de sua frequência e de seu comprimento de onda em um intervalo amplo de frequências, que varia desde baixas frequências como as ondas de rádio, até frequências elevadas e de alto poder penetrante como a radiação gama (raios γ) associada, por exemplo, aos raios cósmicos e materiais radioativos. Esta faixa de distribuição que contempla todas as frequências das ondas eletromagnéticas, até onde os experimentos permitiram avaliar as frequências nos dias de hoje, é denominada de espectro eletromagnético. A Figura 3 relaciona cada tipo de radiação eletromagnética com suas respectivas frequências e comprimentos de ondas.

Figura 3 – Relação para comprimento de onda e frequência do espectro eletromagnético, correlacionando com aplicações.



Fonte: Adaptado de KARMEL *et al.*, 2004.

Conforme apresentado por Karmel et al. (1998), o comprimento da onda eletromagnética pode ser obtido pela divisão da velocidade da luz no espaço livre, $c \sim 3 \times 10^8$ m/s, pela sua frequência de onda, ou seja, matematicamente tem-se a Equação 1:

$$c = \lambda \cdot f \quad (1)$$

As micro-ondas estão localizadas no espectro eletromagnético na região de frequências acima das ondas de Rádio e TV, e abaixo da faixa de frequências do infravermelho, sendo assim as micro-ondas possuem frequências de 1 a 100 GHz, região destacada na Figura 3. Considerando a Equação 1 as micro-ondas têm seus limites de especificação entre 0,3 m (1 GHz) e 0,003 m (100 GHz). A quantidade de informação que pode ser transmitida em um determinado período tempo é diretamente proporcional à frequência da onda eletromagnética. Diversos circuitos em uma elevada gama de aplicações possuem dimensões na mesma ordem de grandeza que o comprimento das micro-ondas, o que permite a utilização das micro-ondas nas mais distintas aplicações para sistemas de comunicação, radares de aplicações comercial e militar, aparelhos de uso médico, fornos de aquecimento e secagem, dentre outras (KARMEL *et al.*, 1998).

Inseridas na banda das micro-ondas, as frequências podem ser subdivididas também conforme apresentado na Figura 3. Especificamente para este trabalho foi utilizada a banda X de frequências das micro-ondas, sendo assim as análises dos parâmetros eletromagnéticos foram consideradas para as frequências entre 8,2 e 12,4 GHz.

2.3. Materiais e meios eletromagnéticos

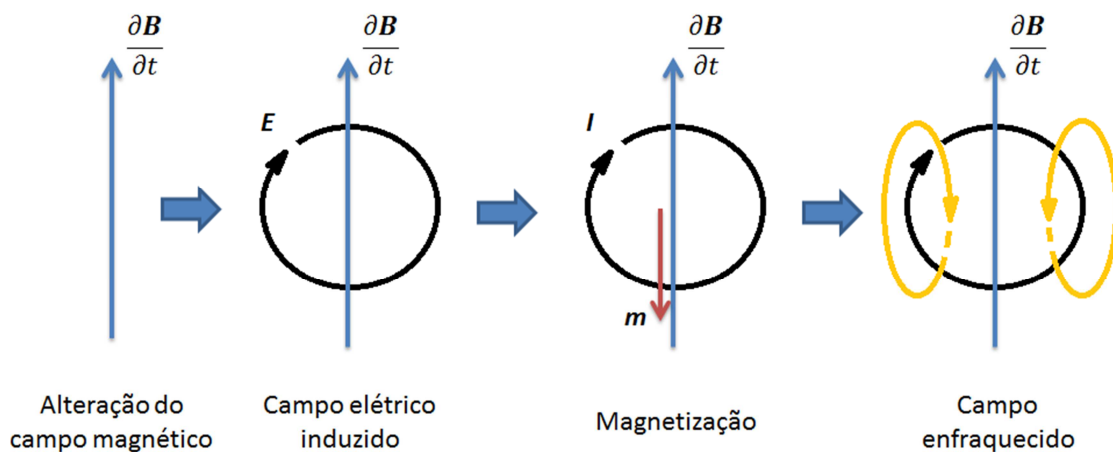
Na ciência dos materiais, os meios eletromagnéticos podem ser estudados em escala microscópica ou macroscópica, ou seja, em termos de suas distintas estruturas a nível atômico, escala esta que determina as propriedades macroscópicas, incluindo as eletromagnéticas.

Segundo Chen *et al.* (2004), em escala microscópica os materiais com propriedades elétricas podem ser classificados em isolantes, semicondutores ou condutores. A transição de um material entre as classificações anteriores, por exemplo, de semicondutor para condutor depende, principalmente, do gap de energia (do inglês *band gap*) ou banda proibida, que está relacionada à quantidade de energia ou excitação que um elétron que se encontra na camada de valência do átomo, ou banda de valência, deve absorver para realizar a transição para a banda de condução elétrica.

Estudos diversos comprovam que a estrutura dos materiais afeta as propriedades elétricas. Odom et al. (1998) comprovaram em seu estudo publicado na revista científica *Nature*, por meio da técnica de microscopia de tunelamento de elétrons (MET) e medições referentes a estrutura atômica e propriedades elétricas, que a estrutura de nanotubos de carbono de parede simples (em inglês – *single wall carbon nanotubes* – SWCNT), mais especificamente seu diâmetro e helicidade, influenciam consideravelmente nas propriedades elétricas e térmicas do material.

Ainda, os materiais podem ser classificados quanto às suas propriedades magnéticas em diamagnéticos, paramagnéticos e ferromagnéticos. A classificação do material em uma das categorias magnéticas mencionadas depende da resposta dos momentos magnéticos de seus átomos, ou seja, dos elétrons orbitando no núcleo e da rotação (*spin*) dos elétrons em torno de seu próprio eixo (CHEN *et al.*, 2004). Segundo Lehner (2010), um material diamagnético pode ser classificado como aquele que, quando não está sob a influência de um campo magnético externo, não possui dipolo magnético intrínseco, porém quando na presença de um campo magnético externo uma voltagem é induzida, de acordo com a Lei da Indução de Faraday (Equação A1.3, Anexo 1), e como efeito o meio é magnetizado. Em concordância com a Lei de Lenz utilizada para explicar a Equação A1.7, como consequência da Lei de Indução o campo magnético induzido $\vec{B}$ se opõe ao campo magnético externo $\vec{H}$. A Figura 4 representa tal efeito.

Figura 4 – Relação entre campo magnético induzido e campo magnético externo aplicado pela Lei de Lenz.



Fonte: Adaptado de LEHNER, 2010.

Nos materiais paramagnéticos as moléculas possuem dipolo magnético intrínseco, mesmo sem a aplicação de um campo magnético externo. Porém, devido à sua desorganização e direções aleatórias, existem cancelamentos de resultantes e não ocorre magnetização. Com a aplicação de um campo magnético externo $\vec{H}$ existe susceptibilidade de alinhamento de cada dipolo do material paralelamente ao campo externo, levando à magnetização do meio. Nos materiais ferromagnéticos, devido ao *spin* dos elétrons, pode ocorrer o alinhamento dos momentos magnéticos em ordem de grandeza muito superior à dos materiais paramagnéticos. Uma vez que, a magnetização nestes materiais ocorre devido à aplicação de campos elétricos externos e também devido ao alinhamento intrínseco de seus dipolos magnéticos previamente à aplicação do campo externo, dando importância para estes meios no campo dos materiais de engenharia para aplicações eletroeletrônicas (LEHNER, 2010).

Como avaliado e publicado por Chen et al. (2004), deve-se observar que para materiais com dipolos magnéticos ordenados, existe uma temperatura limite acima da qual o material passa a se comportar como paramagnético, conhecida como Temperatura Curie (T_c), que para o Níquel, por exemplo, é de 358 °C.

2.4. Propagação das ondas eletromagnéticas em meios específicos

A forma como uma onda eletromagnética se propaga em certo meio material depende de uma série de interações complexas e avançadas que são dependentes da onda em si, ou seja, do comprimento e da frequência da onda incidente no meio, que, por sua vez são definidas pela fonte emissora, além das características do meio receptor da onda eletromagnética, sendo tais meios ou materiais incluídos em uma das grandes classes discutidas no item 2.3 deste trabalho, incluindo também materiais com características elétricas e magnéticas combinadas (FOLGUERAS, 2005; HALLIDAY *et al.*, 2004; KARMELO *et al.*, 1998).

Como detalhado no Anexo 1 desta dissertação, uma onda eletromagnética no espaço livre, meio que possui constantes dielétrica (ϵ_0) e magnética (μ_0) conforme apresentado na Tabela 18 no mesmo anexo, possui uma velocidade de propagação característica e igual à velocidade da luz. Para certo meio com propriedades homogêneas e isotrópicas, no qual o comportamento da onda é o mesmo,

independentemente da direção de sua propagação, a constante dielétrica, também conhecida como permissividade elétrica (ϵ) e a constante magnética, definida como permeabilidade magnética (μ), assumem valores intrínsecos ao material (FOLGUERAS, 2005; KARMELO *et al.*, 1998; LIAO, 1990).

Tanto a Lei de Faraday quanto a Lei de Ampère, apresentadas respectivamente nas Equações A1.3 e A1.9 do Anexo 1, atendem às equações de Maxwell para o eletromagnetismo se forem utilizadas algumas relações constitutivas para o meio material linear e isotrópico. Tais relações constitutivas são apresentadas na Tabela 01 (COLLIN, 2001; KARMELO *et al.*, 1998; PORT, 2011).

Tabela 1 – Relações constitutivas para meios de propagação isotrópica.

Propriedade	Relação Generalizada	Unidade SI
Permeabilidade magnética (μ)	$\vec{B} = \mu \vec{H} = \mu_0 \mu_r \vec{H}$	H/m
Permissividade elétrica (ϵ)	$\vec{D} = \epsilon \vec{E} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E}$	F/m
Condutividade (σ)	$\vec{J} = \sigma \vec{E}$	S/m

Fonte: Produção do próprio autor.

Onde $\vec{B}$ é a indução magnética, $\vec{D}$ é a densidade de fluxo elétrico e $\vec{J}$ é o vetor densidade de corrente elétrica.

Como apresentado por Karmel et al. (1998), Liao (1990) e Lima (2005), com base nas Equações A1.7 e A1.13, desenvolvimentos matemáticos levam às Equações 2 e 3 apresentadas a seguir.

$$v = \frac{1}{\sqrt{\mu\epsilon}} \quad (2)$$

$$\eta = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \quad (3)$$

A Equação 2, apresentada de maneira similar a Equação A1.15 para a velocidade de propagação da onda eletromagnética no espaço livre, permite a determinação da velocidade da onda eletromagnética (v) em um meio com permeabilidade e permissividade intrínsecas ao material (μ , ϵ). Por sua vez, a Equação 3 apresenta a impedância intrínseca (η) de um material específico, sendo que esta grandeza quantifica a resistência oferecida à propagação da onda eletromagnética no meio em questão e é única e exclusivamente dependente das propriedades

eletromagnéticas constitutivas do material, ou seja, permeabilidade, permissividade e condutividade, conforme descritas na Tabela 1 (FOLGUERAS, 2005; KARMEL *et al.*, 1998; PORT, 2011; RIBEIRO, 2008; THOSTENSON & CHOU, 1999). Tanto a amplitude quanto as fases dos campos elétrico e magnético da onda passam por alterações dependendo do meio no qual a onda se propaga.

Para as ondas eletromagnéticas transversais (TEM), aquelas nas quais ambos os campos são perpendiculares à direção de propagação, a impedância intrínseca da onda (Z) e a impedância intrínseca do meio (η) são iguais (FOLGUERAS, 2005; LIAO, 1990; THOSTENSON & CHOU, 1999). Quando o meio no qual a onda eletromagnética se propaga é o espaço livre, considerando-se os valores de ϵ_0 e μ_0 da Tabela 18, a impedância de onda Z_0 assume o valor de $376,73\Omega$.

2.4.1. Linhas de transmissão e guia de ondas para micro-ondas

Ondas eletromagnéticas podem ser guiadas para propagação em linhas de transmissão, mais especificamente em guias de ondas. Linhas de transmissão (LT) são frequentemente utilizadas no campo das telecomunicações e cada vez mais seu uso é necessário para a transmissão de energia e potência, permitindo a comunicação de voz, vídeo e dados. Cabe dizer que uma frequência de 1 GHz (10^9 Hz) corresponde a 10^9 bit/s de transmissão de dados (KARMEL *et al.*, 1998).

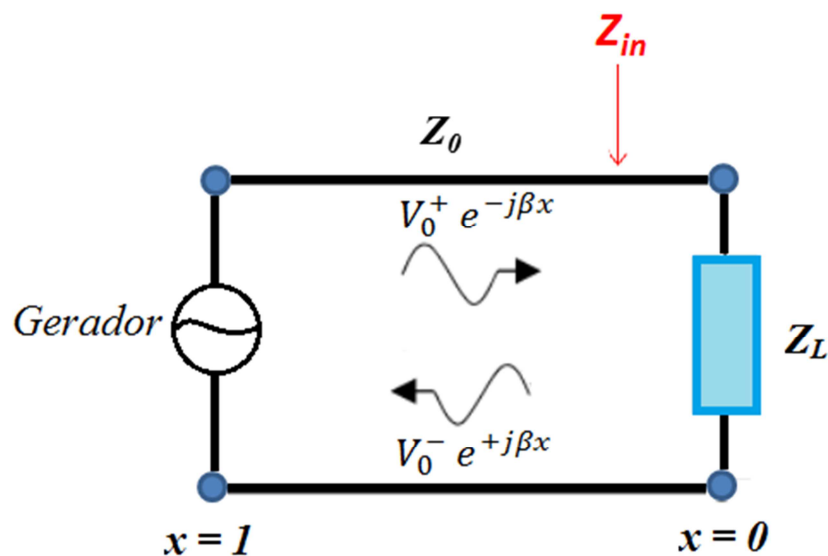
Seja por exemplo o espectro eletromagnético, considerando a maior frequência da faixa de micro-ondas, 100 GHz (10^{11} Hz), o comprimento de onda relacionado a tal frequência é de 0,3 cm, sendo assim, qualquer circuito com comprimento acima de 3 mm deve ser tratado como uma LT. As LT podem ser avaliadas e compreendidas tomando-se como ponto de partida voltagem, corrente elétrica e impedância, combinadas na Teoria das Linhas de Transmissão (LIAO, 1990; PORT, 2011). Além disso, tanto transmissão quanto à reflexão das ondas eletromagnéticas, seja no espaço livre ou em outros meios, pode ser modelada em guias de ondas, que são por sua vez tratados como LT (KARMEL *et al.*, 1998).

Guias de ondas permitem que campos elétricos e magnéticos sejam guiados desde uma fonte até uma carga, sendo que a carga é exatamente o material escopo deste trabalho. Logo, com base na Teoria das Linhas de Transmissão, que como mencionado

anteriormente, é fundamentada nas teorias de campos eletromagnéticos e circuitos elétricos, pode-se entender como a carga ou material absorvedor de radiação eletromagnética está atenuando a onda incidente (PORT, 2011). A compilação dos dados e informações de atenuação e reflexão da onda eletromagnética por certo material leva à compreensão necessária, porém não suficiente, para a elaboração e projeto de uma RAS.

Para permitir um completo entendimento do tema aqui abordado a Figura 5 apresenta esquematicamente a aparelhagem que atualmente vem sendo utilizada em diversos trabalhos. A partir desta figura observa-se uma LT, guia de ondas (Z_0), realizando a conexão entre um analisador vetorial de redes (gerador) e a carga (Z_L), representativa do material escopo deste estudo. Neste processo, uma onda eletromagnética característica, com comprimento e frequência, previamente definidos e propagando-se em um guia de ondas com impedância de onda Z_0 igual à impedância do meio de propagação inicial (η_0), impedância esta característica do aparelho, no caso deste trabalho $50\ \Omega$, incide na carga com ϵ e μ próprios a este novo meio de propagação, determinando, assim, uma nova impedância de onda Z_L e igual à impedância intrínseca do material (η_L).

Figura 5 - Propagação de uma onda eletromagnética em uma linha de transmissão (Z_0) e incidente em um meio material (Z_L).



Fonte: Produção do próprio autor.

Considerando-se o trecho da LT (guia de ondas) de $x = 1$ até $x = 0$ no qual se encontra o material de estudo, a equação matemática representativa da onda de tensão pode ser considerada como:

$$V(x) = V^+(x) + V^-(x) \quad (4)$$

Onde $V^+(x)$ representa a tensão de onda incidente e $V^-(x)$ representa a tensão de onda refletida na carga. A mesma equação pode ser reescrita como:

$$V(x) = V_0^+ e^{-j\beta x} + V_0^- e^{+j\beta x} \quad (5)$$

Onde V_0^+ e V_0^- representam as amplitudes de tensão para as ondas incidente e refletida, respectivamente. Nesta equação, a direção de propagação da onda é representada por x e a constante de fase em radianos por metro é representada por β .

A equação para a corrente de onda em qualquer posição (x) da LT é apresentada como:

$$I(x) = I^+(x) - I^-(x) \quad (6)$$

Analogamente ao apresentado anteriormente para a tensão de onda, $I^+(x)$ representa a corrente de onda incidente na carga e $I^-(x)$ a corrente de onda refletida. Reescrevendo a equação conforme demonstrações de Liao (1990), Port (2011) e Karmel et al (1998), tem-se que:

$$I(x) = \frac{V_0^+}{Z_0} e^{-j\beta x} - \frac{V_0^-}{Z_0} e^{+j\beta x} \quad (7)$$

Conforme apresentado por Liao (1990), assim como para os campos magnéticos e elétricos descritos no Anexo 1, tanto a voltagem quanto a corrente de linha são funções tanto da posição (x) quanto do tempo (t) e tal relação fica evidenciada nas equações a seguir, nas quais tensão e corrente instantâneas da linha são reescritas em função do tempo:

$$v(x, t) = \text{Re } V(x) e^{j\omega t} \quad (8)$$

$$i(x, t) = \text{Re } I(x) e^{j\omega t} \quad (9)$$

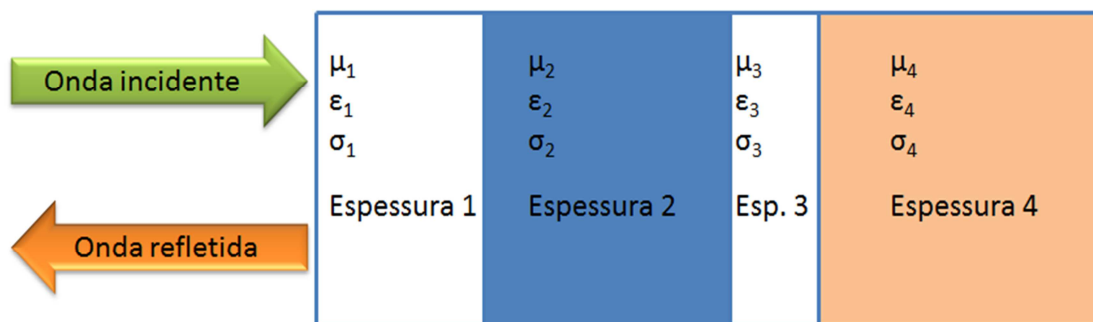
Com as grandezas tensão e corrente de uma linha de transmissão definidas, sendo que uma LT pode ser tratada como circuito elétrico o que é representado na Figura 5, pode-se definir a impedância de entrada (Z_{in}) em qualquer ponto da LT, a Equação 10 apresenta a expressão matemática (CHEN *et al.*, 2004; LIAO, 1990; PORT, 2011):

$$Z_{in}(x) = \frac{V(x)}{I(x)} \quad (10)$$

Desta forma, como apresentado na Figura 5, uma onda eletromagnética do tipo TEM propagando-se em um meio com impedância de linha definida como Z_0 terá sua impedância igual à impedância do meio. A impedância do meio pode ser obtida a partir da Equação 10 e conforme características intrínsecas do guia de ondas e analisador vetorial de redes. Ao incidir em uma carga com impedância característica do material escopo de estudo (Z_L), com novos valores de μ e ϵ , a velocidade de propagação da onda é alterada e ocorre nova resistência para a propagação da onda no novo material, caso Z_L seja distinta de Z_0 .

Entretanto, as equações apresentadas até o momento consideravam meios homogêneos e isotrópicos, para os quais a velocidade de propagação da onda eletromagnética ocorre de maneira igual em qualquer direção, porém em se tratando de materiais multicamadas distintas a compreensão das interações onda-matéria se torna extremamente complexa e trabalhosa ao nível microscópico, como pode ser observado na Figura 6.

Figura 6 – Incidência e reflexão de uma onda eletromagnética em um material multicamadas, cada qual com sua permissividade elétrica (ϵ), permeabilidade (μ), condutividade (σ) e espessura (d) características.



Fonte: Adaptado de FOLGUERAS, 2005.

Outra consideração que deve ser apresentada é que variações nas equações de ondas eletromagnéticas propagando-se em guias de ondas podem surgir devido à constituição física destes guias, por exemplo, existem guias retangulares, guias de placas paralelas, circulares, dentre outros. Como será apresentado em detalhes no **Capítulo 3 Materiais e Métodos**, para este trabalho foi utilizado guia de ondas e porta-amostra retangular, que também implicam em algumas variações nas características de

propagação da onda e respectivas equações de Maxwell. Finalmente podem ser criadas variações das equações das ondas eletromagnéticas caso os guias de ondas sejam dielétricos ou metálicos (CARVALHO, 2005; CHEN *et al.*, 2004; COLLIN, 2001; KARMELO *et al.*, 1998; LEHNER, 2010; LIAO, 1990).

2.5. Coeficiente de reflexão (Γ) e coeficiente de transmissão (T)

O coeficiente de reflexão (Γ) para uma onda eletromagnética pode ser considerado como sendo a razão entre a tensão de onda refletida e a tensão de onda incidente na carga (MEDLEY, 1993) e pode ser expresso pela Equação 11:

$$\Gamma = \frac{V_0^-}{V_0^+} = \frac{Z_L - Z_0}{Z_L + Z_0} \quad (11)$$

O coeficiente de reflexão pode assumir valores em módulo entre 0 e 1, pois caso a LT esteja aberta, ou seja, simulando um circuito aberto com Z_L tendendo ao infinito ($Z_L = \infty$) o valor do coeficiente de reflexão será +1, no caso da linha de transmissão estar em curto ($Z_L = 0$) o coeficiente de reflexão será -1, e finalmente quando a linha está casada ($Z_L = Z_0$) Γ assume valor nulo. Para o último caso, no qual $\Gamma = 0$, a onda incidente no material ou carga, irá encontrar uma impedância do material igual à impedância do meio no qual ela anteriormente propagava-se, desta forma não será oferecida nova resistência à propagação da onda e a mesma poderá penetrar no material, significando a não existência de onda refletida (CHEN *et al.*, 2004; COLLIN, 2001; KARMELO *et al.*, 1998; PORT, 2011).

Desconsiderando a energia dissipada durante a interação onda eletromagnética e material, a potência incidente somada à potência refletida e a parcela de energia absorvida no material resultam na potencia total envolvida no fenômeno interação onda-matéria. A Equação 12 expressa tal relação (LIAO, 1990):

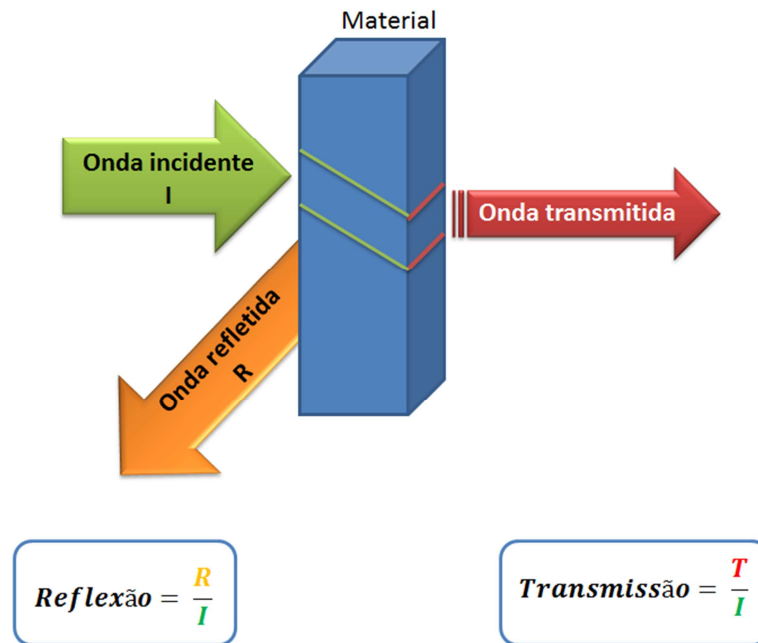
$$1 - \Gamma^2 = \frac{Z_0}{Z_L} T^2 \quad (12)$$

Onde T representa o coeficiente de transmissão. Conforme Liao (1990), o coeficiente de transmissão é definido como:

$$T = \frac{\text{voltagem ou corrente transmitida}}{\text{voltagem ou corrente incidente}} \quad (13)$$

A Figura 7 apresenta um esquema envolvendo a incidência, a reflexão e a transmissão de uma onda eletromagnética em um determinado material.

Figura 7 – Representação da incidência, reflexão e transmissão de uma onda eletromagnética em um determinado material.

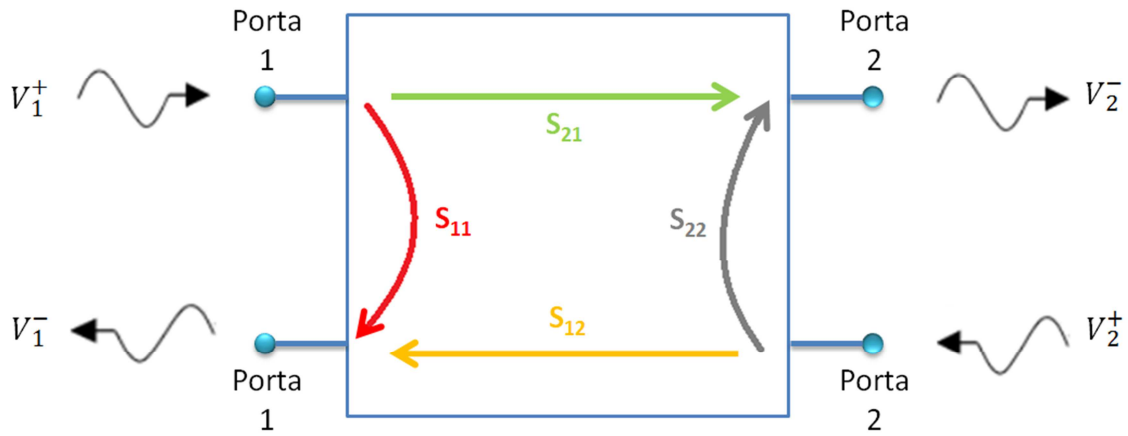


Fonte: Produção do próprio autor.

2.6. Parâmetros de espalhamento (S)

Os parâmetros S relacionam valores de reflexão e transmissão de ondas eletromagnéticas de frequências conhecidas ao incidir um material específico. O comportamento de uma rede pode ser completamente caracterizado por meio de seus parâmetros S, sendo que tais parâmetros geralmente são utilizados para entender o comportamento de ondas eletromagnéticas em redes multiportas, especialmente para ondas de alta frequência (KARMEL *et al.*, 1998; MEDLEY, 1993). A Figura 8 apresenta uma rede com duas portas.

Figura 8 – Representação de um analisador vetorial de redes com duas portas e respectivos parâmetros S.



Fonte: Produção do próprio autor.

A partir da Figura 8, considerando ativas as portas 1 e 2 do analisador, de acordo com os trabalhos de Liao (1990), Karmel et al (1998), Collin, (2001), Chen et al (2004), tem-se que:

$$S_{11} = \frac{\text{potência refletida na porta 1}}{\text{potência incidente da porta 1}} = \left. \frac{V_1^-}{V_1^+} \right|_{V_2^+ = 0} \quad (14)$$

$$S_{12} = \frac{\text{potência transmitida na porta 1}}{\text{potência incidente da porta 2}} = \left. \frac{V_1^-}{V_2^+} \right|_{V_1^+ = 0} \quad (15)$$

$$S_{21} = \frac{\text{potência transmitida na porta 2}}{\text{potência incidente da porta 1}} = \left. \frac{V_2^-}{V_1^+} \right|_{V_2^+ = 0} \quad (16)$$

$$S_{22} = \frac{\text{potência refletida na porta 2}}{\text{potência incidente da porta 2}} = \left. \frac{V_2^-}{V_2^+} \right|_{V_1^+ = 0} \quad (17)$$

A partir da correlação das Equações 14, 15, 16 e 17, os parâmetros de espalhamento podem ser matricialmente representados pela Equação 18, como se segue:

$$\begin{pmatrix} V_1^- \\ V_2^- \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} V_1^+ \\ V_2^+ \end{pmatrix} \quad (18)$$

Seja por exemplo o caso de um material específico apresentar S_{11} tendendo a um valor muito elevado e negativo ($-\infty$), isso significaria que todo o sinal gerado na porta 1 é atenuado no material ou transmitido por completo através do material, não retornando para a porta originadora da onda eletromagnética, ou seja, nenhuma parcela da onda incidente no material é refletida, $\Gamma = 0$. Ainda na situação anterior, caso a parcela de onda recebida na porta 2 seja igual ou muito próxima do valor emitido na porta 1, a atenuação de onda estaria próxima de 0 dB, representando um parâmetro $S_{21} = 0$ dB, o que poderia significar um material de baixa refletividade e elevada transparência à onda eletromagnética de frequência definida e lançada desde a porta 1 para a porta 2.

2.7. Atenuação (dB), atenuação (%) e refletividade (dB)

Com base nos parâmetros S apresentados anteriormente, podem ser definidas as perdas por retorno (RL) e as perdas por inserção (IL) de um sistema. Segundo Karmel et al (1998), para um sistema perfeitamente casado, ou seja, aquele no qual o coeficiente de reflexão (Γ) na porta é nulo, a perda de retorno será infinita. Entretanto, no caso extremo contrário, se a porta estiver completamente descasada, impedâncias entre meios com grandes diferenças de valores, ocorrerá um circuito aberto ou curto-circuito e todo o sinal retornará para a porta de emissão da onda, resultando em perda por retorno nula (0 dB), conforme apresenta a Equação 19.

$$Perda\ por\ Retorno_{jj} = -20 \cdot \log \left| \frac{V_j^-}{V_j^+} \right| = -20 \cdot \log S_{jj} \quad (19)$$

Por sua vez a perda de inserção representa o quanto de sinal é atenuado durante a transmissão de uma porta (i) para a outra (j), ou seja, a quantidade de sinal atenuada ao atravessar uma carga ou material (Equação 20).

$$Perda\ por\ inserção_{ij} = -20 \cdot \log \left| \frac{V_i^-}{V_j^+} \right| = -20 \cdot \log S_{ij} \quad (20)$$

Para materiais absorvedores de ondas eletromagnéticas desejam-se valores elevados para o IL. A caracterização de materiais eletromagnéticos, como discutido

anteriormente, incluindo métodos que utilizam guia de ondas, deve passar pela determinação de parâmetros de refletividade e atenuação, como ilustram as Equações 21, 22, 23 e 24 (AHMED, 2000; FOLGUERAS, 2005; JOHNSON, 1980; KNOTT *et al.*, 1985; LEE, 1991; PAUL, 2006; NERI, 2001; NOHARA, 2003).

$$\text{Ganho ou perda sinal (dB)} = -10 \cdot \text{Log} \left(1 - \frac{\text{Atenuação \%}}{100} \right) \quad (21)$$

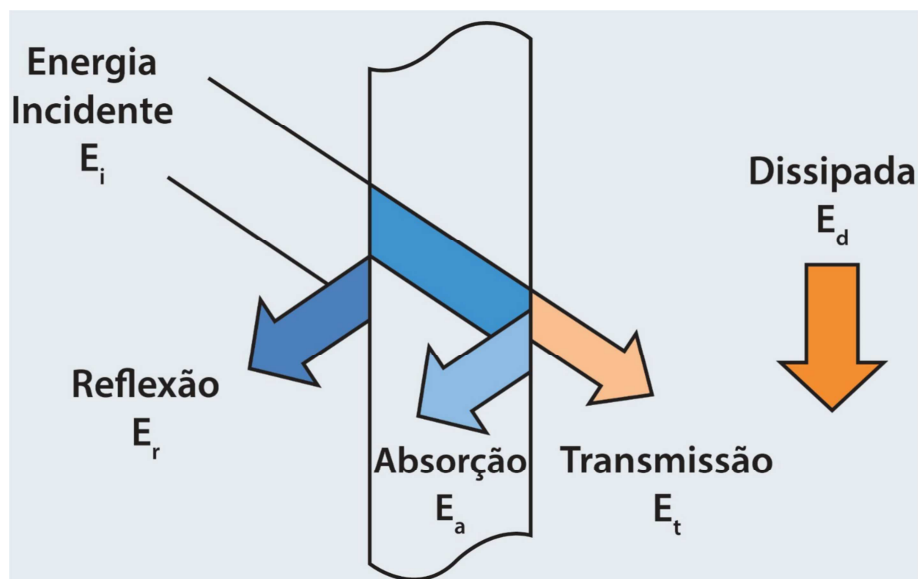
$$\text{Ganho ou perda de sinal (\%)} = 100 \cdot \left[1 - 10^{\left(\frac{-dB}{10} \right)} \right] \quad (22)$$

$$\text{Refletividade (dB)} = 10 \cdot \text{Log} \frac{E_r}{E_i} \quad (23)$$

$$E_i = E_r + E_t + E_a + E_d \quad (24)$$

Onde E_i , E_r , E_t , E_a e E_d são, respectivamente, as energias incidente, refletida, transmitida, absorvida e dissipada, ilustradas na Figura 9.

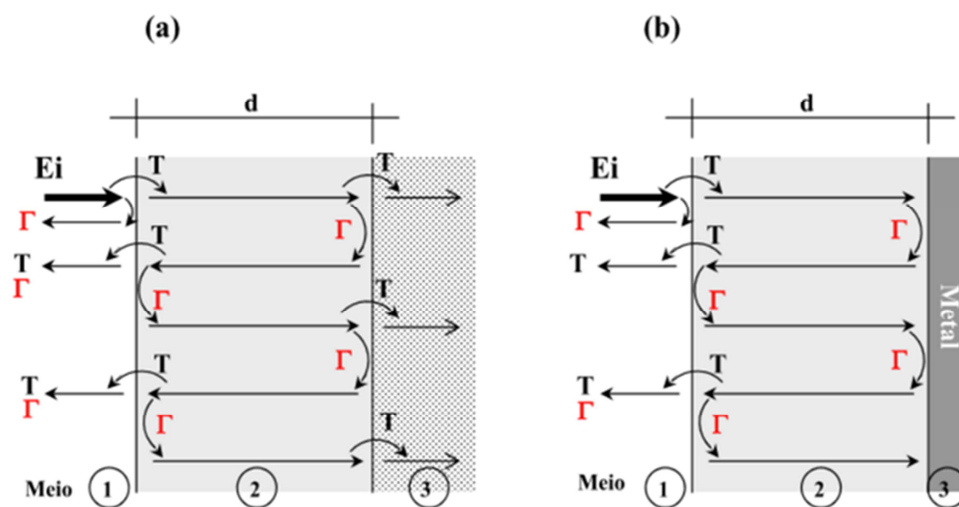
Figura 9 – Energias envolvidas durante a interação de uma onda eletromagnética e um material.



Fonte: Adaptado de FOLGUERAS 2005; NERI 2001 e NOHARA 2003.

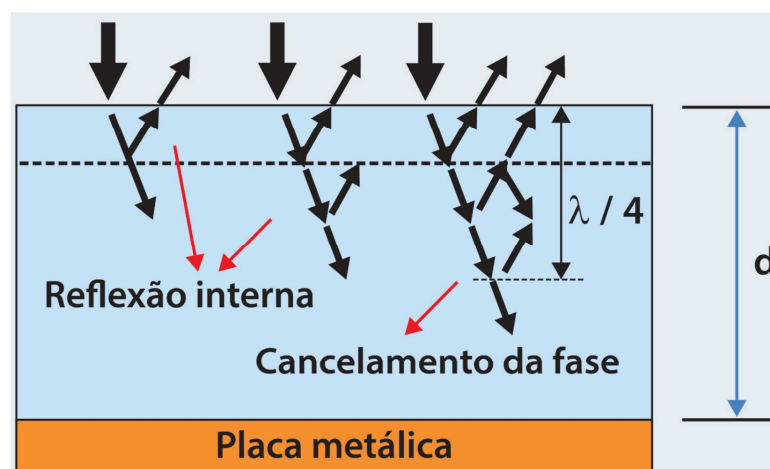
Para os estudos aqui apresentados a energia dissipada (E_d) é considerada nula, uma vez que o método de caracterização utilizado fornece medidas relativas a refletores perfeitos (NOHARA, 2003; FOLGUERAS, 2005). Em se tratando de um material multicamadas, com propriedades elétricas e magnéticas variando de camada para camada, podem ocorrer internamente no compósito múltiplos fenômenos de transmissão e reflexão, como ilustrado nas Figuras 10 e 11.

Figura 10 – Múltiplos fenômenos de reflexão e transmissão de uma onda eletromagnética e um material multicamadas: (a) sem e (b) com placa de metal.



Fonte: (FOLGUERAS, 2005).

Figura 11 – Representação do cancelamento de fase para ondas eletromagnéticas por meio de múltiplas reflexões.



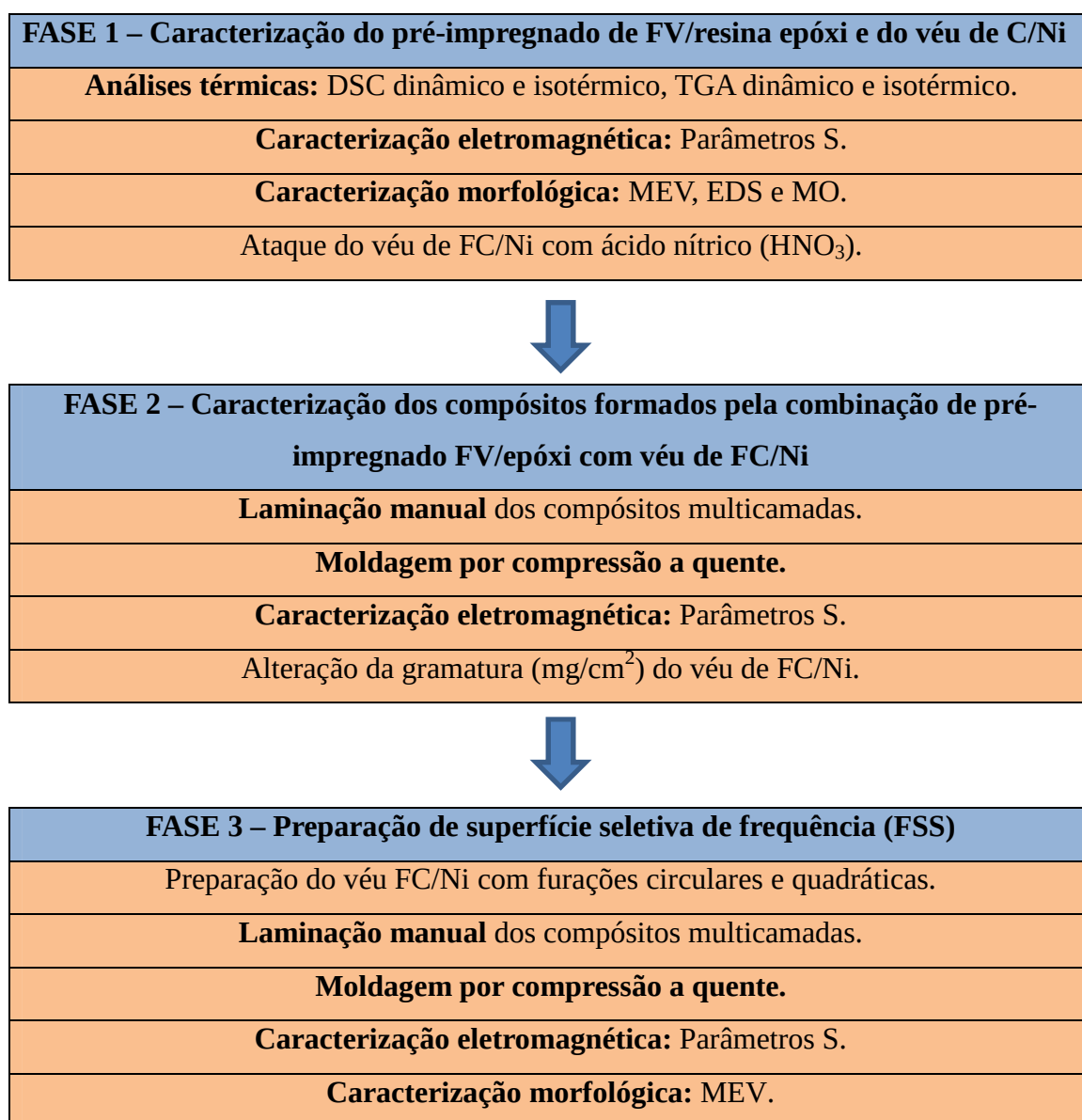
Fonte: Adaptado de FOLGUERAS, 2005.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo encontram-se apresentados os materiais, equipamentos e técnicas de caracterização utilizados, que permitiram o desenvolvimento deste trabalho de pesquisa. O presente estudo, como um todo, é constituído de três fases.

A Figura 12 apresenta o fluxograma abordando as principais atividades realizadas durante este projeto de pesquisa, as quais são detalhadas ao longo deste capítulo.

Figura 12 – Fluxograma geral do projeto e principais atividades realizadas.



Fonte: Produção do próprio autor.

Este estudo teve início com a caracterização dos parâmetros eletromagnéticos dos materiais isoladamente, o pré-impregnado de fibras de vidro/resina epóxi (FV/epóxi) e o véu de fibras de carbono metalizado com níquel (FC/Ni). A partir da compreensão das características intrínsecas de cada um desses componentes envolvidos neste trabalho, na fase dois deste projeto de pesquisa foram processados os materiais compósitos multicamadas, por meio de diferentes combinações entre o pré-impregnado e o véu FC/Ni. A principal intenção dessa fase do projeto foi adquirir maior compreensão do comportamento interativo onda-matéria, considerando-se ambos os materiais combinados, permitindo entender possíveis interações, impactos e potencialidades de um material no outro, quando incididos pela onda eletromagnética.

Durante a fase dois e ao longo do processo de laminação manual, para posterior processamento por moldagem por compressão a quente, foram intencionalmente variadas as quantidades e o posicionamento de camadas de pré-impregnado e do véu de FC exposto aos diferentes ataques ácidos. Essa combinação resultou em seis famílias de materiais compósitos, cujas características magnéticas foram avaliadas. Cada uma dessas seis famílias de compósitos foi combinada duas a duas e três a três, gerando novos grupos de materiais compósitos, também caracterizados na faixa de frequências entre 8,2 e 12,4 GHz.

Com base nos resultados obtidos nas medidas de refletividade e parâmetros S, na banda X, obtidos na fase um, para doze variedades do véu FC, obtidas a partir de doze distintos ataques ácidos, optou-se por alterar a gramatura do véu, com a intenção de avaliar a sua influência nas medidas de refletividade dos laminados. E, finalmente, estudou-se a possibilidade de se obter superfície seletiva de frequência (em inglês – *frequency selective surface* – FSS) pela inserção de figuras repetitivas no véu de FC, posteriormente utilizado na obtenção de laminados com o pré-impregnado de FV/epóxi.

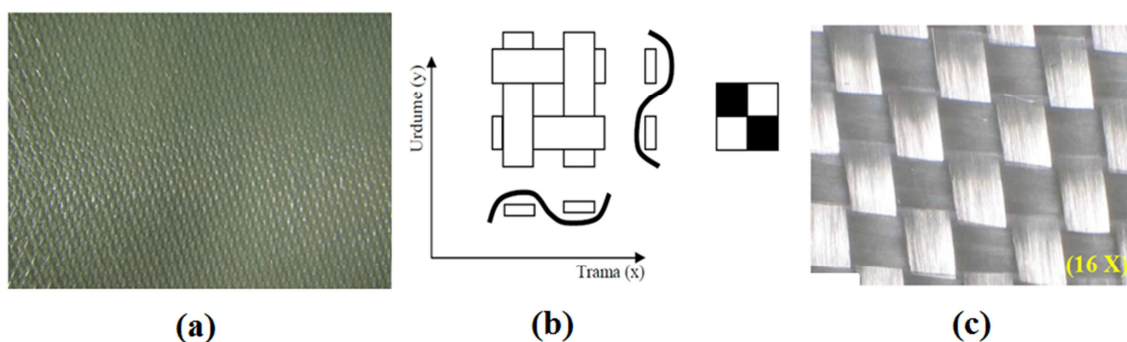
3.1. Materiais

A seguir são apresentados os principais materiais utilizados neste trabalho de pesquisa:

- Material pré-impregnado HexPly® F155 da Hexcel Company, de resina epóxi e tecido do tipo *plain weave* 1x1 de fibras de vidro, de cura a 121 °C. A designação

Hexcel® para o tecido de fibras de vidro utilizado nesse trabalho é 120-38"-F155, com gramatura de 115 g/m^2 e com 38% em volume de fibras na condição seca. A resistência a tração do tecido de fibras de vidro é 393 MPa, módulo de elasticidade de 20,7 GPa, resistência à compressão de 444 MPa e módulo de elasticidade em compressão de 20,7 GPa, todos medidos a 24 °C (HEXCEL, 2005). A Figura 13 apresenta detalhe do material pré-impregnado utilizado no presente estudo.

Figura 13 – (a) vista do pré-impregnado HexPly® F155 utilizado nesse trabalho, (b) representação esquemática da trama e urdume do tecido de fibras de vidro tipo *plain weave* 1x1, (c) tecido sem impregnação de resina.

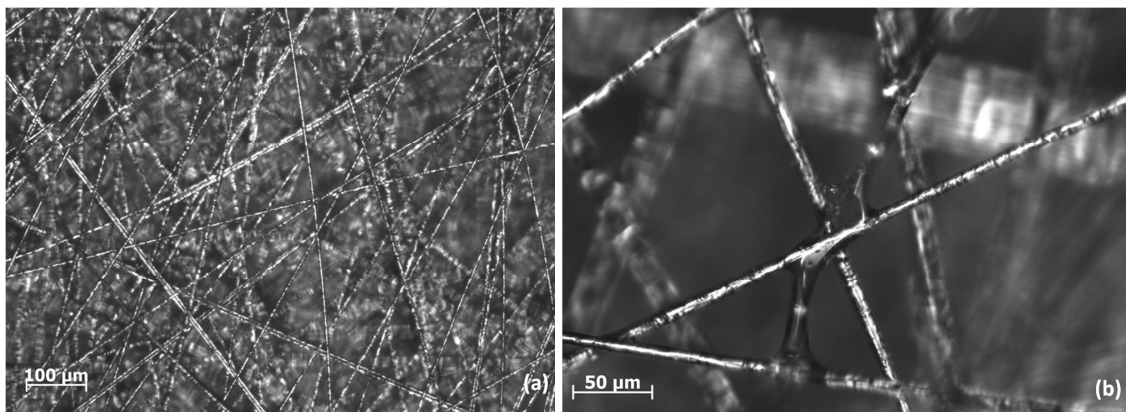


Fonte: Adaptado de FOLGUERAS, 2005.

A utilização neste estudo de tecido de fibras de vidro impregnado com resina epóxi deve-se ao fato desta classe de fibras apresentar-se transparente às micro-ondas, permitindo a transmissão da radiação através de sua microestrutura, sem perdas significativas da radiação por reflexão na primeira superfície do laminado.

- Vêu de fibras de carbono metalizado com níquel classe/grade 8000826, produzido pela Divisão Advanced Fiber Nonwovens (AFN®), da empresa Hollingsworth & Vose Company (HV®). Este vêu possui gramatura de $25,4 \text{ g/m}^2$, espessura igual a 0,18 mm, resistividade superficial de $0,25 \text{ DC } \Omega/\text{quadrado}$ e resistência à tração MD (em inglês – *machine direction*) e CD (em inglês – *cross direction*) iguais a 1,2 kN/m. O vêu é fornecido com as fibras de carbono aglutinadas por meio de camada de polímero poliéster (HV & AFN, 2016). Em caráter ilustrativo, a Figura 14 apresenta duas micrografias do vêu em questão.

Figura 14 – Véu de fibras de carbono metalizadas com níquel da HV & AFN®; (a) visão geral com 200x; (b) detalhe de região com aglutinante poliéster recoberto com níquel, 500x.



Fonte: Produção do próprio autor.

3.2. Tratamentos do véu de FC/Ni

O véu de FC utilizado neste estudo foi usado como fornecido, após tratamento ácido, após alteração de sua gramatura e após modificação da continuidade do véu pela inserção de figuras repetitivas e vazadas. Estes três últimos procedimentos são apresentados a seguir.

3.2.1. Tratamentos ácidos

Estudos preliminares, envolvendo a caracterização eletromagnética do véu de FC/Ni utilizado neste trabalho de pesquisa, mostraram a necessidade de um tratamento de sua superfície, de modo a alterar a sua refletividade. Para isto, foram realizados tratamentos ácidos deste material com soluções de ácido nítrico, para a remoção ou diminuição dos teores do metal níquel das camadas metalizadas de FC. Com este objetivo, uma solução de HNO_3 de concentração de 15,0 mol/L, massa molecular de 63,01 unidades de massa atômica e título em massa médio de 65%, foi inicialmente diluída com água deionizada, visando a obtenção de três concentrações distintas, conforme apresentado na Tabela 2. Durante o desenvolvimento desta etapa do trabalho, doze ataques ácidos distintos foram realizados no véu FC/Ni, partindo-se da

combinação das três concentrações molares obtidas por diluição e quatro diferentes tempos de ataque para cada nova concentração molar.

Tabela 2 – Condições dos ataques com ácido HNO_3 .

Concentração solução ácida (mol/L)	Tempos de ataque (min)
1,0	30, 45, 60 e 120
3,0	30, 45, 60 e 120
5,0	30, 45, 60 e 120

Fonte: Produção do próprio autor.

Os ataques ácidos seguiram as seguintes etapas:

- Limpeza e higienização das vidrarias de laboratório necessárias ao procedimento químico, para tanto foi realizado enxague com água corrente, lavagem com solução de detergente, enxague com $\text{H}_2\text{O}_{(l)}$ deionizada e secagem em estufa a $60\text{ }^\circ\text{C}$ por 30 min.
- Adição de $\text{H}_2\text{O}_{(l)}$ deionizada em erlenmeyer de 500 mL nos volumes necessários à diluição de cada solução ácida, conforme a concentração final desejada (a Tabela 3 apresenta a relação de volumes para cada concentração molar final de solução ácida).
- Medição e transferência por meio de pipeta de alíquota 10 mL de ácido HNO_3 com concentração inicial de 15,0 mol/L para erlenmeyer de 500 mL.
- Agitação para homogeneização das soluções ácidas.

Tabela 3 – Diluição e preparação das soluções com concentrações ácidas desejadas.

Concentração inicial (mol/L)	Volume inicial (mL)	Concentração final desejada (mol/L)	Volume final (mL)	Volume de H₂O_(l) deionizada (mL)
15,0	10	1,0	150	140
15,0	10	3,0	50	40
15,0	10	5,0	30	20

Fonte: Produção do próprio autor.

- (e) Inserção do véu de FC/Ni na condição original, nas dimensões de 7,0 cm x 7,0 cm, em cada uma das 12 soluções preparadas.
- (f) Ataque ácido nos tempos indicados na Tabela 2, para cada concentração, com agitação manual moderada a cada 5 min.
- (g) Após o ataque ácido, foi realizada a lavagem do véu em H₂O_(l) deionizada com agitação manual, sendo que esta etapa foi realizada em duplicata, com troca da H₂O_(l) deionizada entre cada lavagem.
- (h) Secagem do véu atacado em estufa a 60 °C, durante 270 minutos.

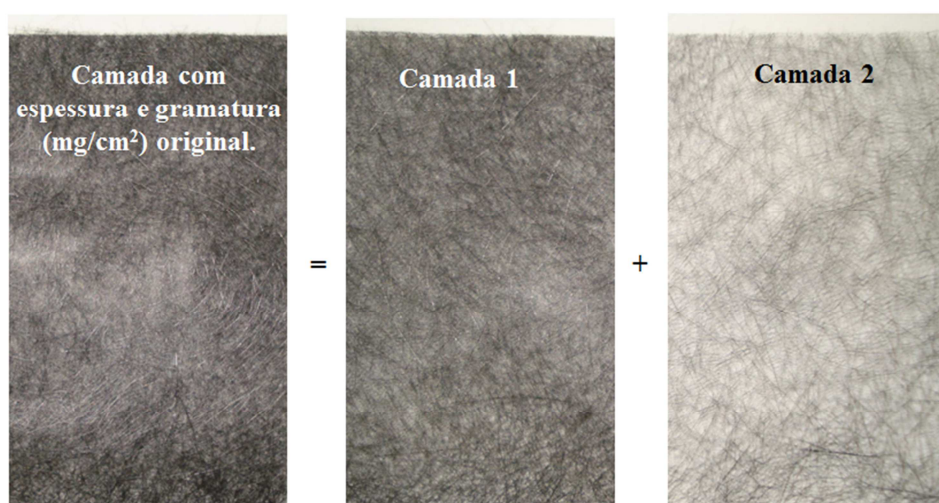
A confirmação da remoção de níquel foi realizada via mapeamento químico por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e novas caracterizações eletromagnéticas para cada uma das 12 variedades do véu FC/Ni resultantes dos tratamentos ácidos, com o intuito de selecionar as melhores condições de tratamento superficial das amostras.

3.2.2. Alteração da gramatura

Com base nos resultados da caracterização eletromagnética do véu de FC, após a remoção da camada de níquel por meio dos ataques ácidos, que revelaram refletividade menor que a inicial, porém ainda assim elevada, optou-se por alterar o caráter refletor do material por meio da alteração de sua gramatura (mg/cm²). Para isto, o véu de FC original e duas das variedades do véu após ataque em soluções ácidas,

foram cuidadosamente divididos manualmente com o uso de pinça, em camadas com espessuras inferiores a inicial (em torno de 0,18 mm). A técnica de alteração da gramatura do véu de FC contou também com a remoção individualizada de filamentos de fibras de carbono, também de maneira manual e assistida por pinça. O contínuo monitoramento dos parâmetros eletromagnéticos, parâmetros S, para cada nova gramatura, permitiu identificar a diminuição da refletividade do véu conforme se reduzia o teor de fibras de carbono. A Figura 15 apresenta, do lado esquerdo, o véu com gramatura original e do lado direito são apresentadas duas camadas com gramaturas alteradas após a divisão do véu de espessura original, sendo a camada 1 de maior gramatura que a camada 2.

Figura 15 – Véu de fibras de carbono após divisão em duas camadas de espessuras menores e consequentemente com gramatura (mg/cm^2) alterada.



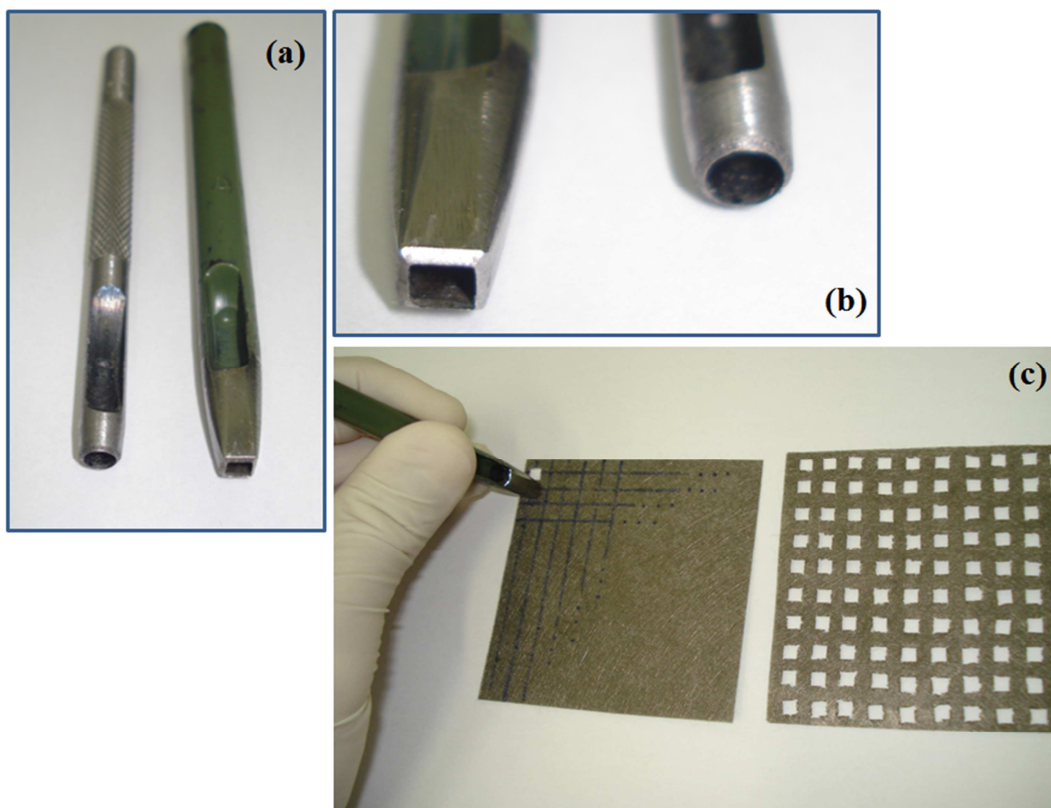
Fonte: Produção do próprio autor.

3.2.3. Inserção de figuras geométricas vazadas no véu de FC

A partir dos resultados obtidos após a alteração da gramatura (mg/cm^2) do véu de FC, por meio das técnicas mencionadas no item 3.2.2, que identificaram a queda no caráter refletor do véu por meio da remoção de FC, passou-se a realizar a inserção de figuras vazadas de geometrias circular e quadrática, com dimensões conhecidas e posicionadas em pontos pré-definidos no véu de FC. Nesta etapa, procurou-se produzir véus que se comportassem como superfícies seletivas de frequências (em inglês –

frequency selective surface – FSS). Para isto, primeiramente o véu foi cortado nas dimensões de 7,0 cm x 7,0 cm (dimensões do molde utilizado na moldagem por compressão a quente). E em seguida, este foi riscado conforme apresentado na Figura 16(c), para a demarcação do posicionamento das furações. Posteriormente, por meio do uso de ferramentas de corte, denominadas vazadores, com perfis circular e quadrático, conforme apresentados na Figura 16(a) e em detalhe na Figura 16(b), foram inseridas as figuras geométricas vazadas no véu de FC. Durante a etapa de furação dos véus, com furações circular e quadrática separadamente, foram utilizadas três camadas de 7,0 cm x 7,0 cm do véu de FC umas sobre as outras, e por meio da aplicação de pressão sobre o vazador foram realizadas as perfurações. Como resultado, foram produzidos três véus de FC com furações circulares e três com furações quadráticas.

Figura 16 – Técnica de inserção de figuras geométricas vazadas no véu de FC: (a) dispositivos de furação circular e quadrática; (b) detalhe da ponta cortante dos dispositivos de furação; (c) furação do véu com posições definidas e véu de FC perfurado.



Fonte: Produção do próprio autor.

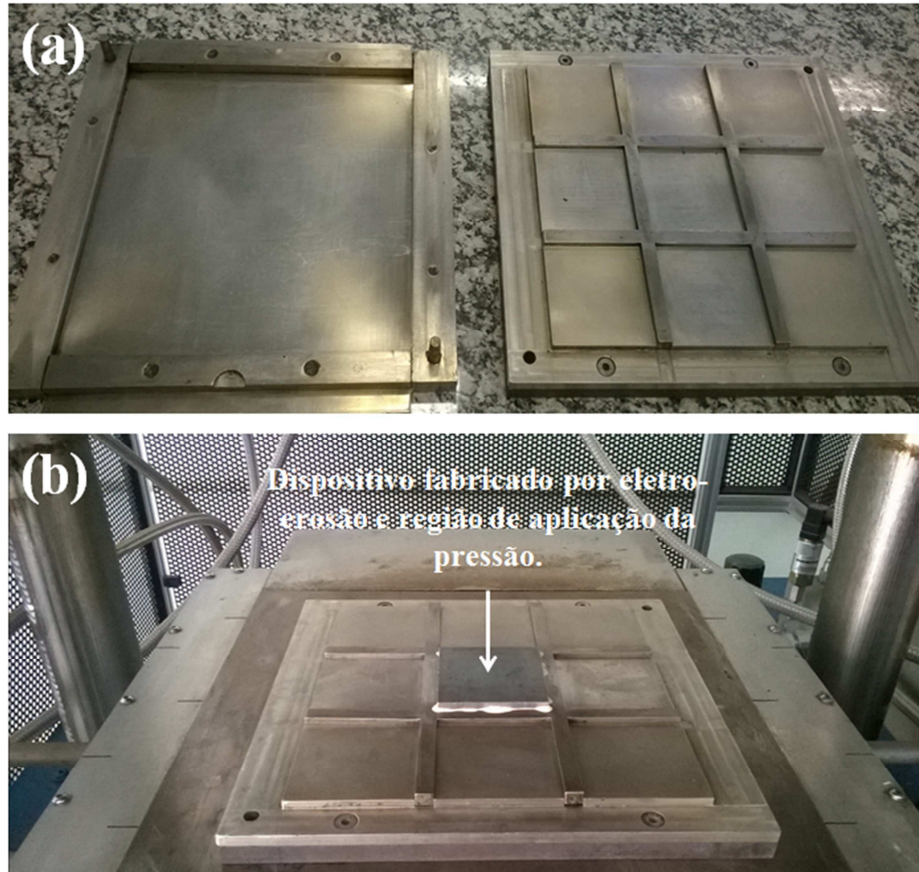
3.3. Processamento dos compósitos laminados

Durante esta etapa do trabalho, inicialmente, foi realizada a laminação manual envolvendo o pré-impregnado de fibras de vidro/resina epóxi e o véu de FC, na condição original, após ataques em soluções ácidas e após inserção de geometrias vazadas (FSS).

Os compósitos foram curados e produzidos via moldagem por compressão a quente em uma prensa da marca Carver, modelo CMV100H-15-X, série Monarch e disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP em Guaratinguetá, São Paulo. Os laminados de pré-impregnado de tecido de FV/resina epóxi ou combinações de pré-impregnados com véus de FC, foram submetidos à rampa de aquecimento com taxa de 7,64 °C/min até a temperatura de 115 °C, com isoterma de 100 min nesta mesma temperatura e seguido de resfriamento a ar e água. A pressão aplicada na prensa foi mantida em 0,64 MPa durante todo o processo, considerando-se a área de aplicação da força sobre o molde utilizado.

Utilizando-se deste procedimento foram produzidos compósitos com espessuras de 3 mm, sendo que espessuras menores foram possíveis por meio de dispositivo fabricado em aço austenítico, por eletro-erosão, especificamente para este trabalho e com medidas 6,970 cm x 6,968 cm. A Figura 17 apresenta o molde utilizado para este trabalho com detalhes das placas superior, inferior e dispositivo fabricado.

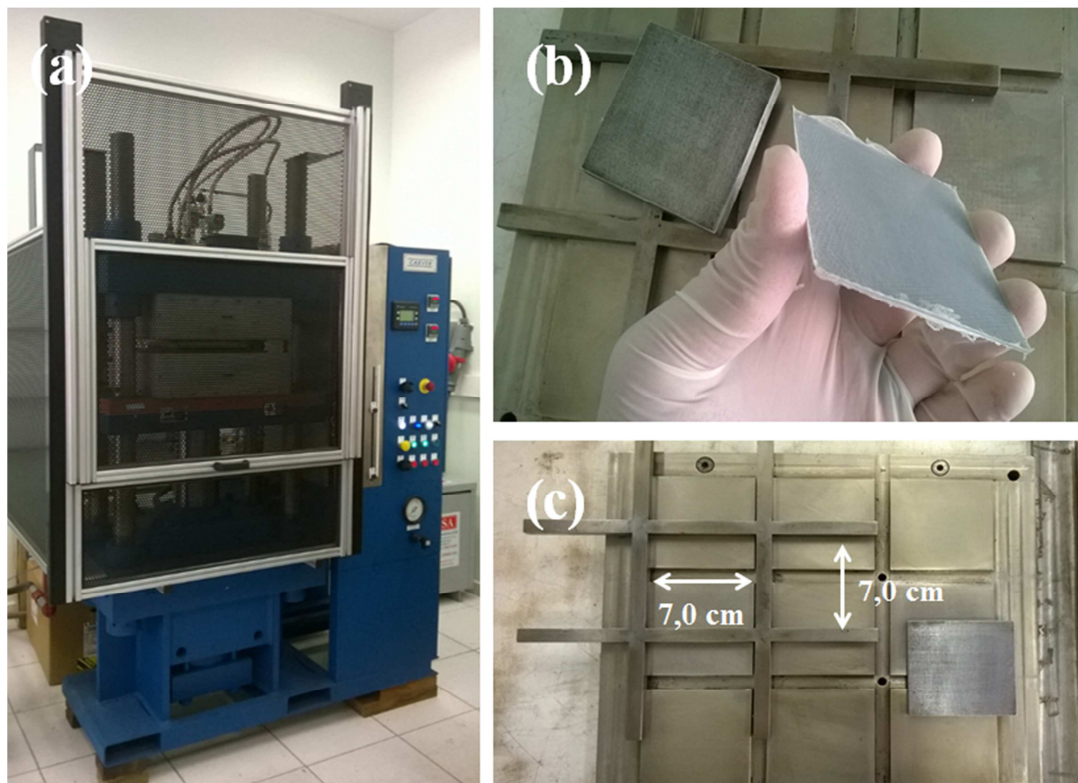
Figura 17 – Molde e dispositivo do processo de moldagem por compressão a quente: (a) placas superior e inferior do molde; (b) dispositivo fabricado por eletro-erosão após moldagem de compósito.



Fonte: Produção do próprio autor.

Antes de cada prensagem tanto o molde como o dispositivo passaram por um processo de limpeza com propanona (Acetona – C_3H_6O) e aplicação de desmoldante Frekote 700-NC da marca Loctite, sendo que o mesmo desmoldante foi mantido em todas as prensagens, visto que não era conhecido o impacto do mesmo na superfície do compósito durante as caracterizações eletromagnéticas, diminuindo assim variabilidades do processo. A Figura 18 apresenta a prensa Carver, detalhes do dispositivo fabricado para este trabalho e dimensões do molde na posição de encaixe do dispositivo de prensagem.

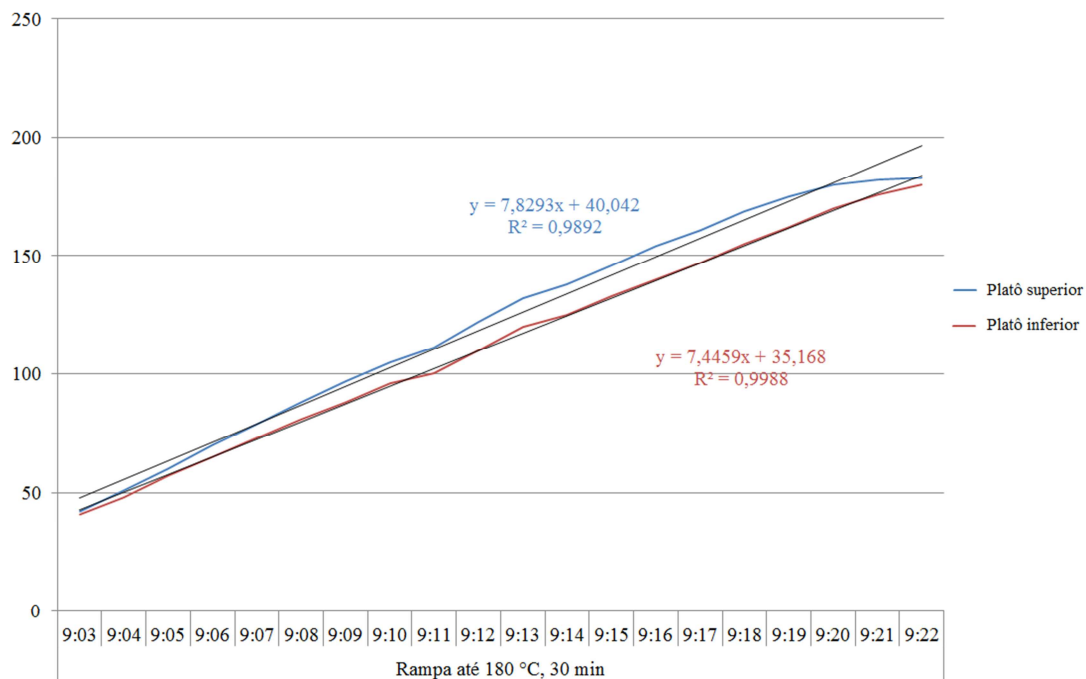
Figura 18 – Processo de moldagem por compressão a quente: (a) prensa Carver; (b) detalhe dispositivo e compósito com espessura inferior a 3 mm; (c) dimensões do molde.



Fonte: Produção do próprio autor.

A taxa de aquecimento de $7,64\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ foi obtida por meio de regressão linear após monitoramento e registro, minuto a minuto, das temperaturas durante aquecimento ao longo de três processos de moldagem por compressão a quente. Desta forma, foram geradas curvas de ajuste linear para as temperaturas do platô superior e inferior da prensa Carver, com temperatura ambiente controlada em $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. A Figura 19 apresenta as curvas de aquecimento, onde a taxa de aquecimento é obtida a partir do coeficiente angular das curvas, sendo assim de $7,83\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ para o platô superior e $7,45\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ para o platô inferior. A taxa de aquecimento considerada para o processo é obtida a partir da média aritmética entre os valores de cada platô. Na Figura 19 também são apresentados os R^2 de ajuste do modelo durante a regressão linear.

Figura 19 – Curva representativa do monitoramento minuto a minuto do aquecimento dos platôs superior e inferior.



Fonte: Produção do próprio autor.

3.4. Preparação dos corpos de prova

As amostras do material compósito para as análises morfológicas e eletromagnéticas foram preparadas por meio do corte dos laminados em máquina de corte de alta precisão da Allied High Tech Products, modelo Techcut 5 com disco de corte diamantado de alta concentração, também da Allied, para máxima rotação de 8730 rpm e diâmetro externo 180 mm, o aparelho e dispositivos estão alocados no Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP em Guaratinguetá, São Paulo. Os parâmetros de corte utilizados foram: rotação do disco em 1200 rpm, velocidade de avanço do disco em 6,50 mm/min e força reduzida de contato entre disco e amostra, evitando assim problemas de delaminação do material compósito, o que pode afetar as medições eletromagnéticas (GRIMBERG *et al.*, 2001; SAVIN *et al.*, 2015). A Figura 20 apresenta a máquina e os dispositivos de corte. Ainda na preparação das amostras, as mesmas foram manualmente lixadas e as granulometrias para as lixas utilizadas foram 220, 320, 400, 600 e 1200, respectivamente. Após o lixamento, as amostras passaram

por polimento em Politriz com disco de feltro e rotação de 50 rpm. Durante o polimento foi utilizada suspensão coloidal de sílica 0,05 μm e pasta de diamante 1 μm .

Figura 20 – Máquina de corte e dispositivos utilizados na preparação de amostras de laminados para avaliações morfológicas e eletromagnéticas.



Fonte: Produção do próprio autor.

Para a caracterização eletromagnética foram preparados corpos de prova retangulares com dimensões 22,62 mm de comprimento por 10 mm de largura, sendo que as espessuras variaram conforme o tipo de material (pré-impregnado, véu ou laminado). O corte e preparação dos laminados para caracterização eletromagnética foi realizado utilizando-se a mesma máquina de corte e parâmetros de processo descritos anteriormente.

A metrologia necessária neste estudo para a adequada preparação dos corpos de prova para atender requisitos exigidos na sua caracterização foi realizada pelo uso de um equipamento projetor de perfil, marca Carl ZEISS Jena AE80, modelo MP 320 e dispositivo de medição adequado ao posicionamento dos corpos de prova no plano de referência de medição.

3.5. Caracterizações

3.5.1. Análise morfológica via MEV

Técnicas de avaliação morfológica foram empregadas por meio do uso de um microscópio eletrônico de varredura com o intuito de avaliar o véu de FC original, com os diferentes tratamentos ácidos em sua superfície e os compósitos processados.

As análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas utilizando-se um microscópio da marca ZEISS, série EVO, modelo LS15, disponível no LAIMat/UNESP Guaratinguetá, São Paulo. A Figura 21 apresenta o equipamento utilizado neste trabalho. Este equipamento conta também com uma microsonda (EDS) INCAx-act, da marca Oxford-Instruments, com resolução de 133 eV a 5,9 keV. Esta sonda foi utilizada neste trabalho para o mapeamento elementar da composição química na região do tratamento superficial do véu, visando avaliar a remoção do níquel. As imagens apresentadas foram geradas com 20 kV de tensão de aceleração dos elétrons, a distância de trabalho (WD) foi mantida em 8,5 mm da amostra e as imagens digitais do véu original foram obtidas por meio de detectores de elétrons retro espalhados (CZ BSD), o que facilitou as avaliações. Uma vez que, as amostras foram preparadas sem a necessidade de metalização, permanecendo apenas com as camadas metalizadas de níquel originalmente presentes no material.

Figura 21 – Microscópio eletrônico de varredura ZEISS EVO LS15, utilizado no presente estudo.



Fonte: Produção do próprio autor.

3.5.2. Análise morfológica via MO

Para complementar a caracterização morfológica do véu de fibras de carbono metalizadas com níquel e dos laminados preparados neste estudo foram também realizadas análises por microscopia óptica (MO). Para isto, foi utilizado um microscópio óptico de reflexão, com contraste de interferência diferencial (DIC) da marca Nikon, modelo Epiphot 200, equipado com fonte de xenônio 75W, com capacidade de iluminação em campos claro e escuro, polarização de luz, suportado por objetivas com contraste de interferência diferencial (DIC) e faixa de ampliação de 10-200x. Este equipamento encontra-se disponível no LAIMat/UNESP Guaratinguetá, São Paulo.

Também foram realizadas análises dimensionais e morfológicas com a utilização de um microscópio óptico da marca Olympus, modelo MX51 e software

Olympus Stream Essentials, alocados no Laboratório de Guerra Eletrônica (LGE) do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), em São José dos Campos, São Paulo.

Figura 22 – Microscópio Nikon Epiphot 200, utilizado no presente estudo.



Fonte: Produção do próprio autor.

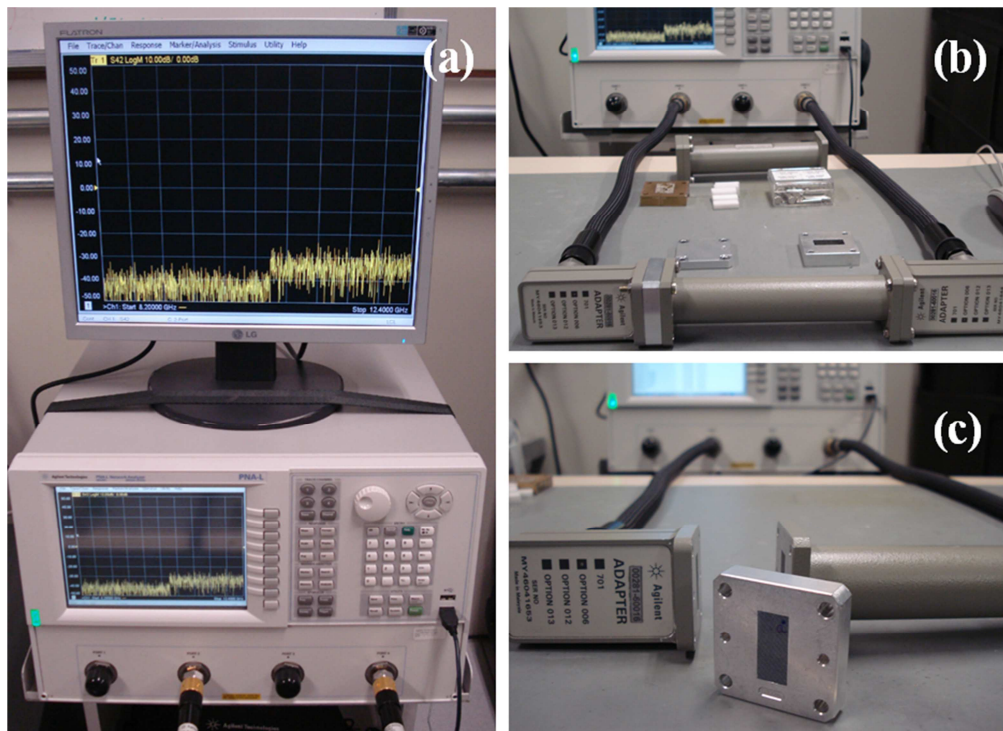
3.5.3. Caracterização dos parâmetros eletromagnéticos

Diversas técnicas podem ser empregadas na caracterização eletromagnética de um material, buscando elucidar suas características de atenuação de ondas eletromagnéticas. Lembrando, que a atenuação encontra-se relacionada às medidas do coeficiente de reflexão (Γ), coeficiente de transmissão (T) ou da combinação de ambos para o material escopo do presente estudo. Algumas das diferentes técnicas de caracterização eletromagnética existentes são resumidamente mencionadas no Apêndice 2 ao final desta dissertação. A técnica de caracterização eletromagnética especificamente utilizada para os materiais estudados neste trabalho é descrita na sequência.

Neste trabalho, as medições dos parâmetros eletromagnéticos para os materiais foram realizadas utilizando-se um analisador vetorial de redes da marca Agilent Technologies, modelo PNA-L N5230C, com quatro portas de geração/captação de sinal, sendo as portas utilizadas duas a duas, gerador de frequências entre 300 kHz e 20 GHz, cabos e conectores de baixas perdas e adaptador para guia de ondas retangular de alta precisão, sendo o adaptador também da marca Agilent Technologies, modelo 00281-

60016 OPTION 006. A Figura 23 apresenta os aparelhos e dispositivos utilizados nesta técnica, todos disponíveis no LGE/ITA.

Figura 23 – Aparelhos e dispositivos utilizados na caracterização eletromagnética: (a) analisador vetorial de redes; (b) guia de ondas e adaptadores; (c) porta-amostra retangular.

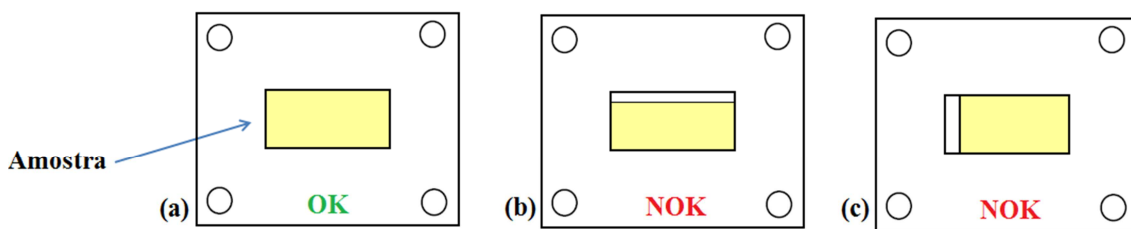


Fonte: Produção do próprio autor.

As medidas dos parâmetros S foram realizadas utilizando-se duas das quatro portas do analisador vetorial de redes, sendo assim, os parâmetros S são denotados por S_{ij} , sendo que o subscrito j indica a porta de emissão do sinal e o subscrito i representa a porta de recepção do sinal. Deste modo, o parâmetro S_{22} refere-se à resposta medida na porta 2, para emissão do sinal a partir da porta 2, já o parâmetro S_{42} representa a resposta medida na porta receptora 4, com emissão da onda eletromagnética a partir da porta 2 (CHEN *et al.*, 2004; GAMA, 2009; KARMEL *et al.*, 1998; LAVERGHETTA, 1988; LIAO, 1990). A Figura 8, anteriormente apresentada neste trabalho, representa os sinais emitidos e recebidos nas portas de trabalho do sistema de caracterização eletromagnética, facilitando assim a compreensão da notação dos parâmetros S .

Na técnica de guia de ondas, a amostra é inserida no porta-amostra conforme apresentado na Figura 23(c), de maneira que a superfície frontal da amostra, região de incidência da onda eletromagnética, fique faceando o plano do porta-amostra e permaneça perpendicular à direção de propagação e incidência da onda. Deve-se salientar a importância de manter as amostras com corte preciso e dentro das especificações do porta-amostra. Caso contrário, podem ocorrer erros nas medições durante a caracterização eletromagnética, levando a valores incorretos para o coeficiente de reflexão, transmissão e/ou absorção (FOLGUERAS 2005; NOHARA, 2003). A Figura 24 apresenta os posicionamentos correto e incorreto da amostra no porta-amostra.

Figura 24 – Representação do posicionamento do material no porta-amostra do guia de ondas: (a) posicionamento correto; (b) e (c) amostra com desvio dimensional e incorretamente posicionada no porta-amostra.



Fonte: Adaptado de FOLGUERAS, 2005.

A metodologia de aferição necessária para a caracterização via analisador vetorial de redes e guia de ondas é descrita no Apêndice 1 deste trabalho.

3.5.4. Análises térmicas

Com o objetivo de avaliar as melhores condições de processamento dos laminados neste trabalho, análises termogravimétricas (TGA) e por calorimetria exploratória diferencial (DSC) foram realizadas nos pré-impregnados de fibra de vidro/resina epóxi, utilizando a infraestrutura do Laboratório de Análises Térmicas da UNESP, em Guaratinguetá.

Visando a obtenção das temperaturas de início, pico e término de cura, além da temperatura inicial de degradação do pré-impregnado, foram realizadas avaliações por DSC em modo dinâmico.

As análises de DSC do pré-impregnado de fibra de vidro/resina epóxi foram realizadas em um equipamento da TA Instruments, modelo Q20, previamente calibrado com índio. Todas as análises foram realizadas com o uso de porta-amostra de alumínio hermeticamente fechado e atmosfera controlada de $N_{2(g)}$, com vazão de 40 mL/min. A Figura 25 apresenta o equipamento utilizado.

Figura 25 – Equipamento DSC Q20 da TA Instruments com detalhe do forno aberto do lado direito da imagem.



Fonte: Produção do próprio autor.

O material foi também submetido a avaliações por DSC em modo isotérmico, em temperaturas próximas às utilizadas no processo de moldagem por compressão a quente, objetivando entender melhor os eventos térmicos que podem ocorrer nessa faixa de temperaturas. Com este propósito, foram escolhidas as isothermas de 100, 115 e 130 °C por estarem contidas na região de máxima taxa de cura da resina epóxi envolvida neste trabalho, região esta obtida por meio de varreduras de DSC em modo dinâmico e conforme matriz de planejamento de experimentos (em inglês – *Design of Experiments* – DOE), apresentada no Capítulo 4, Resultados e Discussões.

Os parâmetros utilizados nas análises por DSC realizadas neste trabalho encontram-se apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 – Parâmetros utilizados nas análises de DSC do pré-impregnado FV/resina epóxi.

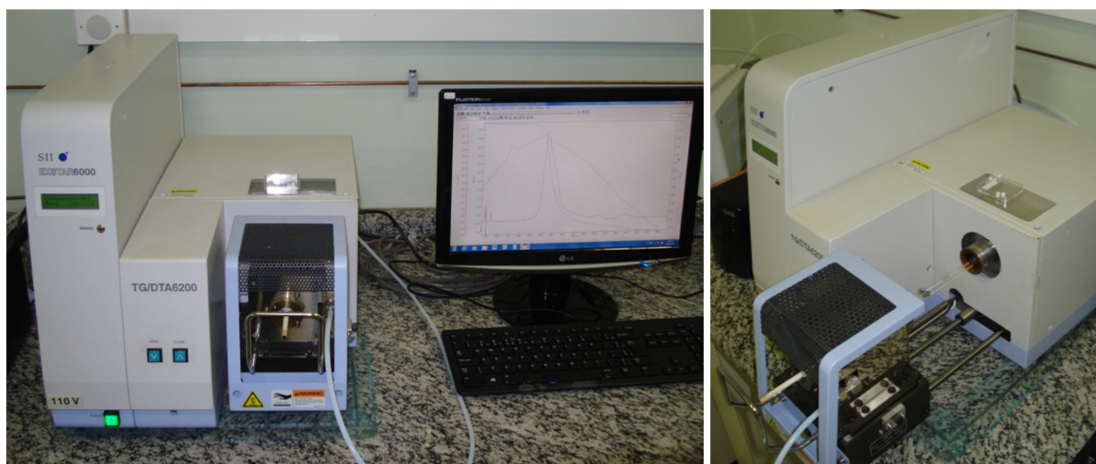
Parâmetros do Ensaio						
Material	Modo de aplicação	Atmosfera controlada	Vazão de gás (mL/min)	Taxa de aquecimento (°C/min)	Massa amostra (mg)	Programação
Pré-impregnado FV/epóxi	Dinâmico	N ₂	40	2 e 10	1,3 e 7,2	(a) Equilíbrio de Temperatura a 25 °C; (b) Rampa nas taxas definidas até 330 °C.
Pré-impregnado FV/epóxi	Isotérmico a 100, 115 e 130 °C	N ₂	40	7,64	5,0	(a) Equilíbrio a 25 °C; (b) Rampa a 7,64 °C/min até a isoterma definida; (c) Isoterma por 300 min; (d) Rampa a 40 °C/min até 300 °C.

Fonte: Produção do próprio autor.

A taxa de aquecimento utilizada para todos os ensaios em modo isotérmico foi de 7,64 °C/min, sendo esta taxa a mesma utilizada no processo de moldagem por compressão a quente. Esta taxa média foi obtida por regressão linear após monitoramento e registro minuto a minuto das temperaturas durante três prensagens, como anteriormente apresentado.

As avaliações termogravimétricas foram realizadas em um equipamento TGA/DTA 6200, modelo EXSTAR6000 da SII Nanotechnology. Todas as análises foram realizadas utilizando-se porta-amostra de platina e alumina como material de referência. A Figura 26 apresenta o equipamento de TGA utilizado neste trabalho.

Figura 26 – Equipamento TGA/DTA da SII Nanotechnology com detalhe do forno aberto, balança termogravimétrica e porta-amostra ao lado direito da imagem.



Fonte: Produção do próprio autor.

As avaliações termogravimétricas foram realizadas com base na norma ASTM E2550-11, seguindo recomendações de fluxo de atmosfera gasosa no forno entre 20 e 100 mL/min, taxa de aquecimento entre 10 e 20 °C/min, a Tabela 5 apresenta a lista de todos os ensaios realizados e respectivos parâmetros de forma a permitir melhor compreensão do trabalho e resultados obtidos.

Tabela 5 – Parâmetros utilizados nas análises termogravimétricas.

Parâmetros do Ensaio						
Material	Modo de aplicação	Atmosfera controlada	Vazão de gás (mL/min)	Taxa de aquecimento (°C/min)	Massa amostra (mg)	Programação
Véu FC/Ni Original	Dinâmico	N ₂	100	7,64	5,777	- Aquecimento 25 a 900 °C; - Patamar de 3 min a 900°C.
Véu FC/Ni com ataque ácido em HNO ₃	Dinâmico	N ₂	100	7,64	5,971	- Aquecimento 25 a 900 °C; - Patamar de 3 min a 900°C.
Pré-impregnado FV/epóxi	Dinâmico	Oxidativa (Ar)	100	7,64	12,397	- Aquecimento 25 a 900 °C;
	Dinâmico	N ₂	100	7,64	10,403	- Patamar de 3 min a 900°C.
Pré-impregnado FV/epóxi	Isotérmico a 115 °C	Oxidativa (Ar)	100	7,64	6,817	- Aquecimento 25 a 115 °C; - Patamar de 120 min a 115 °C; - Aquecimento de 115 a 500 °C.

Fonte: Produção do próprio autor.

Assim como foi realizado nas análises de DSC, a taxa de aquecimento utilizada para todos os ensaios foi de 7,64 °C/min, com o intuito de simular exatamente a taxa de aquecimento durante o processo por moldagem de compressão a quente, a que estes materiais foram submetidos.

As análises de TGA em modo isotérmico para o pré-impregnado foram realizadas na temperatura de 115°C, com patamar de 120 min nesta temperatura,

visando simular as condições reais do processamento dos laminados via moldagem por compressão a quente.

Com base nos resultados obtidos das análises de DSC e TGA, um ciclo de cura apropriado foi proposto e utilizado para a laminação dos compósitos.

As aferições dos equipamentos de análises térmicas foram realizadas conforme instruções e especificações fornecidas pelos fabricantes dos equipamentos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta os resultados e discussões para cada uma das fases apresentadas no Fluxograma geral deste trabalho de pesquisa, conforme apresentado na Figura 12. O capítulo inicia apresentando e discutindo os resultados obtidos na Fase 1, na qual os materiais precursores são caracterizados, sendo estes o pré-impregnado de tecido de fibras de vidro tipo *plain weave* 1x1 e resina epóxi. Além do véu de fibras de carbono metalizadas com níquel e aglutinadas com resina poliéster. O véu foi caracterizado tanto na condição original (como fornecido), bem como após ter sido submetido aos tratamentos com ácido nítrico, em distintos tempos de ataque e concentrações das soluções ácidas. Em seguida, são apresentados e discutidos os resultados da Fase 2 do projeto, que aborda o desenvolvimento e o processamento de compósitos multifuncionais absorvedores de ondas eletromagnéticas na banda X, baseados na combinação dos materiais precursores mencionados.

Os resultados da Fase 3 referem-se ao desenvolvimento de estruturas absorvedoras de radiação eletromagnética (RAS), com atenuação e absorção das micro-ondas otimizadas por meio da aplicação da técnica de superfície seletiva de frequência, utilizando o véu de C/Ni modificado por perfurações padronizadas, adequadamente combinado com camadas do material pré-impregnado de fibras de vidro/resina epóxi.

4.1 Caracterização do pré-impregnado de FV/resina epóxi

4.1.1. Análises térmicas

Por meio de análises térmicas por DSC e TGA, dinâmicas e isotérmicas, foi caracterizada a amostra do pré-impregnado de tecido de fibras de vidro impregnado com resina epóxi F155, avaliando as melhores condições de cura e a temperatura de início de degradação do material, respectivamente. A partir desses dados foi estabelecido o ciclo de cura mais adequado a ser utilizado no processo de moldagem por compressão a quente dos laminados em estudo.

Por meio de varreduras de DSC em modo dinâmico foram determinadas as temperaturas de início, pico e término de cura, além da temperatura de início de

degradação, sendo esta última posteriormente confirmada via TGA. Com este objetivo, foram realizadas vinte e quatro avaliações por DSC em modo dinâmico, variando o fluxo de nitrogênio, massa da amostra e taxa de aquecimento. Considerando avaliar esses parâmetros por meio de uma matriz de planejamento de experimentos (DOE) foram definidos os níveis alto e baixo para cada fator, conforme apresentado na Tabela 6.

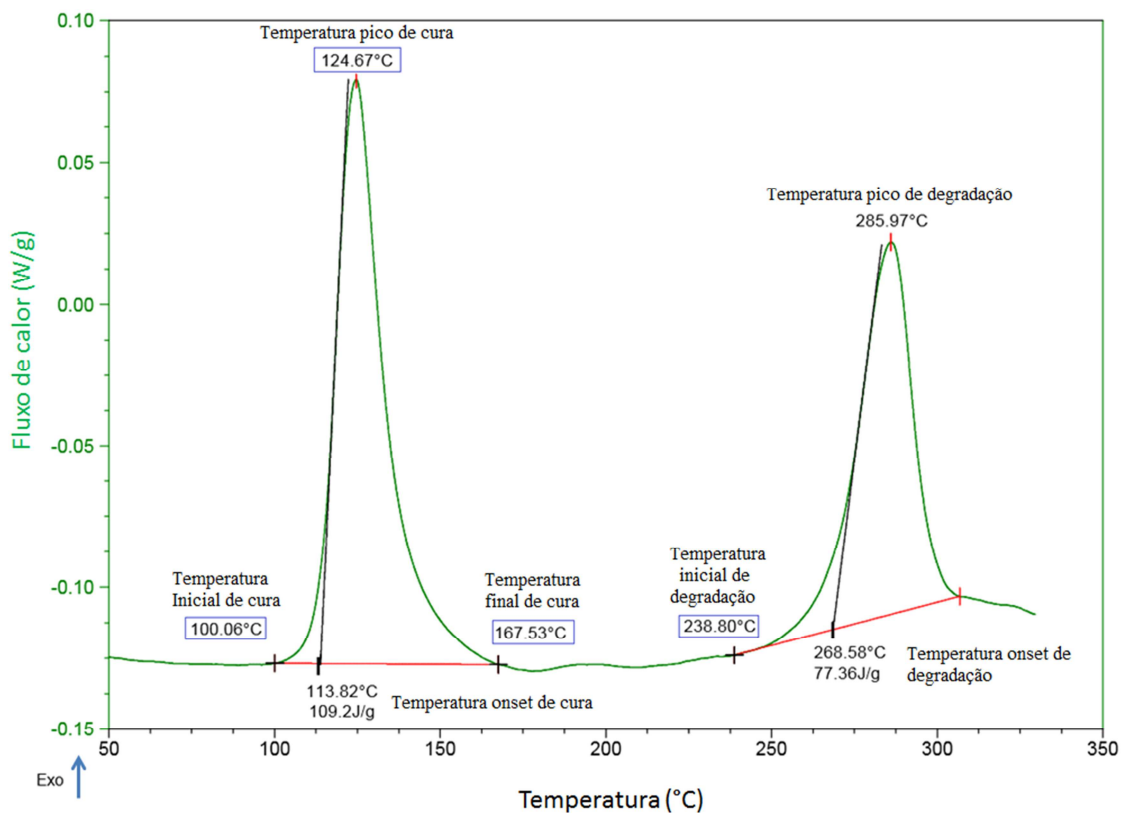
Tabela 6 – Variáveis utilizadas nas análises por DSC em modo dinâmico, aplicando DOE.

FATOR	Nível	
	Baixo (-)	Alto (+)
A - Fluxo de nitrogênio (mL/min)	20	100
B - Massa da amostra (mg)	1,3	7,2
C - Taxa de aquecimento (°C/min)	2,0	10,0

Fonte: Produção do próprio autor.

Os ensaios foram realizados conforme a matriz de planejamento de experimentos apresentada na Tabela 7. Sendo assim, por exemplo, no Experimento 3, o DSC modo dinâmico foi realizado com os seguintes níveis: fluxo de nitrogênio baixo (20 mL/min), massa da amostra no nível alto (7,2 mg) e taxa de aquecimento no nível baixo (2,0 °C/min). A Figura 27 apresenta uma curva representativa das vinte e quatro curvas geradas nas análises por DSC modo dinâmico, mais especificamente esta curva refere-se ao Experimento 3, réplica 1, da Tabela 7.

Figura 27 – Curva de DSC modo dinâmico representativa das análises realizadas para o pré-impregnado de FV/resina epóxi.



Fonte: Produção do próprio autor.

Considerando os vinte e quatro experimentos realizados, um total de noventa e seis dados de temperatura foram medidos e registrados, conforme apresentados na Tabela 7. Vale ressaltar que, para cada temperatura registrada, os valores mínimos e máximos são destacados em vermelho e verde, respectivamente. Ainda na Tabela 7, os valores são apresentados na matriz de planejamento posicionados de forma a permitir a leitura do experimento e réplica responsáveis pela obtenção do resultado.

Tabela 7 – Matriz de planejamento e valores obtidos para variáveis de resposta das análises de DSC modo dinâmico.

Experi- mentos	Fatores			Início de cura (°C)	Pico de cura (°C)	Final de cura (°C)	Início de degradação (°C)
	A	B	C				
1	-	-	-	Réplica 1 - 105,12	126,10 125,93 126,49	150,60 148,58 175,12	254,72 262,04 235,76
				Réplica 2 - 105,88			
				Réplica 3 - 106,13			
2	+	-	-	105,12	125,62	164,50	222,88
				106,76	126,05	150,56	248,15
				105,92	125,76	155,62	241,58
3	-	+	-	100,06	124,67	167,53	238,80
				101,83	125,05	169,56	243,09
				99,05	126,06	170,57	249,16
4	+	+	-	98,97	125,18	178,28	247,86
				100,57	125,43	171,58	247,39
				100,06	125,19	169,05	240,82
5	-	-	+	132,45	152,41	182,57	283,23
				132,66	152,62	179,41	271,86
				132,87	152,82	181,94	268,91
6	+	-	+	132,90	153,36	184,00	279,67
				130,14	152,20	183,63	275,02
				131,40	152,08	179,84	277,34
7	-	+	+	125,37	149,97	201,68	263,09
				123,56	150,55	201,69	262,72
				125,59	151,21	210,75	260,53
8	+	+	+	126,56	150,16	223,22	264,91
				127,10	150,90	197,86	265,58
				125,50	150,60	199,63	261,33

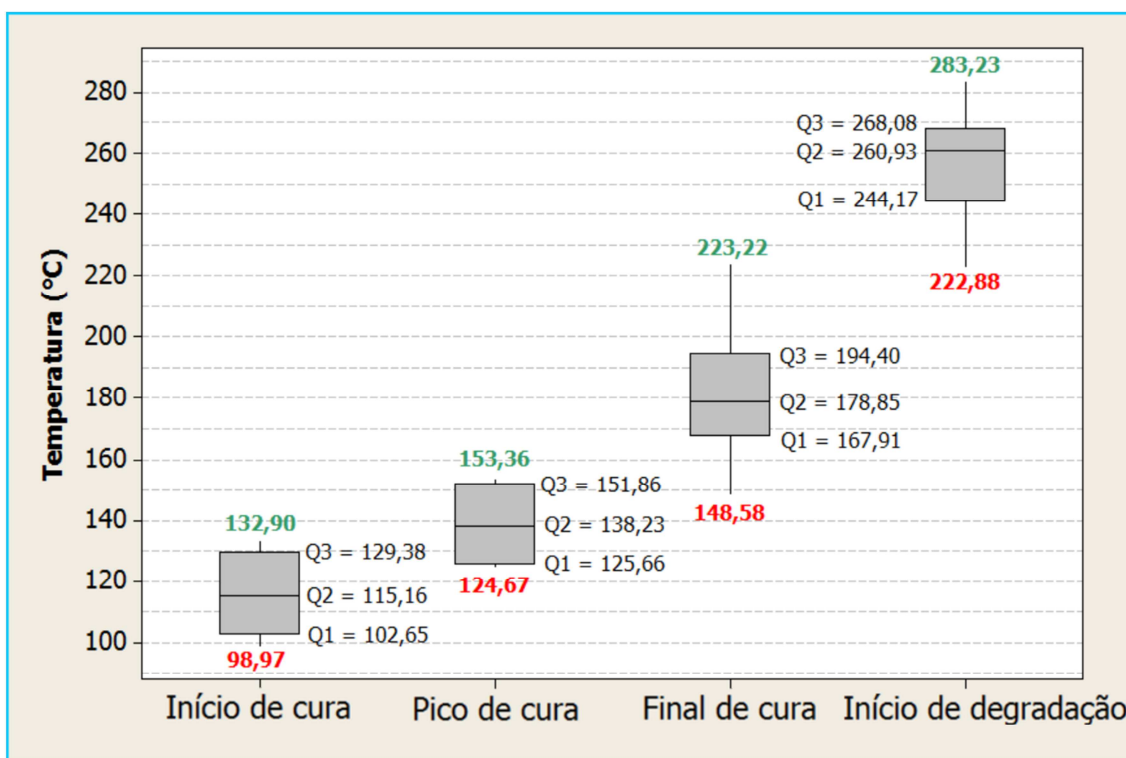
Fonte: Produção do próprio autor.

Os vários experimentos foram realizados de maneira aleatória. Segundo Montgomery (2013), a aleatoriedade apropriada durante a realização dos experimentos permite minimizar os efeitos de fatores externos, ruídos e variáveis não controladas durante os ensaios que, de alguma forma, podem ser impactantes nos resultados.

A Figura 28 apresenta o gráfico (boxplot) para as temperaturas de início, pico e final de cura e a temperatura de degradação por DSC, além dos valores máximo, mínimo e mediana obtidos a partir das respostas registradas na Tabela 7. Esse gráfico mostra claramente que a mediana das temperaturas, linha representada no segundo quartil (Q2), aumenta da temperatura inicial de cura em direção à temperatura inicial de degradação, que está de acordo com a termoquímica e a cinética química relacionadas ao processo de cura e degradação do pré-impregnado (COSTA *et al.*, 2003; COSTA *et al.*, 1999). A análise da temperatura inicial de cura mostra que 25% dos registros estão abaixo de 102,7 °C, tal ponto é representado no primeiro quartil (Q1).

Com relação à temperatura inicial de degradação, 75% dos dados registrados estão abaixo de 268,1 °C, ponto este representado pelo terceiro quartil (Q3). Os valores em vermelho estão relacionados com os mínimos registrados para cada temperatura e os valores em verde estão relacionados aos máximos registrados ao longo dos vinte e quatro experimentos. Os mesmos valores são apresentados na Tabela 7 e com a mesma codificação de cores. A maior variação de temperatura, diferença entre temperaturas máxima e mínima, ocorre para a temperatura final de cura, com variação de 74,6 °C. A menor variação é de 28,7 °C e ocorre para a temperatura de pico de cura.

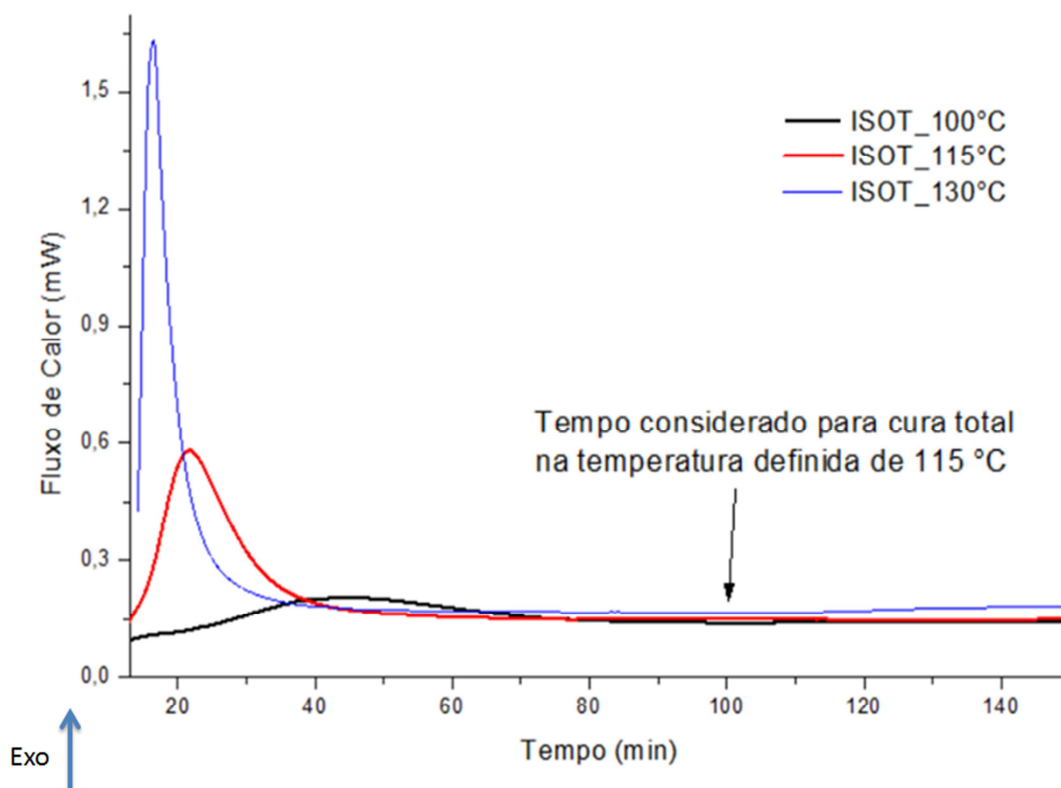
Figura 28 – Gráfico (boxplot) com as temperaturas de cura e de degradação do pré-impregnado de fibras de vidro e resina epóxi.



Fonte: Produção do próprio autor.

Com base nas curvas de DSC em modo dinâmico foram escolhidas três temperaturas para as avaliações por DSC em modo isotérmico, que permitiram a determinação do tempo necessário para a completa cura do pré-impregnado em cada uma das temperaturas escolhidas. A Figura 29 apresenta as curvas isotérmicas obtidas nas temperaturas de 100, 115 e 130 °C, sendo que os gráficos mostram que a 115 °C, o tempo necessário para a cura total do pré-impregnado, considerando-se a taxa real de aquecimento na prensa de moldagem por compressão a quente (7,64 °C/min), é de 100 min.

Figura 29 – Isotermas de cura do pré-impregnado de FV/resina epóxi a 100, 115 e 130 °C.



Fonte: Produção do próprio autor.

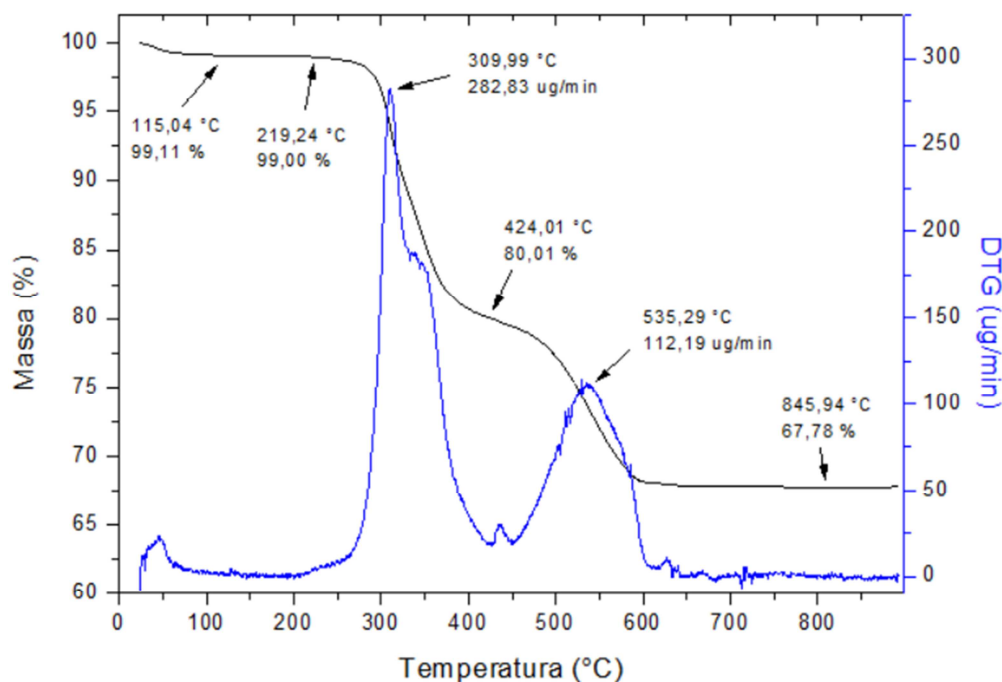
Cabe salientar que, o método isotérmico indica taxas de aquecimento entre 5 e 10 °C/min para isotermas escolhidas na região de máxima eficiência de cura, ou seja, entre a temperatura inicial e o pico de cura. Observando-se na Tabela 7 os resultados DSC em modo dinâmico, as temperaturas de início de cura próximas a 100 °C ocorreram quando foi aplicada a taxa de aquecimento de 2 °C/min, com um pico exotérmico menos exacerbado. Apesar da última informação, o ciclo escolhido para o processamento dos compósitos deste trabalho foi de 115 °C, com um patamar de permanência nesta temperatura de 100 min. Para esta isoterma, a taxa de aquecimento foi, como mencionado anteriormente, de 7,64 °C/min, conforme regressão linear da Figura 19, se igualando à taxa de aquecimento utilizada na prensa de moldagem por compressão a quente e dentro da especificação do método isotérmico entre 5 e 10 °C/min.

A determinação da faixa de temperaturas na qual ocorre a degradação da estrutura molecular da matriz polimérica pode ser determinada de maneira precisa via TGA. Essa análise fornece dados da faixa de estabilidade do polímero e, conseqüentemente, de sua aplicação, sem que suas propriedades mecânicas sejam afetadas por degradação.

Neste estudo foram realizadas análises termogravimétricas no modo dinâmico do pré-impregnado de FV/resina epóxi utilizado neste trabalho em duas atmosferas distintas, oxidativa (ar) e de nitrogênio (N₂). A Figura 30 mostra o comportamento térmico medido, onde se observa que a degradação do material em estudo ocorre, sob a atmosfera oxidativa, em duas etapas. Neste caso tem-se que o início da degradação do polímero ocorre em 219,2 °C, sendo que até esta temperatura o polímero já perdeu 1% em massa.

A partir de 219,2 °C, a curva da derivada termogravimétrica (DTG) indica um primeiro aumento da velocidade de degradação, conforme pode ser visto pelo incremento do coeficiente angular da curva, atingindo um pico com máxima velocidade de degradação de 282,8 µg/min, à temperatura de 310,0 °C. O término da primeira etapa de degradação ocorre em 424,0 °C, ponto no qual o material mantém 80,0% de sua massa. A partir do último ponto, inicia-se uma segunda etapa de degradação, com uma taxa máxima DTG de 112,2 µg/min na temperatura de 535,3 °C. Finalmente, após a segunda etapa e último evento principal, a perda total de massa é de 32,2% até 846,0 °C, restando 67,8% de resíduos até esta mesma temperatura. Esse valor residual é considerado significativo, atribuído, principalmente, ao volume de fibras de vidro presente no material e que possui temperaturas de degradação superiores aos da matriz polimérica (SANTOS *et al.*, 2012; SANTOS, 2013).

Figura 30 – Curva de TGA dinâmico do pré-impregnado de FV/resina epóxi em atmosfera oxidativa (ar).



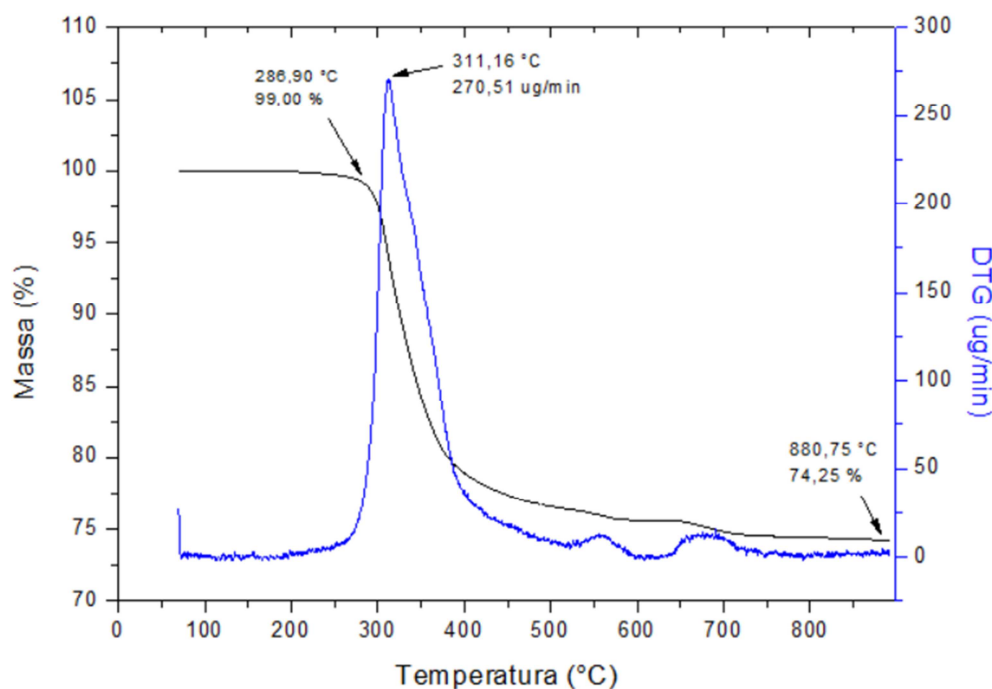
Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 31 apresenta a curva TGA no modo dinâmico sob atmosfera de $N_{2(g)}$. Diferentemente da degradação em atmosfera oxidativa, na qual a degradação ocorreu em dois eventos principais, na atmosfera de $N_{2(g)}$ a degradação da resina epóxi ocorreu em apenas uma etapa principal. A temperatura inicial de degradação considerada neste caso é de 286,9 °C, representada pelo primeiro ponto marcado no gráfico. Comparando-se com a temperatura inicial de degradação em atmosfera oxidativa (219,2 °C), verifica-se a necessidade de uma maior temperatura para o início da decomposição do polímero, ou seja, a matriz apresenta uma maior estabilidade térmica, como esperado, em atmosfera inerte (SANTANA, 2010). De acordo com Canevarolo (2004) e Santana (2010), após tais temperaturas de degradação, além do processo de oxidação, podem surgir outros eventos a partir dos processos de vaporização, redução, dessorção térmica, entre outros. A Figura 31 mostra também que o pico de degradação da estrutura polimérica ocorre em 311,2 °C, com velocidade de decomposição igual a 270,5 µg/min. A velocidade de degradação do polímero em atmosfera inerte (N_2) é menor que em atmosfera oxidativa (O_2), tal fato pode ser explicado pela presença do O_2 favorecer os processos oxidativos, que colaboram para uma maior taxa de diminuição de massa

(SANTANA, 2010). A curva DTG da Figura 30 apresenta máxima taxa de perda de massa de 282,8 $\mu\text{g}/\text{min}$ na presença de O_2 , enquanto que a Figura 31 apresenta 270,5 $\mu\text{g}/\text{min}$ na presença de $\text{N}_{2(\text{g})}$.

Ainda a partir da comparação das Figuras 30 e 31, em atmosfera oxidativa, verifica-se que a massa residual é de 67,8% e em atmosfera inerte é de 74,3%. Maior perda de massa em atmosfera com concentrações elevadas de O_2 pode ser explicada pela presença de reações químicas do elemento químico carbono, principal constituinte das cadeias poliméricas, com o oxigênio, formando, por exemplo, dióxido de carbono (CO_2).

Figura 31 – Curva de TGA dinâmico do pré-impregnado de FV/resina epóxi em atmosfera de N_2 .



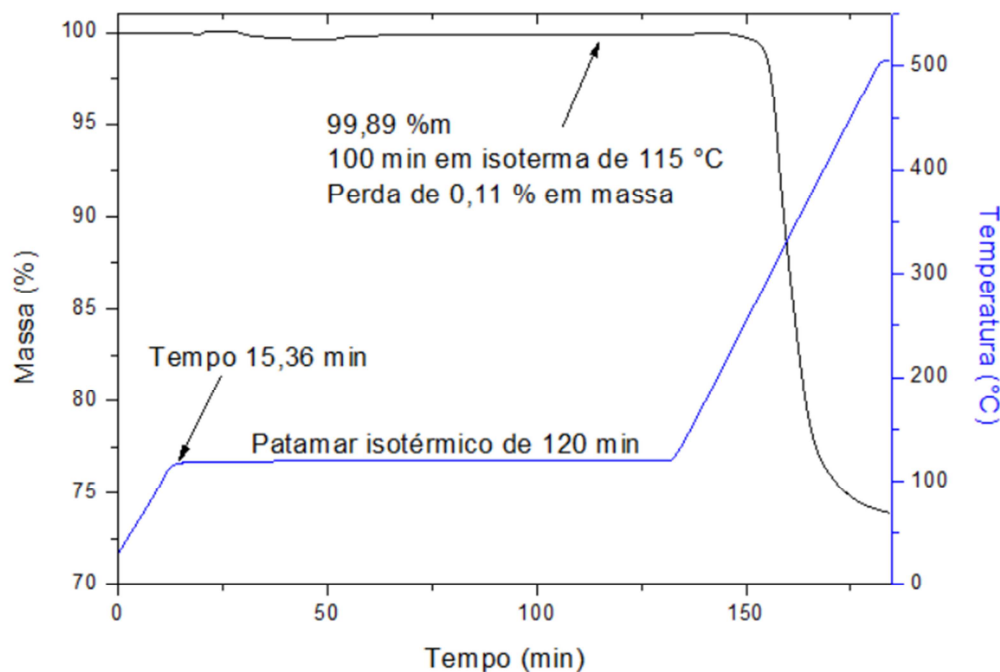
Fonte: Produção do próprio autor.

A comparação das curvas de TGA com os dados de DSC mostra uma boa concordância na temperatura de início de degradação da resina epóxi, ou seja, em torno de 219 °C em atmosfera oxidativa.

Para complementar as análises referentes à possível degradação do pré-impregnado de FV/resina epóxi foram realizados ensaios de TGA em relação ao tempo, ou seja, TGA em modo isotérmico. A Figura 32 apresenta o gráfico resultante dessas

avaliações. A temperatura escolhida para esse ensaio foi de 115 °C, temperatura esta selecionada como patamar para a cura do compósito no processo de moldagem por compressão a quente, definida diretamente pelas curvas de DSC isotérmicas.

Figura 32 – Curva de TGA isotérmico do pré-impregnado de FV/resina epóxi em atmosfera oxidativa.



Fonte: Produção do próprio autor.

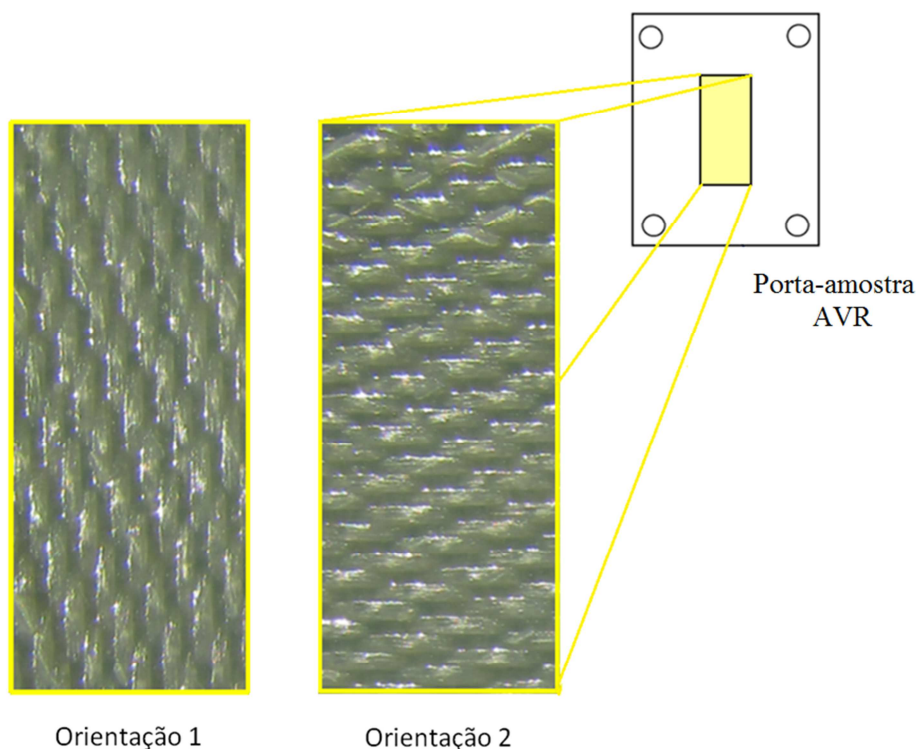
Os demais parâmetros utilizados para a programação dos ensaios termogravimétricos isotérmicos foram baseados em dados de operação da prensa Carver, durante o processo de moldagem por compressão a quente. Sendo assim, a taxa de aquecimento utilizada foi de 7,64 °C/min e atmosfera oxidativa. O objetivo deste tipo de ensaio foi entender o comportamento de perda de massa da resina epóxi durante o processo de moldagem por compressão a quente. Considerando desde a temperatura inicial, passando pelo aquecimento e tempo de permanência de 100 min para a cura completa da resina na isoterma de 115 °C, ou seja, conhecer as perdas de massa do polímero ao longo de todo o ciclo de cura durante a moldagem por compressão a quente. A partir da análise da Figura 32, curva de TGA típica do ensaio em questão, observa-se que após o aquecimento até 115 °C e permanência nesta temperatura por 100 min, a massa total é de 99,9%, ou seja, o pré-impregnado perde em torno de 0,1% de

sua massa total durante todo o processo de moldagem por compressão a quente, valor este considerado pouco significativo no processo em questão.

4.1.2. Caracterização eletromagnética

Dando continuidade à caracterização do pré-impregnado de FV/resina epóxi, este material, depois de curado, foi avaliado quanto à refletividade por meio da medição e interpretação dos parâmetros de espalhamento (Par_S), obtidos ao longo da caracterização eletromagnética. Essas análises foram realizadas considerando duas orientações distintas do tecido de fibras de vidro *plain weave* 1 x 1. Esse procedimento foi adotado procurando verificar a possível influência da orientação do reforço de FV na interação com as ondas eletromagnéticas na banda X. A Figura 33 apresenta as orientações avaliadas, que daqui para frente serão denominadas de orientações 1 e 2.

Figura 33 – Orientações das fibras de vidro no material pré-impregnado avaliado na caracterização eletromagnética.

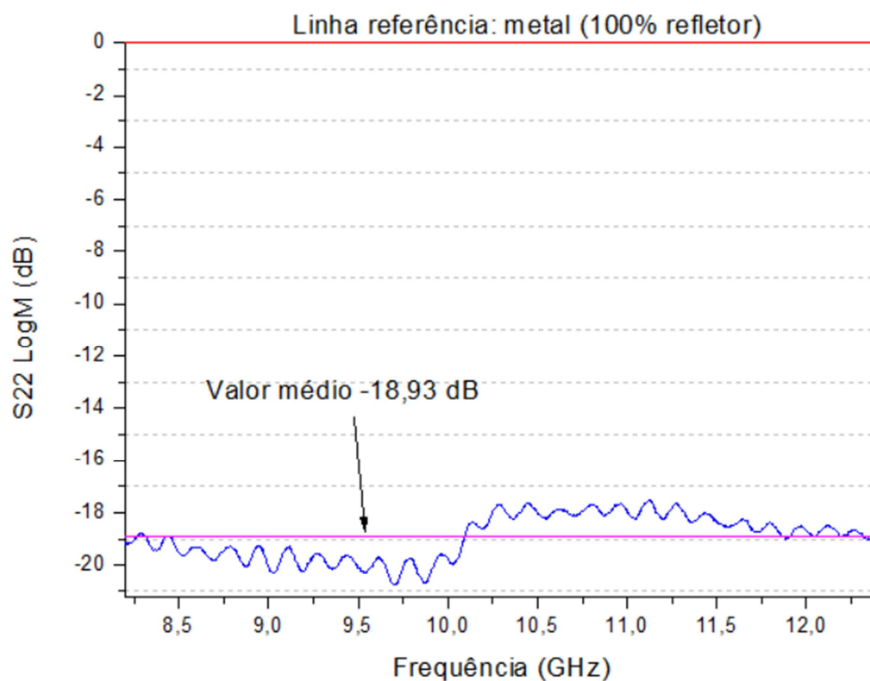


Fonte: Produção do próprio autor.

As Figuras 34 e 35 apresentam os parâmetros de espalhamento S_{22} (parâmetros de reflexão) para as orientações 1 e 2 do pré-impregnado curado, respectivamente. As linhas em azul dos gráficos apresentam os resultados de refletividade para cada uma das frequências da banda X, ou seja, de 8,2 a 12,4 GHz. As linhas com coloração magenta representam os valores médios de cada parâmetro medido.

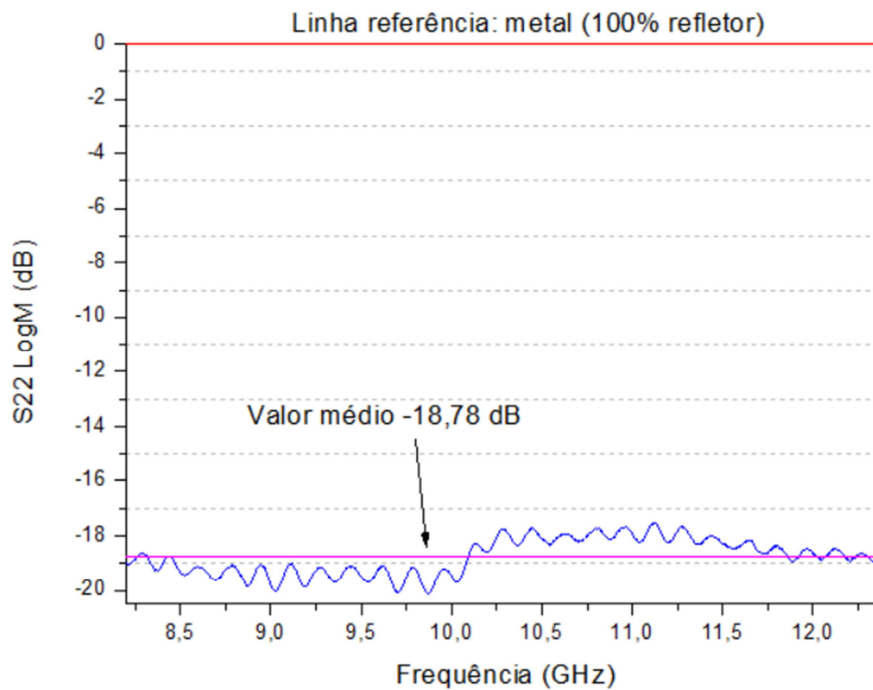
A Figura 34 mostra que o valor médio de atenuação é de -18,9 dB, que, conforme Equação 22, corresponde a 98,7% de atenuação, ou seja, 1,3% do sinal ou da onda emitida na porta 2 do guia de ondas retorna para a mesma porta, por meio de reflexão no pré-impregnado. De maneira semelhante, a Figura 35 mostra que o pré-impregnado na orientação 2 da FV apresenta um valor médio de atenuação de -18,8 dB, que corresponde à atenuação de, aproximadamente, 98,7% do sinal, ou seja, o material do pré-impregnado de FV/resina epóxi apresenta transmitância elevada, refletividade baixa e permite a propagação das micro-ondas na banda X através de sua microestrutura. Portanto, conclui-se que o pré-impregnado de fibra de vidro utilizado neste estudo é adequado para ser aplicado no processamento de compósito estrutural absorvedor de micro-ondas na faixa de frequências avaliadas. Isto é atribuído ao fato do pré-impregnado favorecer a propagação da onda eletromagnética no mesmo, somado ao fato de conferir resistência mecânica, à corrosão e intempéries (OH *et al.*, 2004; SEO *et al.*, 2004; SAUNDERS *et al.*, 1991). Ainda com base nas Figuras 34 e 35, verifica-se que os valores de atenuação, tanto na orientação 1 quanto na orientação 2 das FV, são muito próximos, o que permite concluir que as orientações (1 e 2 da Figura 33) das fibras de vidro no pré-impregnado não influenciam na interação com a onda eletromagnética na faixa de frequências (banda X) avaliadas.

Figura 34 – Curvas de S_{22} em função da frequência do pré-impregnado de FV/resina epóxi na orientação 1.



Fonte: Produção do próprio autor.

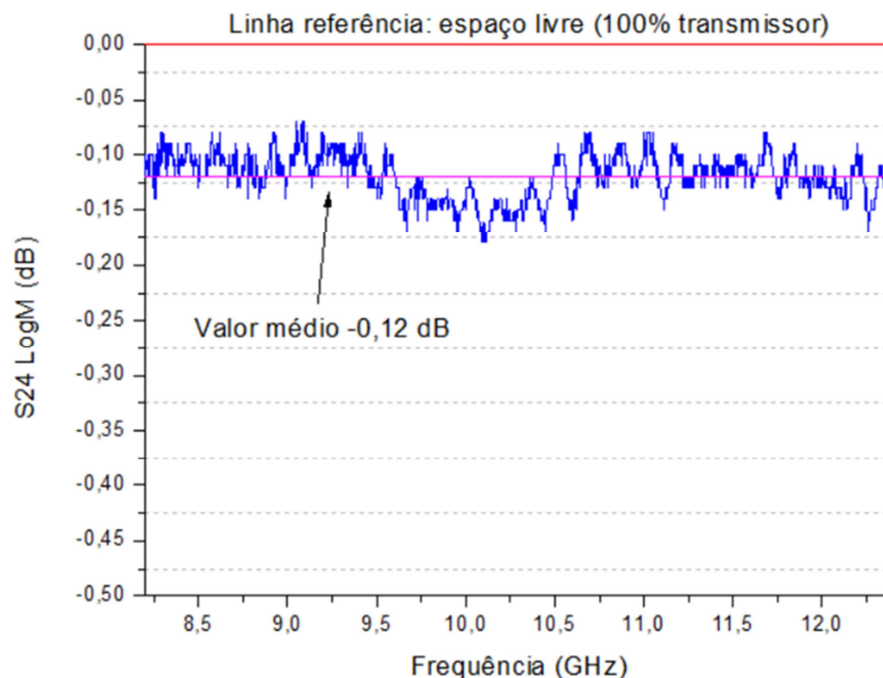
Figura 35 – Curvas de S_{22} em função da frequência do pré-impregnado de FV/resina epóxi na orientação 2.



Fonte: Produção do próprio autor.

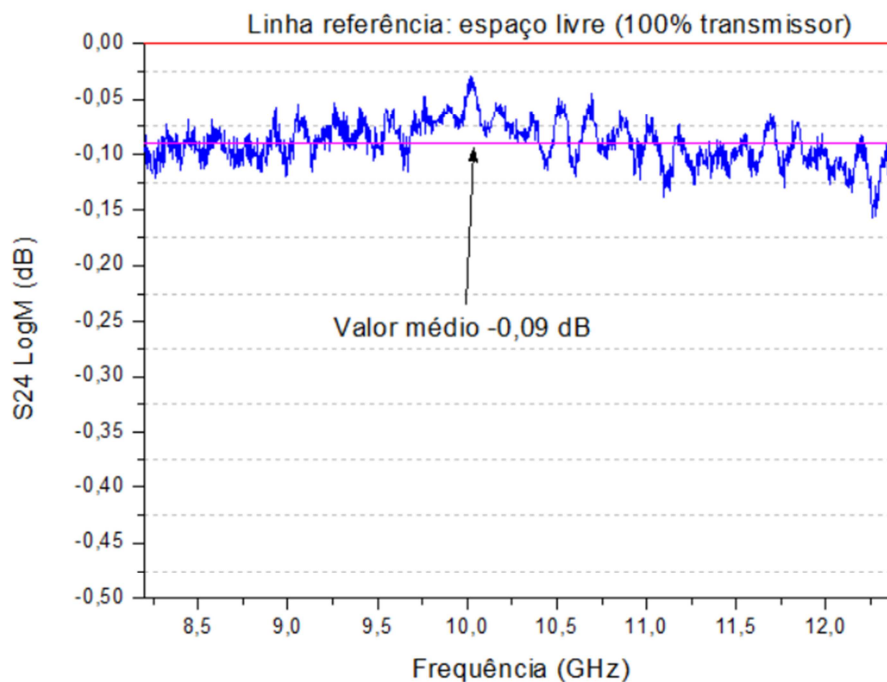
As Figuras 36 e 37 apresentam os parâmetros S_{24} para o pré-impregnado em estudo, considerando, respectivamente, as orientações 1 e 2 das FV. Em concordância com os parâmetros S_{22} apresentados nas Figuras 34 e 35, as Figuras 36 e 37 mostram a baixa refletividade do pré-impregnado. Na Figura 36 observa-se que o valor médio para o parâmetro S_{24} é de -0,12 dB para as fibras na orientação 1, ou seja, de toda a potência ou sinal emitido a partir da porta 4, apenas 2,73% do mesmo não atinge a porta receptora 2, confirmando a elevada transmitância ou a baixa refletividade do material pré-impregnado. A Figura 37 confirma a baixa refletividade do pré-impregnado, agora considerando a orientação 2 das FV, com valores de atenuação através do material de apenas -0,09 dB. De acordo com a Equação 22 este resultado mostra que somente 2,0% das micro-ondas não atravessam o material pré-impregnado, confirmando a sua elevada transmitância às micro-ondas e a sua eficácia no atendimento do objetivo deste estudo. A correlação apresentada está de acordo com os dados disponíveis na literatura (FOLGUERAS, 2005; NOHARA, 2003; REZENDE *et al.*, 2003).

Figura 36 – Curvas de S_{24} em função da frequência do pré-impregnado FV/resina epóxi na orientação 1.



Fonte: Produção do próprio autor.

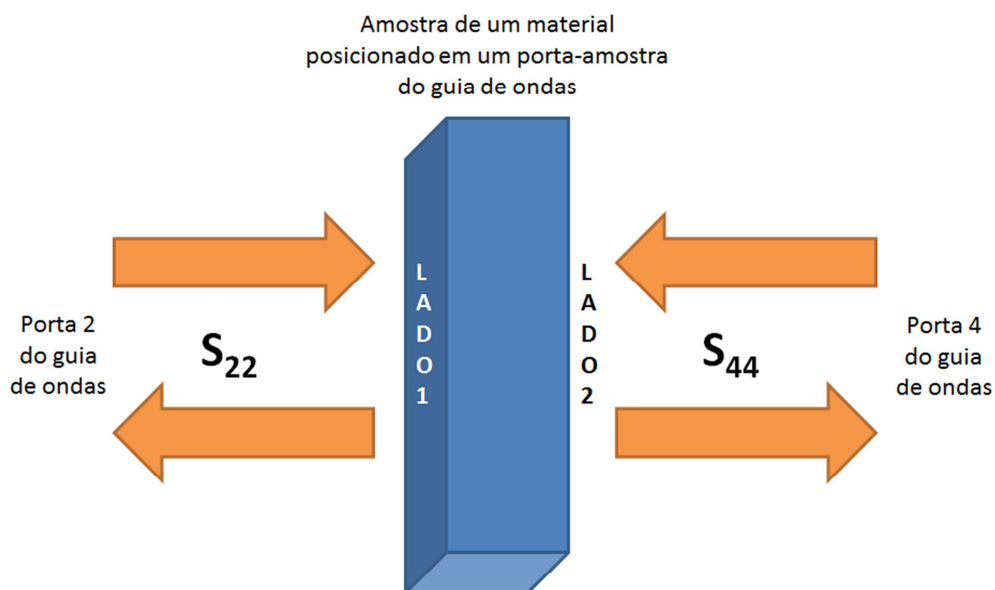
Figura 37 – Curvas de S_{24} em função da frequência do pré-impregnado FV/resina epóxi na orientação 2.



Fonte: Produção do próprio autor.

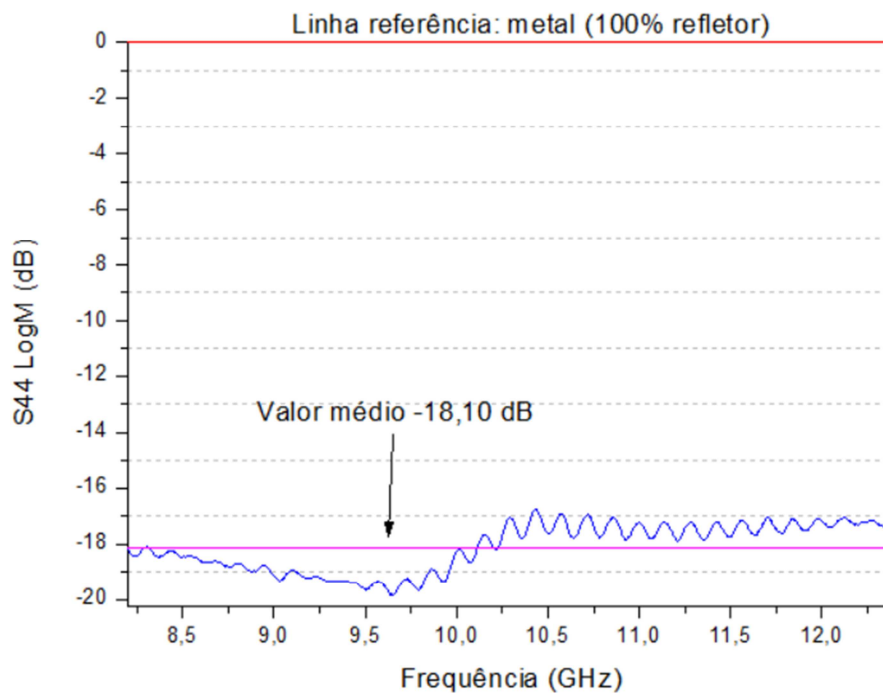
Outro fato interessante com relação ao material pré-impregnado de FV/resina epóxi em estudo, além das considerações apresentadas sobre a pouca influência da orientação das fibras nas medidas de refletividade e transmissão, é que, independente da face do pré-impregnado curado utilizada nas medidas dos parâmetros S, a interação onda-matéria é praticamente a mesma. Para uma maior compreensão, a Figura 38 ilustra a incidência da onda no material. No lado esquerdo da referida figura é representada uma onda emitida da porta 2 do guia de ondas e que retorna para a mesma porta 2, representando o fenômeno envolvido nas medidas do parâmetro S_{22} (Figuras 34 e 35). Ainda na Figura 38, do lado direito, é esquematizada uma onda emitida da porta 4 do guia de ondas e que retorna para a mesma porta 4, ou seja, refletividade do lado oposto ao apresentado nos gráficos das Figuras 34 e 35. Tal parâmetro é descrito por S_{44} e seus valores são apresentados nos gráficos das Figuras 39 e 40.

Figura 38 – Esquema que mostra a incidência de uma onda eletromagnética em lados opostos de uma mesma amostra de um material.



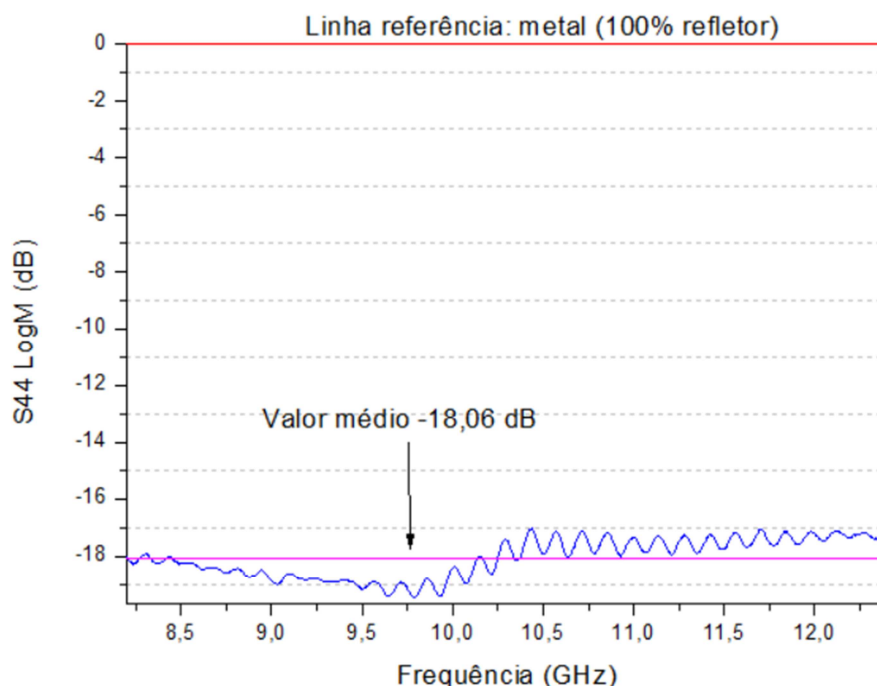
Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 39 – Curvas de S_{44} em função da frequência do pré-impregnado FV/resina epóxi na orientação 1.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 40 – Curvas de S_{44} em função da frequência do pré-impregnado FV/resina epóxi na orientação 2.



Fonte: Produção do próprio autor.

A comparação das Figuras 34, 35, 39 e 40 evidencia que tanto S_{22} como S_{44} para o material pré-impregnado estudado são muito próximos, com cerca de 98% de atenuação (entenda-se neste caso, que a atenuação é conferida pela transparência do pré-impregnado às micro-ondas). Assim, independente do lado utilizado do pré-impregnado, a interação onda-matéria é praticamente a mesma, facilitando a utilização do pré-impregnado durante o processo de laminação manual. Em resumo, ambos os lados do pré-impregnado são igualmente pouco refletores e com elevada transmissão das micro-ondas na faixa de 8,2 a 12,4 GHz.

4.2 Caracterização do véu de C/Ni

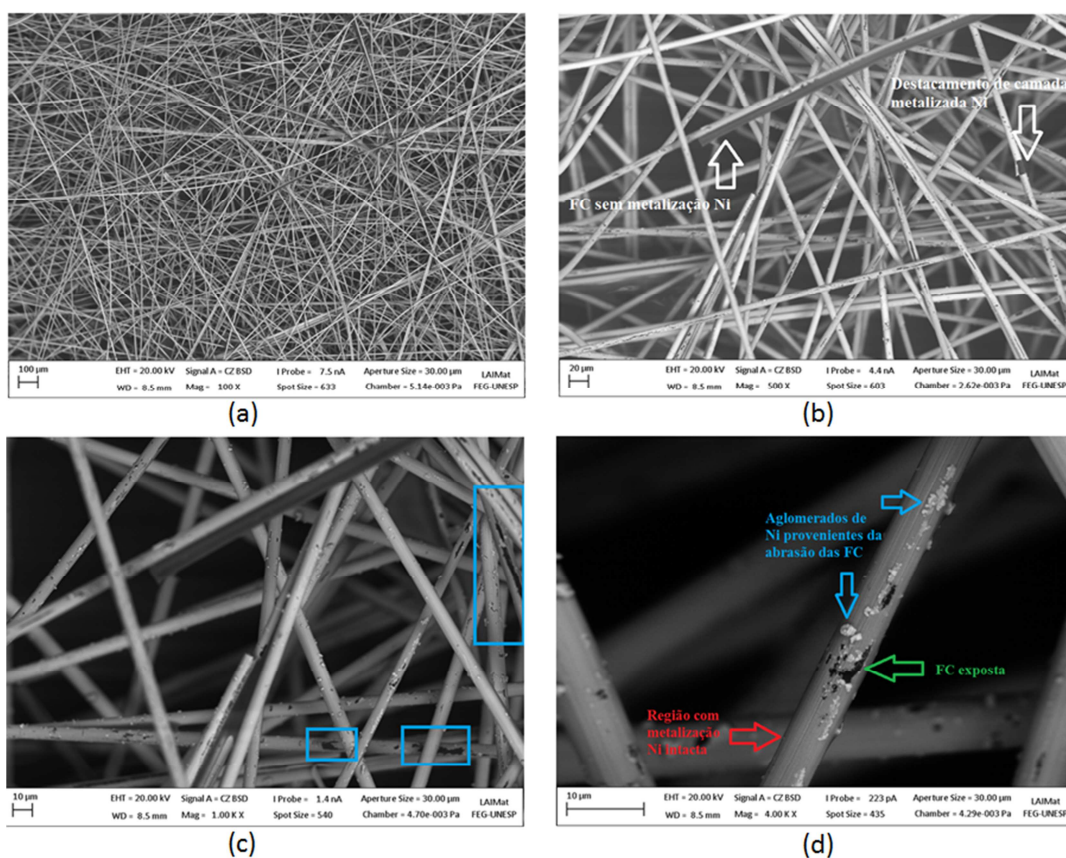
O véu de fibra de carbono metalizado com níquel (C/Ni) em sua condição original, ou seja, conforme recebido, passou por avaliações morfológicas por meio de análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e mapeamento químico via espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Em caráter complementar, algumas medições e imagens foram também realizadas por microscopia óptica (MO).

Paralelamente, foram também realizadas medidas de seus parâmetros de espalhamento e de sua estabilidade térmica por análises de TGA.

4.2.1. MEV/EDS

As imagens da Figura 41 apresentam a morfologia do véu de C/Ni nos aumentos de 100x, 500x, 1000x e 4000x respectivamente. Cabe salientar que sendo a amostra de véu constituída principalmente de carbono e níquel, como comprovado pelos resultados do mapeamento químico por EDS e sendo o metal níquel um elemento com número atômico ($Z = 28$) relativamente alto, quando comparado ao do carbono ($Z = 6$), o ganho de sinal, devido às camadas externas de Ni, facilitou o ajuste de foco. Isto permitiu a realização das análises morfológicas com abertura (em inglês – *aperture size*) de 30 μm para a determinação da profundidade de campo.

Figura 41 – MEV do véu de C/Ni como recebido, com magnificações de (a) 100x, (b) 500x, (c) 1000x, (d) 4000x.



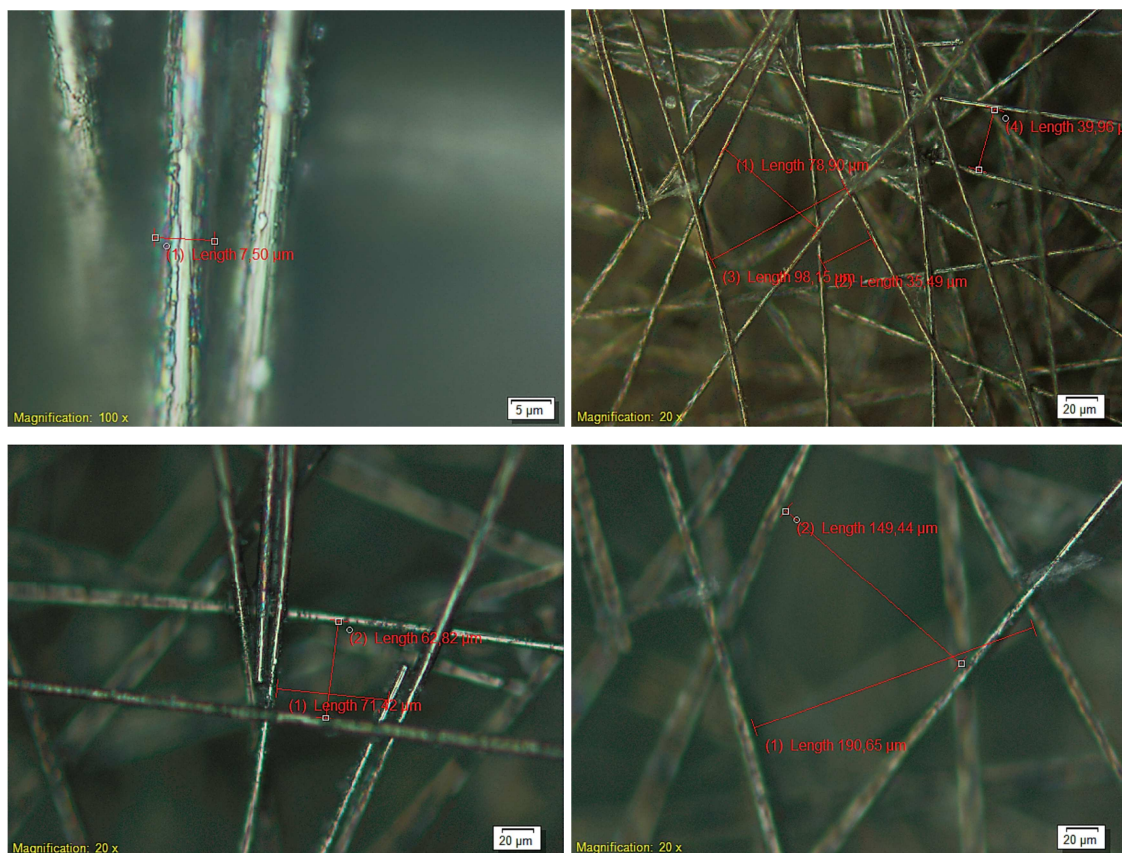
Fonte: Produção do próprio autor.

A imagem de MEV da Figura 41(a) mostra a morfologia do véu de carbono, com a presença de fibras arranjadas aleatoriamente. A escala de cores em tons de cinza permite visualizar, conforme confirmações via EDS, a camada do metal níquel em tons mais claros e próximos ao branco e as fibras de carbono em tons escuros. Na Figura 41(b) são indicados dois pontos, sendo um representativo da FC sem metalização de Ni e totalmente exposta, provavelmente devido ao controle dos parâmetros de processamento durante a fabricação do véu de C/Ni. O outro ponto indica a região na qual ocorre o destacamento da camada de níquel em torno de uma região específica de uma das FC.

Nas Figuras 41(c-d) são apresentadas as regiões destacadas pelos quadrados e setas em cores, onde são destacadas regiões em que a camada de Ni foi removida, provavelmente pela abrasão entre as fibras metalizadas durante o manuseio do véu de C/Ni. A Figura 41(d) evidencia aglomerados do metal Ni em torno da região que sofreu a abrasão, resultado também confirmado pelas análises de EDS, apresentadas mais a frente.

Na sequência são apresentadas algumas das imagens geradas por meio de microscopia óptica do véu de C/Ni (Figura 42). Estas imagens são complementares às avaliações feitas por MEV. Nesta figura são indicadas algumas dimensões de espaçamento entre fibras, além de medidas do diâmetro das mesmas. Estas imagens mostram a aleatoriedade de posicionamento e direção das fibras, o que tornou complexa uma estimativa mais precisa das medidas de diâmetro das FC metalizadas com Ni e do espaçamento entre estas.

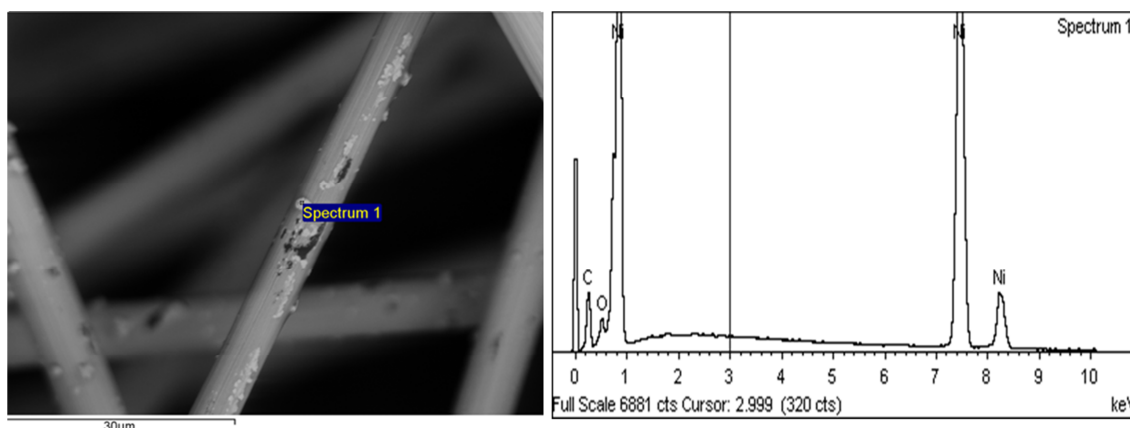
Figura 42 – MO do véu de C/Ni como recebido, com a medição do diâmetro da fibra e espaçamento entre elas (100x).



Fonte: Produção do próprio autor.

Na sequência são apresentados os resultados do mapeamento químico por espectroscopia de energia dispersiva para três regiões específicas do véu de C/Ni, como recebido. A Figura 43 apresenta o mapeamento em um dos aglomerados apresentados na Figura 41(d). A análise do espectro do lado direito da imagem mostra que a presença de Ni é evidente pelos picos característicos, resultado também apontado na Tabela 8, que mostra maiores porcentagens em massa para o elemento Ni (81% em massa).

Figura 43 – Resultados de EDS do véu de C/Ni, como recebido, no ponto assinalado como ‘Spectrum 1’.



Fonte: Produção do próprio autor.

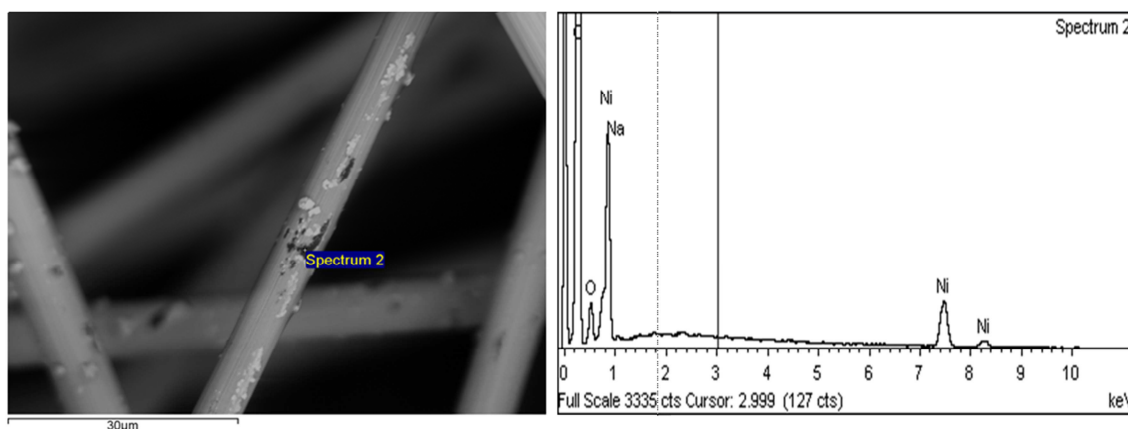
Tabela 8 – Mapeamento químico por EDS da região indicada na Figura 43.

Elemento	% Massa
C	16,7
O	2,2
Ni	81,1

Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 44 mostra o espectro de EDS referente ao ponto assinalado como ‘Spectrum 2’ do véu de C/Ni, representativo da região escura da amostra do véu de C/Ni. Esta análise mostra que a região mais escura refere-se à fibra de carbono exposta, parcialmente ou totalmente sem metalização, apresentando teores elevados do elemento químico carbono, conforme Tabela 9 (79,2% em massa). O teor de Ni em massa nesta região em discussão é de 9,6%, sendo bastante inferior ao teor de Ni da região indicada na Figura 43, o que confirma a remoção mecânica parcial e de maneira heterogênea da camada de Ni da superfície da fibra de carbono.

Figura 44 – Análise de EDS do véu de C/Ni, como recebido, no ponto assinalado como ‘Spectrum 2’.



Fonte: Produção do próprio autor.

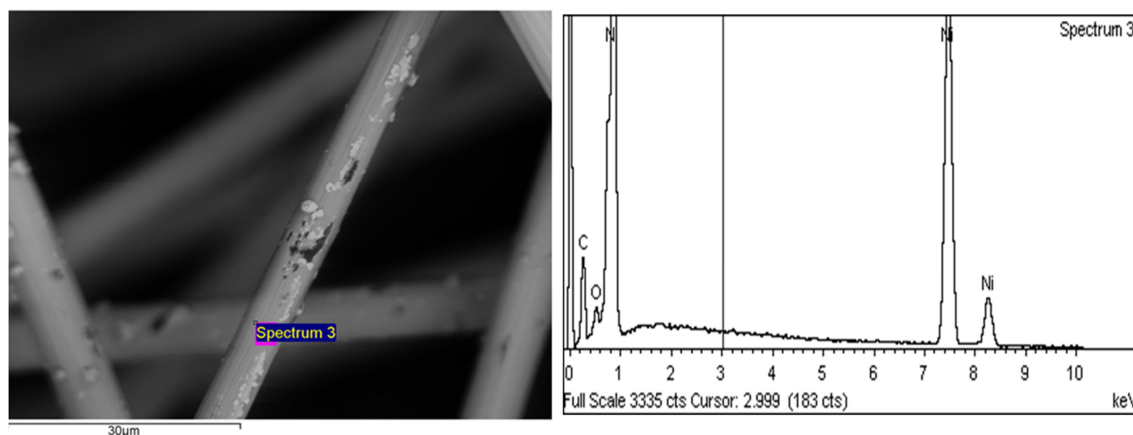
Tabela 9 - Mapeamento químico por EDS da região indicada na Figura 44.

Elemento	% Massa
C	79,2
O	10,9
Ni	9,6
Na	0,3

Fonte: Produção do próprio autor.

Finalmente, e ainda por meio de avaliações por EDS do véu de C/Ni originalmente recebido, a Figura 45 apresenta do lado esquerdo a região escolhida para o mapeamento elementar e a análise dispersiva pontual, qual seja, a região mais clara obtida por MEV. O ponto escolhido para análise é representativo da região do véu de C/Ni original e intacta, ou seja, com camada metalizada de boa qualidade e sem danos e/ou com remoção por abrasão mecânica. O espectro de EDS desta região do véu é apresentado do lado direito da Figura 45 e mostra picos elevados e característicos do metal níquel. Na Tabela 10 são apresentados os teores químicos, sendo de 72,8% em massa de Ni, 24,5% em massa de carbono e o restante referente ao elemento oxigênio, provavelmente relacionado à presença de contaminantes como, por exemplo, óxidos (FREITAS, 2012) e/ou gases adsorvidos (MEDEIROS, 2009).

Figura 45 – Análise de EDS do véu de C/Ni, como recebido, no ponto assinalado como ‘Spectrum 3’.



Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 10 – Mapeamento químico por EDS da região indicada na Figura 45.

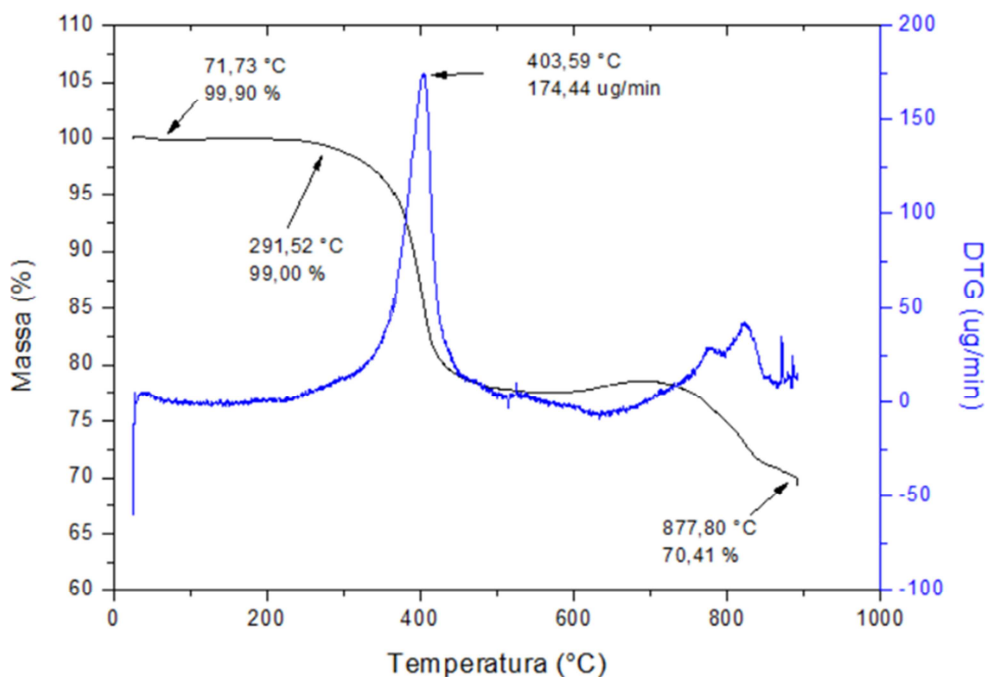
Elemento	% Massa
C	24,5
O	2,75
Ni	72,75

Fonte: Produção do próprio autor.

4.2.2. TGA

Com o intuito de avaliar a temperatura de degradação do véu de fibras de carbono metalizadas com níquel foi realizada análise termogravimétrica em modo dinâmico, sob atmosfera de nitrogênio, dessas amostras. A avaliação da Figura 46, representativa dessas análises para o véu de C/Ni, mostra que na temperatura de aproximadamente 72 °C a amostra perde cerca de 0,1% em massa. Com o aumento da temperatura, o gráfico mostra que o material sofre redução de 1% em massa até ser atingida a temperatura de 292 °C. No entanto, a maior taxa de degradação do véu ocorre, conforme pico da curva de DTG, na temperatura de 403,6 °C, na taxa de 174,4 µg/min. A massa residual do material após aquecimento até cerca de 878 °C é de 70,4%, ou seja, totalizando perda de massa igual a 29,6% para toda a faixa de temperaturas analisada durante o ensaio.

Figura 46 – TGA dinâmico do véu de C/Ni, como recebido, em atmosfera de N₂.



Fonte: Produção do próprio autor.

De acordo com a Figura 31, a temperatura inicial mínima de degradação do material pré-impregnado de FV/resina epóxi, em atmosfera de N_{2(g)}, ocorre em torno de 287 °C. Comparando-se esse valor com o obtido na Figura 46 (temperatura de início de degradação do véu de FC igual a 292 °C), verifica-se que as temperaturas de início de degradação para o pré-impregnado e para o véu são próximas, em atmosfera de N_{2(g)}.

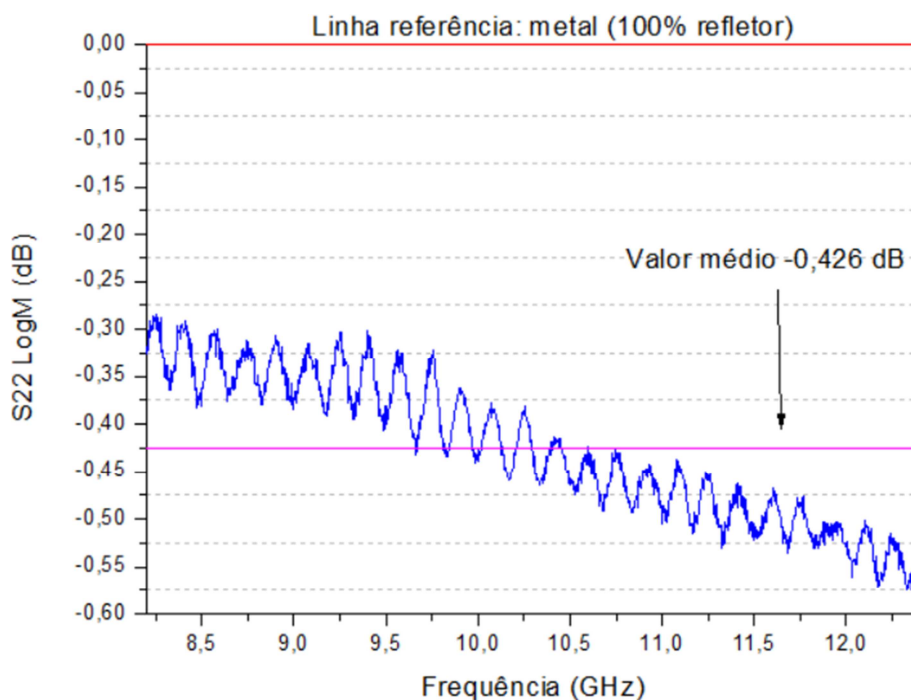
4.2.3. Caracterização eletromagnética

Para avaliar as propriedades eletromagnéticas do véu de C/Ni e verificar a possibilidade de sua aplicação como uma das camadas na obtenção do compósito multifuncional absorvedor de ondas eletromagnéticas, são apresentados a seguir os gráficos referentes às medições dos seus parâmetros de espalhamento S em sua condição original (sem os ataques em soluções de ácido nítrico).

A Figura 47 apresenta o gráfico LogM para o parâmetro S₂₂ do véu de C/Ni, como recebido, tomando-se como base o valor médio de apenas -0,43 dB de atenuação. A partir desse resultado pode-se afirmar que o material em análise é refletor das ondas incidentes, na faixa de frequências das micro-ondas entre 8,2 e 12,4 GHz. Isto significa

que cerca de 9,3% do sinal emitido a partir da porta 2 do analisador vetorial de redes não retorna para a mesma porta. Desse modo, 90,7% do sinal é refletido no véu de C/Ni, sendo detectado na porta 2. Esse comportamento refletor é mais acentuado em frequências abaixo de 10,3 GHz.

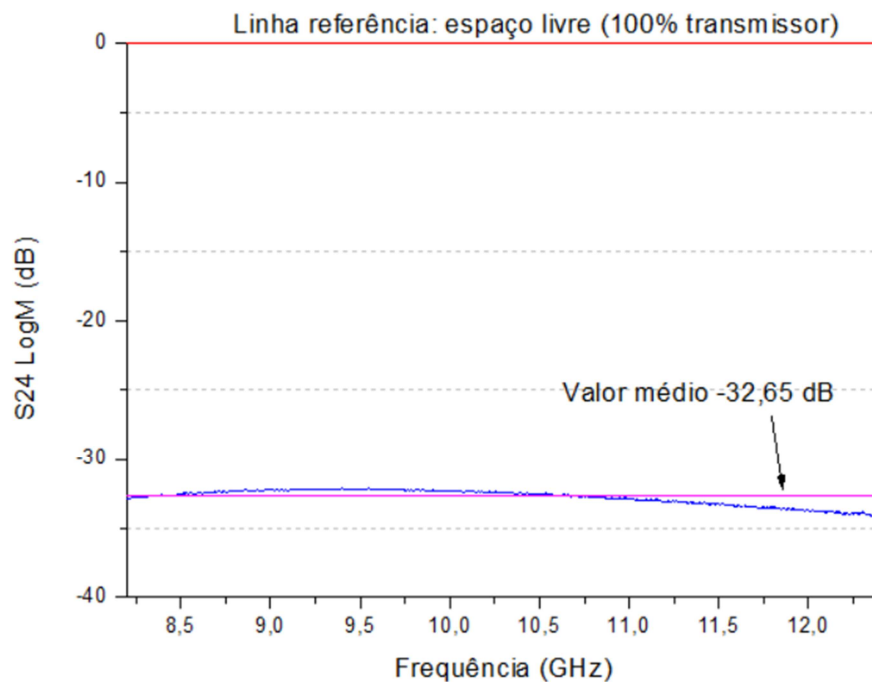
Figura 47 – Curvas de S_{22} em função da frequência do véu de C/Ni, como recebido.



Fonte: Produção do próprio autor.

Corroborando com as considerações feitas quanto à elevada refletividade do véu de C/Ni, a Figura 48 apresenta o parâmetro S_{24} para esse material na condição original. A análise desses dados mostra um valor médio de -32,7 dB, que corresponde à atenuação de 99,95% do sinal emitido da porta 4 em direção à porta 2, ou seja, o sinal que sai da porta 4 praticamente não chega na porta 2, não atravessando e nem sendo absorvido pelo material. Correlacionando este resultado com os dados de S_{22} , tem-se que o sinal é, na verdade, praticamente todo refletido na superfície do véu, com uma pequena porção atenuada e absorvida no mesmo.

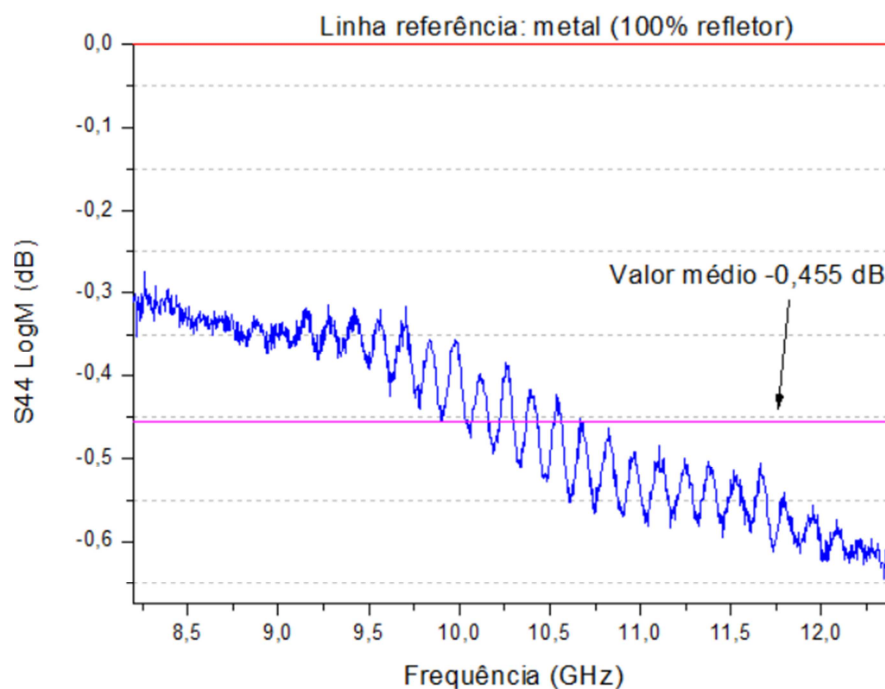
Figura 48 – Curvas de S_{24} em função da frequência do véu de C/Ni, como recebido.



Fonte: Produção do próprio autor.

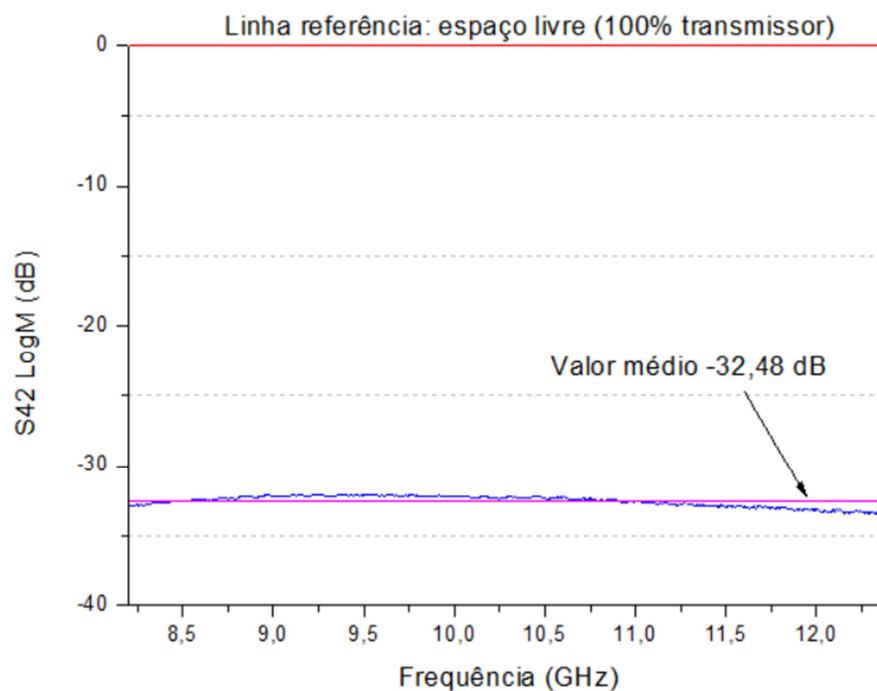
Assim como discutido anteriormente e com base no modelo esquemático da Figura 38 apresentada para o pré-impregnado de FV/resina epóxi, as Figuras 49 e 50 permitem concluir que o comportamento eletromagnético do véu de C/Ni é o mesmo em ambos os lados, de maneira similar ao verificado para o pré-impregnado. Assim, os parâmetros S_{44} e S_{42} do véu apresentam valores muito próximos, respectivamente, aos parâmetros S_{22} e S_{24} desse mesmo material. Esse comportamento facilita o processo de laminação, no qual não é necessária a preocupação quanto ao lado de laminação do véu de C/Ni na obtenção das estruturas multicamadas.

Figura 49 – Curvas de S_{44} em função da frequência do véu de C/Ni, como recebido.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 50 – Curvas de S_{42} em função da frequência do véu de C/Ni, como recebido.



Fonte: Produção do próprio autor.

4.3. Caracterização do véu de C/Ni após os ataques ácidos

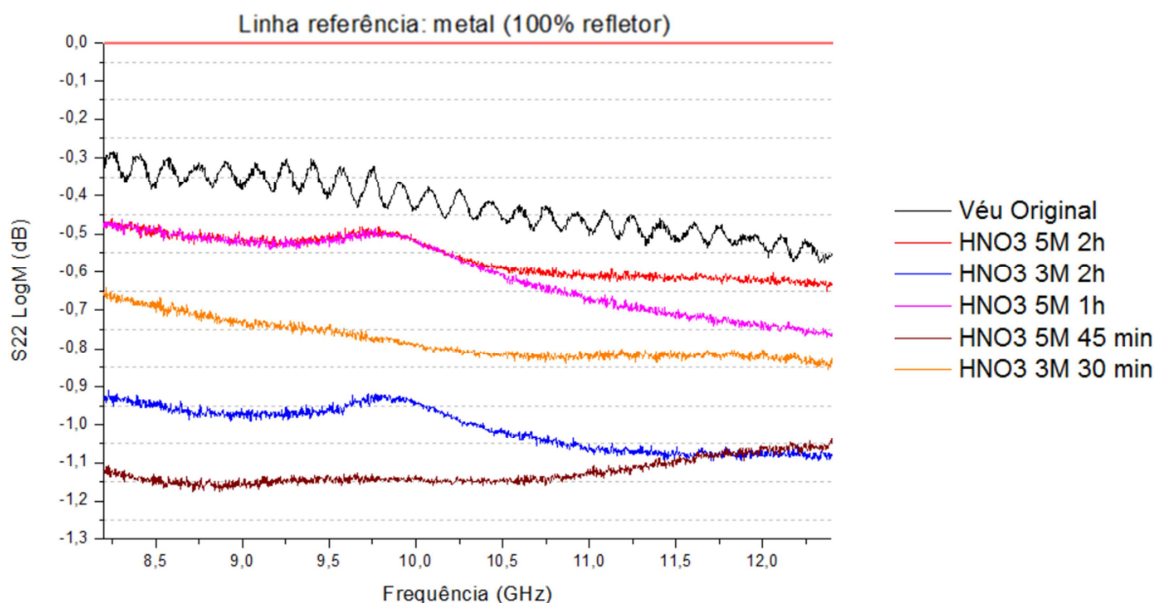
A partir dos resultados obtidos no item 4.2, que mostram o caráter refletor do véu de C/Ni, procurou-se diminuir esta característica a partir da remoção do níquel presente na superfície das fibras de carbono, com a utilização de ataques em soluções ácidas de HNO_3 .

4.3.1. Caracterização eletromagnética

Após os ataques ácidos do véu de C/Ni, fez-se a avaliação dos parâmetros de espalhamento S_{ii} e S_{ij} e a comparação entre as novas medidas para o véu após os ataques ácidos com os parâmetros do véu original (antes do ataque).

Com os diferentes ataques ácidos foram preparadas doze amostras de véu, por meio da combinação das três diferentes concentrações das soluções ácidas de HNO_3 (1, 3 e 5 mol/L) e dos diferentes tempos de ataque (30, 45, 60 e 120 min), conforme apresentado na Tabela 2. Os parâmetros de espalhamento, reflexão e transmissão, para algumas das amostras mais representativas dos véus, após os ataques em soluções ácidas, são apresentados respectivamente nas Figuras 51 e 52. A legenda do lado direito das figuras apresenta a concentração e o tempo de ataque referente a cada amostra tratada em solução ácida. Em caráter comparativo, as Figuras 51 e 52 também apresentam, respectivamente, as curvas de S_{22} e S_{42} para o véu original, sem ataque em solução ácida (curvas pretas).

Figura 51 – Curvas de S_{22} em função da frequência do véu de C/Ni após os ataques ácidos.



Fonte: Produção do próprio autor.

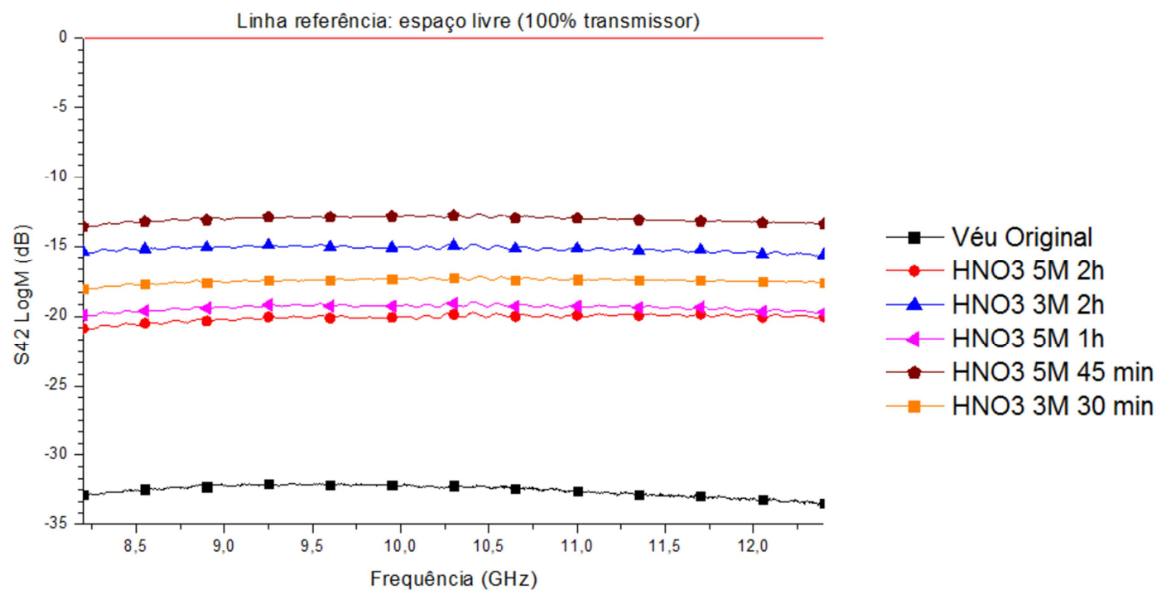
A amostra do véu original, ou seja, sem o ataque ácido, é indicada na Figura 51 pela curva em cor preta e os valores de S_{22} em função da frequência são os mesmos anteriormente discutidos a partir da Figura 47. Ou seja, tem-se um valor médio de -0,43 dB para o parâmetro S_{22} , o que caracteriza reflexão de 90,7% de todo o sinal incidido no material original (véu de C/Ni sem ataque ácido). Porém, observa-se da Figura 51 que as curvas de S_{22} para todas as variedades de véu submetidas aos ataques em soluções ácidas deslocaram-se para baixo em relação à amostra original, distanciando-se da linha referência de material 100% refletor (0 dB). Esse comportamento mostra o aumento da atenuação da onda na porta 2, ou seja, a queda na refletividade dos véus submetidos aos ataques ácidos.

Analisando-se com maiores detalhes as curvas da Figura 51 tem-se que o véu submetido ao ataque em solução ácida de 5 mol/L por 45 min apresenta S_{22} médio de -1,13 dB (curva marrom), ou seja, refletividade de 77,1%. Sabendo-se que, 22,9% do sinal emitido pela porta 2 não retorna para a mesma. Comparando-se esse valor de refletividade com o medido para a amostra do véu original sem ataque ácido, qual seja, 90,7% referente à S_{22} médio de -0,43 dB, verifica-se que o ataque ácido foi eficaz. Observa-se neste caso, que a remoção do níquel do véu contribuiu para reduzir o caráter

refletor deste material em comparação com o véu original, com uma queda máxima de 13,6% no caráter metálico do material tratado por 45 min em solução 5 mol/L.

Os parâmetros de espalhamento S_{42} das amostras dos véus submetidos aos ataques em soluções ácidas também foram avaliados, como ilustra a Figura 52. Esta figura mostra também a curva de S_{42} do véu original (curva preta), que agora aparece na região mais inferior do gráfico, visto o caráter pouco transmissor do véu original para as micro-ondas na banda X. A análise das curvas para os véus tratados em soluções ácidas, representadas no gráfico LogM da Figura 52, em comparação com a curva para o véu original, mostra que ocorreu uma menor atenuação das micro-ondas emitidas a partir da porta 2 do analisador vetorial de redes. Sendo assim, ocorre o aumento da incidência de sinal na porta receptora 4, posicionada após as micro-ondas banda X atravessarem o material em análise. A Figura 52 mostra também que todas as curvas referentes às amostras do véu de FC após os ataques ácidos foram deslocadas para cima, em relação à curva do véu original (S_{42} médio é igual a -32,5 dB, Figura 50), aproximando-se da curva de referência, representativa do espaço livre, meio no qual ocorre 100% de transmissão para as radiações eletromagnéticas e atenuação S_{42} igual a 0 dB. Desse modo, comprova-se a queda na atenuação das micro-ondas através da microestrutura do material, com o consequente aumento da transmissão através do véu após os ataques em soluções ácidas de $\text{HNO}_{3(\text{aq})}$.

Figura 52 – Curvas de S_{42} em função da frequência do véu de C/Ni após os ataques ácidos.



Fonte: Produção do próprio autor.

A Equação 12 e a Figura 7 apoiam o entendimento da relação transmitância e refletividade, mais especificamente do coeficiente de transmissão (T) e do coeficiente de reflexão (Γ). De acordo com a Equação 12, quanto maior o casamento de impedâncias entre o véu e o meio onde a onda se propaga (Z_L mais próximo de Z_0) mais próximo do valor 1 é a relação entre as impedâncias. Substituindo esse valor ($Z_L = Z_0$) na relação da Equação 12, tem-se o valor 1 como solução para a soma dos quadrados de Γ e T , ou seja, conforme a reflexão diminui a transmissão através do material aumenta. Porém, baseado na Equação 24, não é possível afirmar que Γ e T são grandezas inversamente proporcionais, considerando que a energia incidente no material pode ser refletida, transmitida e/ou absorvida. Logo, deve-se considerar que uma parcela da onda eletromagnética pode ser atenuada por absorção no próprio material, sem ser transmitida.

A curva marrom da Figura 51, referente ao ataque com solução ácida 5 mol/L por 45 min, encontra-se deslocada para a região mais inferior da referida figura. Portanto, com os menores valores de S_{22} , caracterizando menor reflexão, que, de acordo com a Equação 12, pode indicar maiores valores de transmissão. Esse resultado é concordante com o apresentado na Figura 52 para o parâmetro S_{42} , onde a curva marrom aparece deslocada para a região superior do gráfico, com S_{42} médio igual a -

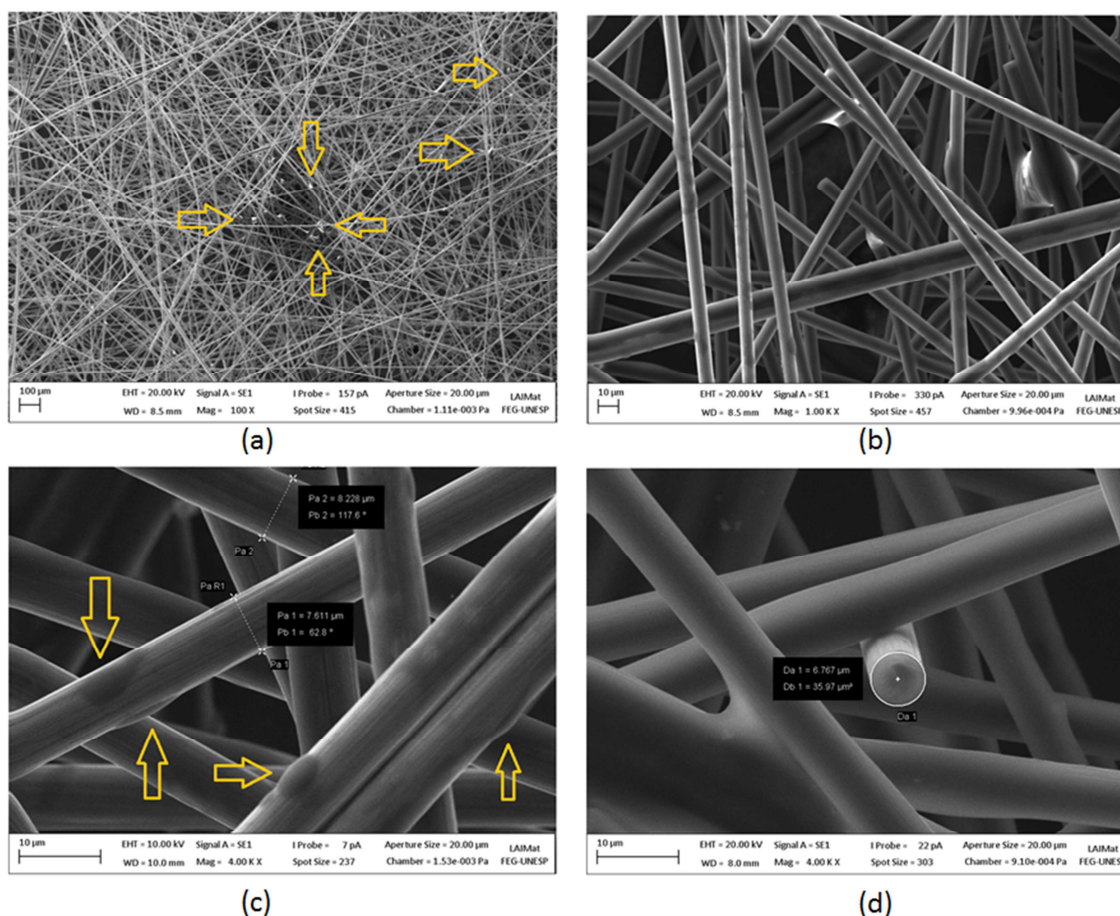
13,1 dB. Maior valor de S_{42} significa maior transmissão das micro-ondas através do material, especificamente um aumento de aproximadamente 4,84% na transmissão, quando comparado com o S_{42} médio de -32,5 dB do véu original.

4.3.2. MEV/EDS

Uma vez caracterizados os parâmetros eletromagnéticos do véu de C/Ni, conforme recebido, onde se observa o caráter refletor do material, buscou-se diminuir a refletividade do véu, ou seja, o seu comportamento metálico, por meio de ataques ácidos, na busca de reduzir a influência da camada de níquel no véu. Essa busca pela redução da refletividade do véu visou alterar as propriedades do mesmo, de forma a adequar o casamento de impedâncias entre os componentes do compósito e o espaço livre, na obtenção das RAS.

Para isto, o véu de C/Ni foi exposto a diferentes ataques ácidos em soluções aquosas de ácido nítrico com concentração molar variada (1, 3 e 5 mol/L) e em diferentes tempos de ataque (30, 45, 60 e 120 min), conforme descrito no item 3.2.1 de Materiais e Métodos. O objetivo deste procedimento foi a remoção da camada de níquel que recobre os filamentos de carbono. As imagens da Figura 53 são representativas da morfologia do véu após o ataque com solução de 5 mol/L, por 45 min, com aumentos de 100x, 1000x e 4000x. Após o contato com o ácido, a aleatoriedade das fibras permaneceu similar à do véu original, como mostra a Figura 53(a). As setas com coloração laranja indicam a presença de pequenos aglomerados de material que, conforme os resultados das análises de EDS, apresentados na Tabela 11, indicam elevados teores de carbono (C) e oxigênio (O) e um baixo teor de níquel (0,15%). Tais aglomerados posicionados nas regiões de contato entre uma fibra e outra são apresentados com maiores detalhes na Figura 53(b). Devido ao elevado teor de carbono e considerável teor de oxigênio, além da aleatoriedade original das fibras do véu ser mantida, verifica-se que o ataque com ácido nítrico foi eficaz na remoção/redução do teor do metal níquel do véu de carbono. Porém, manteve o aglutinante (ou parte dele) das fibras de carbono, a resina poliéster.

Figura 53 – MEV do véu de C/Ni após ataque com solução aquosa de HNO_3 (5 mol/L, por 45 min) (a) 100x, (b) 1000x, (c) 4000x, (d) 4000x.



Fonte: Produção do próprio autor.

As avaliações morfológicas das amostras do véu original foram realizadas com o uso de detector de elétrons retroespalhados, conforme indicado nas legendas das Figuras 41(a-d). Já as avaliações morfológicas via MEV das amostras de véu, após os ataques ácidos, foram realizadas pelo uso de um detector de elétrons secundários (SE), conforme indicado na legenda das Figuras 53(a-d). As avaliações por MEV/SE asseguram imagens de topografia superficial com elevada resolução, permitindo, assim, avaliações mais detalhadas das superfícies das fibras após o ataque ácido (GOLDSTEIN *et al.*, 2003).

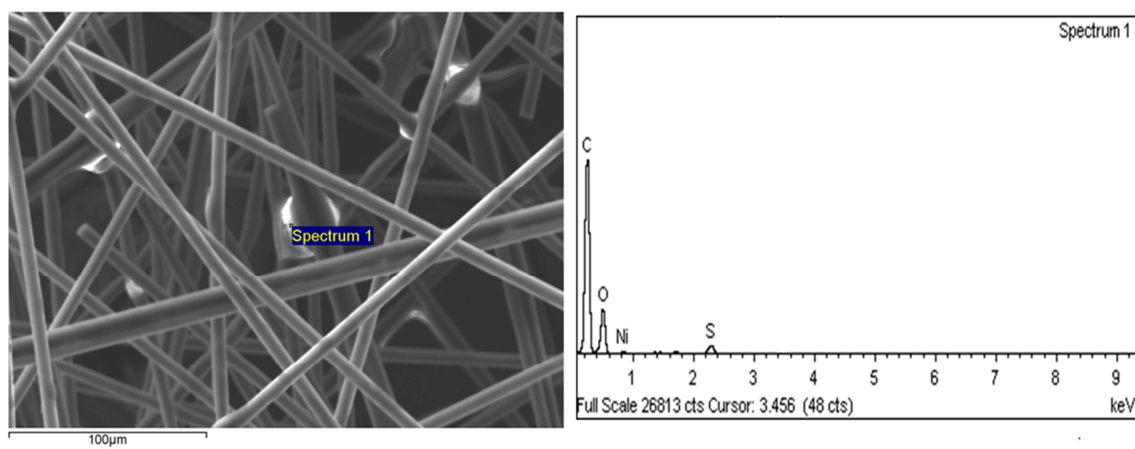
Na Figura 53(b-c) visualiza-se que as fibras após o ataque com HNO_3 apresentam um relevo um pouco diferenciado do observado no véu original, com a presença de pequenas protuberâncias de formas arredondadas, com provável alteração

de diâmetro, oriundas da remoção parcial ou total da camada de níquel. As setas da Figura 53(c) indicam alguns destes pontos.

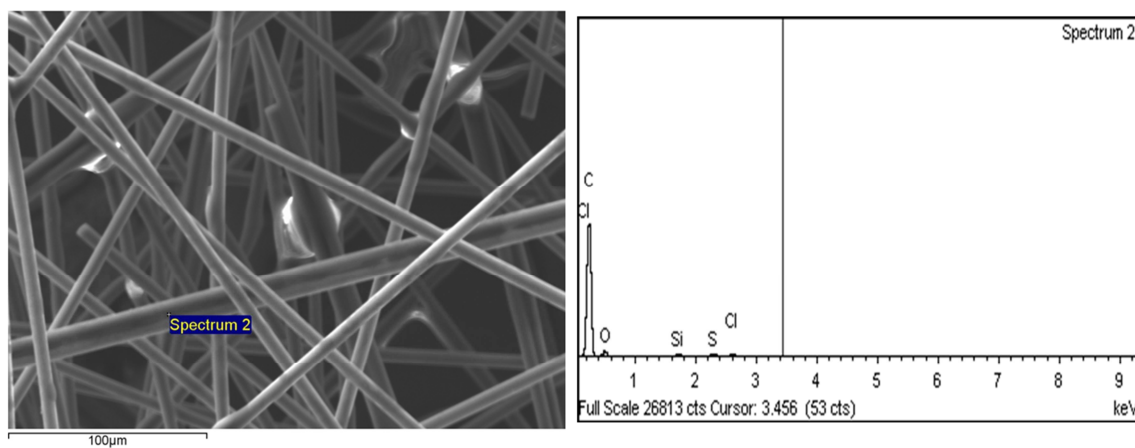
A seguir são apresentados os resultados do mapeamento químico via EDS, com cinco avaliações em pontos distintos das amostras, sendo os resultados de três das avaliações apresentados na Figura 54(a-c). Do lado esquerdo da figura são apresentados os pontos onde as medidas de mapeamento elementar químico foram realizadas e do lado direito os espectros respectivos a cada ponto.

Na Tabela 11 são apresentados os teores médios de níquel determinados nas análises por EDS. Esses resultados mostram que os ataques ácidos, em diferentes concentrações e tempos de exposição foram eficazes na remoção do níquel da superfície da fibra de carbono. Dois dos espectros, especificamente os espectros 2 e 3, não detectaram a presença do níquel e o espectro referente ao ponto da amostra na Figura 54(a) detectou pequeno teor do metal, 0,15% em massa.

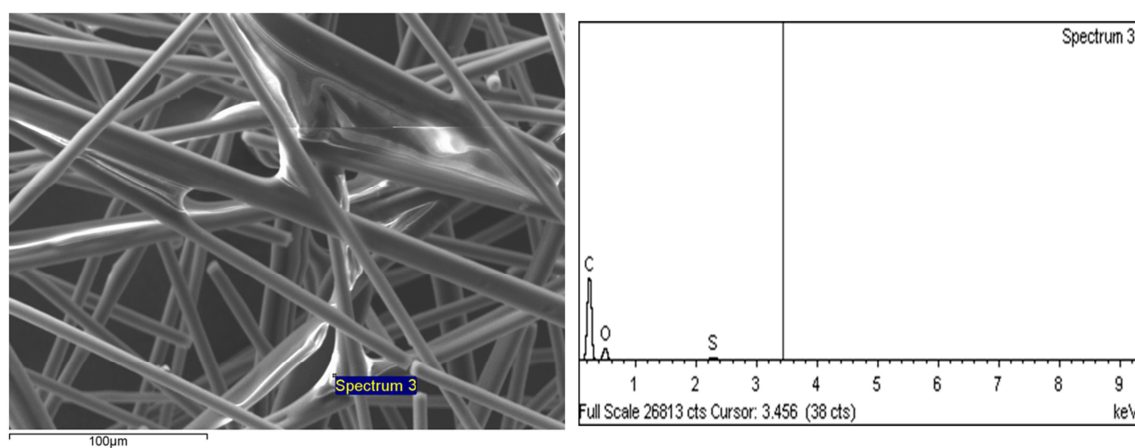
Figura 54 – Análises por MEV/EDS representativas do mapeamento químico do véu de C/Ni após o ataque ácido - (a) espectro 1, (b) espectro 2 e (c) espectro 3.



(a)



(b)



(c)

Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 11 – Teores químicos em porcentagem em massa determinados por EDS das amostras de véu com ataque ácido (regiões indicadas na Figura 54).

Elemento	% Massa		
	Fig. 54(a)	Fig. 54(b)	Fig. 54(c)
C	63,1	84,2	71,8
O	35,9	14,5	26,4
S	0,91	0,52	1,77
Ni	0,15	--	--
Si	--	0,19	--
Cl	--	0,46	--
Fe	--	0,17	--

Fonte: Produção do próprio autor.

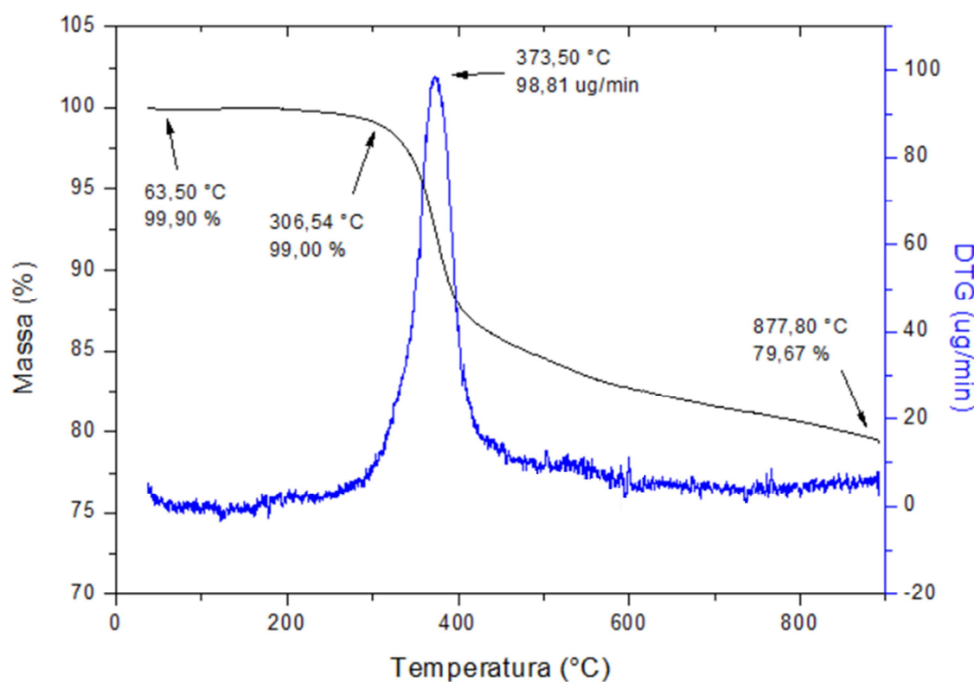
A técnica de EDS detectou ainda a presença de alguns outros elementos nas amostras do véu, agora com teor de níquel nulo ou muito baixo. Dentre os contaminantes foram identificados Cl, Si, O e Fe. A presença de oxigênio e ferro pode estar relacionada ao processo de secagem em estufa a 60 °C, durante 270 min. Sabendo-se que, temperaturas mais elevadas podem acelerar processos de oxidação agregando oxigênio à amostra. Além disso, foi utilizado um suporte em aço Fe-C para manter a superfície do véu suspensa na secagem em estufa, o que pode ter contaminado a amostra com o elemento Fe. Sendo o véu constituído por fibras de carbono, os teores de C encontrados são os de maior porcentagem em massa, como esperado.

4.3.3. TGA

De modo a verificar se o ataque ácido do véu causa a redução da temperatura inicial de degradação do véu de fibras de carbono que, dependendo da aplicação, pode reduzir a sua faixa de uso, foram realizadas análises por TGA. A Figura 55 é representativa das análises termogravimétricas realizadas sob atmosfera de N₂, da amostra de véu fibra de carbono tratada com a solução ácida de 5 mol/L por 45 min, ou seja, a que apresentou a maior redução para o caráter refletor do véu. Comparando-se a

Figura 46 do TGA do véu original com a Figura 55, observa-se que a temperatura na qual o véu original perde em torno de 0,1% em massa é de 71,7 °C. Já a amostra tratada com ácido apresenta perda dessa mesma massa em 63,5 °C. Analogamente, a perda de 1% em massa para o véu original e com níquel ocorre na temperatura de aproximadamente 292 °C, enquanto que o véu após ataque ácido apresenta essa mesma perda de massa (1%) em torno de 307 °C. Esse resultado mostra que a fibra de carbono apresenta maior estabilidade térmica sem a camada de níquel, sugere que a presença do metal pode catalisar a oxidação do reforço de carbono com a presença de oxigênio residual na amostra ou oriundo da degradação do revestimento de resina poliéster.

Figura 55 – TGA dinâmico do véu de C/Ni após ataque com solução de HNO₃, em atmosfera de N_{2(g)}.



Fonte: Produção do próprio autor.

A comparação das curvas de TGA/DTG das Figuras 46 e 55 mostra que a taxa máxima de variação de massa do véu após o ataque ácido é de 98,81 µg/min, 56,6% inferior à taxa de degradação do véu na condição original (174,44 µg/min). O que pode ser explicado pelas maiores inércias química e térmica das fibras de carbono, agora totalmente expostas, em comparação com o véu revestido com a camada de níquel. A análise da curva DTG mostra também que a máxima variação de massa do material,

após os ataques em solução ácida de HNO_3 , é deslocada para menores valores de temperatura. Tal fato pode ser observado pelo deslocamento para a esquerda do pico da curva DTG, sendo que a nova taxa máxima de degradação ocorre em 373,5 °C.

Variações nas curvas de DTG podem surgir de variáveis instrumentais, como: razão de aquecimento, atmosfera do forno, tipo do recipiente (panela) utilizado nas análises, dentre outros (BROCKS, 2011; CONEJO, 2015; COSTA, 1998; COSTA *et al.*, 2005; COSTA *et al.*, 2003; COSTA *et al.*, 1999; RIBEIRO *et al.*, 2014; VALIM, SILVEIRA *et al.*, 2015). No caso das avaliações TGA/DTG para o véu de FC, antes e após ataque ácido, foram mantidas as mesmas condições instrumentais, não podendo ser atribuído o deslocamento das temperaturas da curva DTG a esses fatores. Porém, podem surgir alterações nas curvas TGA/DTG devido a variáveis específicas das amostras analisadas, como: gases desprendidos, massa de amostra utilizada nas análises, tamanho e geometria das amostras, empacotamento da amostra dentro do recipiente de análise, condutividade térmica e capacidade calorífica das amostras (BROCKS, 2011; CONEJO, 2015; COSTA, 1998; COSTA *et al.*, 2005; COSTA *et al.*, 2003; COSTA *et al.*, 1999; RIBEIRO *et al.*, 2014; VALIM, SILVEIRA *et al.*, 2015). Nesse último caso, pode-se relacionar o deslocamento da curva ao empacotamento do véu no recipiente. Uma vez que, devido à sua baixa massa específica, as amostras foram cortadas e posicionadas no interior da panela em diversas camadas, para atingir um valor de massa adequado às análises, conforme ASTM E2550-11. Nessa condição podem ocorrer mínimas variações de empacotamento e exposição da superfície de contato da amostra com a atmosfera e calor do forno do equipamento, as quais podem afetar a análise termogravimétrica. Assim cabe salientar que, a massa das amostras, independente do exposto anteriormente, foram mantidas muito próximas, conforme apresentado na Tabela 5.

Outro ponto que pode estar relacionado à causa do deslocamento do pico de DTG refere-se à alteração da condutividade térmica das amostras. Uma vez que, após o ataque com a solução ácida a camada de níquel foi removida e a variável condutividade térmica do véu provavelmente foi alterada (KIM *et al.*, 2007; MARSH, 2010; QIN & BROSSEAU, 2012; SAVILLE, 2004; SHEN *et al.*, 2007; TZENG & CHANG, 2000). Observa-se também que, a massa residual à temperatura de 877,8 °C para o véu após o ataque ácido é maior (79,7%) em relação à do véu originalmente recebido (70,4%, Figura 46).

A Tabela 12 compila alguns dos resultados obtidos a partir das análises de TGA em modo dinâmico para o véu de C/Ni como recebido, após ataque com solução de HNO_3 e para o pré-impregnado de FV/resina epóxi, conforme curvas TGA/DTG apresentadas anteriormente.

Tabela 12 – Alguns resultados das curvas TGA/DTG dinâmico para o véu de C/Ni como recebido, após ataque com solução de HNO_3 e para o pré-impregnado de FV/resina epóxi.

Material	Descrição	Atmosfera	Perda acumulada de 1% _m (°C)	Pico DTG (µg/min)	Pico DTG (°C)	Massa residual a 877 °C (%)
Véu de C/Ni	Como recebido	$\text{N}_{2(g)}$	291,52	174,44	403,59	70,40
	Após ataque em $\text{HNO}_{3(aq)}$	$\text{N}_{2(g)}$	306,54	98,81	373,50	79,67
Pré-impregnado FV/epóxi	Como recebido	$\text{N}_{2(g)}$	286,90	270,51	311,16	74,25
	Como recebido	Oxidativa (ar)	219,24	282,83	309,99	67,78

Fonte: Produção do próprio autor.

4.4. Processamento e caracterização eletromagnética dos compósitos de FV/resina epóxi/véu de C/Ni

Uma vez comprovada a redução da refletividade do véu de C/Ni após o ataque em soluções ácidas, buscou-se entender as características eletromagnéticas dos compósitos obtidos pela combinação do pré-impregnado de FV/resina epóxi com o véu de FC, ou seja, camadas de pré-impregnado laminadas e moldadas juntamente com camadas do véu de FC. O intuito foi verificar se o material compósito multicamada se comporta como MARE. Para isto, foram realizadas combinações entre o pré-impregnado e três tipos de véu tratados com solução ácida (dentre todos obtidos), sendo

o véu original, o véu 545 (atacado com solução 5 mol/L e 45 min de ataque) e o véu 52 (atacado com solução 5 mol/L e 120 min de ataque).

Por meio da combinação do pré-impregnado e dos três tipos de véus, seis famílias de laminados foram moldadas por compressão a quente. Sendo que, essas seis famílias foram obtidas de forma a permitir outras possíveis combinações entre si, durante a caracterização eletromagnética no analisador vetorial de redes, adaptado com o guia de ondas. Considerando as combinações analisadas neste trabalho, um total de nove diferentes laminados tiveram seus parâmetros S avaliados. As diferenças de configuração entre os laminados processados se basearam no número de camadas do material pré-impregnado e véu, com e sem ataque ácido, e posicionamento das camadas desses materiais no laminado.

A Tabela 13 apresenta as famílias de laminados avaliadas. No final desta tabela é apresentada uma legenda para a identificação das amostras. As letras referenciadas na legenda e combinadas conforme mostra a Tabela 13 seguem a ordem exata das combinações das camadas no laminado. Sendo assim, por exemplo, o laminado *POPP* indica uma camada de pré-impregnado (*P*), seguida de uma camada de véu original (*O*) e duas camadas de pré-impregnado (*PP*). O laminado moldado apresentado na família 7 da Tabela 13 é formado pela combinação entre o compósito *PPP545PPPP* e o compósito *POPP*, sendo que entre o véu 545 e o original existem cinco camadas de material pré-impregnado pós-cura. Já o laminado da família 8 da Tabela 13 é formado pela junção dos compósitos *PP52P*, *P545PP* e *POPP*. Desta forma, neste material compósito tem-se três tipos distintos de véu: o original (*O*), o atacado por solução ácida de HNO_3 5 mol/L, em dois tempos distintos de ataque, 120 (52) e 45 (545) min. Assim, o laminado da família 8 tem duas camadas de pré-impregnado entre os véus 52 e 545. Já entre o véu 545 e o véu original *O* existem três camadas de pré-impregnado de FV/resina epóxi.

Tabela 13 – Famílias de compósitos laminados eletromagneticamente caracterizados.

Famílias	Laminado
1	<i>POPP</i>
2	<i>PPPOPPPP</i>
3	<i>P545PP</i>
4	<i>PPP545PPPP</i>
5	<i>P52PP</i>
6	<i>PPP52PPPP</i>
7	<i>PPP545PPPP + POPP</i>
8	<i>PP52P + P545PP + POPP</i>

P – Uma camada de pré-impregnado curado;

545 – Uma camada de véu tratado em solução 5 mol/L durante 45 min;

52 - Uma camada de véu tratado em solução 5 mol/L durante 120 min.

Fonte: Produção do próprio autor.

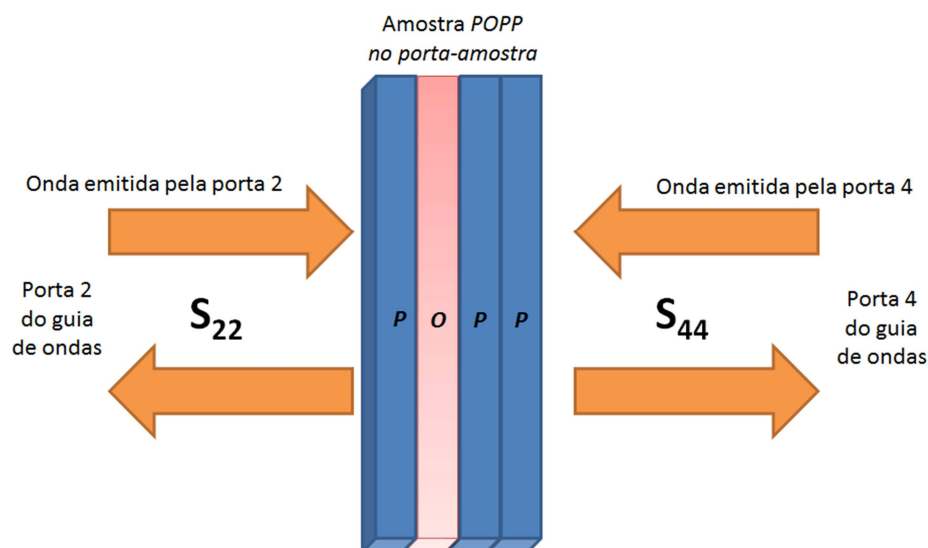
A análise da Tabela 13 mostra que é possível um número muito maior de combinações dos laminados, além das avaliadas neste estudo, sugerindo que novos estudos futuros podem ser conduzidos pelo uso do analisador vetorial de redes e guia de ondas, apresentados na Figura 23.

As combinações propostas neste estudo buscaram avaliar a influência da variação do número de camadas de pré-impregnado entre as camadas de véu de FC quanto à interação com onda incidente no material. Sabendo-se que, podem ocorrer deslocamentos da onda sobre seu eixo de propagação, com reflexões múltiplas no material. A presença deste fenômeno pode contribuir para o cancelamento de fases entre a onda incidente e a refletida, levando à atenuação do sinal. O fenômeno de múltiplas reflexões internas pode ser visualizado nos esquemas das Figuras 10 e 11 deste trabalho (FOLGUERAS, 2005; HALLIDAY, 2004; KRAUS *et al.*, 1999; LEHNER, 2010; NOHARA, 2003).

O esquema da Figura 56 ajuda na compreensão do sentido de propagação da onda nos laminados em análise, clarificando a sequência de camadas que a onda pode encontrar durante sua propagação no material, caso essa percorra o mesmo. Neste exemplo, é considerado o laminado *POPP*. Neste caso tem-se que para uma onda

emitida da porta 2, a sequência de camadas a ser percorrida pela onda é: incidência na primeira camada de pré-impregnado pós-cura, seguida de uma camada de véu original e, finalmente, duas camadas de pré-impregnado pós-cura. No caso das micro-ondas emitidas a partir da porta 4, tem-se que o sentido de propagação é o contrário do observado para a porta 2. Neste caso (onda emitida a partir da porta 4), a onda primeiramente incide em duas camadas de material pré-impregnado, em seguida em uma camada de véu original e, finalmente, em uma última e única camada de pré-impregnado. Ao se considerar os dois lados do laminado, é possível avaliar a influência dos diferentes arranjos de camadas para um mesmo laminado.

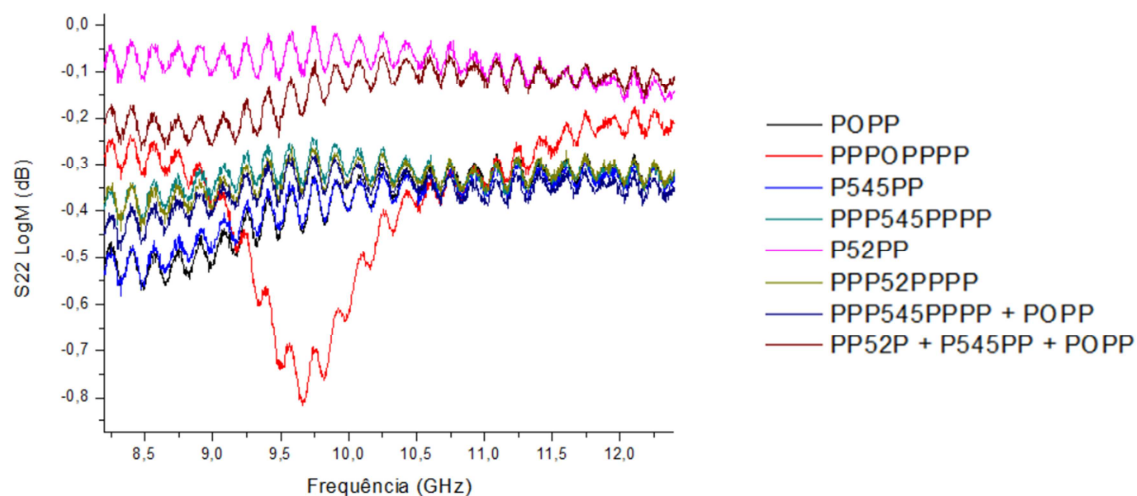
Figura 56 – Esquema do caminho percorrido pela onda ao se propagar através do material compósito *POPP*.



Fonte: Produção do próprio autor.

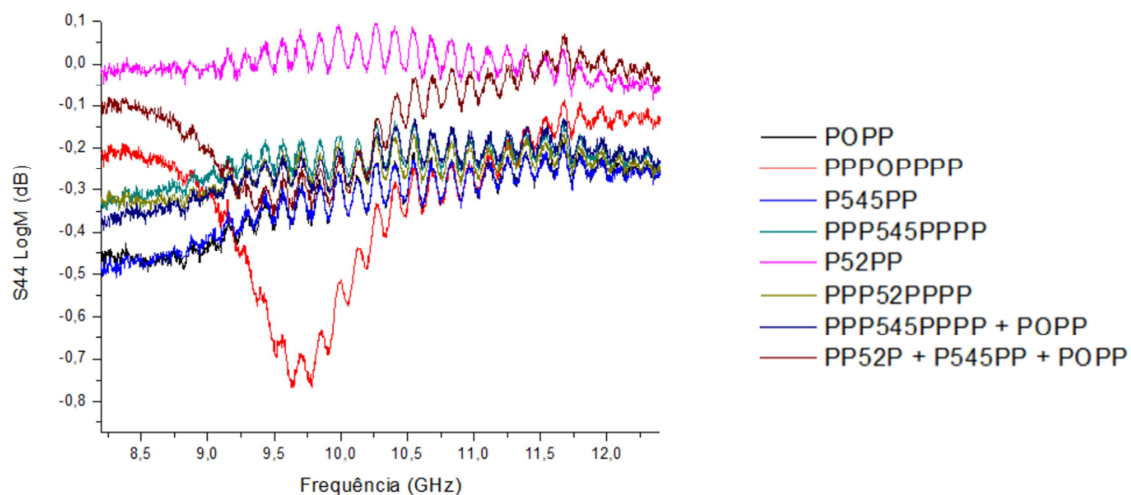
As Figuras 57 e 58 apresentam, respectivamente, as curvas de S_{22} e S_{44} em função da frequência para os laminados compósitos obtidos por meio das combinações entre pré-impregnado e véu da Tabela 13.

Figura 57 – Curvas do parâmetro S_{22} em função da frequência dos laminados de pré-impregnado de FV/resina epóxi e véu de C/Ni.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 58 – Curvas do parâmetro S_{44} em função da frequência dos laminados de pré-impregnado de FV/resina epóxi e véu de C/Ni.



Fonte: Produção do próprio autor.

Comparando-se os gráficos de S_{22} e S_{44} observa-se que as curvas para um mesmo laminado apresentam pequenas diferenças e em faixas específicas de frequências. Nota-se, por exemplo, que para o laminado *P52PP*, representado pelas curvas em rosa nas Figuras 57 e 58, a refletividade é alta. Uma vez que, as curvas de S_{22} e de S_{44} estão posicionadas na região mais próxima do zero dB nos gráficos (com comportamento metálico mais acentuado), sendo que S_{22} médio é igual a -0,084 dB e

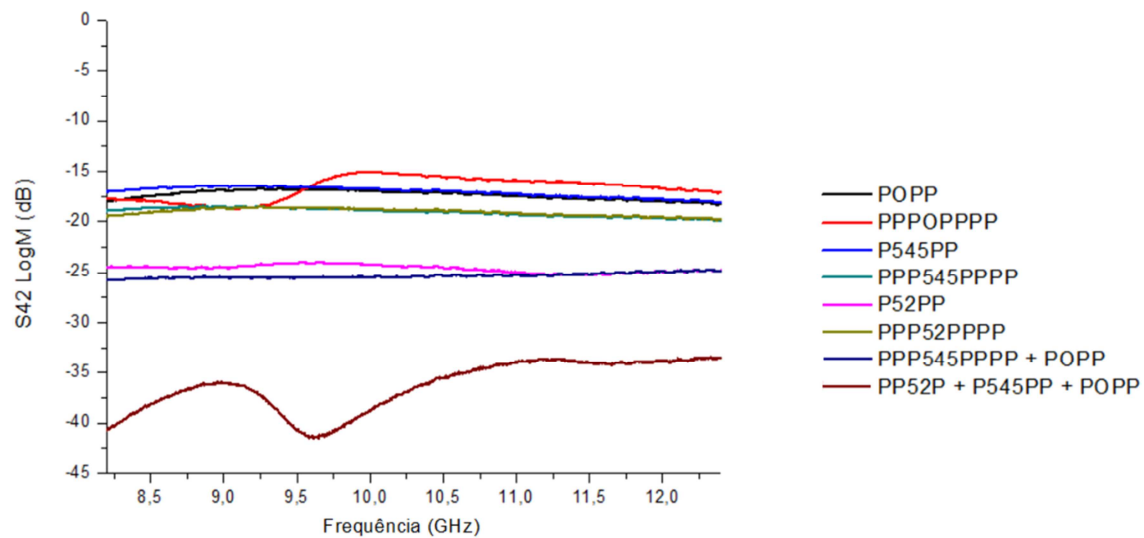
S_{44} médio é igual a -0,011 dB. Desta forma, 98,1% da onda emitida da porta 2 e incidente no material *P52PP* é refletida para a porta 2 e 99,8% da onda incidente no lado do laminado com duas camadas de pré-impregnado (onda emitida da porta 4) é refletida para a mesma porta emissora.

Assim, o laminado *P52PP* apresenta o menor valor de atenuação ($S_{44} \sim 0$ dB), caracterizando atenuação praticamente nula e refletividade muito próxima a 100%. O maior valor médio de atenuação ocorre para o material *P545PP*, quando incidido por ondas emitidas da porta 2 (lado com 1 camada de pré-impregnado e uma camada de véu 545), com parâmetro S_{22} médio igual a -0,38 dB. Sendo assim, a menor refletividade dentre todos os laminados avaliados é igual a 91,62%, justamente para o véu 545 que apresentou os menores valores de refletividade durante as caracterizações apresentadas nas Figuras 51 e 52. Porém, com valores médios de refletividade, quando combinados ao material pré-impregnado, superiores ao do véu 545 isolado. Apesar do resultado pouco significativo de atenuação da onda neste laminado, o valor indica uma combinação construtiva do compósito *P545PP* na atenuação da onda, dentre os laminados processados.

Em resumo, a partir dos resultados apresentados, conclui-se que os materiais compósitos laminados, processados neste estudo, apresentam elevada refletividade, sendo considerados de baixa eficiência na aplicação como MARE. Porém, efetivamente indicados, nas condições apresentadas até o momento, como materiais estruturais para aplicação contra interferências eletromagnéticas (em inglês – *electromagnetic interference* – *EMI*) para micro-ondas da banda X (CAO *et al.*, 2010; LU *et al.*, 1996; TZENG & CHANG, 2000; TZENG & CHANG, 2001).

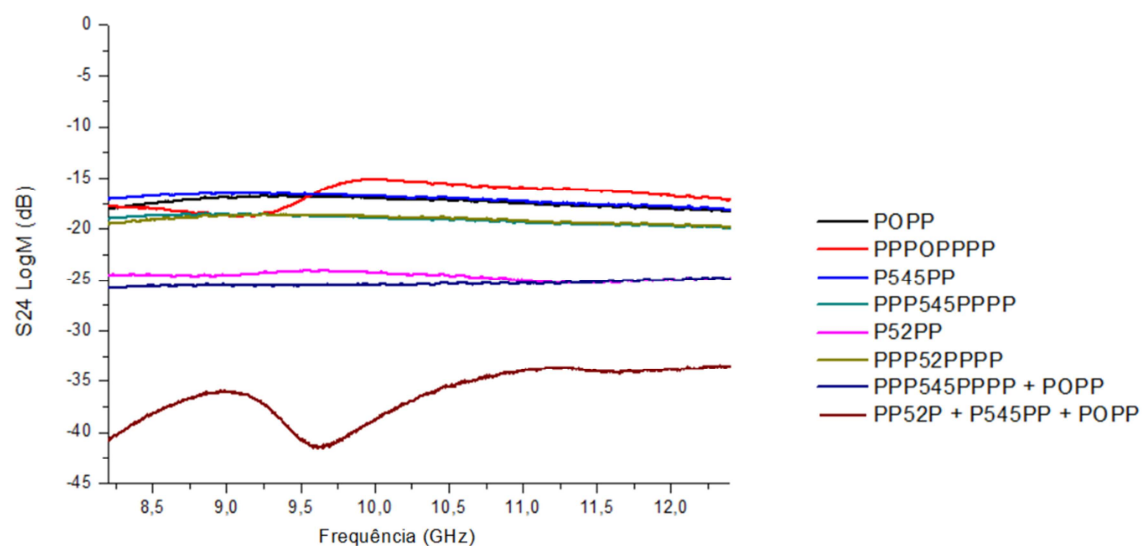
Mais algumas informações quanto às propriedades eletromagnéticas dos compósitos processados podem ser extraídas das Figuras 59 e 60, onde são apresentadas as curvas S_{42} e S_{24} dos materiais compósitos processados. As curvas apresentam perfis muito semelhantes de transmissão da onda através dos laminados, ou seja, os parâmetros S_{42} e S_{24} dos laminados são muito próximos. Estes dados indicam que eletromagneticamente as duas faces de um mesmo laminado apresentam a mesma interação com a onda incidente.

Figura 59 – Curvas do parâmetro S_{42} em função da frequência dos laminados de pré-impregnados de FV/resina epóxi/véu de FC.



Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 60 – Curvas do parâmetro S_{24} em função da frequência dos laminados de pré-impregnados de FV/resina epóxi/véu de FC.



Fonte: Produção do próprio autor.

A correlação dos parâmetros de reflexão (S_{ii}) mostra que as parcelas de energias envolvidas entre um lado e outro do material são distintas. Porém, a energia transmitida (S_{ij}) é a mesma para ambos os lados. Essa correlação mostra que enquanto a reflexão diminui entre um lado e outro do material, a parcela de energia absorvida pelo material apresenta um aumento. Uma vez que, a transmissão manteve-se praticamente

constante ($S_{24} = S_{42}$). As Equações 12 e 24 apoiam o entendimento destas discussões apresentadas quanto aos níveis energéticos envolvidos.

Até este ponto do trabalho, no qual todas as etapas das Fases 1 e 2 foram realizadas conforme fluxograma da Figura 12, pode-se concluir que o véu de FC apresenta refletividade demasiadamente elevada para o processamento de material absorvedor de micro-ondas na banda X. Mesmo após realizar ataques com soluções aquosas de ácido nítrico, que promoveu a remoção da camada metalizada de níquel, a refletividade do material continua elevada, conforme curvas de atenuação S_{ii} apresentadas ao longo deste Capítulo 4.

Com base nos dados coletados neste estudo até este ponto e com o objetivo do processamento de estruturas absorvedoras de radiação eletromagnética, as novas etapas deste trabalho envolvem diminuir a condutividade elétrica do véu de fibras de carbono e, conseqüentemente, seu caráter refletor. Nesse sentido, uma das rotas adotadas para diminuir a refletividade do véu foi diminuir a sua gramatura (mg/cm^2). Para tanto, foram removidos filamentos de fibras de carbono, como apresentado mais a frente. A segunda rota foi introduzir furações repetitivas e com periodicidade no véu, de maneira similar ao adotado no processamento de superfícies seletivas de frequências. Tais resultados são apresentados na sequência.

4.5. Desenvolvimento de RAS com véu de C/Ni de menor gramatura e com furações repetitivas

Com base nos resultados apresentados nas Figuras 47 e 51, tem-se que a máxima redução do caráter refletor do véu de C/Ni foi de 13,6%, após a remoção da camada de níquel, por meio do ataque ácido durante 45 min em solução de HNO_3 , com concentração de 5 mol/L (véu 545). Outro ponto que deve ser salientado é que os compósitos desenvolvidos e apresentados no item 4.4 - Processamento e caracterização eletromagnética dos compósitos de FV/resina epóxi/véu de C/Ni, não apresentaram valores expressivos de atenuação das micro-ondas, não caracterizando queda significativa em suas propriedades refletoras.

Com base nos elevados resultados de refletividade (S_{ii}) até o momento obtidos para os materiais em estudo e visando atingir o objetivo deste trabalho (o

desenvolvimento e o processamento de RAS), foram testados novos procedimentos para reduzir o caráter refletor do véu de C/Ni. Nesse sentido, procurou-se, inicialmente, diminuir a gramatura (mg/cm^2) do véu de C/Ni, pela remoção manual de filamentos de fibras de carbono, com apoio de uma pinça, monitorando os seus parâmetros eletromagnéticos de espalhamento (Par_S). Os resultados obtidos nesta etapa do trabalho mostram que a redução da gramatura do véu favoreceu o decréscimo dos parâmetros S_{22} em função da frequência, indicando a queda na refletividade.

Sendo assim, amostras de véu com gramaturas alteradas foram preparadas tanto para o véu de C/Ni original, bem como para os véus de fibras de carbono submetidos aos ataques com soluções ácidas de 5 mol/L durante 45 min (véu 545) e 120 min (véu 52). A Tabela 14 apresenta a relação de gramaturas para cada nova amostra de véu, caracterizadas, posteriormente, nos dispositivos da Figura 23.

Tabela 14 – Amostras de véu com gramaturas (mg/cm^2) alteradas via remoção de filamentos de fibras de carbono.

		mg/cm^2
Véu de C/Ni original	Gramatura 1	2,676
	Gramatura 2	1,643
	Gramatura 3	0,870
Véu 545	Gramatura 1	1,668
	Gramatura 2	0,783
	Gramatura 3	0,364
Véu 52	Gramatura 1	1,554
	Gramatura 2	0,368
	Gramatura 3	0,203

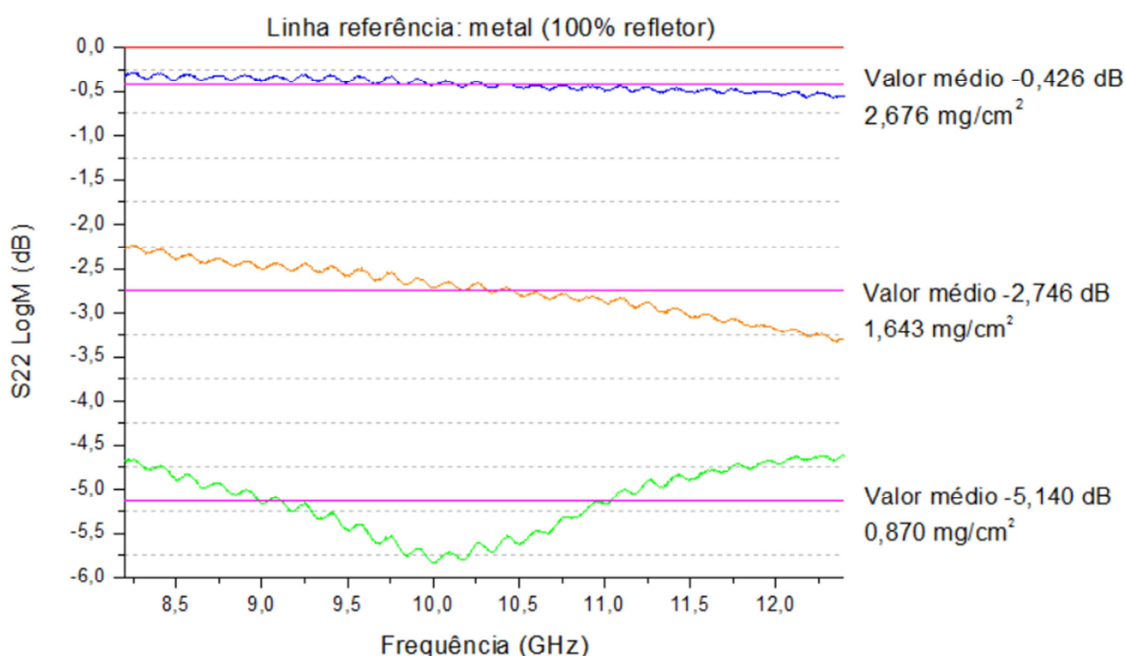
Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 61 apresenta as curvas de S_{22} em função das frequências para o véu de C/Ni sem ataque ácido (original) e para as amostras com gramaturas alteradas, conforme a Tabela 14. A análise da Figura 61 mostra que a atenuação do parâmetro de espalhamento S_{22} aumenta com a diminuição da gramatura, ou seja, quanto mais se remove filamentos de fibras de carbono do véu, menor é a parcela do sinal emitido a

partir da porta 2 que retorna para esta mesma porta, comprovando a queda do caráter refletor do véu. Deve-se considerar que, quanto menos fibras de carbono, menor é a gramatura e, provavelmente, menor é a condutividade elétrica, consequentemente, menor é a reflexão de ondas eletromagnéticas no material. Deste modo, os valores médios de S_{22} das amostras com menor gramatura tendem a se afastar dos valores médios da linha de referência (cor vermelha), sendo esta a curva mais acima no gráfico e representativa dos materiais metálicos (100% refletores, com $S_{22} = 0$ dB).

As curvas da Figura 61 mostram, quantitativamente, como o decréscimo da gramatura do véu de C/Ni leva à redução da sua refletividade. Observa-se que, a redução de 67,5% na gramatura do véu original (sem ataque ácido), ou seja, de 2,676 mg/cm^2 para 0,870 mg/cm^2 , resulta na queda da sua refletividade, com a redução de S_{22} de -0,43 dB para -5,14 dB. Isso resulta em uma redução da reflexão das micro-ondas banda X incidente no véu de fibras de carbono original de 90,7% para aproximadamente 30,6%, resultado este bastante expressivo.

Figura 61 – Curvas do parâmetro S_{22} em função da frequência do véu de C/Ni original com diferentes gramaturas (mg/cm^2).



Fonte: Produção do próprio autor.

O decréscimo dos valores de S_{22} dos véus 545 e 52, ambos expostos aos ataques ácidos, também se acentua com a redução da gramatura, ou seja, o caráter refletor dos véus expostos aos ataques também diminui com a remoção de filamentos de fibras de carbono, comportamento já esperado. A Tabela 15 apresenta a correlação entre gramaturas e valores médios de S_{22} para os véus 545 e 52.

Tabela 15 – Correlação entre gramatura (mg/cm^2) e o parâmetro S_{22} (dB) para os véus 545 e 52.

	Amostra	Gramatura (mg/cm^2)	S_{22} médio (dB)	Sinal refletido (%)
Véu 545	1	1,668	-0,750	84,14
	2	0,783	-0,931	80,70
	3	0,364	-3,000	50,12
Véu 52	1	1,554	-0,749	84,16
	2	0,368	-1,783	66,33
	3	0,203	-3,888	40,85

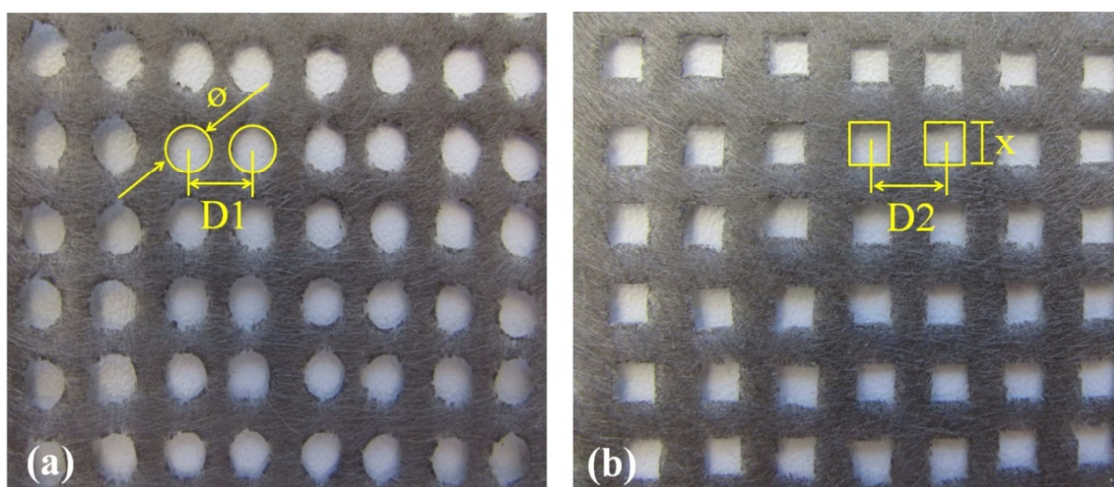
Fonte: Produção do próprio autor.

Uma vez comprovado que a redução da gramatura do véu de fibras de carbono, sem ou com ataque ácido, leva à diminuição da refletividade e considerando que o material pré-impregnado de FV/resina epóxi apresenta elevada transmissão da radiação na banda X, conforme mostram as Figuras 34, 35, 36, 37, 39 e 40, fica evidente o potencial existente na combinação desses materiais no desenvolvimento de RAS multicamada. Porém, esses laminados não foram preparados neste trabalho, ficando como sugestão para trabalhos futuros.

Com base no conhecimento adquirido ao longo deste estudo, passou-se à preparação de amostras de véu com diferentes gramaturas, pelo uso de um método mais parametrizado, qual seja, a inserção de furos, com dimensões e espaçamento previamente definidos, no material. Nesta fase, o presente estudo procura atender características de superfícies seletivas de frequências, pela introdução no véu de figuras com periodicidade. O item 2.1.1 Estruturas absorvedoras de ondas eletromagnéticas (RAS) deste trabalho apresenta alguns conceitos envolvidos de FSS e exemplos da literatura internacional.

Nesta fase do trabalho, para a redução da reflexão do véu de C/Ni em sua condição original, o mesmo foi modificado pela perfuração de geometrias circulares e quadráticas, com dimensões, respectivamente, do diâmetro e da aresta, além do espaçamento centro a centro, controladas, como apresentado no item 3.2.3 Inserção de figuras geométricas vazadas no véu de FC. A Figura 62 é representativa dos véus perfurados com as figuras geométricas. A Tabela 16 apresenta as dimensões relacionadas às furações.

Figura 62 – Véu de C/Ni original com furações (a) circular (V_C) e (b) quadrática (V_Q).



Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 16 – Dimensões das furações, circular e quadrática, feitas no véu de C/Ni original.

Amostras	Diâmetro furação ($\varnothing$, mm)	Distância entre centros dos círculos (D1, mm)	Aresta dos quadrados (x, mm)	Distância entre centros dos quadrados (D2, mm)
1	6,911	4,473	3,407	7,036
2	6,942	4,332	3,490	6,931
3	7,094	4,311	3,703	7,086
4	6,821	4,362	3,545	6,532
5	7,079	4,339	3,341	7,079
6	6,597	4,321	3,509	6,968
7	7,271	4,376	3,494	6,893
8	6,586	4,671	3,462	6,744
9	6,645	4,572	3,398	7,077
10	7,100	4,634	3,483	7,074
11	7,172	4,317	3,346	6,954
12	7,012	4,386	3,253	7,080
Média	6,94	4,43	3,45	6,96
Desvio padrão	0,23	0,13	0,12	0,17

Fonte: Produção do próprio autor.

Utilizando os véus de C/Ni apresentados na Figura 62, foi realizada a laminação manual, utilizando uma camada de véu C/Ni com figuras geométricas vazadas, combinada com 15 camadas de pré-impregnado de FV/resina epóxi. O posicionamento e o arranjo das camadas são apresentados na Tabela 17, sendo que o processo de laminação e a sequência de empilhamento foram realizados com base na Patente número US 8.932.025 B2. Nessa patente, os autores, Bettermann & Frye (2015), posicionam o material com função absorvedora em distâncias entre 2 e 5 mm abaixo da superfície de incidência da onda eletromagnética, sendo as demais camadas, incluindo a primeira a ser encontrada pela onda eletromagnética, composta por uma matriz polimérica reforçada com fibras (BETTERMANN & FRYE, 2015).

A espessura final dos laminados obtidos neste trabalho foi de 3 mm e o véu C/Ni com furos (denominado neste texto de V_C para o véu com perfuração circular e V_Q para o véu com furação quadrada) foi posicionado no laminado mais no seu interior, ou seja, distante da face do material que recebe a incidência frontal da onda eletromagnética, conforme menciona a Patente US 8.932.025 B2, ficando o véu perfurado entre 2 e 5 mm abaixo da face de incidência da onda eletromagnética. A Figura 63 exemplifica estes laminados obtidos.

Tabela 17 – Sequência de empilhamento de camadas na laminação manual das RAS baseadas no pré-impregnado de FV/resina epóxi combinado com o véu C/Ni com furação.

Famílias	Laminado
RAS véu C/Ni furação circular	$PPV_CPPPPPPPPPPPPPP$
RAS véu C/Ni furação quadrada	$PPV_QPPPPPPPPPPPPPP$

P – Uma camada de pré-impregnado;

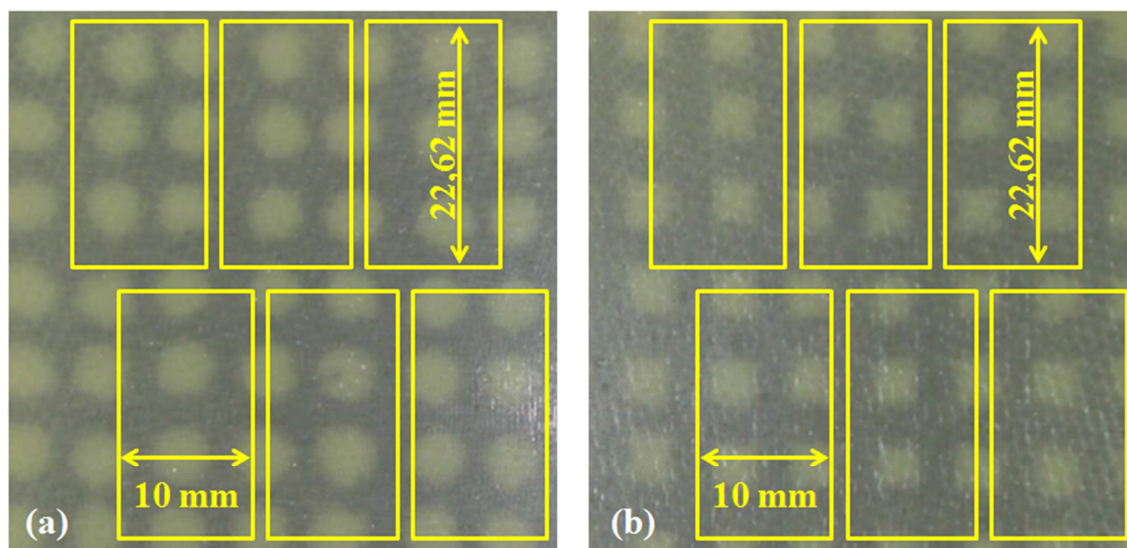
V_C – Uma camada de véu com furação circular, conforme Figura 62(a);

V_Q – Uma camada de véu com furação quadrada, conforme Figura 62(b).

Fonte: Produção do próprio autor.

Após a laminação das camadas nas configurações apresentadas na Tabela 17 os materiais foram curados conforme ciclo de cura definido no item 4.1.1 Análises térmicas. O material estrutural obtido foi posteriormente cortado em máquina de corte apresentada na Figura 20 e lixados até atingir as dimensões de 22,62 mm de comprimento e 10 mm de largura. Dimensões essas adequadas para a realização da caracterização eletromagnética no guia de ondas apresentado na Figura 23(b).

Figura 63 – Laminados de FV/resina epóxi e véu com furações (a) circulares (V_C) e (b) quadradas (V_Q).



Fonte: Produção do próprio autor.

Os resultados da caracterização eletromagnética dos laminados obtidos são bem interessantes, sendo que o perfil de atenuação das micro-ondas varia conforme a posição do corte e lixamento das amostras. Assim, os resultados obtidos mostram a influência dos deslocamentos relativos da posição do véu, com as respectivas furações circulares ou quadráticas, em relação ao eixo de propagação das micro-ondas, que, por sua vez, depende do conjunto analisador vetorial de redes, guia de ondas e porta-amostra. A variação da posição dos furos na amostra de laminado cortado pode ser observada nos retângulos em coloração amarela apresentados na Figura 63, onde cada retângulo de 22,62 mm x 10 mm representa uma amostra avaliada no guia de ondas.

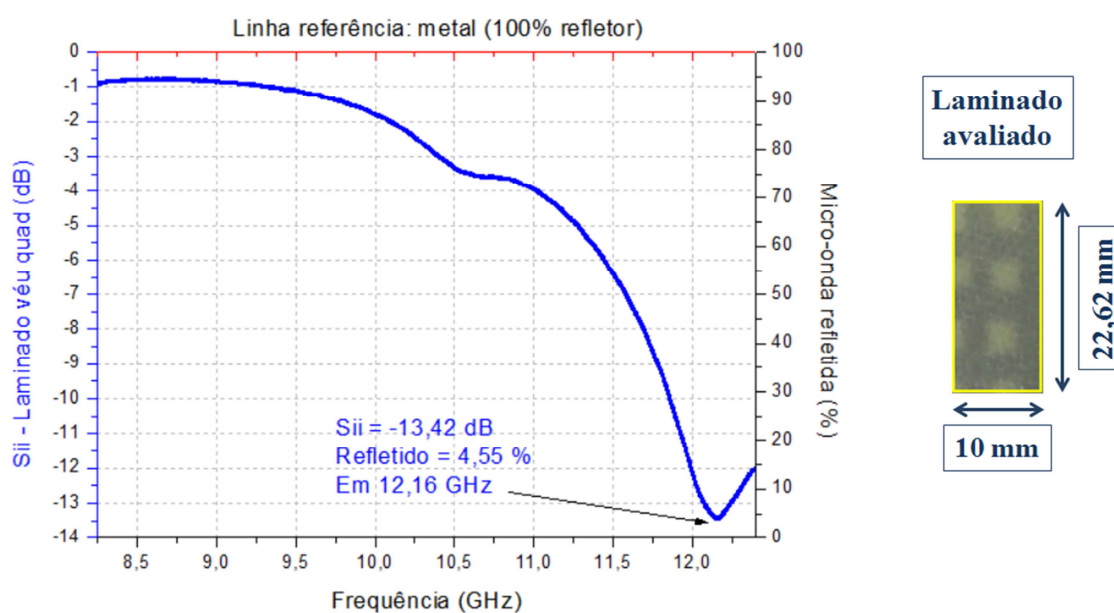
Cabe salientar que, todos os parâmetros de espalhamento e respectivos gráficos apresentados na sequência são resultados da incidência das micro-ondas na face do laminado com 13 camadas de material pré-impregnado, vide Tabela 17. Sendo assim, o véu C/Ni com furações ficou posicionado mais próximo da face posterior à de incidência da onda eletromagnética, posicionado entre 2 e 5 mm abaixo da primeira superfície de contato da onda eletromagnética com o laminado, em concordância com a patente US 8.932.025 B2 (BETTERMANN & FRYE, 2015).

A partir dos laminados obtidos pelo uso de véu com furos quadrados e outros processados com véu contendo furos circulares, mais de 15 corpos de prova de cada

laminado foram preparados. Desses, somente 5 corpos de prova de cada tipo de laminado tiveram seus parâmetros de espalhamento S_{ii} (refletividade) avaliados, pode-se verificar que todos apresentaram valores de atenuação da radiação, na banda X, superiores aos medidos para os laminados processados com o véu original, e com os véus tratados com solução ácida. A seguir são apresentados alguns dos resultados mais significativos obtidos para os dois tipos de laminados (com véu com furos circulares e com furos quadrados).

A Figura 64 apresenta o parâmetro de espalhamento S_{ii} (refletividade) para o corpo de prova apresentado do lado direito da mesma figura. A análise da Figura 64 mostra a atenuação das micro-ondas no material, em toda a faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz. Na frequência de 12,16 GHz, a atenuação é de -13,42 dB (S_{ii}), que representa atenuação total de 95,45% da onda eletromagnética. Ou seja, tem-se em 12,16 GHz, apenas 4,55% de reflexão das micro-ondas incidentes neste laminado. Esse valor é expressivo se comparado com os compósitos preparados no item 4.4. Processamento e caracterização eletromagnética dos compósitos de FV/resina epóxi/véu de C/Ni, com uso do véu original, contínuo e sem furações.

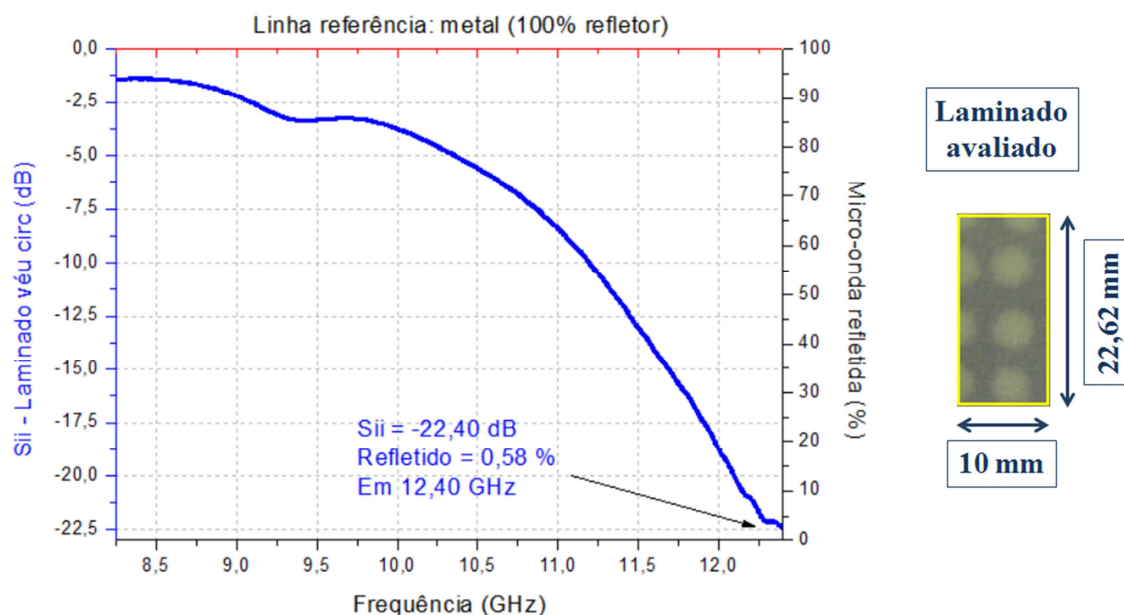
Figura 64 – Parâmetro de espalhamento S_{ii} para um laminado preparado com o uso do véu com furação quadrada.



Fonte: Produção do próprio autor.

Ainda que os resultados apresentados para a RAS com o véu com furos quadrados sejam expressivos, resultados excelentes são também observados para as estruturas absorvedoras desenvolvidas a partir do véu com furação circular (configuração da Tabela 17 e véu com furações circulares conforme Figura 62(a)). A Figura 65 apresenta o parâmetro de espalhamento S_{ii} da RAS com véu com furação circular, sendo o corpo de prova caracterizado no guia de ondas apresentado do lado direito da mesma figura. Este resultado mostra claramente a atenuação das micro-ondas na RAS, em toda a faixa de frequências entre 8,2 e 12,4 GHz. Porém, a partir da frequência de 10,36 GHz a atenuação passa de -5,0 dB (68,4% de atenuação e reflexão de 31,6%) para valores ainda mais significativos, até a frequência máxima da banda X de 12,4 GHz. Esse comportamento revela dois pontos: o primeiro mostra que a RAS com véu com furação circular apresenta a atenuação de -22,4 dB, em 12,4 GHz. Isto significa que 99,4% da onda eletromagnética que incidiu na RAS não retorna para a fonte emissora, ou seja, apenas 0,58% das micro-ondas nessa frequência são refletidas no laminado. Tendência semelhante é observada na Figura 64. O segundo ponto relevante observado é que os valores de atenuação aumentam com o acréscimo da frequência, com a tendência de melhores valores acima de 12,4 GHz. Este resultado sugere que novos estudos devam ser realizados, considerando o comportamento deste laminado na banda Ku de frequências (12,4 e 18 GHz).

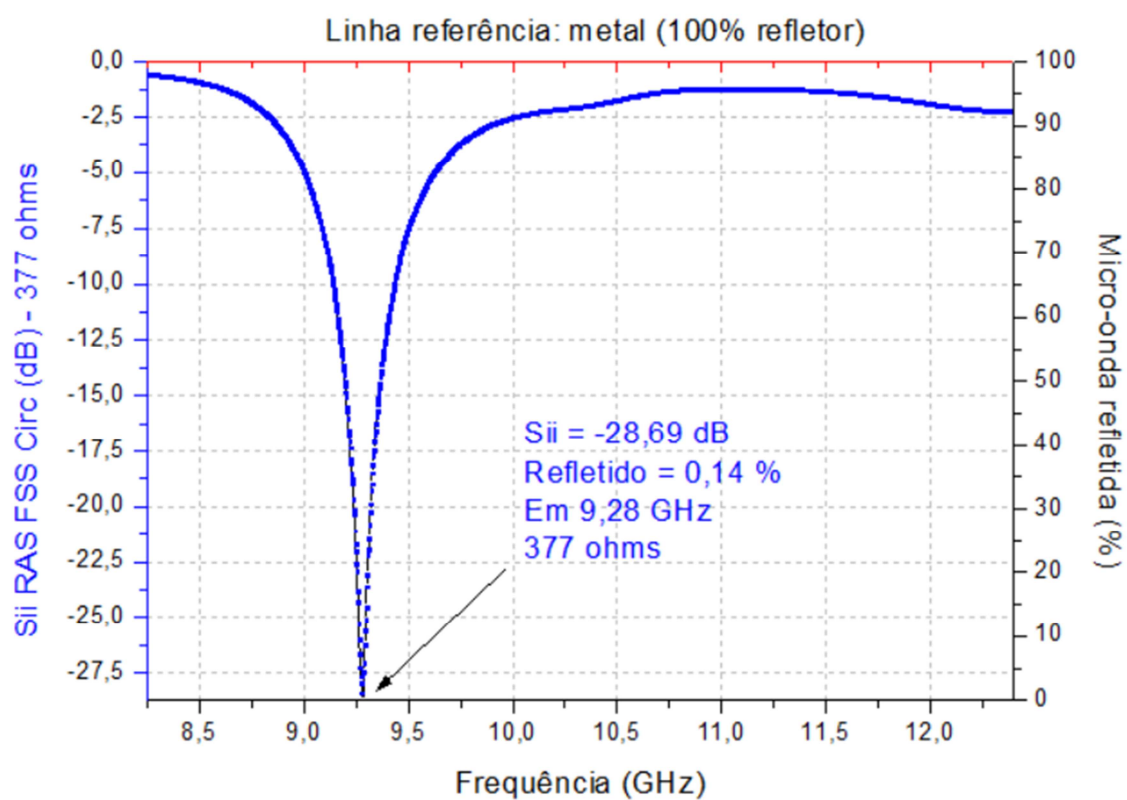
Figura 65 – Parâmetro de espalhamento S_{ii} para um laminado preparado com o uso do véu com furação circular.



Fonte: Produção do próprio autor.

A partir dos resultados de S_{ii} obtidos em $50 \, \Omega$ (Figura 65) realizou-se a conversão matemática da impedância do meio, no analisador vetorial de redes utilizado neste estudo, para $377 \, \Omega$, sendo este valor igual ao da impedância do espaço aberto. A Figura 66 mostra este gráfico, onde se observa o excelente desempenho deste laminado na atenuação de micro-ondas. Considerando-se que, o referido laminado tem em sua estrutura figuras geométricas repetitivas, considera-se ainda que o resultado obtido se refira a uma superfície seletiva de frequência, com desempenho de atenuação igual a -28,69 dB, na frequência de 9,28 GHz. Ou seja, a RAS apresenta característica de FSS com atenuação de 99,86% da onda-eletromagnética e apenas 0,14% de reflexão do sinal incidido no referido laminado, em 9,28 GHz, e impedância do meio igual a $377 \, \Omega$.

Figura 66 – Parâmetro de espalhamento S_{ii} da RAS processada pelo uso do véu com furação circular, com impedância do meio convertida para espaço aberto (377Ω).



Fonte: Produção do próprio autor.

5. CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos neste estudo pode-se concluir que os objetivos propostos neste trabalho de pesquisa foram alcançados com êxito. Uma vez que, foram desenvolvidas, processadas e caracterizadas as estruturas multicamadas absorvedoras de radiação eletromagnética (RAS), de 3 mm de espessura, pelo uso de pré-impregnados de FV/resina epóxi e véu de FC metalizado com níquel. Os laminados multifuncionais obtidos pelo uso do véu com furos pré-estabelecidos apresentam atenuação em faixa ampla de frequências com valor máximo de até 99,4% das micro-ondas incidentes na banda X (8,2 a 12,4 GHz), podendo-se afirmar que a obtenção de RAS foi atingida, com característica de superfície seletiva de frequências.

A partir dos resultados obtidos conclui-se ainda que:

- Os parâmetros de espalhamento, refletividade (S_{ii}) e transmissão (S_{ij}), do material pré-impregnado de FV/resina epóxi curado mostram que o mesmo se comporta como material transparente à propagação das micro-ondas na banda X, com reflexão de apenas 1,3% da radiação incidente. As avaliações também mostram que o posicionamento e a orientação das fibras de vidro não afetam os parâmetros de espalhamento.

- A caracterização eletromagnética do véu de fibras de carbono metalizado com níquel mostra valores elevados de refletividade ($> 90\%$), evidenciando o seu caráter metálico. Após ataques em soluções ácidas de HNO_3 , com a redução do teor níquel para valores praticamente nulos, a refletividade diminuiu em torno de 13,6%. Porém, o comportamento metálico do véu de carbono ainda é evidente. Já o estudo da diminuição da gramatura do véu C/Ni por meio da remoção de filamentos de fibras de carbono mostrou-se mais eficaz na diminuição da refletividade do mesmo.

- Compósitos multicamadas processados a partir de pré-impregnados de FV/resina epóxi e véu de C/Ni, com e sem ataques ácidos, não apresentaram valores expressivos de atenuação das micro-ondas. Este tipo de compósito, apesar de apresentar características refletoras e não absorvedoras de micro-ondas, pode ser considerado para aplicação, por exemplo, em blindagem eletromagnética.

- Compósitos multicamadas processados a partir de pré-impregnados de FV/resina epóxi e véu de C/Ni com furações circulares e quadradas apresentaram bons

resultados de atenuação em faixas estreitas de frequências, evidenciando a efetividade desta técnica utilizada no ajuste do casamento de impedâncias entre o laminado e a propagação da onda no espaço livre. A partir dos resultados obtidos pode-se considerar que RAS foram obtidas associadas ao conceito de superfícies seletivas de frequências, em função da periodicidade das furações realizadas no véu.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir do estudo realizado propõem-se como sugestões para trabalhos futuros os seguintes tópicos:

- Caracterização eletromagnética das RAS desenvolvidas em espaço aberto com impedância do meio igual a 377 ohms.

- Avaliar a resistência mecânica das RAS e também a possibilidade de aperfeiçoar sua resistência específica, por meio do uso de pré-impregnados de resina epóxi e fibras de carbono na face posterior a de incidência das micro-ondas.

- Reduzir a espessura das RAS obtidas a valores inferiores a 3 mm, por meio da redução do número de camadas de pré-impregnados de FV/resina epóxi.

- Estudar a obtenção de RAS pelo processamento de laminados com o véu de diferentes gramaturas, com e sem tratamento ácido.

- Estudar a obtenção de RAS, com a característica de FSS, pelo processamento de laminados com o véu tratado em meio ácido (por exemplo, as amostras 545 e 52), perfurado com figuras circulares e quadradas.

- Avaliar o comportamento dos laminados obtidos com o véu perfurado com figuras circulares e quadradas na banda Ku de frequências (12,4 e 18 GHz), em outras bandas mais amplas de frequências das micro-ondas e frequências do infravermelho.

7. REFERÊNCIAS

- Adams Louis W., Gilpatrick Michael W., Gregory Richard V., **Method for generating a conductive fabric and associated product**. US 5292573 A, 11 fev. 1992, 8 mar. 1994.
- AHMED, A., 2000, **“Eletrônica de potência”**, Prentice Hall, São Paulo, Brasil, p. 479.
- ALVES, M. A., PORT, R. J., REZENDE, M. C., 2008, **“Simulation of radar absorbing materials using the finite element method: an educational approach”**, Anais do 13º Simpósio Brasileiro de Micro-ondas e Optoeletrônica e 8º Congresso Brasileiro de Eletromagnetismo, Florianópolis.
- AL-SALEH, M. H., SUNDARARAJ, U., 2009, **“Electromagnetic interference shielding mechanisms of CNT/polymer composites”**, Carbon, Volume 47, Issue 7, p. 1738 – 1746.
- ALVES, M. A., PORT, R. J., REZENDE, M. C., 2007, **“Simulations of the radar cross section of a stealth aircraft”**, Proceedings of the IEEE, v.1, p. 409-412, 2007.
- ALVES, M. A., FOLGUERAS, L. C., REZENDE, M. C., 2011, **“Reduction of the radar cross section of a wind turbine using a microwave absorbing material”**, IEEE, p. 551 – 555.
- ANDRADE, H. P. C., DINIZ, M. F., AZEVEDO, M. F. P., CASSU, S. N., LOURENÇO, V. L., DUTRA, R. C. L., 2008, **“Comportamento de cura de adesivo epoxídico contendo grupo mercaptana avaliado por espectroscopia no infravermelho (MIR/NIR) e calorimetria exploratória diferencial (DSC)”**, Polímeros: Ciência e Tecnologia, Volume 18, Número 4, p. 359 – 365.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **E2550:2011**, Standard Test Method for Thermal Stability by thermogravimetry. West Conshohocken.
- ATKINS, P., JONES, L., 2012, **“Princípios da química questionando a vida moderna e o meio ambiente”**, 5ª Ed., Artmed Editora S.A., Bookman, Porto Alegre, Rio Grande do Sul.
- BAJPAI, M., SHUKLA, V., KUMAR, A., 2002, **“Film performance and UV curing of epoxy acrylate resins”**, Progress in Organic Coatings, Volume 44, Issue 4, p. 271 – 278.
- Bettermann Joachim, Frye Andreas. **Rotor blade with an integrated radar absorber for a wind power plant**. US 8932025 B2, 16 May 2009, 13 Jan 2015.
- BOTELHO, E. C., SILVA, R. A., PARDINI, L. C., REZENDE, M. C., 2006, **“A review on the development and properties of continuous fiber/epoxy/aluminum hybrid composites for aircraft structures”**, Materials Research, Volume 9 (3).

BROCKS, T., 2011, **“Compósito estrutural carbono/epóxi via RTM para aplicação aeronáutica: processamento e caracterização”**, Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, área de Materiais, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP), Guaratinguetá, São Paulo.

BROSSEAU, C., 2006, **“Modelling and simulation of dielectric heterostructures: a physical survey from an historical perspective”**, Journal of Physics D: Applied Physics, Volume 39, Number 7, p. 1277 – 1294.

BROSSEAU, C., BEROUAL, A., 2003, **“Computational electromagnetics and the rational design of new dielectric heterostructures”**, Progress in Materials Science, Volume 48, Issue 5, p. 373 – 456. doi:10.1016/S0079-6425(02)00013-0.

BROWN, L. S., HOLME, T. A., 2010, **“Química geral aplicada à engenharia”**, Cengage Learning Edições Ltda, São Paulo, p. 107-108.

CANEVAROLO, S. V. Jr., 2004, **“Técnicas de caracterização de polímeros”**, Artliber Editora Ltda, São Paulo, p. 448.

CAO, M-S., SONG, W-L., HOU, Z-L., WEN, B., YUAN, J., 2010, **“The effects of temperature and frequency on the dielectric properties, electromagnetic interference shielding and microwave-absorption of short carbon fiber/silica composites”**, Carbon, Volume 48, Issue 3, p. 788 – 796.

CARVALHO, M. I. B. de., 2005, **“Guias de Onda”**, Portugal, Universidade do Porto. p. 91. Disponível em: < https://web.fe.up.pt/~hsalgado/ETeorica/docs/guias_v2.pdf>. Acesso em: 02 nov.2001.

CHAKRAVARTY, S., MITTRA, R., WILLIAMS, N. R., 2001, **“Microwave Theory and Techniques”**, IEEE Transactions on Microwave Theory, Volume 49 (6), p. 1050 – 1059.

CHANG, H., YEH, Y., HUANG, K., 2010, **“Electromagnetic shielding by composite films prepared with carbon fiber, Ni nanoparticles and multi-walled carbon nanotubes in polyurethane”**, Materials Transactions, Volume 51, Issue 6, p. 1145 – 1149.

CHEN, L. F., ONG, C. K., NEO C. P., VARADAN, V. V., VARADAN, V. K., 2004, **“Microwave Electronics Measurement and Materials Characterization”**, John Wiley & Sons Ltd, England.

CHEN, S., KUIZHI, Y., HU, B., GUO, R., 2015, **“Numerical simulation on the radar cross section of variable-sweep wing aircraft”**, Journal of Aerospace Technology and Management, Volume 7, Number 2, p. 170 – 178.

CHEN, X-G., YE, Y., CHENG, J-P, 2011, **“Recent progress in electromagnetic wave absorbers”**, Journal of Inorganic Materials, Volume 26.

CHIN, W. S., LEE, D. G., 2007, **“Development of the composite RAS (radar absorbing structure) for the X-band frequency range”**, Composite Structures, Volume 77(4), p. 457 – 465.

CHUNG, B. K., CHUAH, H. T., 2003, **“Modeling of RF absorber for application in the design of anechoic chamber”**, Progress In Electromagnetics Research, Volume 43, p. 273-285. doi:10.2528/PIER03052601.

CHUNG, D. D. L., 2001, **“Electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon materials”**, Carbon, Volume 39, p. 279 – 285.

COLLIN, R. E., 2001, **“Foundations for microwave engineering”**, 2nd Ed., John Wiley & Sons, INC, NJ, USA, p. 912.

CONEJO, L. S., 2015, **“Obtenção e caracterização térmica de compósitos nanoestruturados de resina fenol-furfurílica/CNT”**, Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, área de Materiais, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP), Guaratinguetá, São Paulo.

COSTA, F., MONORCHIO, A., MANARA, G., 2010, **“Analysis and design of ultra thin electromagnetic absorbers comprising resistively loaded high impedance surfaces”**, Antennas and Propagation, IEEE Transactions, Volume 58, Issue 5, p. 1551 – 1558. Doi: 10.1109/TAP.2010.2044329.

COSTA, M. L., 1998, **“Estabelecimento de parâmetros de processamento de compósitos estruturados via análise térmica e viscosimétrica”**, Dissertação de Mestrado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

COSTA, M. L., REZENDE, M. C., BOTELHO, E. C., 2005, **“Estabelecimento de ciclo de cura de pré-impregnados aeronáuticos”**, Polímeros: Ciência e Tecnologia, Volume 15, Número 3, p. 224 – 231.

COSTA, M. L., REZENDE, M. C., PARDINI, L. C., 2000, **“Estudo da influência do diluente reativo PGE na cinética de cura de resina epóxi utilizada em compósito estrutural”**, Química Nova, Volume 23(3), <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422000000300008>.

COSTA, M. L., REZENDE, M. C., PARDINI, L. C., 1999, **“Métodos de estudo da cinética de cura de resinas epóxi”**, Polímeros: Ciência e Tecnologia, Abr/Jun-99, p. 37 – 44.

COSTA, M. L., de PAIVA, J. M. F., BOTELHO, E., REZENDE, M. C., 2003, **“Avaliação térmica e reológica do ciclo de cura o pré-impregnado de carbono/epóxi”**, Polímeros: Ciência e Tecnologia, Volume 13, Número 3, p. 188 – 197.

DAS, N. V., KHAHGIR, D., CHAKI, T. K., CHAKRABORTY, A., 2000, **“Electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon black and carbon**

fibre filled EVA and NR based composites", Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 31, Issue 10, p. 1069 – 1081.

De ROSA, I. M., SARASINI, F., SARTO, M. S., TAMBURRANO, A., 2008, **"EMC impact of advanced carbon fiber/carbon nanotube reinforced composites for next-generation aerospace applications"**, Electromagnetic Compatibility, IEEE Transactions, Volume 50, Issue 3, p. 556 – 563. Doi: 10.1109/TEMPC.2008.926818.

De ROSA, I. M., DINESCU, A., SARASINI, F., SARTO, M. S., TAMBURRANO, A., 2010, **"Effect of short carbon fibers and MWCNTs on microwave absorbing properties of polyester composites containing nickel-coated carbon fibers"**, Composite Science and Technology, Volume 70, Issue 1, p. 102 – 109. Doi: 10.1016/j.compscitech.2009.09.011.

DIAS, J. C., 2000, **"Obtenção de revestimentos absorvedores de radiação eletromagnética (2 – 18 GHz) aplicados no setor aeronáutico"**, Tese de Doutorado em Ciências, Área Física de Plasma, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

DI LIELLO, V., MARTUSCELLI, E., RAGOSTA, G., ZIHLIF, A., 1990, **"Tensile properties and fracture behavior of polypropylene-nickel-coated-fiber composite"**, Journal of Materials Science, Volume 25, p. 706 – 712.

EMERSON, W., 1973, **"Electromagnetic wave absorbers and anechoic chambers through the years"**, Antennas and Propagation, IEEE Transactions, vol. 21 (4), p. 484 – 490. doi 10.1109/TAP.1973.1140517.

FAN, Y., YANG, H., LIU, X., ZHU, H., ZOU, G., 2007, **"Preparation and study on radar absorbing materials of nickel-coated carbon fiber and flake graphite"**, Journal of Alloys and Compounds, Volume 461, p. 490 – 494.

FANTE, R. L., McCORMACK, M. T., 1988, **"Reflection properties of the Salisbury screen"**, Antennas and Propagation, IEEE Transactions, vol. 36 (10), p. 1443 – 1454. doi 10.1109/8.8632.

FENZO, A. D., FORMICOLA C., ANTONUCCI, V., ZARRELLI, M., GIORDANO, M., 2009, **"Effects of zinc-based flame retardants on the degradation behavior of an aerospace epoxy matrix"**, Polymer Degradation and Stability, Volume 94, p. 1354 – 1363.

Finley Matthew, Perkins John, Torok Peter Z., Foster Robert H., Cowperthwait Robert, Beswick John H., Inman David. **Conductive plastic overmold on shielded plastic window**. US 9072162 B2, 19 nov. 2010, 30 jun. 2015.

FOLGUERAS, L. D. C., 2005, **"Obtenção e caracterização de materiais absorvedores de micro-ondas flexíveis impregnados com polianilina"**, Tese de Doutorado em Ciências, Área Física e Química dos Materiais Aeroespaciais, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

FRANCHITTO, M., 2001, **“Caracterização eletromagnética de materiais absorvedores de micro-ondas”**, Dissertação de Mestrado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

FREITAS, R. L. B., 2012, **“Fabricação, caracterização e aplicações do compósito PZT/PVDF”**, Tese de Doutorado em Engenharia Elétrica, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus Ilha Solteira, p. 124.

FRIEDRICH, L. A., 2006, **“Avaliação da tensão interfacial dinâmica em revestimentos epóxi do tipo DGEBA modificada com agentes de cura à base de amina”**, Dissertação de Mestrado em Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, p. 87.

GANGLOFF Jr, J. J., SIMACEK, P., SINHA, S., ADVANI, S. G., 2014, **“A process model for the compaction and saturation of partially impregnated thermoset prepreg tapes”**, Composites: Part A, Volume 64, p. 234 – 244.

GAMA, A. M., 2009, **“Comportamento da permissividade e permeabilidade complexas, de 2 a 18 GHz, de absorvedores de micro-ondas à base de ferro carbonila e ferrita MnZn”**, Tese de Doutorado em Ciências, Área Física e Química dos Materiais Aeroespaciais, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, p. 60-64.

GEETHA, S., KUMAR, K. K. S., RAO, C. R. K., VIJAYAN, M., TRIVEDI, D. C., 2009, **“EMI Shielding: Methods and Materials – A Review”**, Journal of Applied Polymer Science, Volume 112, p. 2073 – 2086.

GIANNAKOPOULOU, T., KOMPOTIATIS, L., KONTOGEORGAKOS, A., KORDAS, G., 2002, **“Microwave behavior of ferrite prepared via sol-gel method”**, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Volume 246, Issue 3, p. 360 – 365.

GIBSON, R. F., 2012, **“Principles of composite material mechanics”**, 3rd Ed., CRC Press Taylor & Francis Group, Florida, USA, p. 25-28.

GIBSON, R. F., 2010, **“A review of recent research on mechanics of multifunctional composite materials and structures”**, Composite Structures, Volume 92, Issue 12, p. 2793–2810.

GLOBAL WIND ENERGY COUNCIL, **“Global wind capacity increases by 22% in 2010 - Asia leads growth”**, Disponível em: <http://www.gwec.net/>. Acesso em: 20.FEV.2016.

GOLDSTEIN, J. I., NEWBURY, D. E., ECHLIN, P., JOY, D. C., ROMIG, A. D., LYMAN, C. E., FIORI, C., LIFSHIN, E., 2003, **“Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis”**, 3rd Ed, Springer Science+Business Media, LLC.

GRIMBERG, R., PRÉMEL, D., LEMISTRE, M., BALAGEAS, D., PLACKO, D., 2001, **“Nondestructive evaluation of materials and composites by electromagnetic methods”**, Proceedings of SPIE, Vol. 4336.

HALLIDAY, D., RESNICK, R., KRANE, K. S., 2004, **“Física 4”**, 5ª Edição, LTC, Rio de Janeiro, Brasil, p. 4-5.

HALLIDAY, D., RESNICK, R., KRANE, K. S., 2004, **“Física 3”**, 5ª Edição, LTC, Rio de Janeiro, Brasil, p. 320-329.

Halpern Otto. **Method and means for minimizing reflection of high frequency radio waves**. US 2923934 A, 5 mar. 1945, 2 fev. 1960.

Halpern Otto, Jr. Montgomery H. Johnson, Rufus W. Wright. **Isotropic absorbing layers**. US 2951247 A, 19 fev. 1946, 30 ago. 1960.

HEXCEL®, **HexPly® F155 Resin systems for advanced composites**, disponível em <http://www.hexcel.com/Resources/DataSheets/Prepreg-Data-Sheets/F155_us.pdf>, acessado em 04 de maio de 2016.

HOLLINGSWORTH & VOSE, **ADVANCED FIBER NONWOVENS**, <<http://www.hollingsworth-vose.com/en/Products/Industrial-Products/Advanced-Fiber-Nonwovens/Surfacing-Veils/>>, acessado em 04 de maio de 2016, 2005.

HUANG, C-Y., MO, W-W., 2002, **“The effect of attached fragments on dense layer of electroless Ni/P deposition on the electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon fibre/acrylonitrile–butadiene–styrene composites”**, Surface and Coatings Technology, Volume 154, Issue 1, p. 55 – 62.

HUANG, C-Y., MO, W-W., ROAN, M-L., 2004, **“Studies on the influence of double-layered electroless metal deposition on the electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon fiber/ABS composites”**, Surface and Coatings Technology, Volume 184, Issues 2-3, p. 163 – 169.

JACOB, A., 2008, **“European production of reinforced plastics up 6% in 2006”**, Reinforced Plastics, Volume 51, Issue 11, p. 38 – 39, 41.

JACOB, J., CHIA, L. H. L., BOEY, F. Y. C., 1995, **“Thermal and non-thermal interaction of microwave radiation with materials”**, Journal of Materials Science, Volume 30, Issue 21, p. 5321–5327.

JAGATHEESAN, K., RAMASAMY, A., DAS, A., BASU, A., 2015, **“Fabrics and their composites for electromagnetic shielding applications”**, Textile Progress, Volume 47, Issue 2, p. 87 – 161. DOI:10.1080/00405167.2015.1067077.

JANG, H. K., CHOI, W. H., SHIN, J. H., SONG, T. H., KIM, J. K., KIM, C. G., KIM, J. B., LIM, D. W., 2011, **“Radar absorbing structure with periodic pattern surfaces for wind turbine blades”**, 18TH International Conference on Composite Materials.

JANG, H. K., LEE, W. J., LEE, S. E., KIM, C. G., KIM, J. B., 2009, **“The study of radar absorbing structures for wind power turbine blades”**, KAIST Open Access Self-Archiving System.

JENN, D. C., 2005, **“Radar and laser cross section engineering”**, 2nd Ed., AIAA education series, Reston, VA, Estados Unidos. p. 503.

JENN, D., TON, C., 2012, **“Wind turbine radar cross section”**, International Journal of Antennas and Propagation, Volume 2012, Article ID 252689, 14 pages, doi:10.1155/2012/252689.

JOHNSON, W. C., 1980, **“Linhas de transmissão e circuitos”**, Editora Guanabara Dois S.A., Rio de Janeiro, Brasil, p. 360.

JUNG, W-K., KIM, B., WON, M-S., AHN, S-H., 2006, **“Fabrication of radar absorbing structure (RAS) using GFR-nano composite and spring-back compensation of hybrid composite RAS shells”**, Composites Structures, Volume 75, Issues 1-4, p. 571 – 576. doi:10.1016/j.compstruct.2006.04.077.

KARMEL, P. R., COLEF, G. D., CAMISA, R. L., 1998, **“Introduction to Electromagnetic and Microwave Engineering”**, John Wiley & Sons, INC, EUA & Canada. p. 150-155, 293-335, 560-595, 614.

KERSTING, D. de F., 2004, **“Avaliação de resinas epóxi para fabricação de materiais compósitos pelo processo de pultrusão”**, Dissertação de Mestrado em Engenharia de Minas, Metalurgia e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, p. 102.

KIM, J., LIM, D., 2014, **“Reduction of radar interference – stealth wind blade structure with carbon nanocomposite sheets”**, Wind Energy, 17, p. 451-460.

KIM, J. B., LEE, S. K., KIM, C. G., 2008, **“Comparison study on the effect of carbon nano materials for single-layer microwave absorbers in X-band”**, Composites Science and Technology, Volume 68, p. 2909-2916.

KIM, S-H., PARK, Y-G, KIM, S-S., 2007, **“Double-layered microwave absorbers composed of ferrite and carbon fiber composite laminates”**, Phys. Stat. Sol., (c)4, No. 12, p. 4602 – 4605. doi: 10.1002/pssc.200777374.

KIRK, R. E., 1978 – 1984, **“Encyclopedia of chemical technology”**, 3rd Ed., Wiley – Interscience. New York.

KNOTT, E. F., 1993, **“Radar cross section measurements”**, 1st Ed., Van Nostrand Reinhold, Thomson Publishing Co., New York, USA.

KNOTT, E. F., SHAEFFER, J. F., TULEY, M. T., 1985, **“Radar cross section, its prediction, measurement and reduction”**, Artech House, London, UK.

KRAUS, J. D., FLEISCH, D. A., 1999, **“Electromagnetics with applications”**, WCB/McGraw-Hill, USA.

LAVERGHETTA, T. S., 1988, **“Modern microwave measurements and techniques”**, Artech House INC, Norwood, USA. p. 65-128.

LEDERER, P. G., 1986, **“An introduction to radar absorbent materials (RAM)”**, Royal Signals and Radar Establishment, Malvern, England.

LEE, D. S., LEE, S-Y., MIN, B-G., SEO, Y. S., LEE, B. H., PARK, S-J., 2014, **“Effect of silane coupling agent on thermal stability and adhesion properties of DGEBF epoxy resin”**, Polymer(Korea), Volume 38, No. 6, p. 787 – 790.

LEE, S., KANG, J., KIM, C., 2006, **“Fabrication and design of multi-layered radar absorbing structures of MWNT-filled glass/epoxy plain weave composites”**, Composites Structures, Volume 76, Issue 4, p. 397 – 405. doi: 10.1016/j.compstruct.2005.11.036.

LEE, S. M., 1991, **“International encyclopedia of composites”**, v.4, VCH Publishers, New York, USA.

LEE, S. M., 1991, **“International encyclopedia of composites”**, v.6, VCH Publishers, New York, USA.

LEHNER, G., 2010, **“Electromagnetic Field Theory for Engineers and Physicists”**, Springer, Berlin Heidelberg, p. 293-294.

LEMMON, J. J., CARROLL, J. E., SANDERS, F. H., TURNER, D., 2008, **“Assessment of the effects of wind turbines on air traffic control radars”**, NTIA Technical Report TR-08-454, U.S. Department of Commerce. p. 19.

LI, G., HU, G-G, ZHOU H-D., FAN, X-J, LI X-G, 2002, **“Attractive microwave absorbing properties of $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ manganite powders”**, Materials Chemistry and Physics, Volume 75, Issues 1-3, p. 101 – 104.

LI, G., XIE, T., YANG, S., JIN, Y., JIANG, J., 2012, **“Microwave absorption enhancement of porous carbon fibers compared with carbon nanofibers”**, The Journal of Physical Chemistry C, Volume 116, p. 9196 – 9201. Doi: dx.doi.org/10.1021/jp300050u.

LIAO, S. Y., 1990, **“Microwave devices & circuits”**, 3rd Ed., Prentice Hall, Inc., Upper Saddle River, New Jersey, 18-19, p. 61-101.

LIMA, A. C. C., 2005, **“Fundamentos de telecomunicações: teoria eletromagnética e aplicações”**, P&A Editora, Salvador, Brasil.

LU, G., LI, X., JIANG, H., 1996, **“Electrical and shielding properties of ABS resin filled with nickel-coated carbon fibers”**, Composites Science and Technology, Volume 56, p. 193 – 200.

LUKASZEWICZ, D.H.-J.A., WARD, C., POTTER, K. D., 2012, **“The engineering aspects of automated prepreg layup: History, present and future”**, Composites: Part B, Volume 43, p. 997 – 1009.

MARSH, G., 2010, **“Going stealthy with composites”**, Reinforced plastics, Volume 54, Issue 6, p. 30 – 33.

MARSH, G., 2011, **“Automating aerospace composites production with fibre placement”**, Reinforced Plastics, Volume 55, Issue 3, p. 32 – 37.

MATOS, C. F., 2011, **“Materiais nanocompósitos multifuncionais formados entre nanotubos de carbono e látices poliméricos”**, Dissertação de Mestrado em Química, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, p. 110.

MATTHEWS, J. C. G., PINTO, J., SARNO, C., 2007, **“Stealth solutions to solve the radar-wind farm interaction problem”**, Proceedings of 2007 Loughborough Antennas and Propagation Conference, Loughborough, UK, p. 101 – 104.

MAZUR, R. L., BOTELHO, E. C., COSTA, M. L., REZENDE, M. C., 2008, **“Avaliações térmica e reológica da matriz termoplástica PEKK utilizada em compósitos aeronáuticos”**, Polímeros: Ciência e Tecnologia, Volume 18, número 3, p. 237 – 243.

MEDEIROS, L. I., 2009, **“Obtenção de nanocompósitos, nanodiamante sobre fibra de carbono e nanotubo de carbono sobre fibra de carbono”**, Dissertação de Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, INPE, São José dos Campos, p. 109.

MEDLEY, M. W. JUNIOR., 1993, **“Microwave and RF Circuits: Analysis, Synthesis and Design”**, Artech House, INC, Norwood, UK, p. 571.

MEJDOUBI, A., BROSSEAU, C., 2006, **“Duality and similarity properties of the effective permittivity of two-dimensional heterogeneous medium with inclusion of fractal geometry”**, Physical Review E, Volume 73, 031405, p. 1 – 8.

MIACCI, M. A. S., NOHARA, E. L., MARTIN, I. M., PEIXOTO, G. G., REZENDE, M. C., 2012, **“Indoor Radar Cross Section Measurements of Simple Targets”**, Journal of Aerospace Technology and Management, Vol. 4, No. 1, p. 25–32.

MIACCI, M. A. S., 2002, **“Determinação experimental do espalhamento monoestático de micro-ondas por alvos de geometria simples”**, Dissertação de Mestrado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

MIACCI, M. A. S., 2006, **“Otimização de medidas de RCS de mísseis nas bandas C e X via técnica de supressão ativa de sinais interferentes”**, Tese de Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica, Área de Física e Química dos Materiais Aeroespaciais, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

MILTON, G. W., 2002, **“The theory of composites”**, Cambridge University Press, Cambridge, England.

MONTGOMERY, D. C., 2013, **“Design and analysis of experiments”**, 8ª Ed., John Wiley & Sons Inc., Estados Unidos.

MYROSHNYCHENKO, V., BROSSEAU, C., 2005, **“Finite-element method for calculation of the effective permittivity of random inhomogeneous media”**, Physical Review E, Volume 71, 1 – 16. doi: 10.1103/PhysRevE.71.016701.

NANGIA, R. K., PALMER, M. E., 2005, **“A comparative study of UCAV type wing planforms-aero performance and stability considerations”**, 23rd AIAA Applied Aerodynamics Conference Toronto, Ontario, Canada.

Neher Leland K. **Nonreflecting background for testing microwave equipment**. US 2656535 A, 6 ago. 1945, 20 out. 1953.

NERI, F., 2001, **“Introduction to electronic defense systems”**, Artech House, London, UK.

Newman Paul R., Warren Leslie F. Jr, Witucki Edward F. **Process for producing electrically conductive composites and composites produced therein**. US RE35278 E, 21 abril 1992, 18 jun. 1996.

NOHARA, E. L., 2003, **“Materiais absorvedores de radiação eletromagnética (8-12 GHz) obtidos pela combinação de compósitos avançados dielétricos e revestimentos magnéticos”**, Tese Doutorado em Ciências, Área Física e Química dos Materiais Aeroespaciais, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 02 p.

NOHARA, E. L., REZENDE, M. C., 2000, **“Medidas de transparência ao radar na faixa de 8-12 GHz de compósitos avançados constituídos de fibra de carbono, kevlar e vidro”**, Anais do 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, São Pedro, São Paulo.

ODOM, T. W., HUANG, J. L., KIM, P., LIEBER, C. M., 1998, **“Atomic structure and electronic properties of single-walled carbon nanotubes”**, Nature, 291 (January), p. 62 – 64.

OH, J. H., OH, K. S., KIM, C. G., HONG C. S., 2004, **“Design of radar absorbing structures using glass/epoxy composite containing carbon black in X-band frequency ranges”**, Composites Part B, Volume 35, p. 49–56.

ONIZAWA, M., 2001, **“Crosslinking isoprene-isobutylene rubber with alkylphenol-formaldehyde resin and hydrazide”**, US Patent US6255394B1.

PARDINI, L. C., PERES, R. J. C., 1996, **“Tecnologia de fabricação de pré-impregnados para compósitos estruturais utilizados na indústria aeronáutica”**, Polímeros: Ciência e Tecnologia, Abr/Jun, p. 32 – 42.

PARK, K-Y., HAN, J-H., LEE, S-B., YI, J-W., 2011, **“Microwave absorbing hybrid composites containing Ni-Fe coated carbon nanofibers prepared by electroless plating”**, Composites: Part A, Volume 42, p. 573 – 578.

PARK, K-Y., LEE, S-E., KIM, C-G., HAN, J-H., 2006, **“Fabrication and electromagnetic characteristics of electromagnetic wave absorbing sandwich structures”**, Composites Science and Technology, Volume 66, Issue 3-4, p. 576 – 584.

PAN, G., DU, Z., ZHANG, C., LI, C., YANG, X., LI, H., 2007, **“Synthesis, characterization, and properties of novel novolac epoxy resin containing naphthalene moiety”**, Polymer, Volume 48, Issue 13, p. 3686 – 3693.

PAUL, C. R., 2006, **“Introduction to electromagnetic compatibility”**, 2nd Ed., John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, p. 983.

PEIXOTO, G. G., 2006, **“Assinaturas de sinais de radar de alvos simples e de modelos de alvos complexos: um estudo na banda X em câmara anecóica”**, Tese de Mestrado em Ciências em Engenharia Eletrônica e Computação, Área de Micro-ondas e Optoeletrônica, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, p. 61.

PERINI, J., COHEN, L. S., 1993, **“Design of broad-band radar-absorbing materials for large angles of incidence”**, IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility, Volume 35, No. 2, p. 223 – 230.

PINTO, S. S., 2014, **“Obtenção de materiais absorvedores de micro-ondas à base de compósitos condutores de negro de fumo e nanotubos de carbono impregnados com POMA”**, Tese de Doutorado em Ciências no programa de pós-graduação em Engenharia Aeronáutica e Mecânica, Área de Materiais e Processos de Fabricação, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, p. 138.

PITKETHLY, M. J., 1992, **“Radar absorbing materials and their potential use in aircraft structures”**, Low Profile Absorbers and Scatterers, IEEE Colloquium on IET Conference, p. 7/1 – 7/3.

Pittman Edgar H., Kuhn Hans H. **Electrically conductive textile fabric having conductivity gradient**. US 5102727 A, 17 jun.1991, 7 abril.1992.

PORT, R. J., 2011, **“Proposição de projeto de materiais absorvedores de radiação eletromagnética multicamadas por meio de otimização evolutiva”**, Tese de Doutorado em Ciências em Engenharia Eletrônica e Computação, Área de Micro-ondas e Optoeletrônica, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, p. 41-55.

Pratt Burt Carlton. **Nondirectional, metal-backed, electromagnetic radiation-absorptive films**. US 2992425 A, 12 out. 1945, 11 jul. 1961.

QIN, F., BROSSEAU, C., 2012, “**A review and analysis of microwave absorption in polymer composites filled with carbonaceous particles**”, Journal of Applied Physics, Volume 111, Issue 6, 061301, p. 1 –24. doi: 10.1063/1.3688435

QURESHI, Z., SWAIT, T., SCAIFE, R., EL-DESSOUKY, H. M., 2014, “**In situ consolidation of thermoplastic prepreg tape using automated tape placement technology: Potential and possibilities**”, Composites Part B: Engineering, Volume 66, November, p. 255 – 267.

RASHID, L. S., BROWN, A. K., 2011, “**Radar cross-section analysis of wind turbine blades with radar absorbing materials**”, Proceedings of the 8th European Radar Conference, Manchester, UK, p. 97 – 100.

REZENDE, M. C., NOHARA, E. L., MARTIN, I. M., MIACCI, M. A. S., 2003, “**Medidas de refletividade de materiais absorvedores de radiação eletromagnética usando as técnicas RCS e NRL**”, Revista de Física Aplicada e Instrumentação, Volume 16, no. 1, p. 30-36.

REZENDE, M. C., SILVA, F. S., MARTIN, I. M., 2000, “**Materiais absorvedores de radiação eletromagnética**”, Disponível em: <http://www.nelsonlage.pro.br/fisica/Radia%E7%E3o%20Eletromagn%E9tica.pdf>. Acesso em: 22.FEV.2016.

RIBEIRO, B., BOTELHO, E. C., COSTA, M. L., 2014, “**Estudo da cinética de decomposição de compósitos nanoestruturados de poli(sulfeto de fenileno) reforçados com nanotubos de carbono**”, Polímeros, Volume 24, Número 6, p. 720 – 725.

RIBEIRO, J. A. J., 2008, “**Engenharia de Micro-ondas – Fundamentos e Aplicações**”, 1^a Ed., Érica Saraiva, Brasil, 592 p.

ROSATO, D. V., ROSATO, D. V., 2004, “**Reinforced plastics handbook**”, 3rd, Elsevier Advanced Technology, Oxford, UK, p. 1082.

ROMÃO, B. M. V., DINIZ, M. F., PARDINI, L. C., DUTRA, R. C., 2004, “**Aplicação de FT-MIR e FT-NIR ao estudo de reação de cura de sistemas epoxídicos**”, Polímeros: Ciência e Tecnologia, Volume 14, Número 3, p. 142 – 149.

RICHARDSON, J., 2014, “**Stealth wind turbines for 96 MW French wind farm**”, Disponível em: <http://cleantechnica.com/2014/09/17/stealth-wind-turbines-96-mw-french-wind-farm/> Acesso em: 20.FEV.2016.

SAHIMI, M., 2003, “**Heterogeneous materials I: linear transport and optical properties**”, Springer, New York, 769 p.

Salati Octavio M. **Electromagnetic-wave energy absorber**. CA 507981 A, 7 dez. 1954.

Salisbury Winfeld W. **Absorbent body for electromagnetic waves**. US 2599944 A, 11 maio 1943, 10 jun. 1952.

SANTOS, J. C. dos., 2013, “**Compósitos laminados têxteis de vidro e carbono em matriz epóxi reforçada com micro e nano sílica**”, Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado em Materiais e Processos de Fabricação da Universidade Federal de São João del-Rei.

SANTOS, J. H. A. J., ANGRIZANI, C. C., AMADO, F. D. R., 2012, “**Comportamento mecânico e térmico de compósitos de fibra de vidro sob diferentes temperaturas de cura**”, Revista Iberoamericana de Polímeros, Volume 12, nº 4, p. 20 – 28.

SANTANA, F. de A., 2010, “**Estudo do processamento de compósitos termoplásticos a partir de pré-impregnados PEEK/fibra de carbono por moldagem por compressão a quente**”, Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação, Universidade de Taubaté, UNITAU.

SARENI, B., KRANHENBUHL, L., BEROUAL, A., BROSSEAU, C., 1996, “**Complex effective permittivity of a lossy composite material**”, Journal of Applied Physics, Volume 80, Number 8, p. 4560 – 4565.

SARENI, B., KRAHENBUHL, L., BEROUAL, A., BROSSEAU, C., 1997, “**Effective dielectric constant of random composite materials**”, Journal of Applied Physics, Volume 81, Issue 5, p. 2375 – 2383. doi: 10.1063/1.364276.

SATTAR, A. A., 1996, “**Effect of magnetic order on electrical properties of Mn-Zn ferrite single crystals**”, Journal of Materials Science letters, Volume 15, p. 1090 – 1092.

SAUNDERS, C. B., CARMICHAEL, A. A., KREMERS, W., LOPATA, V. J., SINGH, A., 1991, “**Radiation-curable prepreg composites**”, Polymer Composites, Volume 12, Issue 2, p. 91 – 95.

SAVILLE, P., 2005, “**Review of radar absorbing materials**”, Technical Memorandum, Defence R&D Canada, p. 62.

SAVILLE, P., HUBER, T., MAKEIFF, D., 2005, “**Fabrication of organic radar absorbing materials A report on the TIF project**”, Technical Report, DRDC Atlantic TR 2005-124.

SAVILLE, P., 2004, “**Review of optimization techniques for layered radar absorbing materials including the genetic algorithm**”, Technical Memorandum, Defence R&D Canada, p. 31.

SAVIN, A., STEIGMANN, R., BRUMA, A., STURM, R., 2015, **“An electromagnetic sensor with a metamaterial lens for nondestructive evaluation of composite materials”**, Sensors (Switzerland), Volume 15, nº 7, p. 15903 – 15920.

Schmitt Richard J. **Nickel/carbon fiber braided shield**. US 4822950 A, 25 nov. 1987, 18 abril 1989.

SEO, I. S., CHIN, W. S., LEE, D. G., 2004. **“Characterization of electromagnetic properties of polymeric composite materials with free space method”**, Composite Structures, Volume 66 (1-4), p. 533 – 542.

SERKOV, A. T., RADISHEVSKII, M. B., 2008, **“Status and prospects for production of carbon fibres based on polyacrylonitrile”**, Fibre Chemistry, Volume 40, No. 1, p. 24 – 31.

SHEN, G., XU, Z., LI, Y., 2006, **“Absorbing properties and structural design of microwave absorbers based on W-type La-doped ferrite and carbon fiber composites”**, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Volume 301, p. 325 – 330.

SHEN, G., XU, M., XU, Z., 2007, **“Double-layer microwave absorber based on ferrite and short carbon fiber composites”**, Materials Chemistry and Physics, Volume 105, p. 268 – 272.

SHUI, X., CHUNG, D. D. L., 2000, **“Submicron diameter filaments and their polymer-matrix composites”**, J. Mater Sci., Volume 35, p. 1773 – 1785.

SHUMAKER, J. L., SLIPHER, G. A., MROZEK, R. A., 2015, **“Deformable elastomeric conductors and differential electronic signal transmission”**, US Patent US20150129276 A1.

SILVA, F. S., 2000, **“Obtenção de estruturas híbridas absorvedoras de radiação eletromagnética na faixa de micro-ondas aplicadas no setor aeronáutico”**, Dissertação de Mestrado em Ciência, no Programa de Física, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

SILVA, L. V., 2011, **“Compósitos avançados epóxi/fibra de vidro com elevado teor de nanotubos de carbono”**, Dissertação de Mestrado em Engenharia, no Programa de Pós-graduação em Engenharia de Minas, Metalurgia e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

SILVEIRA, D. C., 2015, **“Processing and characterization of structural and electromagnetic microwave absorber multifunctional composite based on GF/epoxy/CF/Ni”**, Anais da 2ª Jornada de Iniciação Científica da Pós-Graduação, UNESP, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá.

SINGH, P., BABBAR, V. K., RAZDAN, A., SRIVASTAVA, S. L., PURI, R. K., 1999, **“Complex permeability and permittivity, and microwave absorption studies of**

Ca(CoTi)_xFe_{12-2x}O₁₉ hexaferrite composites in X-band microwave frequencies", Materials Science and Engineering:B, Volume 67, Issue 3, p. 132 – 138.

STONIER, R. A., 1991, **"Stealth aircraft and technology from world-war-II to the gulf"**, Sampe Journal, Volume 27, Issue 4, p. 9 – 17.

THOMAS, R., DURIX, S., SINTUREL, C., OMONOV, T., GOOSSENS, S., GROENINCKX, G., MOLDENAERS, P., THOMAS, S., 2007, **"Cure kinetics, morphology and miscibility of modified DGEBA-based epoxy resin – effects of a liquid rubber inclusion"**, Polymer, Volume 48, p. 1695 – 1710.

THOMASSIM, J. M., JÉRÔME, C., PARDOEN, T., BAILY, C., HUYNEN, I., DETREMBLEUR, C., 2013, **"Polymer/carbon based composites as electromagnetic interference (EMI) shielding materials"**, Materials Science and Engineering, v. 74 (7), p. 211-232.

THOSTENSON, E. T., CHOU, T. -W., 1999, **"Microwave processing: fundamentals and applications"**, Composites: Part A, Volume 30, p. 1055 – 1071.

Tiley John W. **Radio wave absorption device**. US 2464006 A, 28 abr. 1944, 8 mar. 1949.

TORQUATO, S., 2001, **"Random heterogeneous materials: microstructure and macroscopic properties"**, Springer, New York, 701 p.

TZENG, S-S, CHANG, F-Y, 2000, **"EMI shielding effectiveness of metal-coated carbon fiber-reinforced ABS composites"**, Materials Science and Engineering, Volume A302, p. 258 – 267.

TZENG, S-S, CHANG, F-Y, 2001, **"Electrical resistivity of electroless nickel coated carbon fibers"**, Thin Solid Films, Volume 388, p. 143 – 149.

UFIMTSEV, P. Y., 1996, **"Comments on diffraction principles and limitations of RCS reduction techniques"**, Proceedings of the IEEE, Volume 84, Issue 12, p. 1830 – 1851. Doi: 10.1109/5.546440.

VALIM, F. C., SILVEIRA, D. C., COSTA, M. L., PEREIRA, M. S., BOTELHO, E. C., 2015, **"Estudo das propriedades morfológicas, térmicas e mecânicas do compósito particulado de alumínio e polietileno de baixa densidade reciclados"**, Revista Matéria, Volume 20, nº 4, p. 852 – 865.

VINOY, K. J., JHA, R. M., 1996, **"Radar absorbing materials – from theory to design and characterization"**, Kluwer Academic Publishers, Boston.

WENTWORTH, S. M., 2009, **"Eletromagnetismo aplicado, abordagem antecipada das linhas de transmissão"**, Bookman, Artmed Editora S.A, São Paulo, Brasil, 668 p.

XU, H., BIE, S., XU, Y., YUAN, W., CHEN, Q., JIANG, J., 2016, **“Broad bandwidth of thin composite radar absorbing structures embedded with frequency selective surfaces”**, Composites: Part A, Volume 80 (2016), p. 111 – 117.

XU, Z., LIN, W., KONG, L., 2007, **“Controllable absorbing structure of metamaterial at microwave”**, Progress In Electromagnetic Research, Volume 69, p. 117 – 125. Doi: 10.2528/PIER06120801.

YAN, S. J., ZHEN, L., XU, C. Y., JIANG, J. T., SHAO, W. Z., 2010, **“Microwave absorption properties of FeNi₃ submicrometre spheres and SiO₂@FeNi₃ core-shell structures”**, Journal of Physics D: Applied Physics, Volume 43, Number 24, p. 7.

YOUSSEF, N. N., 1989, **“Radar cross section of complex targets”**, Proceedings of IEEE, Volume 77, Issue 5, p. 722 – 734. Doi: 10.1109/5.32062.

ZENG, J., XU, J., 2010, **“Microwave absorption properties of CuO/Co/carbon fiber composites synthesized by thermal oxidation”**, Journal of Alloys and Compounds, Volume 493, Issue 1 – 2, p. L39 – L41. doi:10.1016/j.jallcom.2009.12.192.

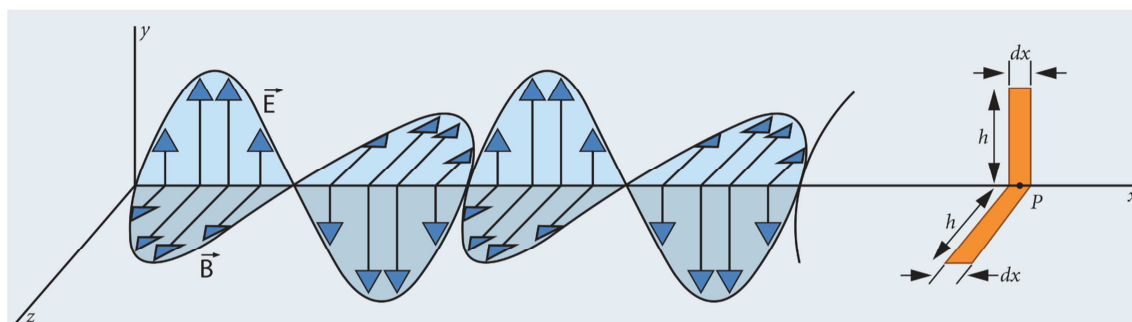
ZHANG, S., WANG, X., WU, D., 2015, **“Design and fabrication of long-carbon-fiber-reinforced polyamide-6/nickel powder composites for electromagnetic interference shielding and high mechanical performance”**, Polymer Composites, doi 10.1002/pc.

ZHU, H., CHEN, P., WU, R., ZHANG, H., 2007, **“Microwave absorption properties of carbon fibre containing nonwovens”**, Indian Journal of Fibre & Textile Research, Volume 32, p. 391 – 398.

ANEXO 1 - Compreendendo as ondas eletromagnéticas

De maneira qualitativa uma onda eletromagnética é formada a partir dos campos elétrico ($\vec{E}$) e magnético ($\vec{B}$) em fase. Desta forma, os valores máximos e nulos para cada campo ocorrem no mesmo instante, sendo ainda $\vec{E}$ e $\vec{B}$ perpendiculares entre si e autossustentáveis, o que explica a capacidade das ondas eletromagnéticas viajarem pelo espaço vazio (HALLIDAY *et al.*, 2004; KRAUS & FLEISCH, 1999). A Figura 67 apresenta um arranjo senoidal para um campo de radiação com propagação ao longo do eixo x em um dado instante. O campo elétrico $\vec{E}$ apresenta sua variação de amplitude ao longo do eixo y e o campo magnético $\vec{B}$ ao longo da direção z .

Figura 67 – Representação de um instante t de uma onda eletromagnética de variação senoidal propagando-se ao longo do eixo x .



Fonte: adaptado HALLIDAY *et al.*, 2004.

Tais características discutidas para as ondas eletromagnéticas foram demonstradas de maneira consistente e matemática pelas equações de Maxwell, comprovando que tais ondas possuem velocidade de propagação no espaço vazio igual à velocidade da luz. Com base na Figura 67 e considerando variação senoidal para os campos $\vec{E}$ e $\vec{B}$ que estão em fase, pode-se escrever (HALLIDAY *et al.*, 2004; KRAUS & FLEISCH, 1999):

$$E(x, t) = E_m \sin(kx - \omega t) \quad \text{Equação A1.1}$$

$$B(x, t) = B_m \sin(kx - \omega t) \quad \text{Equação A1.2}$$

Onde: ω é a frequência angular;

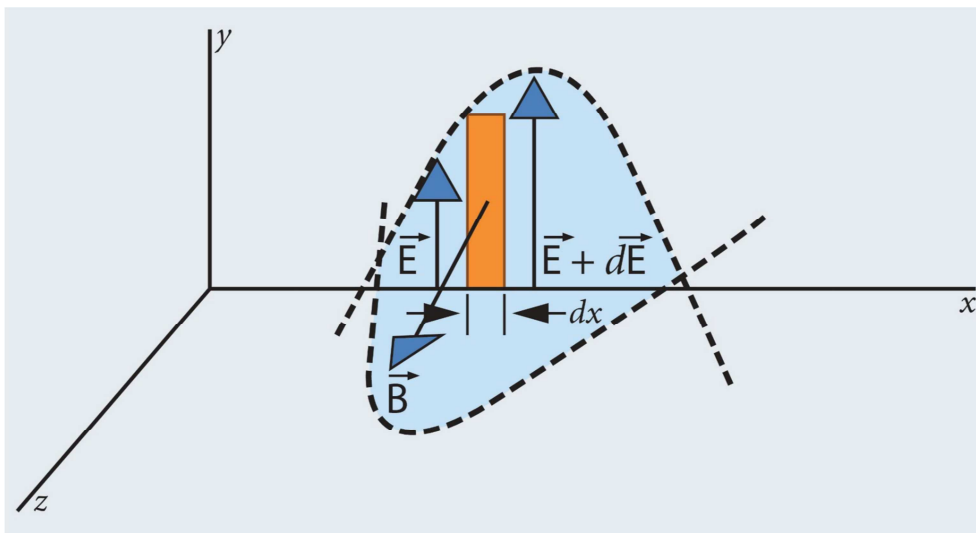
k é o número de onda e usualmente representado por $2\pi / \lambda$;

x é a posição ao longo do eixo de propagação da onda eletromagnética;

E_m é a amplitude do campo elétrico;
 B_m é a amplitude do campo magnético;
 t é o tempo.

A Figura 68 é apresentada com o intuito de facilitar a compreensão dos desenvolvimentos matemáticos apresentados na sequência e possibilitar a visualização do comportamento característico da onda eletromagnética.

Figura 68 – Detalhe de um elemento infinitesimal de largura dx e altura h do campo elétrico no plano xy .



Fonte: adaptado HALLIDAY *et al.*, 2004.

Conforme demonstrado por Halliday (2004), a onda propaga-se pelo elemento infinitesimal e a amplitude de $\vec{E}$ é coplanar ao mesmo, já as linhas de propagação de $\vec{B}$ são perpendiculares à área do elemento infinitesimal, permanecendo no plano xz . De acordo com a Lei de Faraday da indução, o fluxo magnético (Φ_B), variando perpendicularmente ao elemento infinitesimal, induz a um campo elétrico em torno da área, de forma que:

$$\oint \vec{E} \cdot d\vec{s} = -d\Phi_B/dt \quad \text{Equação A1.3}$$

Como pode ser observado a partir da Equação A1.3, o efeito elétrico é induzido pela variação do fluxo magnético (Φ_B). Com base na Figura 68, a integral para uma superfície fechada qualquer $d\vec{s}$ torna-se:

$$\oint \vec{E} \cdot d\vec{s} = dE \cdot h \quad \text{Equação A1.4}$$

O fluxo magnético para o retângulo da mesma figura pode ser ainda reapresentado como:

$$\Phi_B = B \cdot dx \cdot h \quad \text{Equação A1.5}$$

Sendo B a amplitude do campo magnético atuando sobre a área $dx \cdot h$. Diferenciando a Equação A1.5 e igualando na Equação A1.3 obtém-se:

$$\frac{dE}{dx} = - \frac{dB}{dt} \quad \text{Equação A1.6}$$

A Equação A1.6 mostra claramente que um campo magnético variável no tempo induz a formação de um campo elétrico propagando-se na direção de x . Como as Equações A1.1 e A1.2 demonstram que tanto $\vec{E}$ como $\vec{B}$ são dependentes tanto da posição no eixo de propagação da onda quanto do tempo, as derivadas na equação 6 ficam caracterizadas como parciais e devem ser reescritas como:

$$\frac{\partial E}{\partial x} = - \frac{\partial B}{\partial t} \quad \text{Equação A1.7}$$

Ainda conforme Halliday (2004), o sinal negativo nesta equação é resultado da Lei de Lenz, definida por Heinrich Lenz (1804-1865):

*“O fluxo magnético devido à corrente induzida
opõe-se à variação no fluxo que causa a corrente
induzida.”*

Substituindo as expressões de $E(x,t)$ e $B(x,t)$, conhecidas a partir das Equações A1.1 e A1.2, na Equação A1.7 e sabendo-se que os campos magnéticos e elétricos da onda estão em fase, o que permite alguns cancelamentos, obtém-se:

$$\frac{E_m}{B_m} = \frac{\omega}{k} = c \quad \text{Equação A1.8}$$

Onde c é a velocidade da onda eletromagnética e pode ser determinada pela razão entre as amplitudes do campo elétrico e magnético (HALLIDAY *et al.*, 2004).

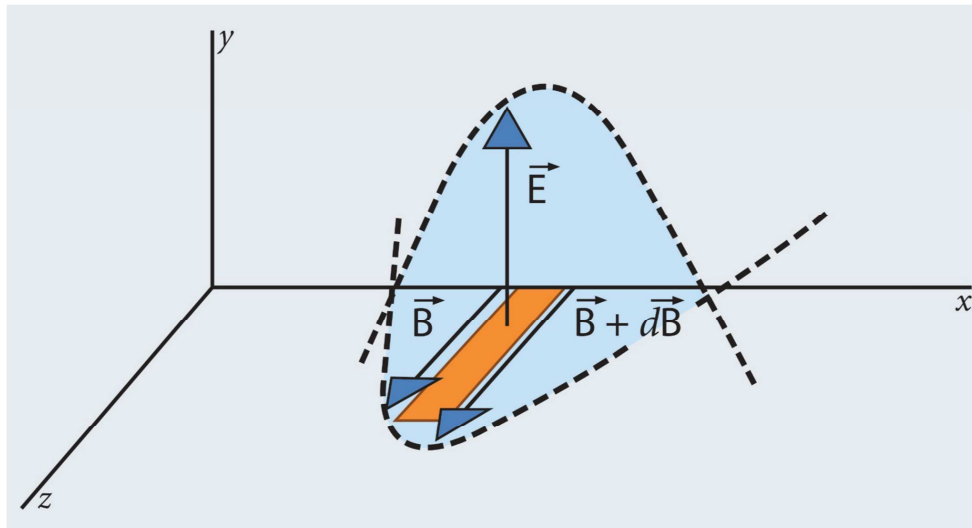
Considera-se agora o efeito magnético gerado por uma corrente que por sua vez tem origem em um campo elétrico variável, a Lei de Ampère pode ser escrita como:

$$\oint \vec{B} \cdot d\vec{s} = \mu_0 i + \mu_0 \epsilon_0 \frac{d\Phi_E}{dt} \quad \text{Equação A1.9}$$

Para efeitos de estudo, na Equação A1.9 o termo $\mu_0 i$ é considerado nulo, tal adequação pode ser justificada pela Lei de Ampère-Maxwell. Com base na Equação A1.9 acima e na Figura 69, a integral de linha no elemento infinitesimal pode ser expressa como:

$$\oint \vec{B} \cdot d\vec{s} = -dB \cdot h \quad \text{Equação A1.10}$$

Figura 69 – Detalhe de um elemento infinitesimal para o campo magnético no plano xz .



Fonte: adaptado HALLIDAY *et al.*, 2004.

O fluxo elétrico circulando no elemento infinitesimal é dado pela Equação A1.11:

$$\phi_E = E \cdot h \cdot dx \quad \text{Equação A1.11}$$

Diferenciando a Equação A1.11 em função do tempo e realizando as substituições adequadas nas Equações A1.9 e A1.10 tem-se:

$$-dB \cdot h = \mu_0 \epsilon_0 \left(\frac{dE}{dt} \cdot h \cdot dx \right) \quad \text{Equação A1.12}$$

Novamente como $\vec{E}$ e $\vec{B}$ são dependentes de x e t , aplica-se derivação parcial e

$$-\frac{\partial B}{\partial x} = \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial E}{\partial t} \quad \text{Equação A1.13}$$

Substituindo-se $\vec{E}$ e $\vec{B}$, conforme Equações A1.1 e A1.2 na Equação A1.13 e utilizando $\omega = ck$, tem-se:

$$\frac{E_m}{B_m} = \frac{k}{\mu_0 \epsilon_0 \omega} = \frac{1}{\mu_0 \epsilon_0 c} \quad \text{Equação A1.14}$$

Finalmente, substituindo E_m/B_m conforme a Equação A1.8 na Equação A1.14 resulta:

$$c = \frac{1}{\sqrt{\mu_0 \epsilon_0}} \quad \text{Equação A1.15}$$

A Tabela 18 apresenta os valores da constante dielétrica (constante de permissividade) e da constante magnética (constante de permeabilidade) no vácuo (HALLIDAY *et al.*, 2004).

Tabela 18 – Valores das constantes de permissividade (ϵ_0) e permeabilidade (μ_0) no espaço livre.

Parâmetros	Valores	Unidade
μ_0	$4\pi \times 10^{-7}$	H/m
ϵ_0	$8,854187 \times 10^{-12}$	F/m

Fonte: Produção do próprio autor.

Substituindo-se os valores das constantes da Tabela 18 na Equação A1.15 obtém-se a velocidade de propagação das ondas eletromagnéticas no vácuo (c), tendo esta seu valor igual ao valor exato considerado para a velocidade da luz atualmente.

$$c = \frac{1}{\sqrt{(4\pi \times 10^{-7})(8,854187 \times 10^{-12})}} = 299.792.472 \text{ m/s}$$

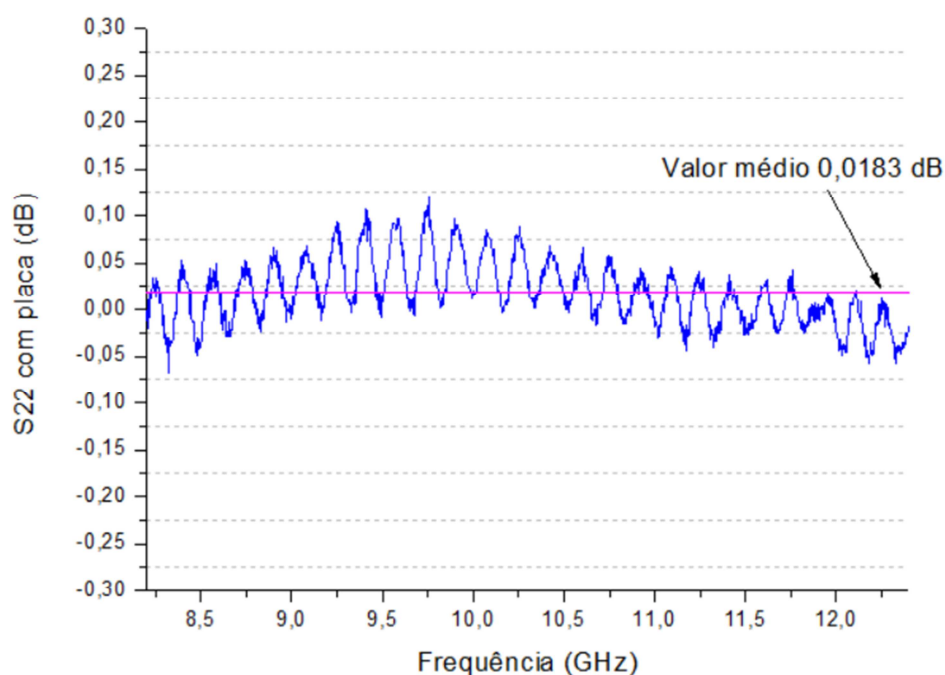
APÊNDICE 1 - Aferição e calibração do sistema de medidas com guia de ondas

Antes de iniciar as medições dos parâmetros eletromagnéticos dos materiais, via guia de ondas, foi aplicado procedimento de aferição e calibração do sistema de maneira que as conclusões do trabalho fossem feitas embasadas em resultados e medidas corretas. A calibração pode ser resumida em duas etapas, avaliação dos resultados do sistema guia de ondas, dispositivos e analisador vetorial de redes para material totalmente refletivo posicionado no porta-amostra e no outro extremo a calibração para o porta-amostra sem nenhum material inserido, ou seja, meio livre para a propagação da onda eletromagnética.

O processo de calibração é realizado para toda a faixa dinâmica de resposta do sistema para a banda X, ou seja, medidas de atenuação (dB) para frequências partindo desde 8,2 GHz e passando por todas as frequências até 12,4 GHz.

Deve-se garantir que um material ou meio totalmente refletivo, como materiais metálicos, irá retornar atenuação nula para parâmetros S_{ii} em toda a faixa de frequências. Para a garantia da calibração no extremo refletivo utiliza-se uma placa metálica integrante do kit de calibração do aparelho marca Agilent Technologies, a placa de alumínio é posicionada no guia de ondas, sem porta-amostra e a medição do parâmetro S_{22} é realizada, a Figura 70 apresenta o gráfico LogM durante esta etapa da calibração. Com base na Figura 70, pode-se notar praticamente 100% de refletividade, reparar que o sinal é emitido da porta 2 e retorna para a mesma porta com atenuação S_{22} média igual a 0,0183 dB, caracterizando valor praticamente nulo de atenuação da onda eletromagnética, sendo que o mesmo comportamento é verificado para toda a banda X de frequências conforme indicado pela linha média do gráfico (KRAUS & FLEISCH, 1999; SILVEIRA, 2015; WENTWORTH, 2009).

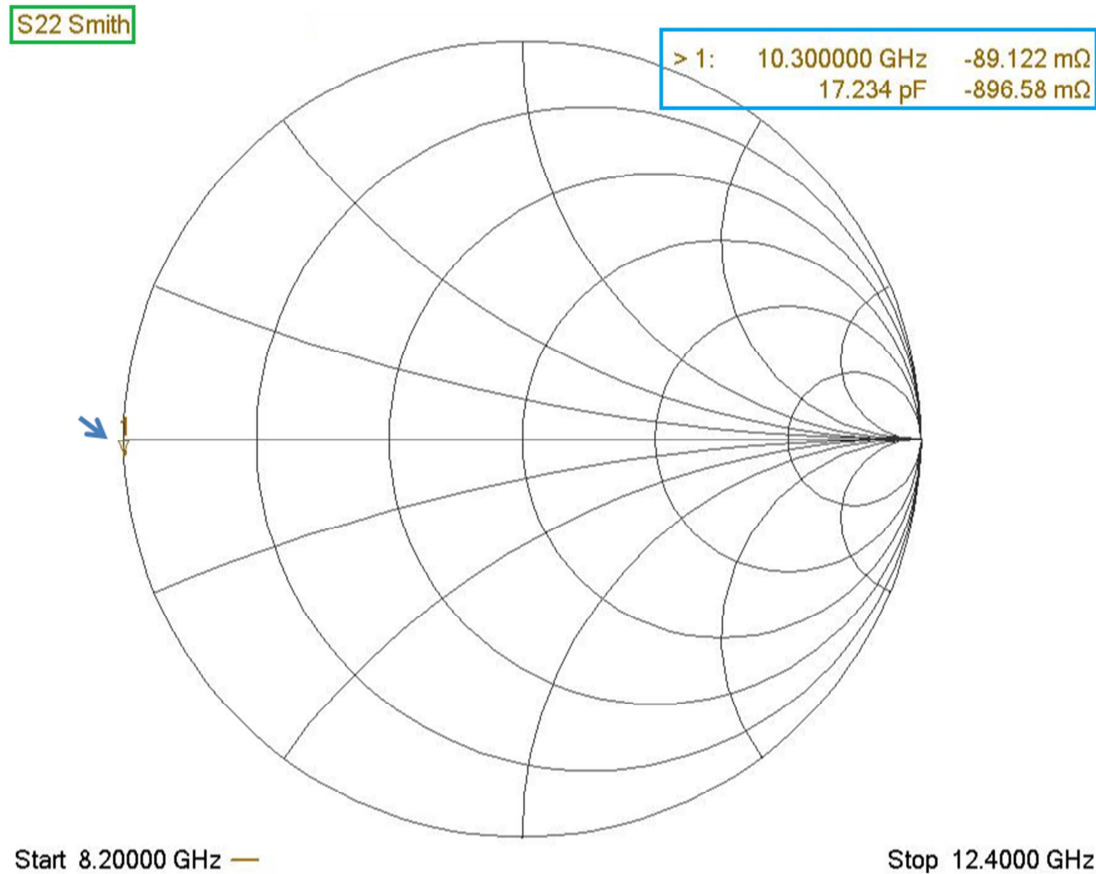
Figura 70 – Gráfico no formato LogM para parâmetro S_{22} durante calibração com uso de placa metálica, resultado correto de atenuação zero dB para material 100% refletor.



Fonte: Produção do próprio autor.

Ainda nesta etapa da calibração, medição de S_{22} com placa metálica, a Figura 71 apresenta a Carta de Smith, reparar que neste gráfico a seta azul indica que o sinal medido está totalmente deslocado para a esquerda e praticamente sobre o eixo x, eixo este que representa a componente real do coeficiente de reflexão, indicando situação similar a um curto circuito e com o coeficiente de reflexão (Γ) próximo ao seu máximo valor e em módulo igual a um, $|\Gamma| = 1$, o que permite concluir que praticamente nenhuma energia é absorvida pela placa e toda ela é refletida (KRAUS & FLEISCH, 1999; WENTWORTH, 2009).

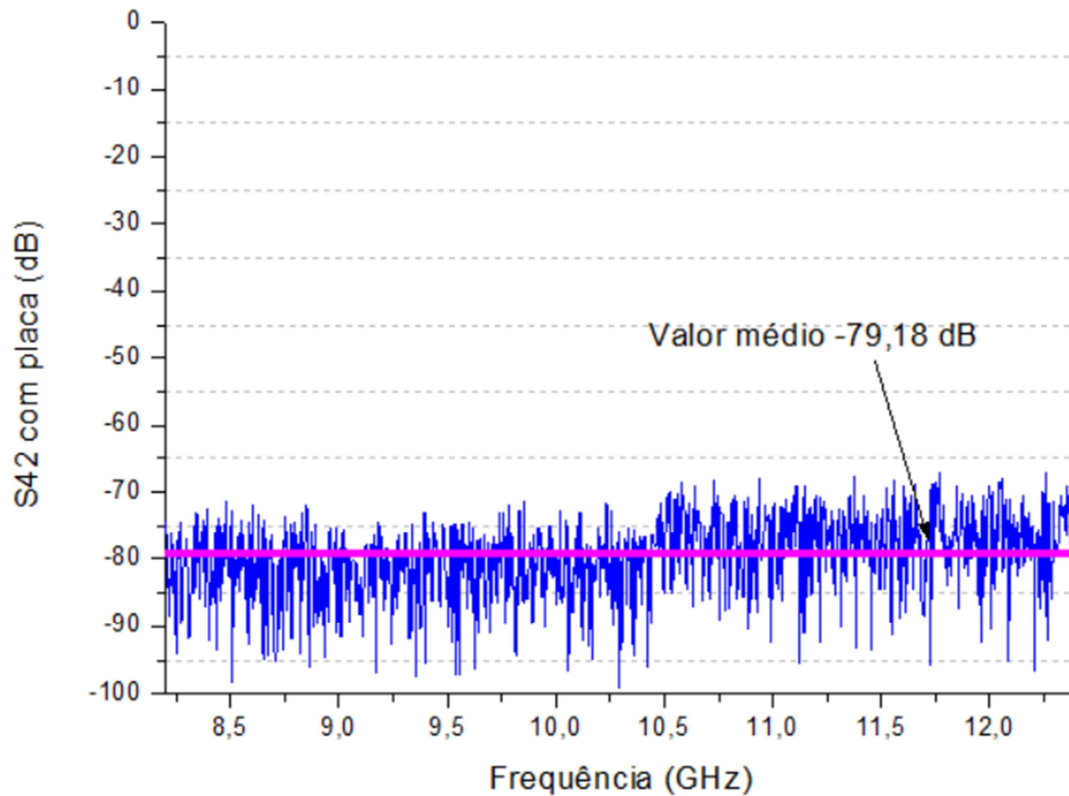
Figura 71 – Gráfico no formato Carta de Smith para parâmetro S_{22} durante calibração com uso de placa metálica, resultado correto para material 100% refletor.



Fonte: Produção do próprio autor.

Por outro lado, ainda com o uso da placa metálica no porta-amostra, toda a onda gerada será refletida para a porta que a originou, logo nesta situação o parâmetro de espalhamento S_{42} deverá apresentar como resultado atenuação tendendo ao infinito. Sendo assim, após a emissão da onda eletromagnética na porta 2, a onda incide no material refletivo e retorna integralmente para a porta 2, não atingindo assim a porta 4, que por não receber a incidência da energia eletromagnética irá registrar elevada atenuação (dB), tal resultado é apresentado no gráfico LogM para o parâmetro S_{42} apresentado na sequência.

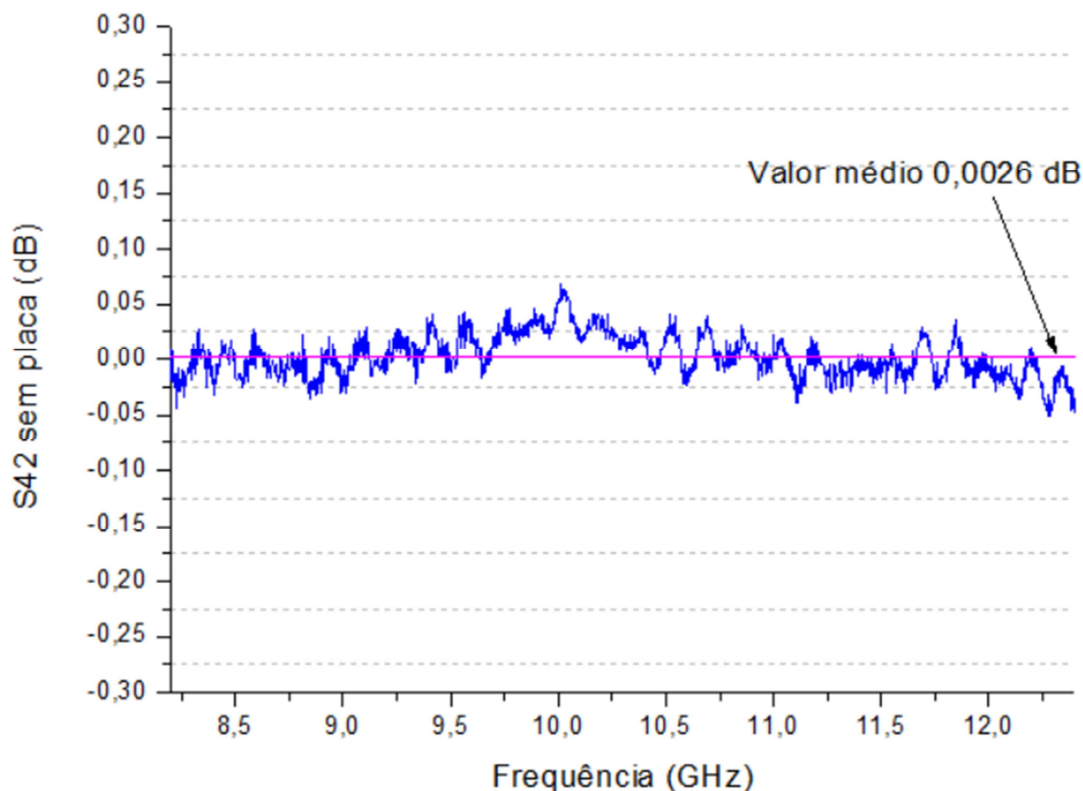
Figura 72 – Gráfico no formato LogM para parâmetro S_{42} durante calibração com uso de placa metálica, resultado correto de atenuação máxima (dB), uma vez que o sinal emitido na porta 2 é impedido de alcançar a porta 4.



Fonte: Produção do próprio autor.

De forma a garantir a completa calibração para toda a faixa dinâmica de respostas, se no porta-amostra durante o processo de aferição não for inserida amostra alguma, ou seja, sem anteparo para a incidência da onda eletromagnética gerada, parâmetros do tipo S_{ij} , aqueles gerados em uma porta j e incidentes em outra porta i , irão retornar valores de atenuação próximos a zero. A Figura 73 apresenta o parâmetro S_{42} durante o processo de calibração com porta-amostra sem material inserido, reparar que como não há barreira para a propagação da onda no guia de ondas, o sinal emitido na porta 2 chega integralmente na porta 4, resultando assim em atenuação praticamente nula.

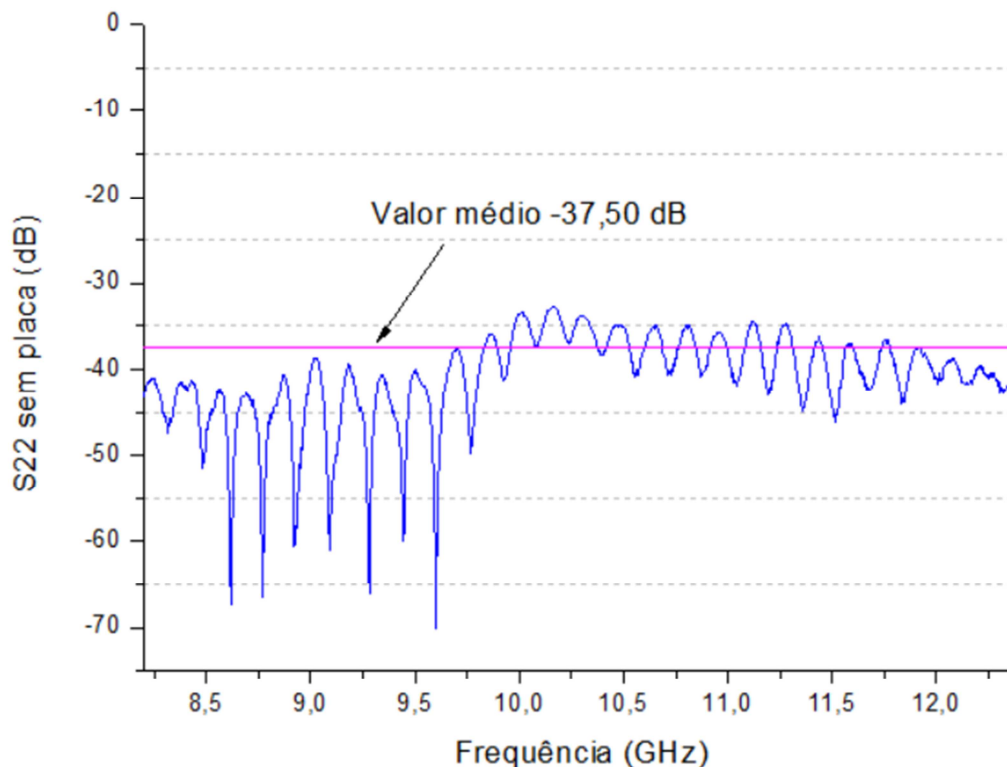
Figura 73 – Gráfico no formato LogM para parâmetro S_{42} durante calibração sem material algum no porta-amostra, simulando uma linha de transmissão com casamento de impedâncias quase que perfeito.



Fonte: Produção do próprio autor.

Ainda com o porta-amostra sem material algum, se passarmos para o registro do parâmetro S_{22} , nenhuma parcela do sinal emitido pela porta 2 irá retornar para a mesma, como não há anteparo ou barreira para a onda, não haverá reflexão alguma, simulando uma linha de transmissão com casamento de impedância quase que perfeito e o parâmetro S_{22} irá tender para valores elevados de atenuação, ou seja, nenhuma energia da onda eletromagnética retorna para a porta originadora do sinal. A Figura 74 apresenta tais resultados.

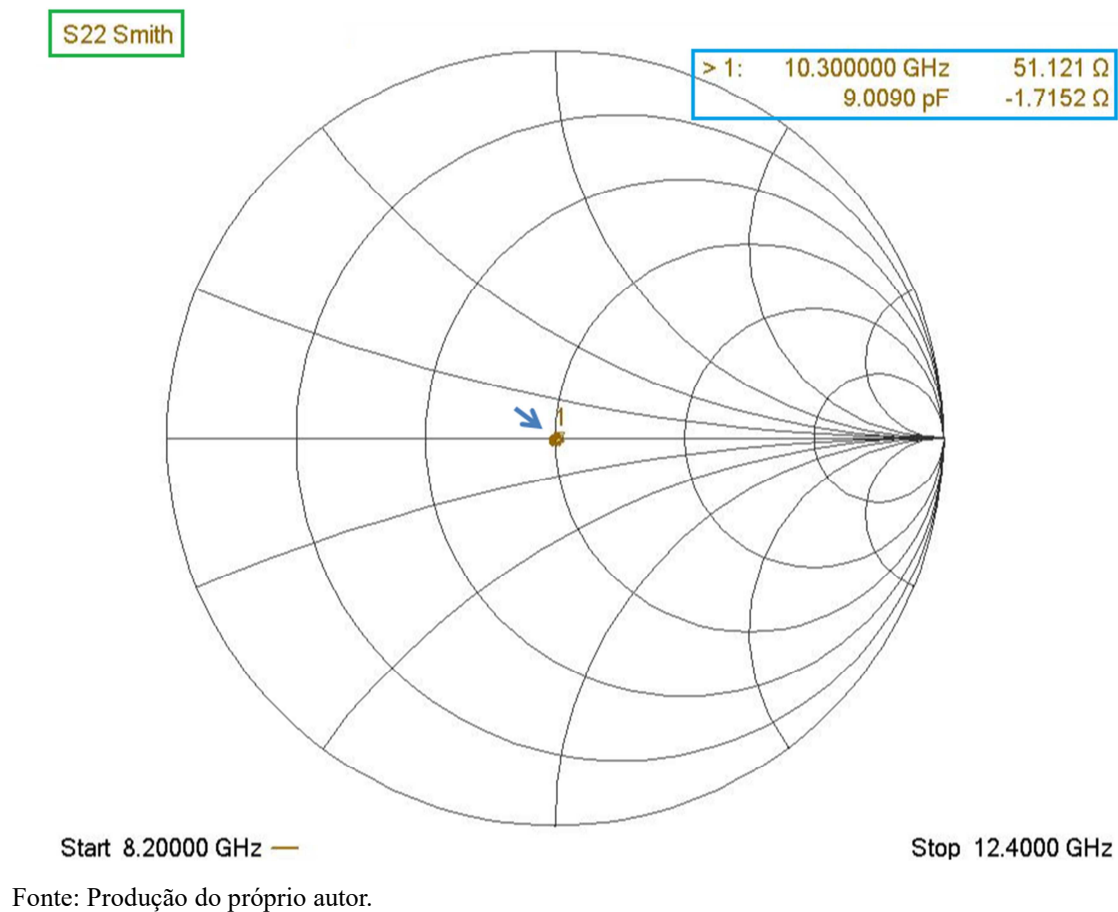
Figura 74 – Gráfico no formato LogM para parâmetro S_{22} durante calibração sem material algum no porta-amostra, simulando uma linha de transmissão com casamento de impedâncias quase que perfeito.



Fonte: Produção do próprio autor.

Na Figura 75 é apresentada a Carta de Smith para a situação discutida logo acima, neste caso como o meio é o mesmo, estaríamos simulando um material em situação de casamento de impedância com o meio de propagação, situação na qual existe a menor resistência ao avanço da onda eletromagnética e a impedância normalizada da carga é igual a impedância da linha de transmissão no guia de ondas ($Z_L = Z_0$). Tal ponto fica localizado no encontro dos eixos para a parte real e imaginária do coeficiente de reflexão, ou seja, coeficiente de reflexão nulo ($\Gamma = 0$), o que com base na equação 12, retorna coeficiente de transmissão (T) máximo e igual a um (KRAUS & FLEISCH, 1999; WENTWORTH, 2009).

Figura 75 – Gráfico no formato Carta de Smith para parâmetro S_{22} durante calibração sem material algum no porta-amostra, simulando uma linha de transmissão com casamento de impedâncias quase que perfeito.

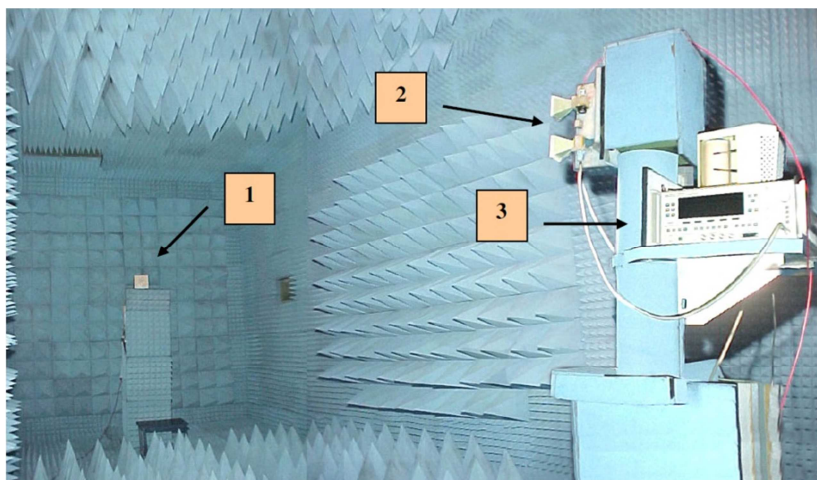


APÊNDICE 2 - Técnicas de caracterização eletromagnética dos materiais

Algumas das diferentes técnicas de caracterização eletromagnética dos materiais são:

(a) **RCS** - Seção reta radar, que simplificada consiste em duas antenas, uma com função de emissão e outra atuando na recepção da onda eletromagnética após a incidência no material em avaliação, esta técnica possibilita a obtenção dos valores de atenuação em diversos ângulos de aspecto, uma vez que a amostra é posicionada sobre uma torre e mantém-se em movimento rotacional durante os ensaios nas frequências desejadas. Esta técnica pode ser aplicada em campo fechado, como câmaras anecóicas sem interferências eletromagnéticas externas, ou em campo aberto (FOLGUERAS, 2005; KIM & LIM, 2014; MIACCI, 2012; NOHARA, 2003; REZENDE *et al.*, 2003).

Figura 76 – Sistema para caracterização RCS: (1) Alvo MARE; (2) Antenas geradora e receptora; (3) Gerador de micro-ondas.

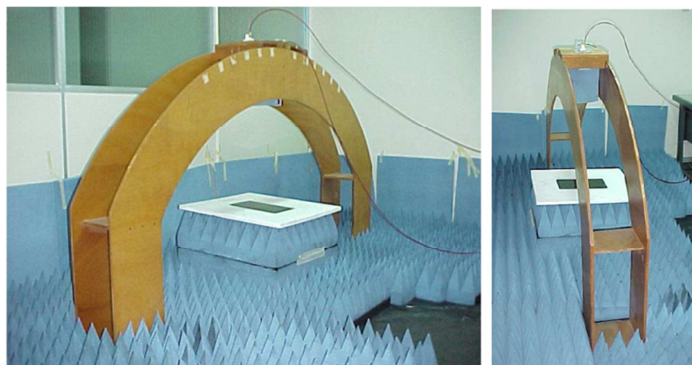


Fonte: (PEIXOTO, 2006).

(b) **Arco NRL** – Aplicado para medições de refletividade para materiais em formato plano. Diferentemente da medição por RCS, na qual o material é fixado em uma plataforma giratória, nas medições por NRL o material em avaliação permanece estático. Primeiramente um material metálico de referência é avaliado frente à incidência das ondas e posteriormente o mesmo é substituído pelo material em estudo

(FOLGUERAS, 2005; FRANCHITTO, 2001; KNOTT *et al.*, 1985; MIACCI, 2002; NOHARA, 2003; REZENDE *et al.*, 2003).

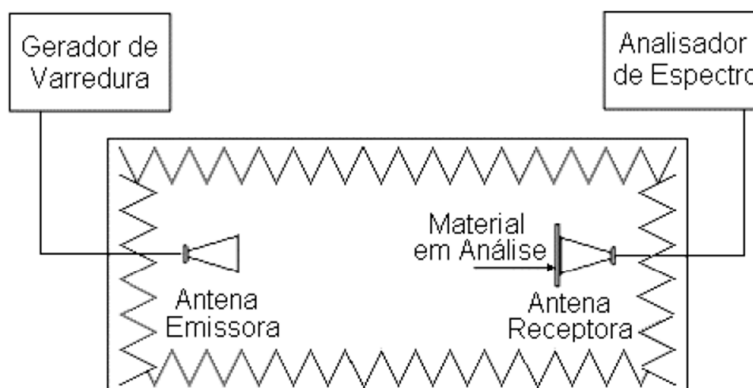
Figura 77 – Arco NRL.



Fonte: SILVA, 2000.

(c) **Perda por inserção entre antenas** – Nesta técnica de caracterização eletromagnética o material é posicionado no interior de uma câmara anecóica e entre duas antenas, uma antena emissora da onda eletromagnética e outra com função receptora. A onda eletromagnética é direcionada à antena receptora e encontra ao longo do seu percurso de propagação o material, com base na diferença de energia entre o sinal emitido e captado é obtida a transparência do material, ou seja, o coeficiente de transmissão (T) do mesmo (FOLGUERAS, 2005; KNOTT *et al.*, 1985; NOHARA & REZENDE, 2000; NOHARA, 2003; REZENDE *et al.*, 2003).

Figura 78 – Esquema representativo da técnica perda por inserção entre antenas.



Fonte: (SILVA, 2000).

A escolha do método de medida dos parâmetros de espalhamento e características eletromagnéticas do material depende da definição de algumas condições, como por exemplo, faixa de frequências de interesse, quantidade de material disponível, características e histórico elétrico e magnético do material. Além dos métodos mencionados anteriormente existem outros, incluindo o utilizado neste trabalho e conhecido como guia de ondas ou acoplador direcional.