



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS



Dissertação de Mestrado

ALDO MENDES PANDOLFI

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÕES DE NANOCOMPÓSITOS DE MATRIZ
ALUMÍNIO 1350 E GRAFENO OBTIDOS POR FUSÃO SOB INDUÇÃO
ELETROMAGNÉTICA EM ATMOSFERA INERTE**

Belo Horizonte

Agosto/2025

Aldo Mendes Pandolfi

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÕES DE NANOCOMPÓSITOS DE MATRIZ
ALUMÍNIO 1350 E GRAFENO OBTIDOS POR FUSÃO SOB INDUÇÃO
ELETROMAGNÉTICA EM ATMOSFERA INERTE**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET-MG, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização, como parte integrante dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Sidney Nicodemos da Silva

Belo Horizonte

Agosto /2025

Pandolfi, Aldo Mendes.
P189p Processamento e caracterizações de nanocompósitos de matriz
 alumínio 1350 e grafeno obtidos por fusão sob indução
 eletromagnética em atmosfera inerte / Aldo Mendes Pandolfi. – 2025.
 107 f. : il.
 Orientador: Sidney Nicodemos da Silva.
 Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação
 Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em
 Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2025.
 Bibliografia.

1. Grafeno. 2. Alumínio. 3. Nanocompósitos (Materiais). 4.
Conductividade elétrica. 5. Conductividade térmica. 6. Microdureza. 7.
Fundição. 8. Indução eletromagnética. I. Silva, Sidney Nicodemos da.
II. Título.

CDD: 620.11297



ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO Nº 19 / 2025 - POSMAT (11.52.07)

Nº do Protocolo: 23062.043661/2025-67

Belo Horizonte-MG, 21 de agosto de 2025.

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

*PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÕES DE NANOCOMPÓSITOS DE
MATRIZ ALUMÍNIO 1350 E GRAFENO OBTIDOS POR FUSÃO SOB INDUÇÃO
ELETROMAGNÉTICA EM ATMOSFERA INERTE*

Autor: Aldo Mendes Pandolfi

Orientador: Prof. Dr. Sidney Nicodemos da Silva

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou em 22 de agosto de 2025 esta Dissertação:

Prof. Dr. Sidney Nicodemos da Silva (ORIENTADOR)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Claudinei Rezende Calado (EXAMINADOR INTERNO)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Almir Gonçalves Vieira (EXAMINADOR EXTERNO)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET-MG

Prof.^a Dr.^a Sara Silva Ferreira Dafe (EXAMINADORA EXTERNA)
Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais - PUCMINAS

(Assinado digitalmente em 22/08/2025 16:23)
ALMIR GONÇALVES VIEIRA
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLÓGICO
DF (11.56.10)
Matrícula: 1219790

(Assinado digitalmente em 25/08/2025 20:03)
CLAUDINEI REZENDE CALADO
PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR
DEQUI (11.55.09)
Matrícula: 1330453

(Assinado digitalmente em 25/08/2025 11:30)
SIDNEY NICODEMOS DA SILVA
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLÓGICO
DF (11.56.10)
Matrícula: 2519987

(Assinado digitalmente em 22/08/2025 19:42)
SARA SILVA FERREIRA DE DAFÉ
ASSINANTE EXTERNO
CPF: ###.###.216-##

Ao meu filho Henrique,
meu irmão Eduardo,
a minha mãe Zelina,
meu pai Sebastião,
de saudosas memórias,
dedico a conclusão deste projeto.

AGRADECIMENTOS

À DEUS Todo-poderoso e ao Seu filho JESUS CRISTO, meu Mestre. Pela Vida!

À minha esposa Marcia Patrícia Simões Pandolfi, sempre disposta a ouvir minhas divagações sobre este projeto. Ao meu filho Dr. Guilherme por compartilhar sua experiência adquirida nos tempos de mestrado e doutorado em Engenharia de Materiais. À minha filha Amanda pela compreensão quanto aos momentos de ausência de convívio com meus amados netos Pietro e Lavínia. Pelo amor!

Ao professor Dr. Sidney Nicodemos da Silva por ter aceitado o convite de orientação, sempre cordial, cooperativo e aberto a apresentar caminhos e tirar minhas dúvidas durante os trabalhos que redundaram nesta dissertação. Pela inspirada convivência!

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Departamento de Engenharia de Materiais do CEFET/MG, nas pessoas de seus professores, funcionários da secretaria e corpo técnico dos laboratórios, onde me senti acolhido e sem os quais minha caminhada não teria se completado. Pela oportunidade!

Ao CDTN, por ter aberto as portas dos laboratórios e pela acolhida para realizar os experimentos fundamentais deste projetos, em especial à professora Dr^a Denise das Mercês Camarano e ao engenheiro João Bosco do LabCoN. Pela parceria!

Ao Departamento de Engenharia Mecânica da PUC MG, minha *alma-mater*, pelo apoio a este projeto pela realização das caracterizações MEV-EDS no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura, nas pessoas da professora Dr^a Sara Ferreira Silva de Dafé e da Edilene Braga Carvalho. Pela generosidade!

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) pelo apoio financeiro que subsidiou este trabalho.

A todos aqueles que me auxiliaram, direta e indiretamente, nesta empreitada, fica minha gratidão!

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÕES DE NANOCOMPÓSITOS DE MATRIZ ALUMÍNIO 1350 E GRAFENO OBTIDOS POR FUSÃO SOB INDUÇÃO ELETROMAGNÉTICA EM ATMOSFERA INERTE

RESUMO

De acordo com o relatório "Cenário da Energia Mundial 2024" da Agência Internacional de Energia (IEA), a projeção de crescimento da demanda global de energia elétrica é da ordem de 6757TWh entre 2023 e 2030. Dentre outras, destacam-se as demandas do emergente mercado de veículos elétricos e do recém-criado mercado de energia para suprir os serviços de Data-Centers/Inteligência Artificial. Ambos os mercados exigirão materiais de alta performance em termos de propriedades de condutividade elétrica e térmica. Tal cenário tornou ainda mais urgente o desenvolvimento de materiais mais leves, com melhores condutividades e confiabilidade, de forma a suprir a demanda de consumo dos veículos elétricos e tornar a transmissão de energia e a dissipação de calor mais eficiente na operação de Data-centers. Assim, os nanocompósitos de matriz metálica de alumínio (Al) e o nanoplacas de grafeno de poucas camadas (GNP) tornaram-se materiais estratégicos quando combinados, dadas suas características como preço/disponibilidade, superior relação resistência-por-peso e durabilidade. Neste trabalho buscou-se aprimorar o processo metalúrgico para obtenção de nanocompósitos alumínio-grafeno por fundição por indução com agitação eletromagnética e mecânica sob atmosfera inerte (argônio), evitando-se tanto a pirólise do grafeno como a oxidação do alumínio. O aquecimento e a fusão do alumínio sob atmosfera protetora em forno indutivo promovem a agitação do banho devido a geração de correntes parasitas (de Foucault) e associada a agitação mecânica, favorecendo a dispersão do grafeno no banho fundido. Os nanocompósitos obtidos consistiram de uma matriz de liga de alumínio 1350 EC (UNS A91350) com percentual, em massa, de grafeno adicionado nas seguintes proporções: 0,5%, 1,0%, 1,5% e 2,0%. As caracterizações morfológicas e microestruturais dos nanocompósitos obtidos foram realizadas por microscopia eletrônica de varredura acoplado com análise de espectroscopia por energia dispersiva (MEV/EDS), também utilizados para a determinação da uniformidade da distribuição ou dispersão de carbono. Análise de Difração de Raios X (DRX) foi adotada para a caracterização da estrutura cristalina. As caracterizações de propriedades mecânicas foram obtidas por meio de ensaio de microdureza Vickers (HV). A caracterização de propriedades térmico-elétricas foi realizada por medições de resistividade elétrica, pelo método de Ponte Kelvin, e de difusividade térmica, pelo método Flash Laser e posterior cálculo das condutividades elétricas (índice IACS) e térmicas. Os resultados obtidos demonstram haver viabilidade técnica para a fabricação em escala industrial de nanocompósitos de alumínio grafeno por processos metalúrgicos de fundição. Houve aumento das propriedades de condutividade elétrica nos nanocompósitos desenvolvidos, com 2% de GNP o índice IACS de 64,9%. Já com 1,0%GNP e 2,0%GNP respectivamente, a condutividade térmica que superaram o valor de referência da liga-controle 1350, em 25,8% e 21,4%. Obteve-se no processamento dos nanocompósitos relativa homogeneidade minimizando aglomeração de grafeno o que poderia levar a anisotropia de propriedades e reduzido os ganhos buscados nas propriedades mecânicas e de condutividades em relação a liga de alumínio-base.

PALAVRAS-CHAVES: Grafeno, alumínio 1350 EC, nanocompósitos de matriz metálica, condutividade elétrica, IACS, condutividade térmica, microdureza, fundição, agitação eletromagnética, atmosfera inerte.

PROCESSING AND CHARACTERIZATION OF ALUMINUM 1350 AND GRAPHENE MATRIX NANOCOMPOSITES OBTAINED BY MELT-IN UNDER ELECTROMAGNETIC INDUCTION IN AN INERT ATMOSPHERE

ABSTRACT

According to the IEA (International Energy Agency) and its "World Energy Outlook 2024" report, the projected growth in global electricity demand is around 6757TWh between 2023 and 2030. Among others, the demand from the emerging electric vehicle market stands out, as well as the recently created energy market to supply Data-centers/Artificial Intelligence services. Both markets will require high-performance materials in terms of electrical and thermal conductivity properties. This scenario has made the development of lighter materials, with better conductivity and greater mechanical resistance, even more urgent in order to meet the consumption demand of electric vehicles, as well as to make power transmission and heat dissipation more efficient in data center operations. Around the world, aluminum (Al) metal matrix nanocomposites and graphene (GNP) have become strategic materials when combining characteristics such as price/availability, superior strength-to-weight ratio and durability. This work aimed to improve the metallurgical process for obtaining aluminum-graphene nanocomposites by melting in an ingot mold using an electromagnetic induction furnace under an inert atmosphere (argon), avoiding the graphene pyrolysis and aluminum oxidation. Heating and melting of aluminum under a protective atmosphere in an induction furnace promotes agitation of the molten bath due to the generation of eddy currents (Foucault) combined to mechanical agitation, enhancing the dispersion of graphene in molten aluminum bath. The obtained nanocomposites consisted of a 1350 EC aluminum alloy (UNS A91350) matrix with graphene added in the following mass proportions: 0.5%, 1%, 1.5%, and 2%. The morphological and microstructural characterizations of the obtained nanocomposites were performed by scanning electron microscopy coupled with energy-dispersive spectroscopy (SEM/EDS), also used to determine the uniformity of carbon distribution or dispersion. X-Ray diffraction (XRD) analysis was adopted to characterize the crystalline structure. The mechanical properties were obtained by Vickers micro hardness (HV) test. The thermal-electrical properties were characterized by measuring electrical resistivity using the Kelvin Bridge method and thermal diffusivity using the Flash Laser method, followed by calculation of electrical (IACS) and thermal conductivities. The results obtained the technical feasibility of industrial-scale manufacturing of graphene-aluminum nanocomposites by metallurgical casting processes. The developed nanocomposites exhibited increased electrical conductivity properties, with 2% GNP achieving an IACS index of 64.9%. With 1.0% GNP and 2.0% GNP, respectively, the thermal conductivity exceeded the reference value of the 1350 control alloy by 25.8% and 21.4%. Relative homogeneity was achieved during nanocomposite processing, minimizing graphene agglomeration, which could lead to property anisotropy and reduce the aimed gains in mechanical properties and conductivity compared to the base aluminum alloy.

KEYWORDS: Graphene, aluminum 1350 EC, metal matrix nanocomposites, electrical conductivity, IACS index, thermal conductivity, microhardness, casting, electromagnetic stirring, inert atmosphere

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 01 - Efeito do avanço tecnológico sobre custo do alumínio	18
Figura 02 - Estrutura atômica do alumínio e cristal CFC.....	19
Figura 03 - Massa específica normalizada do alumínio em comparação outros metais.....	20
Figura 04 - Limite Resistência UTS de metais e ligas comuns	21
Figura 05 - Efeito da adição de elementos liga no alumínio superpuro 6N	21
Figura 06 - Análise comparativa da condutividade elétrica de metais x alumínio.....	22
Figura 07 - Análise comparativa da condutividade térmica dos metais x alumínio.....	23
Figura 08 - Micrografias de liga AA6060 após tratamento de solubilização	25
Figura 09 - Configurações para cabos condutores	29
Figura 10 - Primeira imagem do grafeno.....	32
Figura 11 - Grafite pirotítica aderida à fita adesiva.....	32
Figura 12 - Transformação dos alótropos de carbono a partir do grafeno (2D).....	33
Figura 13 - Dimensão de rede cristalina do grafeno e estrutura de nanotubos.....	34
Figura 14 - Métodos de fabricação do grafeno	37
Figura 15 - Compósito: matriz metálica de liga Ti6Al4V e reforço de fibras de SiC.....	41
Figura 16 - Classificação dos compósitos	41
Figura 17 - Processos primários de obtenção de compósitos de matriz metálica.....	43
Figura 18 - Técnica de fundição com agitação	45
Figura 19 - Técnica Compocasting.....	45
Figura 20 - Técnica de Deposição por pulverização	46
Figura 21 - Técnica de Infiltração por pressão	47
Figura 22 - Processo de Metalurgia do Pó de compósitos de matriz metálica	48
Figura 23 - Técnica de Sinterização por Descarga de Plasma.....	49
Figura 24 - Forno de indução em corte e seus componentes.....	50
Figura 25 - Agitação do banho por ação do campo magnético	51
Figura 26 - Geração de fluxo magnético pela corrente da bobina no banho	51
Figura 27 - Fluxo de agitação axial e formação de vórtice no banho.....	52
Figura 28 - Lei de reflexão de Raios-x – Lei de Bragg.....	55
Figura 29 - Esquema do princípio do método Flash de Laser.....	57
Figura 30 - Método de microdureza Vickers.....	58
Figura 31 - Fluxograma de obtenção do nanocompósito Al-grafeno.....	59
Figura 32 - Esquema das provas de caracterização dos nanocompósitos	59
Figura 33 - Aspecto visual do grafeno comercial utilizado na pesquisa	60
Figura 34 - Caracterizações do grafeno HP10	60
Figura 35 - Cabo alumínio 1350 EC H19	61
Figura 36 - Forno de indução Leybold-Heraus IW-7P	62
Figura 37 - Esquema do forno de indução e atmosfera inerte	63
Figura 38 - Acessórios de fundição	64
Figura 39 - Experimento 1: revestimento do cadinho com refratário.....	65
Figura 40 - Experimento 2: envelopamento do grafeno com filme de alumínio.....	65
Figura 41 - Experimento 3: Granulação do cabo de alumínio.....	66
Figura 42 - Lingote experimental; Balança e carga do cadinho	66

Figura 43 - Molde sob a bobina de indução/Haste de agitação cadinho.....	67
Figura 44 - Ciclo de parâmetros operacionais do forno	68
Figura 45 - Monitoramento visual do aquecimento da carga	68
Figura 46 - Monitoramento ótico do banho e constatação da flutuação do grafeno	69
Figura 47 - Grafeno residual no topo do lingote em corridas exploratórias.....	70
Figura 48 - Desmoldagem	70
Figura 49 - Lingotes de liga-controle 1350 e dos nanocompósitos alumínio-grafeno	71
Figura 50 - Esquema de seccionamento em 3 zonas para amostragem	71
Figura 51 - Embutimento de amostras da base, meio e topo do lingote	72
Figura 52 - Microscópio MEV-EDS.....	73
Figura 53 - Medição de resistência elétrica.	75
Figura 54 - Difusímetro Flash Laser e corpos de prova para difusividade térmica	76
Figura 55 - Impregnação de grafeno na superfície dos lingotes.....	77
Figura 56 - Presença no interior do lingote de aglomerados de nanoplaquetas de grafeno.....	78
Figura 57 - Micrografia da estrutura bruta de fusão.....	79
Figura 58 - Micrografia das seções do lingote do nanocompósito com 1,0% GNP.....	80
Figura 59 - Micrografias obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	80
Figura 60 - Espectros de análise de composição química da matriz	82
Figura 61 - Mapa de composição elementar EDS dos nanocompósitos	84
Figura 62 - Processamento Quantikov dos mapas elementar de carbono MEV/EDS.....	85
Figura 63 - Correlação grafeno adicionado x quantidade pontos espectrais carbono EDS....	86
Figura 64 - Difractograma agrupado das análises DRX	86
Figura 65 - Identificação de espectral DRX de grafeno e Al_4C_3	87
Figura 66 - Caracterização das propriedades de condutividade elétrica	89
Figura 67 - Caracterização das propriedades de condutividade térmica	91
Figura 68 - Correlação densidade e condutividade térmica.....	92
Figura 69 - Microdureza Vickers por % GNP e por seção do lingote.....	93

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 01- Classificação das ligas de alumínio.....	24
Tabela 02- Designação de têmperas de ligas de alumínio.....	26
Tabela 03- Designação de têmperas “H” de ligas de alumínio endurecíveis a frio.....	27
Tabela 04- Designação de têmperas “T” de ligas de alumínio tratáveis termicamente.....	27
Tabela 05- Estrutura do grafeno, óxido grafeno e óxido de grafeno reduzido.....	34
Tabela 06- Composição química liga 1350.....	62
Tabela 07- Dosagens de materiais para cada corrida de fundição.....	67
Tabela 08- Teor carbono EDX na matriz seção média lingotes nanocompósitos.....	88
Tabela 09 - Caracterização das propriedades de condutividade elétrica.....	89
Tabela 10- Caracterização das propriedades de condutividade térmica.....	91
Tabela 11- Microdureza Vickers liga-controle e nanocompósitos Alumínio-GNP.....	92

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AA	The Aluminum Association
AMC	Compósito de matriz de Alumínio (<i>Aluminum Matrix Composites</i>)
ANEEL	Agência Nacional de Energia Elétrica
CDTN	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
CVD	Deposição química de vapor (<i>Chemical Vapour Deposition</i>)
DRX	Difração de Raios X
EC	Condutor Elétrico (<i>Electrical conductor grade</i>)
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
FLG	Grafeno de poucas camadas (<i>Few Layers Graphene</i>)
GEE	Gases de Efeito Estufa (<i>Greenhouse Gas</i>)
GNP	Nanoplasas de grafeno (<i>Graphene Nano Platelets</i>)
GNS	Nanofolhas de grafeno (<i>Graphene Nano Sheets</i>)
GPC	Grafeno de poucas camadas
GO	Óxido de grafeno
HV	Dureza Vickers. (<i>Hardness Vickers</i>)
IA	Inteligência Artificial (<i>Artificial Intelligence</i>)
IACS	Padrão Internacional de Cobre Recozido (<i>International Annealed Copper Standard</i>)
IEA	Agência Internacional de Energia (<i>International Energy Agency</i>)
IUPAC	União Internacional de Química Pura e Aplicada (<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>)
HOPG	Grafite pirolítica altamente orientada (<i>Highly Oriented Pyrolytic Graphite</i>)
LPE	Esfoliação de Fase Líquida (<i>Liquid Phase Exfoliation</i>)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MMNC	Nanocompósito de matriz metálica (<i>Metal Matrix Nano Composites</i>)
MO	Microscopia ótica
MWCNT	Nanotubo carbono múltiplas camadas (<i>Multi-Walled Carbon Nanotube</i>)
NGM	Nanoplasas de Grafeno multicamadas
NMP	N-metilpirrolidona
SWCNT	Nanotubo carbono única camada (<i>Single-Walled Carbon Nanotube</i>)
SSA	Área Superficial Específica teórica (<i>Specific Surface Area</i>)
UTS	Limite de resistência à tração (<i>Ultimate Tensile Strength</i>)

LISTA DE SÍMBOLOS

a	Absortividade
Al	Alumínio
Al ₄ C ₃	Carbeto de alumínio
C	Carbono
°C	Graus Celsius
C _p	Calor específico (J. kg ⁻¹ .K ⁻¹)
Cu	Cobre
HNO ₃	Ácido nítrico
K	Graus Kelvin (K)
k	Condutividade térmica (W·m ⁻¹ .K ⁻¹)
L	Largura ou espessura da amostra
Q	Energia radiante (W·m ⁻²)
rGO	Óxido de grafeno reduzido
Si	Silício
t	Tempo
t _½	Tempo para ocorrer metade da variação de temperatura na face oposta
T _M	Temperatura máxima na face oposta amostra
δ	Espessura a partir da face frontal após pulso laser
τ	Tempo de aplicação do pulso laser (s)
ρ	Densidade (kg.m ⁻³ ou g.cm ⁻³)

SUMÁRIO

1-	INTRODUÇÃO	14
2-	OBJETIVOS	17
2.1-	Objetivo Geral.....	17
2.2-	Objetivos Específicos	17
3-	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
3.1 -	Alumínio	18
3.1.1-	Estrutura do alumínio.....	19
3.1.2-	Propriedades do alumínio.....	19
3.1.3-	Alumínio e suas ligas	23
3.1.4-	Condutor elétrico: Ligas de cobre x Ligas de alumínio	28
3.1.5-	Ligas de alumínio para Condutores elétricos	29
3.1.6-	Condutores de cobre x condutores de compósitos Al-grafeno.....	30
3.2-	Grafeno	32
3.2.1-	Estrutura do grafeno	33
3.2.2-	Propriedades do grafeno.....	35
3.2.3-	Métodos de obtenção do grafeno	36
3.3-	Compósito	39
3.3.1-	Propriedades de compósitos de matriz metálica	40
3.3.2-	Obtenção de compósitos de matriz metálica	43
3.4-	Fundição.....	49
3.4.1-	Forno de indução.....	49
3.4.2-	Agitação de banho fundido.....	50
3.4.3-	Atmosfera inerte	53
3.5 -	Métodos de caracterização do nanocompósito Alumínio-Grafeno	53
3.5.1-	Caracterização da microestrutura.....	53
3.5.2-	Caracterização de propriedades de condutividade.....	56
3.5.3-	Caracterização de propriedade mecânica.....	57
4-	METODOLOGIA.....	59
4.1-	Materiais.....	60
4.1.1-	Grafeno.....	60
4.1.2-	Liga de alumínio 1350 EC	61
4.2 -	Equipamentos	62

4.2.1-	Forno de indução	62
4.2.2-	Acessórios de fundição.....	63
4.3-	Procedimentos.....	64
4.3.1-	Obtenção nanocompósito alumínio-grafeno.....	64
4.3.2-	Caracterização do nanocompósito alumínio-grafeno.....	73
5-	RESULTADOS E DISCUSSÃO	77
5.1-	Microscopia ótica (MO).....	77
5.2-	Microscopia eletrônica.....	82
5.2.1-	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	82
5.2.2-	Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS).....	83
5.2.3-	Mapa elementar de carbono (MEV/EDS).....	83
5.3-	Difração de Raios X.....	86
5.4	Carbono absorvido na matriz - Fluorescência Raios X (FRX).....	88
5.5 -	Condutividade elétrica.....	88
5.6 -	Condutividade térmica.....	90
5.7 -	Microdureza Vickers.....	92
6-	CONCLUSÃO	95
7-	SUGESTÕES PARA PROJETOS FUTUROS	97
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	98
	ANEXO.....	104

1. INTRODUÇÃO

A busca por materiais condutores mais eficientes em função de emergentes tendências de mercado de energia elétrica, tais como adoção massiva de veículos elétricos, advento da Inteligência Artificial (IA) e expansão global de serviços de centro de dados, além das demandas tradicionais (IEA, 2024), fez com que a pesquisa por aperfeiçoamento de propriedades elétricas e térmicas das ligas de alumínio tenha aumentado significativamente. Um foco é tornar o alumínio alternativo ao cobre como material condutor, por exemplo, nos enrolamentos das armaduras dos motores elétricos, com vistas aos ganhos de leveza e resistência à corrosão. Para viabilizar esta substituição, o alumínio precisa apresentar melhorias não somente na condutividade elétrica e térmica, mas sobretudo as melhorias das propriedades mecânicas, o que impõe a necessidade de abrir novas frentes de desenvolvimento para o alumínio como liga-base (EAA, 2022).

A indústria de transmissão de energia é outro segmento em foco, no qual as pressões por aperfeiçoamento das propriedades das ligas de alumínio tem crescido. As redes de distribuição e transmissão de energia elétrica apenas no Brasil hoje são de aproximadamente 107,4 mil quilômetros de extensão, distância superior a duas vezes e meia a circunferência na terra. As redes de transmissão são responsáveis por transportarem a energia elétrica de poucas usinas existentes no vasto território brasileiro, para as milhares de subestações espalhadas por várias cidades do país. Já as redes de distribuição, são responsáveis por levar a energia das subestações, para os consumidores finais, e suas extensões são ainda maiores se comparado às redes de transmissão. Na indústria da energia elétrica, os materiais condutores têm evoluído do cobre para o alumínio, este último por ter mais baixo custo, além de abundância da matéria-prima para obtenção na crosta terrestre. Porém o alumínio ainda apresenta desvantagem em resistência mecânica e condutividade elétrica em relação ao cobre (ANEEL, 2025).

Recentemente, um novo insumo passou a chamar a atenção dos pesquisadores de novos materiais em função de suas excepcionais características: o grafeno, um material que consiste de uma folha plana e de espessura de um átomo de carbono, formando uma camada monoatômica. Sua estrutura eletrônica resulta em propriedades que apresentam uma resistência mecânica maior que a do aço, mobilidade eletrônica mais elevada que o silício, condutividade térmica mais alta que o cobre, área superficial específica maior que da grafita e por ser material muito leve. (VILAR, 2016). Estudos recentes apontam um incremento de 36,8% na resistência à ruptura de amostras de alumínio com 0,2% em massa de grafeno, processadas pelo método de fundição. Além disto, em relação às características elétricas dos nanocompósitos de grafeno, também se verificará uma condutividade elétrica IACS (*International Annealed Copper Standard*) maior que a do alumínio puro. Dentre as propriedades mais interessantes do grafeno está sua excelente condutibilidade elétrica. Os átomos de carbono têm um total de 6 elétrons, sendo 2 dispostos internamente e 4

externamente (valência) sendo que sua distribuição eletrônica no estado fundamental é dada por $1s^2 2s^2 2p^2$. Os 4 elétrons externos são passíveis de ligação química, e no grafeno, cada átomo conecta-se a outros 3 átomos de carbono em um plano bidimensional, deixando 1 elétron livre para condução elétrica, isto significa que os elétrons se movem com extrema facilidade e rapidez pelo grafeno, ou seja, os elétrons podem fluir como que guiados através de um canal de menor resistência. Tal característica ocorre porque os elétrons e os “buracos” presentes no carbono conhecidos como grafinos podem conduzir a energia elétrica linearmente com mínimo de resistência devido baixíssima densidade de colisões elétron-elétron. Como o nível Fermi (energia de Dirac-Fermions) do material pode se tornar consideravelmente elevado, o grafeno pode se transformar em um supercondutor, melhor até mesmo que o ouro ou cobre. Como o grafeno é mais condutivo que o cobre, ele pode ter aplicações elétricas e eletrônicas (CAO, 2020). Por exemplo, uma pequena quantidade de grafeno, suficiente para preencher a cabeça de um alfinete, pode produzir 10 microwatts de potência e, como qualquer material, à medida que as pesquisas se aprofundam, sua viabilidade econômica e aplicação tecnológica aumentam. O comportamento fluido dos elétrons do grafeno interfere na condutividade elétrica e térmica desse material. Esse comportamento provocou recentemente o surgimento de muitas pesquisas na área de hidrodinâmica de elétrons. Tem-se observado que a resistência elétrica do grafeno diminui com o aumento da temperatura, quando mantido abaixo de 150 K (ou -123°C). Esse comportamento é contraintuitivo para um condutor, afinal, maior temperatura significa maior agitação térmica dos elétrons e íons e, portanto, maior probabilidade de colisões elétron-íon e elétron-elétron, o que deveria resultar em maior resistência elétrica. Os pesquisadores descobriram que em baixas temperaturas, a intensidade das colisões elétron-elétron é tal que faz com que uma grande parte de elétrons permaneça na superfície do grafeno e, assim, diminui a dissipação da quantidade de movimento dos demais elétrons na superfície, assim, estes elétrons podem fluir “conduzidos” por um canal de menor resistência. Aparentemente, esse efeito cresce com o aumento da temperatura. Esse fenômeno traz uma nova compreensão para os mecanismos físicos envolvidos na condutividade de materiais e, particularmente, será de muita utilidade para o desenvolvimento de dispositivos elétricos baseados em compósitos contendo grafeno. (CROSSNO, 2016).

Com base no acima exposto, torna-se lógico concluir que o desenvolvimento de uma nova classe de material que aproveite as propriedades complementares do alumínio e do grafeno, tem grande potencial para responder às demandas apresentadas acima e a Engenharia de Materiais tem nos nanocompósitos a forma de viabilizar este material, que tem potencial de aliar as características superiores do alumínio, como baixo peso, baixo custo, facilidade comercial e de processamento, com as superlativas características do grafeno, como resistência mecânica, condutividade elétrica e térmica.

Pesquisas têm sido desenvolvidas com estes dois materiais pelos métodos de metalurgia do pó, moagem por bolas ou ultrassônica, compactação, extrusão e também pelo método da fundição. Contudo, a fabricação de compósitos de matriz de alumínio com reforço de grafeno apresenta dificuldades operacionais na fabricação que vem desafiando os pesquisadores. Devido sua baixa molhabilidade, em função de sua grande área superficial específica e alta tensão superficial das nanopartículas de grafeno, este material tende a se aglomerar durante o processo de mistura com a liga de alumínio líquida, causando heterogeneidade de distribuição do grafeno na matriz metálica, o que afeta negativamente as performances mecânicas e de condutividade que são requeridas dos compósitos de alumínio com reforço de grafeno.

Por isso, este projeto de pesquisa buscou desenvolver a fusão do alumínio 1350 e a adição de nanoplaquetas de grafeno de poucas camadas (em português GPC ou GNP em inglês) com auxílio da agitação eletromagnética do banho líquido e sob atmosfera inerte para incrementar a absorção de grafeno pelo alumínio. Foi avaliado o comportamento mecânico e físico dos nanocompósitos, principalmente no que tange a dispersão com a incorporação, de até 2% em massa, de nanopartículas de grafeno dispersas homogeneamente dentro da matriz de liga de alumínio. Além disso, uma liga de controle 1350 sem partículas de grafeno foi processada pelo mesmo método para fins de comparação. A microscopia ótica (MO) foi útil para detecção de aglomerações de grafeno. As análises com microscópio eletrônico de varredura com espectroscopia por energia dispersiva acoplado (MEV/EDS), e os resultados indicam que foi formada uma estrutura com interfaces e intercamadas. A Difração de Raio-X mostrou baixo potencial de ligação química entre a matriz-grafeno, formando a fase Al_4C_3 , durante o processo adotado. Com o intuito de avaliar o desempenho mecânico do nanocompósito, o teste de microdureza foi executado, além de ensaios de avaliação da resistência elétrica e da difusividade térmica. Os resultados experimentais (físico-químicos, mecânicos, elétricos e térmicos), mostraram que este processo de fusão com agitação eletromagnética associada a agitação mecânica sob atmosfera inerte tem muito potencial para incorporar frações expressivas de grafeno em nanocompósitos de matriz metálica de alumínio com vistas a responder afirmativamente as demandas de novos nanocompósitos de matriz de alumínio com grafeno.

2. OBJETIVOS

2.1 - Objetivo Geral

Desenvolver nanocompósitos de matriz de alumínio com reforço de grafeno por meio de fundição por indução com agitação eletromagnética e mecânica combinadas, sob atmosfera inerte, objetivando aumento das condutividades elétrica e térmica e das propriedades mecânicas, em comparação às especificações da liga-matriz.

2.2 - Objetivos Específicos

- A) Desenvolver nanocompósitos de matriz de alumínio 1350 com reforço de nanoplacas de grafeno, com variações da concentração do nano reforço de 0,5%, 1,0%, 1,5% e 2,0%, em massa;
- B) Realizar análise micro estrutural comparativa dos nanocompósitos obtidos em relação ao alumínio 1350 especificado como matriz, por meio da Microscopia ótica (MO), Microscopia Eletrônica por Varredura associado a Espectroscopia de Energia Dispersiva (MEV/EDS) e Difração de Raios X (DRX), objetivando a caracterização micro estrutural da dispersão do grafeno na matriz de alumínio;
- C) Avaliar as propriedades mecânicas dos nanocompósitos obtidos, por meio de ensaios de microdureza Vickers (HV);
- D) Avaliar a condutividade elétrica dos nanocompositos obtidos por meio da medição da resistência elétrica pelo princípio de Ponte de Kelvin e cálculo da condutividade elétrica em comparação com o índice IACS;
- E) Avaliar as propriedades térmicas dos nanocompósitos obtidos por meio de ensaios de difusividade térmica pelo método Flash Laser.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

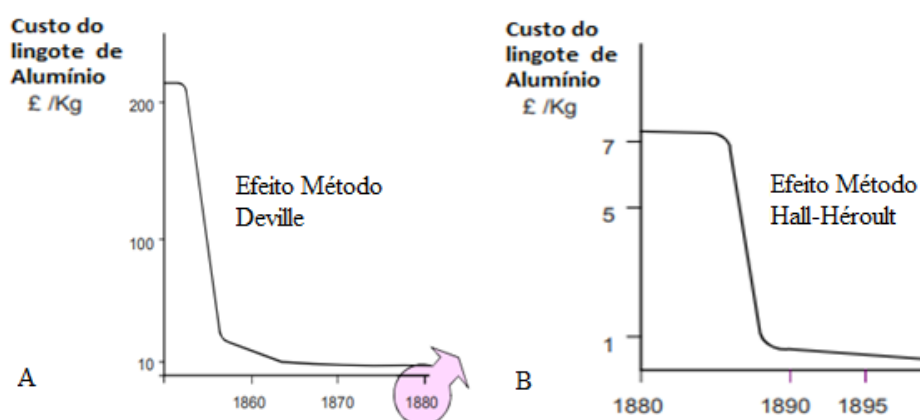
Neste capítulo é apresentada a revisão bibliográfica dos fundamentos teóricos sobre os materiais componentes dos nanocompósitos de matriz metálica alumínio-grafeno desenvolvidos para esta pesquisa, as técnicas de processamento e as propriedades de uso, como material de engenharia, objetivadas com a obtenção destes nanocompósitos e os métodos de caracterizações microestruturais e das propriedades mecânicas, elétricas e térmicas dos mesmos.

3.1 – Alumínio

Em 1808, Humphrey Davy, eletroquímico britânico, postulou a existência do alumínio. Já em 1825, com base na teoria de Davy, o químico Hans Christian Ørsted, na Dinamarca, sintetizou o primeiro nódulo de alumínio. Em 1845, o cientista alemão Friedrich Wöhler determinou a densidade específica, o que explicava a notável leveza do alumínio. Em 1856, o francês Saint-Claire Deville desenvolveu a tecnologia de redução do cloreto de alumínio com sódio, trazendo significativo impacto no custo de oferta do alumínio. Em 1884, o alumínio era ainda raro a ponto de ter sido colocado como topo do obelisco do Monumento a Washington nos EUA, que pesava 3,11 Kg e era a maior massa de alumínio conhecida (ASKELAND,2010) .Em 1886, Charles M. Hall nos EUA e Paul T. Héroult na França desenvolveram, simultaneamente, outro importante método de eletrólise para produzir alumínio a partir de alumina dissolvida em hexafluoretoaluminato de sódio ou criolita (Na_3AlF_6), chamado Processo Hall-Héroult, aumentando ainda mais a produtividade da indústria do alumínio (Figura 01). Em Agosto de 2025 o preço do alumínio era £2,01/Kg. (LME,2025).

Figura 01 – Efeito do avanço tecnológico sobre custo do alumínio.

A) Método Deville, B) Método Hall-Héroult



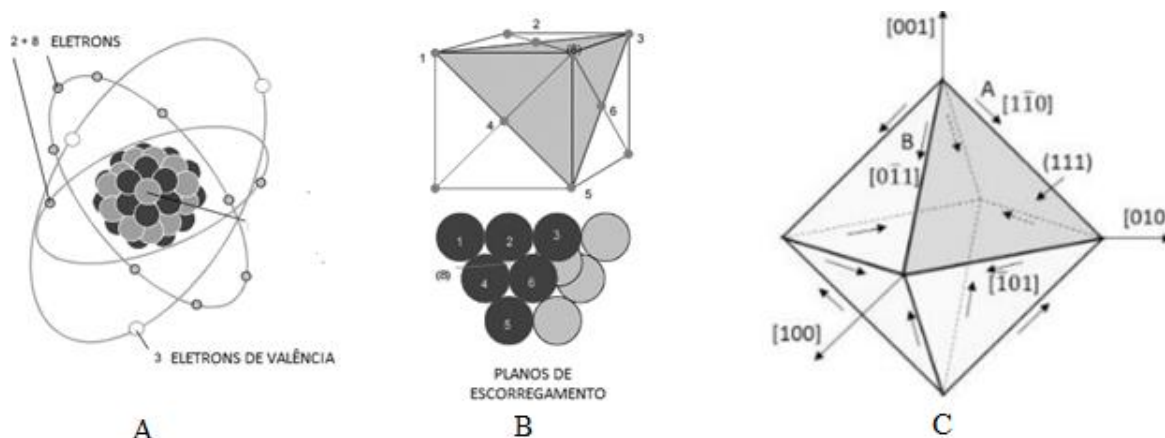
Fonte: Light Metals Industry, 1949

Já em 1888 foi desenvolvida a tecnologia de redução de alumina a partir do minério de bauxita conduzido por Karl Bayer em 1888. Juntos os processos Hall-Heroult e Bayer ainda constituem a base tecnológica de produção do alumínio no mundo (JACOBS,1999).

3.1.1- Estrutura do alumínio

O elemento químico alumínio tem o símbolo Al. Seu átomo mede 0,29 nm de diâmetro, massa atômica de 26,98 e número atômico 13 e, assim, possui 3 elétrons no seu orbital de valência, o que explica sua alta condutividade elétrica e térmica (Figura 02).

Figura 02 – A) Estrutura atômica, B) Célula cristalina CFC, C) Sistemas de escorregamento



Fonte: TALAT, 1994

Na fase sólida, tem estrutura cristalina do tipo Cúbica de Face Centrada (CFC) com parâmetro de célula 0,40496 nm, a qual possui até 12 planos de escorregamentos sob tensão, o que explica sua excelente ductilidade (TALAT,1994).

3.1.2 – Propriedades do Alumínio

O alumínio é o terceiro elemento químico e o metal mais abundante na crosta terrestre, respondendo por estimados 8% de sua massa. Seu ponto de fusão é 660,2 °C, relativamente baixo, o que limita seu uso nas aplicações que requerem fluência. Tem densidade de 2,70 g.cm⁻³, ou cerca de um terço das densidades do aço (7,85 g.cm⁻³) e do cobre (8,93 g.cm⁻³). O alumínio metálico, quando exposto a atmosfera, desenvolve imediatamente, uma película superficial nanométrica (menos de 5 nm) de óxido de alumínio amorfo (Al₂O₃) com ação passivadora, responsável pela sua alta resistência à corrosão, o que o torna extremamente durável. O alumínio tem alta trabalhabilidade, sendo fácil de conformar, estampar, forjar, fundir, moldar e usinar, graças à sua leveza, ductilidade, maleabilidade, baixa dureza, baixo ponto de fusão e alta fluidez quando fundido. Por ser atóxico e uma eficaz barreira contra luz, odor e contaminação, o alumínio se consolidou como material de embalagem perfeito. Outra característica marcante do alumínio é sua reciclabilidade sem perda de qualidade e com baixo impacto ambiental, consumindo cerca de 5% de energia utilizada para produzir alumínio a partir da bauxita, em média na ordem de 14GWh/ton (EAA,2022).

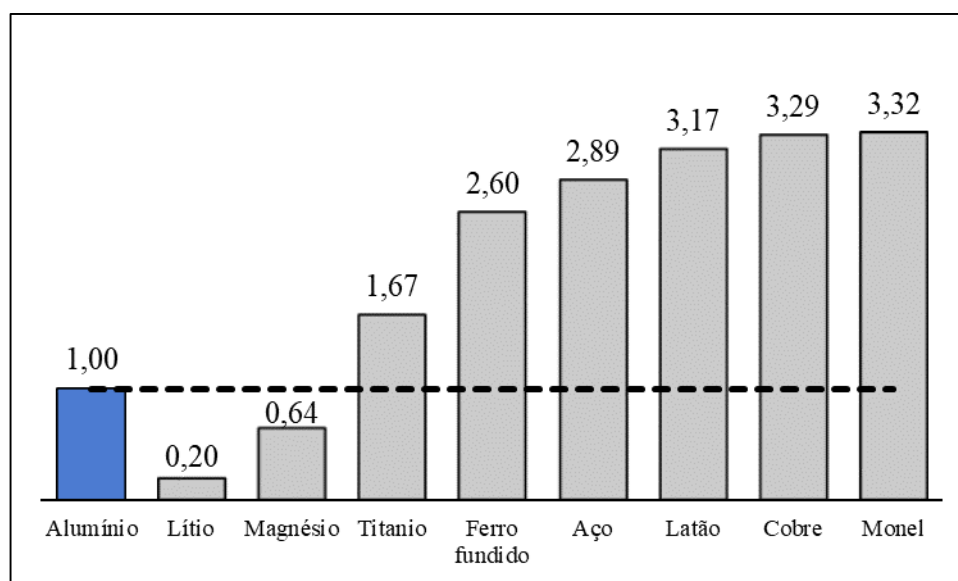
O alumínio tem sido usado em linhas de transmissão de alta tensão desde 1945 e é a forma mais econômica de transmitir e conduzir energia elétrica atualmente. Nos tópicos mais adiante será focadas as propriedades mais relevantes para o objetivo do projeto, que é aumento de

performance do alumínio como condutor de calor e eletricidade, em linhas de transmissão ou como condutores de equipamentos elétricos (EATON, 2018).

3.1.2.a – Densidade

A baixa massa específica é a uma notável característica do alumínio, tornando-o a escolha frequente como material de engenharia onde redução do peso é requisito de projeto (Figura 03). Sua densidade média ou massa específica é de aproximadamente $2,7 \text{ g.cm}^{-3}$, cerca de um terço da densidade de metais comumente utilizados na indústria como aço e cobre, com exceção do magnésio, titânio e lítio.

Figura 03 – Massa específica normalizada do alumínio em comparação outros metais



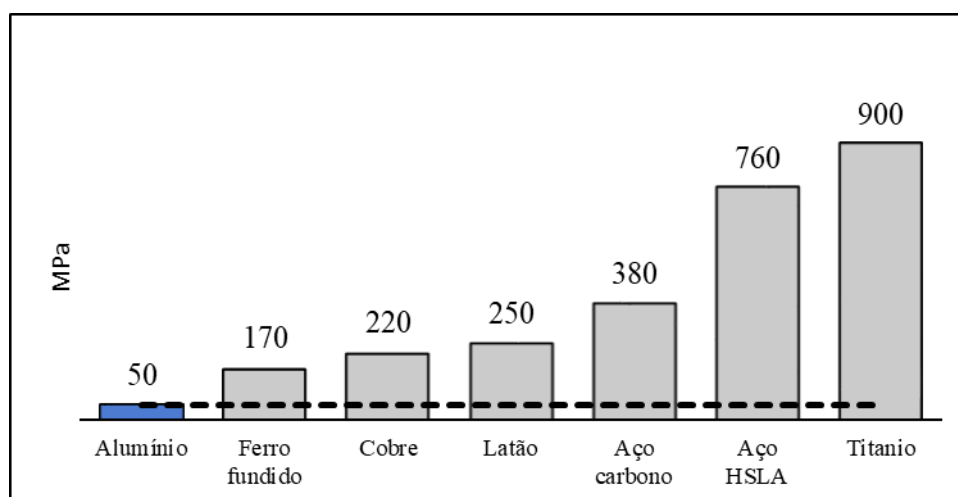
Fonte: Adaptado de TALAT, 1994

Essa baixa densidade do alumínio é uma das suas principais características, sendo essencial em setores como aeroespacial e automotiva, onde a redução de peso é crucial para eficiência e economia de combustível. Além disso, o alumínio possui alta resistência à corrosão e boa condutividade térmica e elétrica, tornando-o um material versátil e amplamente utilizado na indústria (EAA, 2022).

3.1.2.b - Resistência mecânica

O alumínio puro (6N – 99,9999%) tem como característica mecânica um baixo módulo de elasticidade (Young), da ordem de 70 GPa, um baixo limite de resistência de engenharia (UTS), entre 35 a 50 MPa, e também um baixo limite de escoamento, entre 13 a 15 MPa. Seu alongamento é da ordem de 20%. Na figura 04 vemos uma comparação em relação a outros materiais.

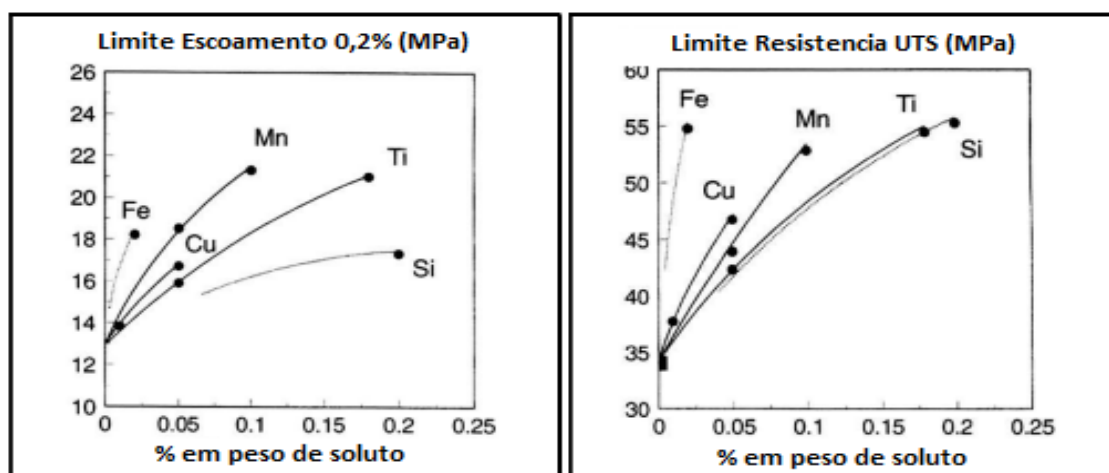
Figura 04 – Limite Resistência UTS de metais e ligas comuns



Fonte: Adaptado de TALAT, 1994

Portanto, exceto para aplicações de transmissão elétrica e térmica onde não ocorram esforços mecânicos acima dos limites próprios do alumínio puro, o mesmo precisa necessariamente ser reforçado por elementos de liga e/ou ser submetido a tratamento termomecânicos específicos para permitir seu uso em aplicações estruturais (Figura 05).

Figura 05 - Efeito da adição de elementos de liga no alumínio superpuro 6N



Fonte: Adaptado de Altenpohl, 1994

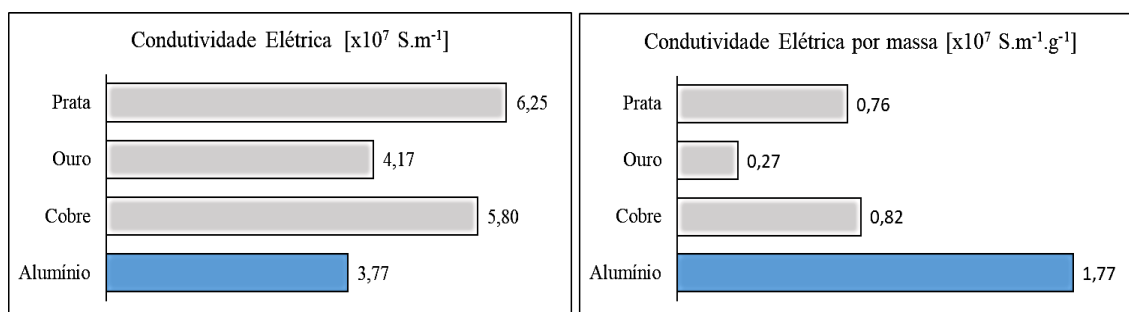
A liga 7075 submetida a tratamento térmico de endurecimento por precipitação, atinge limite de escoamento da ordem de 500MPa (EAA, 2022).

3.1.2.c – Condutividade elétrica

A condutividade elétrica do material é basicamente definida como a facilidade com que uma carga elétrica se movimenta através deste material. É medida pela razão entre a densidade da corrente e a intensidade do campo elétrico. Sua unidade derivada do SI é o Siemens por metro, mas os valores de condutividade são frequentemente relatados como porcentagem IACS. O padrão IACS (acrônimo para *International Annealed Copper Standard*), estabelecido pela Comissão

Eletroquímica Internacional em 1913, e especifica como material-padrão para 100% de condutividade elétrica o cobre puro recozido, com condutividade elétrica de $5,80 \times 10^7 \text{ S.m}^{-1}$, a 20°C . O alumínio eletrolítico 6N (com 99,9999% de pureza) atinge condutividade elétrica de $3,77 \times 10^7 \text{ S.m}^{-1}$, que equivale a IACS 65%. Em relação ao cobre, vale ressaltar que devido à sua baixa densidade específica, a condutividade elétrica em massa do alumínio puro é 216% maior que a do cobre puro recozido e maior que de qualquer outro metal condutor, como mostrado na figura 06.

Figura 06 – Análise comparativa da condutividade elétrica de metais x alumínio



Fonte: Adaptado de TALAT, 1994

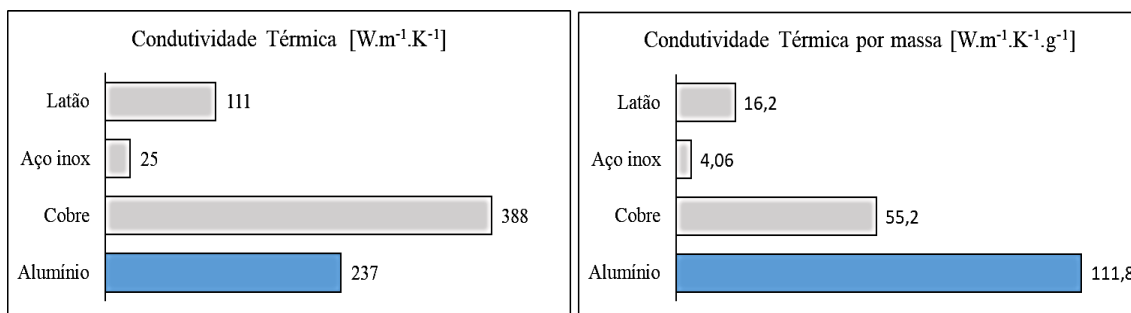
Assim, qualquer diminuição de pureza do alumínio, pela adição de elemento de liga objetivando obter nova especificação de alumínio e/ou pela presença de impurezas desde a metalurgia primária do alumínio, ou por tratamento térmico, reduz a condutividade elétrica do alumínio. Eventual operação do condutor sob aquecimento pode alterar a microestrutura da liga tratada termicamente (têmpera) uma vez que os elementos de liga que precisam estar em solução sólida na matriz para otimizar a condutividade, poderão ser precipitados como fases intermetálicas, o que piora muito a resistividade da liga. A resistividade elétrica do alumínio 6N é $2,652 \Omega.\text{cm}^{-1}$ a 20°C (EAA,2022).

3.1.2.d – Condutividade térmica

A condução térmica é o fenômeno pelo qual o calor é transportado das regiões de alta temperatura para as de baixa temperatura em um material (CALLISTER,2014). A condutividade térmica, κ , do alumínio 99,9999% puro é $237 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ na faixa $0-100^\circ\text{C}$, e equivale a 61,0% do IACS. Essa condutividade térmica do alumínio é o que o torna um dos melhores condutores de calor entre os metais. Isso significa que o alumínio é eficiente na transferência de calor, sendo amplamente utilizado em aplicações que exigem dissipação rápida de calor, como na eletrônica e na indústria automobilística.

Igualmente ao observado para condutividade elétrica, devido à sua baixa densidade, a condutividade térmica em massa do alumínio supera a do cobre, sendo 203% maior (Figura 07).

Figura 07 – Análise comparativa da condutividade térmica dos metais X alumínio



Fonte: Adaptado de TALAT, 1994

Por exemplo, o alumínio é frequentemente usado em trocadores de calor e componentes de motores devido à sua capacidade de dissipar rapidamente o calor, garantindo o seu desempenho eficiente. Além disso, a condutividade térmica do alumínio é de quatro a cinco vezes superior ao aço carbono, o que o torna uma escolha ideal para sistemas que precisam de eficiência térmica (EAA,2022).

3.1.2.e - Expansão térmica

O alumínio tem um coeficiente de expansão térmica elevado, sendo quase o dobro do aço ($12,0 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$) e por isso o projeto de componentes de alumínio e demais materiais que operem conjuntamente e são sujeitos a ciclos frequentes de aquecimento e resfriamento e, portanto, de expansão e contração, devem levar em consideração o risco de fadiga. Para fios condutores de alumínio esta característica deve ser considerada, pois os cabos condutores são muito extensos e, portanto, sujeitos a extensas expansões e contrações sob condições climáticas variáveis ao longo do dia. (EATON,2018).

Do ponto de vista de materiais, o coeficiente de expansão térmica das ligas de alumínio é afetado pelo seu tipo de elemento de liga: silício e cobre reduzem este coeficiente, ao passo que magnésio o aumenta. Para as ligas forjadas comuns usadas comercialmente, o coeficiente de expansão varia de $23,5 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$ para liga de alumínio com 4,6% Cu a $24,5 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$ para liga de alumínio com 4,5% Mg, mais que é o dobro do coeficiente de expansão do aço. Para aplicações onde a estabilidade térmica dimensional é crítica, como nas peças móveis de motores de combustão, foram desenvolvidas ligas fundidas com alto teor de silício, para a fabricação de pistões e cabeçotes com coeficiente de expansão tão baixo quanto $16,0 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$, enquanto que, para alguns compósitos com matriz metálica de alumínio é reduzido para $12,2 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$ pela adição de 38% de carvão de silício. (EAA, 2022).

3.1.3 – Alumínio e suas ligas

O alumínio comercialmente puro possui no mínimo 99,5% em massa de alumínio e se caracteriza por ter alta condutividade térmica e elétrica, bem como alta resistência à corrosão. Entretanto, tem baixa resistência mecânica (na faixa de 20–50 MPa) e dureza (20 HV) . Mesmo

na condição de severamente deformados à frio, sua resistência fica limitada em cerca de 180 MPa, insuficiente para viabilizar seu uso como componente estrutural. (LUMLEY,2011). Assim, para atingir patamares de resistência superiores, mesmo em perda de condutividade e resistência à corrosão, torna-se necessária a adição de elementos de liga ao alumínio comercialmente puro. Assim, ligas de alumínio-zinco, por exemplo AA7075, permitem limites de escoamento da ordem de 500 MPa após tratamento térmico de endurecimento por precipitação.(YU,2011).

3.1.3.a – Classificação das ligas de alumínio

Um sistema de classificação internacionalmente padronizado foi elaborado pela The Aluminum Association (AA), no qual se faz distinção entre ligas de alumínio processáveis por deformação (*Wrought alloys*) das ligas processáveis por fundição (*Casting alloys*). (ASM, 2001).

Na tabela 01 temos a classificação das ligas por classe (Ligas deformáveis e Ligas de fundição), seus código de classificação por classe, indicação do principal elemento de liga adicionado ao alumínio, detalhamento dos mecanismos de endurecimento por classe e a aplicabilidade de tratamento térmico.

Tabela 01 - Classificação das ligas de alumínio

Classe	Código da classe	Elemento de liga principal	Mecanismo de endurecimento			Tratamento térmico
			Solução sólida	Deformação à frio	Precipitação	
Ligas deformáveis (<i>Wrought Alloys</i>)	1XXX	-	X	X		Não tratável
	2XXX	Cu	X		X	Tratável
	3XXX	Mn	X	X		Não tratável
	4XXX	Si	X	X		Não tratável
	5XXX	Mg	X	X		Não tratável
	6XXX	Si+Mg	X	X	X	Tratável
	7XXX	Zn	X	X	X	Tratável
	8XXX	Outros	X	X	X	Tratável
Ligas para fundição (<i>Casting Alloys</i>)	1XX.X	≥99% Al				Não tratável
	2XX.X	Cu			X	Tratável
	3XX.X	Si+Mg+Cu			X	Tratável
	4XX.X	Si				Não tratável
	5XX.X	Mg				Não tratável
	6XX.X	Não usado				-
	7XX.X	Zn			X	Tratável
	8XX.X	Sn			X	Tratável
	9XX.X	Outros				-

Fonte: Adaptado de ANSI, 2024

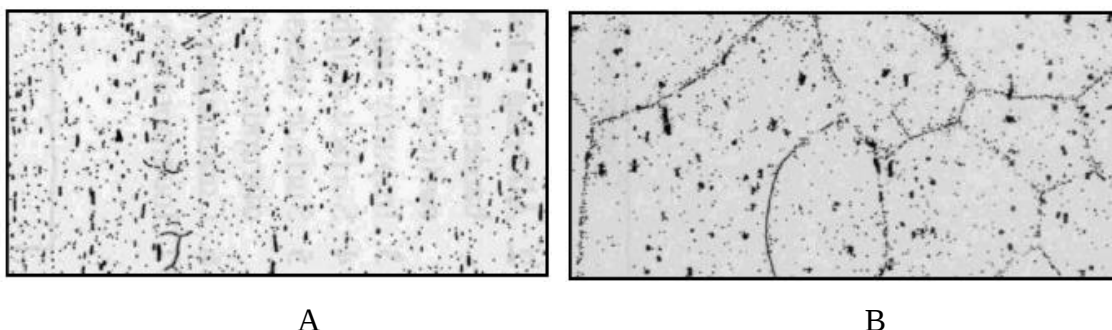
Para ligas deformáveis, o sistema de codificação é composto por 4 dígitos numéricos, sendo que o primeiro dígito se refere ao principal elemento de liga, o segundo dígito se refere ao índice de modificação da liga original e os dois últimos dígitos identificam a pureza do alumínio, para classe 1XXX, ou são meramente para fins de identificação, para demais classes. Para as ligas para fundição o sistema de designação é também composto de 4 dígitos numéricos (A-XXX.X), onde o primeiro dígito indica o principal elemento de liga e os dois dígitos subsequentes somente identificam a liga específica dentro dessa classe e o dígito após o ponto pode ser 1, se fundida em molde, ou 2, se fundida na forma de lingote. (ASM, 2001).

3.1.3.b – Classificação das têmperas das ligas de alumínio

A baixa resistência mecânica e alta ductilidade do alumínio comercialmente puro inabilita-o para aplicações estruturais. Para o grupo das ligas deformáveis (*Wrought Alloys*), as seguintes definições são aplicadas:

- **Endurecimento por deformação (*Cold hardening*)** é um processo de conformação com modificação da estrutura do material por encruamento à frio, resultando em aumento de resistência mecânica e dureza, mas com perda de ductilidade.
- **Solubilização (*Soaking*)** é um tratamento térmico que consiste em aquecer os produtos até uma temperatura de solubilização, mantendo-se nessa temperatura por tempo suficiente para permitir a difusão dos elementos de liga para matriz, ou encharcamento (*soaking*) seguido de resfriamento brusco, rápido o suficiente para manter tais elementos em solução sólida, supersaturando a matriz, evitando precipitação nos contornos de grão (Figura 08) o que resultará em endurecimento adequado na fase de envelhecimento.

Figura 08 – Micrografias da liga AA6060. A) após solubilização com resfriamento corretamente executado, B) com resfriamento lento, resultando em precipitados grosseiros e localizados nos contornos de grão.



Fonte: Mondolfo, 1979

- **Envelhecimento (*Aging*)** é o tratamento térmico onde se busca a precipitação fina e uniforme de componentes intermetálicos e dispersóides de constituintes que se encontrava em solução sólida na matriz supersaturada após o resfriamento brusco (*Quenching*), resultando em melhoria nas propriedades mecânicas da liga. Existem 2 tipos de tratamento de envelhecimento

aplicáveis às ligas de alumínio classificadas tratáveis (Tabela 01): Envelhecimento Natural ou Envelhecimento Artificial. A diferença básica entre estes dois tratamentos de envelhecimento reside no controle da temperatura e tempo dos tratamentos. O Envelhecimento natural ocorre à temperatura ambiente e leva um longo tempo (dias ou semanas) para atingir uma têmpera estável, e apresenta a limitação de não se ter controle efetivo sobre as propriedades finais do produto, podendo requerer retrabalho dos produtos das ligas 2XXX e 6XXX, devido deformações. O Envelhecimento Artificial ocorre a temperaturas elevadas (requer aquecimentos entre 100 a 260°C) por curto espaço de tempo (poucas horas), o que acelera significativamente a cinética de precipitação e o endurecimento, por consequência, permitindo efetivo controle das propriedades finais do produto, tornando-o adequado para processos industriais que visam têmperas específicas, como a T6.

- **Recozimento (*Annealing*)** é um tratamento térmico de alívio de tensões decorrentes da deformação plástica à frio feita a temperatura $< 240^{\circ}\text{C}$ (Têmpera H2X), e recristalização dos grãos deformados plasticamente, na faixa de 300-400°C, formando uma nova estrutura livre de tensionamento e com menor resistência mecânica ou a coalescência de grandes precipitados intermetálicos da solução sólida. É tratamento de encharcamento seguido de resfriamento lento. Refere-se a têmpera “O”, que proporciona melhor performance de condutividade elétrica.

As designações básicas de têmpera das ligas de alumínio consistem em códigos alfabéticos conforme tabela 02.

Tabela 02 - Designação das têmperas de ligas de alumínio

Têmpera	Descrição
“F”	Como FABRICADO – Material não atende nenhuma especificação de propriedades mecânicas. O “F” é único dígito.
“O”	RECOZIDO (Annealed) – Material com garantia de alta ductilidade. Estrutura recristalizada pós deformação. O “F” é único dígito
“H”	ENDURECIDO (Hardened) – Endurecido por deformação a frio após recozimento ou após deformação a quente ou em combinação com recozimento ou estabilização.
“T”	TRATADO (Treated) – Tratado termicamente para produzir têmperas estáveis diferentes de F, O ou H.
“W”	SOLUBILIZADO - Para todas as ligas solubilizáveis. Têmpera instável por envelhecimento natural.

Fonte: Adaptado de ANSI, 2024

A designação da têmpera segue sistema de 4 dígitos, sendo o primeiro conforme a tabela 02 os demais são dígitos numéricos e seguem as regras definidas nas tabelas 03 e 04.

Tabela 03 – Designação de têmperas “H” de ligas de alumínio endurecíveis a frio

1º digito	2º digito	3º digito	4º digito	Descrição
“H”	1			Somente endurecimento por deformação
	2			Endurecimento deformação + recozimento parcial
	3			Endurecimento + estabilização a baixa temperatura
	4			Endurecimento + ciclo de pintura em estufa
	1	2		Endurecimento ¼ duro
	1	4		Endurecimento ½ duro
	1	6		Endurecimento ¾ duro
	1	8		Endurecimento “full hard”
	1	9		Endurecimento “extra hard” >75% redução secção
	1	1	1	Endurecimento entre tempera “O” e H1
	1	1	2	Endurecimento com garantia de limite resistência

Fonte: Adaptado de ANSI, 2024

Tabela 04 – Designação de têmperas “T” de ligas de alumínio tratáveis termicamente (ANSI)

1º digito	2º digito	Descritivo do processo de têmpera
“T”	1	Resfriado da temperatura de conformação a quente + envelhecimento natural
	2	Resfriado da temperatura de conformação a quente + deformado a frio + envelhecimento natural
	3	Solubilizado + deformado a frio + envelhecimento natural
	4	Solubilizado + envelhecimento natural
	5	Resfriado da temperatura de conformação a quente + envelhecimento artificial
	6	Solubilizado + envelhecimento artificial
	7	Solubilizado + sobreenvelhecimento artificial
	8	Solubilizado + deformado a frio + envelhecimento artificial
	9	Solubilizado + envelhecimento artificial + deformado a frio
	10	Resfriado da temperatura de conformação a quente + deformado a frio + envelhecimento artificial

Fonte: Adaptado de Benedyk, 2010

Por exemplo, T6 implica que foi utilizado tratamento térmico de solubilização, após o

qual foi envelhecido artificialmente, enquanto H14 mostra uma condição parcialmente endurecida por deformação sem tratamento térmico adicional. Essas designações são essenciais na seleção de materiais de alumínio apropriados para diversos fins, pois afetam diretamente o desempenho e a durabilidade dos materiais (ANSI, 2024).

3.1.4 – Condutor elétrico: Ligas de cobre x Ligas de alumínio

Dada sua relação condutividade/peso superior em comparação ao cobre, o alumínio e suas ligas têm sido adotadas como condutor de linhas de transmissão de alta tensão desde 1945.

Comparações com o cobre em termos de propriedades de condução elétrica, revelam que o alumínio tem uma resistência à tração 37% menor que o cobre para a mesma seção transversal. Assim, para substituí-lo será necessária uma seção transversal 66% maior de alumínio para conduzir a mesma quantidade de corrente que de um condutor de cobre para mesma ampacidade, que é a corrente máxima que um condutor pode conduzir continuamente, sob as condições de uso padronizadas, sem exceder sua classificação de temperatura. Entretanto, dada sua menor densidade, o aumento da seção transversal do cabo de alumínio não somente compensa sua menor resistência mecânica em relação ao cabo de cobre, mas sobretudo reduz o peso da linha de transmissão e com menor investimento de instalação. (EATON,2018).

A capacidade de armazenamento térmico do alumínio é de 0,214 cal/grama/°C e para o cobre é de 0,092 cal/grama/°C, o que faz com que o alumínio tenha uma capacidade de armazenamento térmico 2,3 vezes superior a do cobre e assim os transformadores enrolados em alumínio podem suportar mais correntes de surto e sobrecarga do que as unidades enroladas em cobre. O alumínio puro tem coeficiente de expansão térmica de $23,6 \times 10^{-6} .^{\circ}\text{C}^{-1}$, enquanto que o cobre $16,5 \times 10^{-6} .^{\circ}\text{C}^{-1}$, resultando que juntas dos condutores de alumínio são menos resistentes à fadiga devido aos ciclos térmicos. O alumínio condutor EC tem uma condutividade elétrica em volume de 62% do cobre. O alumínio puro tem condutividade elétrica em massa de 203% maior que do cobre. Racionalizando as medidas de condutividade com densidades do Cu ($8,96 \text{ g.cm}^{-3}$) e do alumínio ($2,70 \text{ g.cm}^{-3}$) resultam uma proporção de 0,48 para 1. O resultado é que 1 Kg de alumínio tem a mesma capacidade de condutividade que 2,08 Kg de cobre. Assim, embora a condutividade do cobre seja melhor que a do alumínio, por peso, o alumínio é um condutor duas vezes melhor que o cobre. (EATON,2018).

Onde redução de peso é um requisito de design, o alumínio é uma excelente escolha, mas onde a limitação de espaço é uma limitação crítica, o cobre pode ser melhor escolha. Como é necessário mais alumínio por volume do que cobre para um dada a ampacidade e condição ambiental, o volume do condutor de alumínio deve ser aumentado em relação ao de cobre, o que resulta em maior área de superfície do condutor de alumínio. Se o espaço adicional para acomodar o maior o volume de alumínio for aceitável, o aumento na área de superfície do condutor trará como benefícios: i) Durante o condução de corrente alternada, uma condição conhecida como

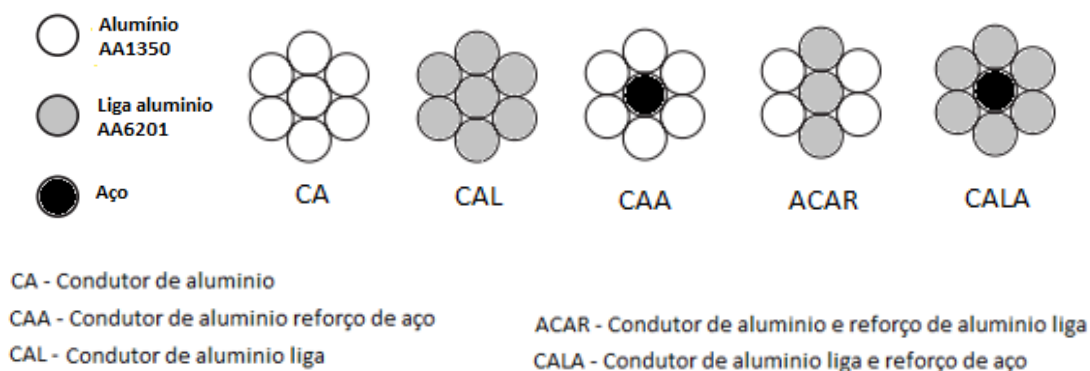
“efeito pelicular” ocorre. Este fenômeno é a tendência da corrente alternada de distribuir-se no interior do condutor, de modo que a densidade de corrente superficial do condutor é maior que a do seu núcleo. O maior a área de superfície do condutor de Al, para certa ampacidade, o torna mais eficiente como condutor elétrico. ii) maiores área de seção transversal de alumínio geralmente resulta em condutores mais largos ou mais condutores por fase, resultando em mais área de superfície de contato articular, o que proporciona menor densidade de transferência de corrente. (EATON,2018).

Tanto o cobre quanto o alumínio oxidam com o tempo, mas os condutores de alumínio oxidam superficialmente formando uma fina (menos 5 nm) e relativamente impermeável camada amorfa de óxido, a qual tem efeito passivante sobre o condutor, que impede que esta corrosão superficial progrida. Uma importante característica adicional é que se esta barreira superficial for rompida, e o alumínio metálico for exposto, o mesmo volta a passivar instantaneamente ao entrar em contato com o ar. Esse efeito curativo da camada oxidada superficial permite que os condutores de alumínio tenham alta durabilidade e confiabilidade. O cobre, por outro lado, oxida progressiva e completamente com o tempo por toda seção do condutor. (EATON,2018).

3.1.5 - Ligas de alumínio para Condutores elétricos

As ligas de alumínio que comercialmente tem sido especificadas como condutores elétricos são da série 1XXX e 6XXX, normalmente as ligas 1350 EC (Electrical Conductor Grade), 1120, 6101, 6201 e 6063. Também se usa arame de aço para função exclusiva de reforço. A especificação 1350 EC é considerada alumínio comercialmente puro e, por isso, tem maior condutividade elétrica que as demais. As têmperas adotadas na fabricação dos fios são têmpera H14 a H19 (Endurecimento por deformação à frio ½ duro e extra-duro) para série 1XXX e têmpera T8 (Endurecimento por tratamento térmico de solubilização, seguido de deformação à frio e novo tratamento térmico de envelhecimento artificial). Na figura 09 temos esquematicamente as configurações de cabos condutores encordoados. (ALUBAR,2023).

Figura 09 – Configurações para cabos condutores



Fonte: ALUBAR, 2023

Uma alternativa aos condutores de alumínio 1350-H19 (primeira escolha comercial) são os condutores da liga de alumínio 6101/6201-T8 com silício e magnésio (Si de 0,5% a 0,9% e Mg de 0,6% a 0,9%, sendo o Al o balanço de massa) são mais resistentes do que a liga 1350, portanto, têm maior resistência tribológica, em especial ao desgaste abrasivo. Estes condutores encordoados concêntricos das ligas 6101/6201-T8 são denominados CAL, são compostos de uma ou mais camadas (coroas) de fios das ligas 6101/6201-T8. Foi desenvolvido para preencher a necessidade de um condutor econômico, para aplicação aérea, onde é requerida uma maior resistência mecânica do que a obtida com o condutor de alumínio CA (1350). O cabo CAL tem maior resistência à corrosão que o cabo de alumínio com alma de aço CAA. No entanto, os mesmos cuidados tomados ao manusear os condutores CA e CAA devem ser observados ao manusear os condutores CAL. As combinações do encordoamento dos cabos CAL são semelhantes àsquelas dos cabos CA (norma IEC61089).

Ainda buscando melhoria de performance foram desenvolvidos os condutores da liga de alumínio 1120 AAAC (ou 1120). Estes condutores CAL 1120 são também do tipo concêntrico. A utilização da liga 1120 na fabricação de condutores para linhas de transmissão está fundamentada na maior resistência mecânica quando comparada aos condutores com liga 1350 e menor resistividade quando comparada com os condutores com liga 6201, o que é alcançado com adições controladas de cobre e magnésio no material combinado também com o controle do ferro. Como grande vantagem econômica a liga Al 1120 não necessita dos processos de solubilização e tratamento térmico como ocorre com a liga 6201 e 1350 (norma IEC61089).

As ligas 6XXX são normalmente solubilizadas, trefiladas a frio e envelhecidas (T8) para atingir sua máxima resistência mecânica. O tratamento é realizado em duas etapas, onde a primeira é a solubilização entre 520 e 540°C, em um intervalo de 8 a 12 horas e em seguida resfriamento brusco em água quente, e uma segunda etapa de envelhecimento artificial em uma temperatura entre 150 e 160°C, por um intervalo de 3 a 6 horas.

Os condutores são quase que exclusivamente fabricados por trefilação, que é um processo de conformação mecânica que faz sucessivas reduções de diâmetro dos fios, pelo estiramento a frio e passagem dos fios por ferramentas chamadas fieiras. Durante o processo de trefilação, arames metálicos são progressivamente reduzidos de diâmetro. Para o alumínio 1350-H19 (endurecido por têmpera), arames com diâmetro inicial de 4,0 mm são trefilados até atingirem o diâmetro final de 1,3 mm. Propriedades mecânicas típicas do fio de alumínio 1350-H19 são: (i) Resistência à tração 180 Mpa, (ii) alongamento à ruptura 1,4% e (iii) resistência ao Cisalhamento 110 MPa.

3.1.6 – Condutores de cobre x condutores de compósitos Alumínio-Grafeno

O cobre eletrolítico e suas ligas são materiais mais condutivos do que o alumínio puro e suas ligas, o que significa que os cabos de cobre têm uma resistividade elétrica menor e, portanto, são capazes de transportar maior corrente elétrica do que os cabos de alumínio (menor perdas

ômicas no condutor). Quanto a massa específica, o alumínio é um material mais leve do que o cobre, tornando os cabos de alumínio mais fáceis de manusear e instalar, isso é particularmente importante em linhas de transmissão de energia elétrica de longa distância, onde a massa específica linear (kg/km) dos cabos pode afetar o custo e a viabilidade da instalação. Já quanto ao custo de instalação e de manutenção dos cabos elétricos de alumínio, por este ser um material mais barato e muito mais abundante na crosta terrestre do que o cobre, torna os cabos de alumínio uma opção mais econômica para certas aplicações, desde que melhoradas suas propriedades mecânicas, de condução térmica e elétrica..

O alumínio é mais resistente à corrosão do que o cobre, o que significa que os cabos de alumínio são menos propensos a sofrer danos causados por condições climáticas adversas, como umidade e salinidade, ou outros mecanismos triboquímicos. No entanto, necessita de aprimorar suas propriedades mecânicas e de condução térmica e elétrica.

Embora o cobre seja mais condutivo, resistente e durável, o alumínio é mais leve, econômico e resistente à corrosão (intemperismos). A motivação deste estudo é investigar o processamento de nanocompósitos de Al-grafeno selecionando, se possível, como escolha entre estes dois materiais de cabo (Cu ou Al) e dependerá das necessidades específicas da aplicação, incluindo a distância de transmissão, a capacidade de corrente elétrica, o custo e as condições ambientais em que o cabo será instalado.

Atualmente as principais aplicações dos cabos de alumínio e a ligas de Al no setor elétrico, são: cabo de alumínio em várias aplicações elétricas, desde redes de distribuição de energia elétrica de baixa e média tensão e até mesmo em linhas de transmissão de alta tensão; redes de distribuição de energia elétrica, sendo amplamente utilizado em redes de distribuição de energia elétrica de baixa e média tensão (cabo protegido anti-tracking 15kV e 25kV) onde é utilizado para transportar energia elétrica de subestações para consumidores residenciais, comerciais, industriais e em infraestrutura elétrica em áreas rurais. Neste último caso, devido ao seu menor custo e maior facilidade de manuseio, o cabo de alumínio é frequentemente utilizado em infraestrutura elétrica em áreas rurais, onde é necessário transportar energia elétrica a longas distâncias e em terrenos difíceis. Já nas aplicações industriais, os cabos de alumínio são amplamente utilizados em máquinas e equipamentos elétricos, como motores elétricos, geradores e transformadores.

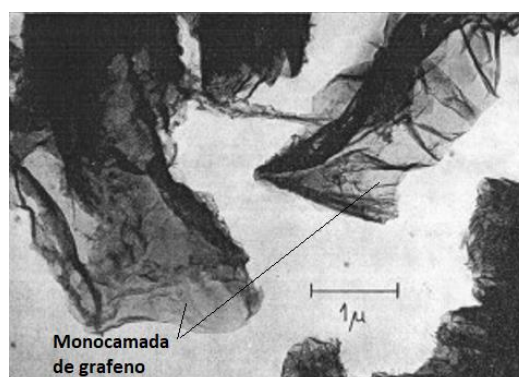
No caso brasileiro, os cabos de alumínio 1350 com grafeno com a capacidade de condução elétrica aumentada em cerca de 40%, em relação as ligas de alumínio 1350 sem grafeno, permitiria que quantidades de energia elétrica equivalente ao cobre eletrolítico poderiam ser transportadas a longas distâncias com menor custo. Outra vantagem do cabo de alumínio-grafeno seria eliminar o roubo de cabo de cobre em grandes cidades brasileiras, por que o alumínio é um material mais barato do que o cobre, tornando os cabos de alumínio menos propensos a furtos em redes de distribuição.

3.2 - Grafeno

Basicamente, o grafeno é um material constituído por uma monocamada de átomos de carbono arranjando-se numa rede cristalina de estrutura hexagonal. A espessura da monocamada do grafeno é 0,345 nm e o espaçamento interplanar entre as camadas de grafeno na grafita, matéria-prima de onde é extraído, é de 0,335 nm (COOPER,2012).

Em 1962, Hanns-Peter Boehm (BOEHM *et al.* 1961) da Universidade de Heidelberg publicaram um estudo sobre a descoberta de floco extremamente fino de óxido de grafeno derivado da esfoliação química da grafita por solução alcalina, o qual foi identificado por meio de microscopia eletrônica de transmissão (Figura 10) e fez o registro junto a IUPAC, a qual cunhou o termo “*graphene*”, pela junção de “graph”, de *graphite*, e o sufixo “ene”, usado para denominar compostos orgânicos com ligação $-C=C-$ para o novo material somente em 1994 (IUPAC,1994).

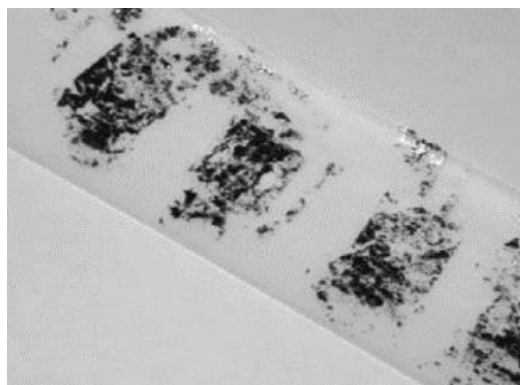
Figura 10 – Primeira imagem do grafeno: Flocos de óxido de grafeno (GO) por MET



Fonte: Boehm, 1961.

Em 2004, os pesquisadores Andre Geim e Konstantin Novoselov da Escola de Física e Astronomia da Universidade de Manchester Inglaterra, obtiveram amostras de grafeno a partir de grafita pirolizada por meio de exfoliação mecânica com fita adesiva. Eles aderiram a fita num bloco de grafita e extraíram por arrancamento camadas de grafeno, em um processo chamado clivagem micromecânica ou técnica de fita adesiva. (Figura 11).

Figura 11 – Grafita pirotítica aderida à fita adesiva obtida após repetidas esfoliações



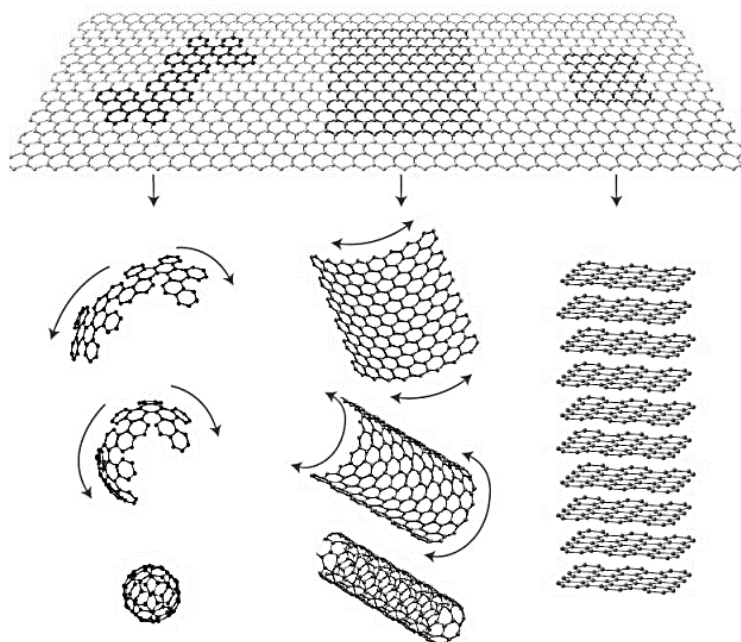
Fonte: Geim, 2011.

Os flocos de grafeno foram então transferidos para uma fina camada de dióxido de silício (sílica) sobre uma placa de silício ("wafer"). A sílica isolou eletricamente o grafeno e interagiu fracamente com ele, fornecendo camadas de grafeno quase neutras em termos de carga. A excepcional qualidade da amostra permitiu caracterização de propriedades físico-químicas do grafeno obtido, cujos parâmetros de adequação o tornaram conhecido como grafeno-referência, denominada *Pristine graphene* (MANCHESTER UNIVERSITY, 2014). Este trabalho resultou na conquista do Prêmio Nobel de Física em 2010 "por experimentos inovadores relacionados ao material bidimensional grafeno" (KUNGL. VETENSKAPS AKADEMIEN, 2010).

3.2.1 – Estrutura do grafeno

O carbono pode existir em diversas formas alotrópicas diferentes. O alótropo mais comum do carbono é a grafita, que consiste em muitas camadas empilhadas de carbono com uma estrutura hexagonal. O grafeno é derivado da grafita e consiste de monocamada de átomos de carbono com o mesmo arranjo reticular hexagonal da grafita do qual se originou. Outra forma são os chamados fulerenos, sendo o mais comum o C60, que contém 60 átomos de carbono e se parece com uma esfera composta por 20 hexágonos e 12 pentágonos que permitem que a superfície forme uma esfera. A figura 12 mostra estes exemplos de formas alotópicas do carbono (GEIM, NOVOSELOV, 2007)

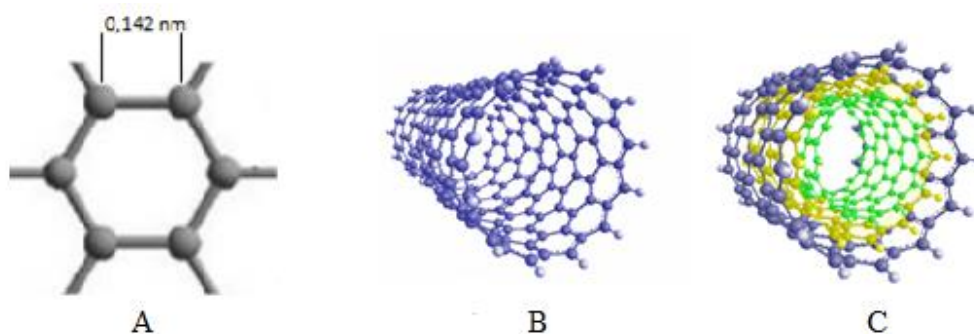
Figura 12 – Transformação dos alótropos de carbono a partir do grafeno (2D), esquematicamente a formação de fulereno C60, de nanotubo de carbono e da grafita (3D)



Fonte: Geim, A.K.; Novoselov, K.S., 2007

Por definição, o grafeno é um material monocamada de átomos de carbono com rede cristalina hexagonal com aresta de 0,142nm, mas tem sido também denominado como grafeno os materiais como multicamadas, tais como as nanofitas ou partículas de grafeno de multiplas camadas (Figura 13).

Figura 13 - A) Rede cristalina do grafeno; B) nanotubos de carbono monocamda (SWCNT) e C) nanotubos de carbono multicamadas (MWCNT).



Fonte: Novoselov, 2005.

Fonte: Somayeh, 2020.

Os átomos de carbono têm um total de 6 elétrons; 2 na camada interna e 4 na camada externa. Os 4 elétrons da camada externa em um átomo de carbono individual estão disponíveis para ligação química, mas no grafeno, cada átomo está conectado a 3 outros átomos de carbono no plano bidimensional, deixando 1 elétron livremente disponível na terceira dimensão para condução eletrônica. Esses elétrons altamente móveis são chamados elétrons π (π) e estão localizados acima e abaixo da folha de grafeno. Esses orbitais π se sobrepõem e ajudam a melhorar as ligações carbono-carbono no grafeno. Fundamentalmente, as propriedades eletrônicas do grafeno são ditadas pela ligação e anti-ligação (as bandas de valência e condução) dos orbitais π .

Os derivados do grafeno são classificados quanto a quantidade de camadas estruturais como monocamada (1 camada), bicamada (2 camadas) ou multicamadas (3-10 camadas), ou ainda são classificados quanto seu estado oxidativo em função da técnica de fabricação como óxido de grafeno (GO) e óxido de grafeno reduzido (rGO) (TAHRIRI *et al.*, 2019). Estes diversos tipos de grafeno, os quais podem ser agrupados como grafeno puro (G), óxido de grafeno (GO) e óxido de grafeno (rGO) (tabela 05).

Tabela 05 – Estrutura do grafeno, óxido grafeno e óxido de grafeno reduzido

Tipo	Estrutura	Dificuldade de fabricação	Propriedades
Grafeno imaculado (<i>Pristine graphene</i>) (G)		Alta Pequenas escala e dimensões	Referencial de qualidade
Óxido de grafeno (GO)		Baixa Normalmente disperso em água	Contem grupos funcionais contendo oxigênio (-OH, C=O, -COOH)
Óxido de grafeno reduzido (rGO)		Média Dependendo do método usado	Obtido pela redução do oxigênio dos grupos funcionais do GO.

Fonte: Adaptado de Shen, 2020.

Sua produção dos diversos tipos de grafeno podem ocorrer por rotas físicas, como a esfoliação mecânica, ou por rotas químicas, como a esfoliação química. Dentre os vários métodos de síntese de grafeno apresentados na literatura, destacam-se os processos de *bottom-up*, que se baseia na manipulação de átomos simples de carbono, como metano e etanol, e *top-down*, que consiste na separação das camadas empilhadas de grafita produzindo folhas individuais (PHIRI *et al.*, 2018).

3.2.2 – Propriedades do grafeno

O grafeno é considerado um material altamente promissor dadas suas excelentes propriedades mecânicas, eletrônicas, térmicas, de barreira, ópticas e químicas, tais como alta área superficial específica, condutividade térmica superior, elevada mobilidade de elétrons, elevado módulo de elasticidade (Young), excelente transmitância de luz, quimicamente estável, alto nível de transparência, dentre outras (LEONEL, 2020) (WEI, 2015). Comercialmente os grafenos podem ser fornecidos em pós, suspensões ou em formulações predefinidas em polímeros como os masterbatches. Na forma de pós podem ser nanoplaquetas de grafeno de poucas camadas (GPC), nanoplaquetas de grafeno de multicamadas (NGM), ambas são por vezes identificadas apenas como nanoplaquetas de grafeno (*Graphene Nano Platelets* - GNP).

3.2.2.a – Densidade e área específica

A densidade do grafeno é de $2,267 \text{ g.cm}^{-3}$ (BOSCH, 2021). Sua rede cristalina hexagonal contém dois átomos de carbono e tem uma área de $0,052 \text{ nm}^2$. Assim, podemos calcular sua densidade como sendo $0,77 \text{ mg/m}^2$. No curioso anúncio do Prêmio Nobel 2010 se ilustrou esta excepcional propriedade inferindo que uma rede de grafeno de 1 m^2 suportaria um gato de 4 kg, mas pesaria apenas o mesmo que um dos bigodes do mesmo, ou cerca de 0,77 mg, cerca de 0,001% do peso de 1 m^2 de papel (KUNGL. VETENSKAPS AKADEMIEN, 2010).

O grafeno tem uma área superficial específica teórica (SSA) de $2.630 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$, quase 3 vezes maior do que medido para o negro de fumo (cerca de $900 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$). Assim, o grafeno é a única forma de carbono (ou material sólido) em que cada átomo está disponível para reação química dos dois lados, dada sua estrutura 2D (DENNIS, 2013). Esta característica do grafeno particulado torna-se crítica no processamento industrial de nanocompósitos de grafeno dada elevada tensão superficial e, conseqüentemente, dificuldade de mistura com materiais mais densos, como o alumínio, como abordaremos adiante.

3.2.2.b – Resistência mecânica

O grafeno é o material mais forte já testado. Tem uma resistência à tração intrínseca de 130 GPa, alta resistência a fratura de 125 GPa e um módulo de elasticidade (rigidez) da ordem

de 1,0 TPa (CAO, 2020). Tem resistência à ruptura de 42N/m. Um aço de elevada resistência à ruptura atinge cerca de 1200 MPa ou $1,2 \times 10^9$ N/m². O grafeno tem estas notáveis propriedades mecânicas e estáveis estruturas moleculares em função das fortes ligações covalentes sp² C=C. (PHIRI *et al.* 2018). Para um hipotético filme de aço com a mesma espessura que grafeno (que pode ser considerado $3,35 \text{ \AA} = 3,35 \times 10^{-10}$ m, ou seja, a espessura da camada de grafite), isso daria uma resistência à ruptura 2D de 0,40 N/m. Assim, o grafeno é 100 vezes mais resistente que o aço mais resistente (KUNGL. VETENSKAPS AKADEMIEN, 2010). O grafeno tem comportamento frágil à fratura, com uma tenacidade à fratura de cerca de 4 Mpa.m⁻² (ZHANG *et al.*,2014).

É importante salientar que as propriedades mecânicas dependem da pureza do grafeno, a qual depende do controle dos processos de fabricação do grafeno, notadamente do uso de grafita pirolítica altamente ordenada (HOPG) como matéria-prima para processos *top-down*.

3.2.2.c – Condutividade elétrica

A condutividade de um material 2D é dada por $\sigma = en\mu$. A mobilidade é teoricamente limitado a $\mu = 200.000 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ por fônons acústicos com densidade de portadora de $n = 10^{12} \text{ cm}^{-2}$. A resistividade da folha 2D, também chamada de resistência por quadrado, é então de $31 \text{ } \Omega$. Uma fictícia rede de grafeno medindo 1 m^2 teria assim uma resistência de $31 \text{ } \Omega$. Usando a espessura da camada de grafite, obtemos uma condutividade aparente para o grafeno de $9,6 \times 10^7 \text{ S.m}^{-1}$. Se comparada a condutividade do cobre eletrolítico recozido ($5,81 \times 10^7 \text{ S.m}^{-1}$) o grafeno apresenta condutividade elétrica 65,2% maior (DEYER *et all.*,2009).

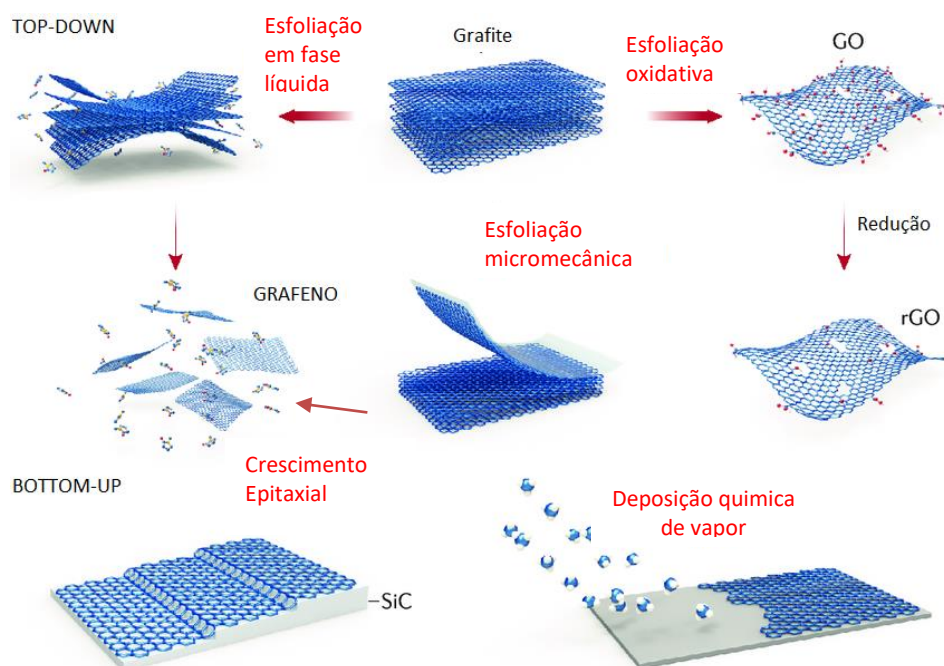
3.2.2.d – Condutividade térmica

A condutividade térmica do grafeno é dominada por fônons e foi medida como sendo $5300 \text{ Wm}^{-1} \text{K}^{-1}$ (BALANDIN,2008). Comparado ao seu alótropo diamante, o material com melhor condutividade térmica conhecida ($2300 \text{ Wm}^{-1} \text{K}^{-1}$), o grafeno conduz mais que o dobro de eletricidade. Em relação aos metais mais condutores à temperatura ambiente, como cobre e prata, cujas condutividade térmicas são, respectivamente, 401 e $426 \text{ Wm}^{-1} \text{K}^{-1}$, o grafeno conduz o calor mais de 10 vezes melhor que ambos (DEYER,2009).

3.2.3 - Métodos de obtenção do grafeno

Os métodos de fabricação de grafeno podem ser categorizados em técnicas de fabricação *Top-Down* (de cima para baixo) e *Bottom-up* (de baixo para cima) como visto na figura 14.

Figura 14 – Métodos de fabricação do grafeno



Fonte: Adaptado de WANG *et al*, 2017

As principais técnicas *Top-down* incluem esfoliação em fase líquida e Clivagem micromecânica de grafite. Um método adicional envolve a Esfoliação da grafite inicialmente oxidada, levando ao óxido de grafeno (GO), que é quimicamente e/ou termicamente reduzido a grafeno, normalmente chamado de GO reduzido (rGO). A fabricação *Bottom-up* do grafeno é geralmente realizada por meio de Crescimento Epitaxial em carbeto de silício ou Deposição Química de Vapor (CVD).

3.2.3.a - Esfoliação micromecânica

É uma clássica técnica de fabricação de grafeno por meio da clivagem (*peeling*) de camadas de grafite pirolítica altamente orientada (HOPG-*Highly-Oriented Pyrolytic Graphite*), feita de forma sistemática com o uso de fita adesiva, num processo repetitivo (pelo menos 10 repetições), resultando na acumulação de camadas de grafeno na fita adesiva, as quais estão fracamente ligadas entre elas por ligação de Van der Waals. Na sequência faz-se a transferência do grafeno aderido a um substrato de silício com 100 a 300 nm de óxido de silício (NOVOSELOV, 2004), mantendo a fita pressionada contra o substrato por alguns segundos e lentamente se expõe a fita a fim de evitar dano às camadas de grafeno aderida por *peeling*. Com esta técnica se obtém grafeno monocamada ou com poucas camadas, que podem ser visualizadas até mesmo num microscópio ótico de alta magnificação (GEIM, 2007).

O grafeno obtido por esta técnica é reputado como de alta qualidade (*Pristine Graphene*). É uma técnica de fabricação de baixa complexidade, mas de baixa escala de produção industrial.

3.2.3.b - Esfoliação em fase líquida

Trata-se de técnica relativamente simples que envolve a esfoliação de grafite em um meio líquido, pela ação de solventes como ácido acético, ácido sulfúrico e peróxido de hidrogênio, seguida de sonicação ou mistura de alto cisalhamento (taxas de cisalhamento da ordem de $1,0 \times 10^5 \text{s}^{-1}$). Após a dissolução do grafite, o grafeno é separado por centrifugação, produzindo concentrações de grafeno inicialmente até 0,01 mg/ml em N-metilpirrolidona (NMP) e posteriormente até 2,1 mg/ml em NMP, mas a adição de líquido iônico dispersante (surfactante) adequado no meio líquido dispersante pode produzir concentrações de grafeno de até 5,33 mg/ml. A esfoliação líquida resulta em nanofolhas com ampla distribuição de tamanho e espessuras, na faixa de 1 a 10 monocamadas (BACKES, 2019).

O uso de surfactantes na fabricação torna necessários tratamentos químicos adicionais para sua eliminação. Esta técnica permite alto volumes de produção de soluções aquosas, mas requer remoção dos surfactantes por tratamento químico (PATON, 2014).

3.2.3.c – Esfoliação oxidativa

A principal técnica para síntese do óxido de grafeno é a Esfoliação oxidativa baseada no método de Hummers (HUMMERS, 1958) que consiste principalmente de duas etapas: oxidação da grafita e esfoliação do óxido de grafita. A grafita pura natural e quantidades padronizadas de agentes oxidantes, como permanganato de potássio (KMnO_4), nitrato de sódio (NaNO_3), peróxido de hidrogênio (H_2O_2), ácido hidrocloreto (HCl) e ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado são misturados ordenadamente. Então, um processo de mistura de 3 etapas é realizado com reações de baixa (0°C), média (35°C) e alta temperatura (90°C), cada uma das quais ocorre separadamente no tempo para obter óxido de grafeno (GO). Um grande número de grupos funcionais contendo oxigênio ficam ligados a ambos os lados das camadas individuais da grafita oxidada, gerando expansão entre as camadas da grafita, tornando-o facilmente esfoliável em mono ou multicamadas, por exemplo, por sonicação. Como regra geral, o óxido de grafeno apresentam múltiplos defeitos e o grau de defeitos depende da quantidade adicionada de oxidante e do tempo de oxidação. O óxido de grafeno assim obtido deve passar por processo de redução, resultando no óxido de grafeno reduzido (rGO) (KUANYSHBEKOV, 2021).

Apesar de consagrado, o método de Hummers possui desvantagens tais como geração de gases tóxicos (NO_2 , N_2O_4), nitrato residual e baixo rendimento (YU, 2016).

3.2.3.d – Crescimento epitaxial sobre carbetto de silício

É uma técnica de fabricação que basicamente ocorre pela dessorção de átomos de silício da superfície de carbetto de silício aquecida até 2000°C . Como a pressão de vapor do carbono é insignificante em comparação com a pressão de vapor do silício, os átomos de Si dessorvem na alta temperatura de processamento e os átomos de carbono residuais formam camadas de grafeno

de poucas camadas (FLG - *Few Layers Graphene*). O processo de aquecimento ocorre no vácuo para evitar contaminação. Aproximadamente três bicamadas de SiC são necessárias para liberar átomos de carbono suficientes para a formação de uma camada de grafeno (HIBINO, 2010).

O grafeno obtido apresenta variação de espessura e consequentemente variação das propriedades eletrônicas e, ainda, há risco de contaminação do grafeno pelo substrato de carbetto de silício (YU, 2011).

3.2.3.e – Deposição química de vapor (CVD)

Nesta técnica de fabricação ocorre o crescimento do grafeno sobre filmes de metais catalisadores, normalmente níquel ou cobre, depositados sobre *waffers* de silício e óxido de silício. O processo ocorre no interior de câmara hermetica, podendo ser tanto à pressão atmosférica quanto a vácuo e envolve 3 etapas. Inicia-se com o tratamento térmico de recozimento (annealing) do metal catalisador, sob ação dos gases inertes e hidrogênio a cerca de 1000°C, na sequência ocorre deposição de carbono sobre o metal catalisador tratado, a partir de um gás precursor e por fim o resfriamento da câmara sob atmosfera inerte. O processo ocorre sob ação conjunta de 3 tipos de gases. O primeiro tipo, o gás precursor, é um hidrocarboneto cuja função é servir de fonte de carbono a ser depositado para formar o grafeno pela reação catalítica. Um segundo tipo, um gás inerte, cuja função é garantir atmosfera protetiva, auxiliar na remoção de subprodutos da decomposição do gás precursor e controlar a velocidade de deposição catalítica do carbono. O terceiro gás é o hidrogênio e tem função de controle de concentração de carbono depositado sobre o catalisador. Os gases são aquecidos no interior da câmara a fim de facilitar a cinética de reações de catalisação e deposição de carbono sobre o metal catalisador (GARNICA, 2017).

O grafeno obtido é de alta qualidade, com grande uniformidade (MATTEVI, 2013), aliado à possibilidade de produção de camadas de grafeno de áreas mais extensas e a custo relativo mais baixo (ALAN *et al.*, 2018).

3.3 – Compósito

O conceito de “compósitos” não é uma invenção humana. A madeira é um compósito natural constituído por uma espécie de polímero natural – fibras de celulose com boa resistência e rigidez – em uma matriz resinosa de outro polímero, a lignina polissacarídica. No corpo humano existem compósitos, como os ossos e dentes. As conchas de moluscos são outros compósitos naturais, combinando fases de reforço de cerâmica dura em polímero orgânico natural que funciona como matriz. O homem estava consciente, desde os primeiros tempos, do conceito de que combinar materiais poderia ser vantajoso, no entanto, apenas no último meio século a ciência e a tecnologia dos materiais compósitos desenvolveram-se intensamente (MATTHEWS, 1999).

Portanto, Compósito é um material formado por dois ou mais componentes com identidades física e química diferentes, e que se preservam distintos após o processamento, sendo

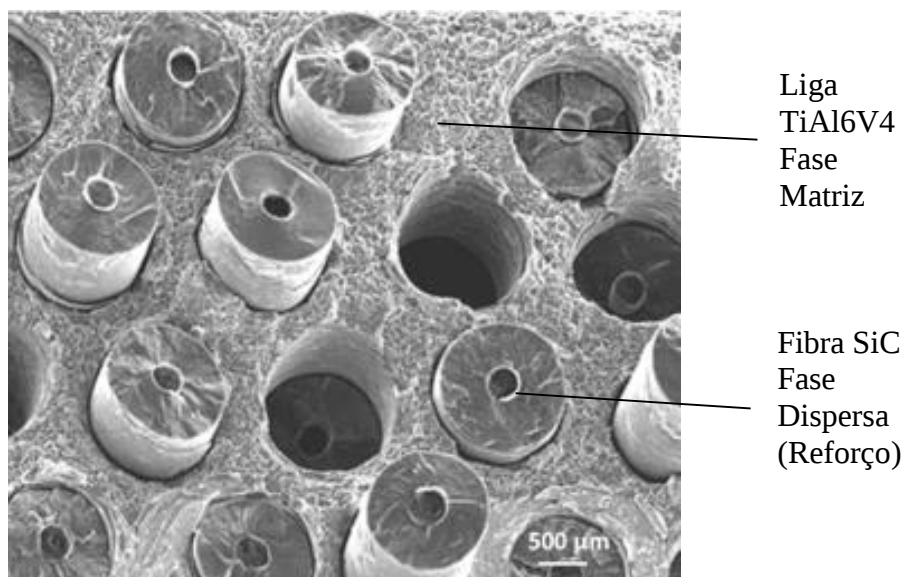
separados por uma interface bem definida. Um Compósito de Matriz Metálica (MMC) é um material composto no qual um componente é um metal ou liga metálica, que forma uma matriz metálica de percolação com o componente, embebido ou enredado que atua como reforço. Esses materiais são projetados para aproveitar as propriedades de todos os componentes envolvidos e podem ser selecionados para fornecer combinações incomuns de rigidez, resistência, peso, resistência a altas temperaturas e corrosão, dureza ou condutividade. No projeto de materiais compósitos se objetiva aproveitar as vantagens individuais dos componentes e superar seus defeitos inerentes.

Os compósitos com matriz de alumínio possuem excelentes propriedades mecânicas, baixa densidade, alta resistência à corrosão e boa manufaturabilidade e, por isso, vem consolidando-se como uma das matrizes dos compósitos metálicos (MMC) mais utilizadas. As indústrias automobilística e aeroespacial, cada vez mais pressionadas para atender regulamentações de emissões e pela necessidade de redução de custos, focam na redução de peso como importante estratégia para atingir tais exigências e o desenvolvimento de compósitos MMC estão substituindo certos compósitos cerâmicos (CMC) tradicionais e ligas ferrosas que não podem satisfazer a especificações cada mais exigentes.

3.3.1 – Propriedades de compósitos de matriz metálica

Foi conceituado que o compósito é formado por um componente chamado matriz, ou Fase Matriz, e um ou mais componentes dispersamente distribuídos na matriz, chamado de reforço ou Fase Dispersa (Figura 15). Em um compósito, a matriz desempenha diferentes funções. Em primeiro lugar, a matriz interliga os reforços. As cargas aplicadas ao compósito são transferidas para os reforços através da matriz, permitindo que o compósito suporte forças de compressão, flexão, cisalhamento ou cargas de tração. A capacidade de suportar cargas de qualquer tipo depende da presença da matriz como meio de transferência de carga, e a eficiência desta transferência de carga está diretamente relacionada à qualidade da ligação matriz-reforço. A matriz também deve isolar as partículas ou fibras de reforço umas das outras. A matriz deve proteger os reforços de danos mecânicos e de ataques químicos ou ambientais. Além disso, uma matriz dúctil é um meio eficaz para reduzir ou bloquear o avanço de trincas que possam ter origem em reforços danificados.

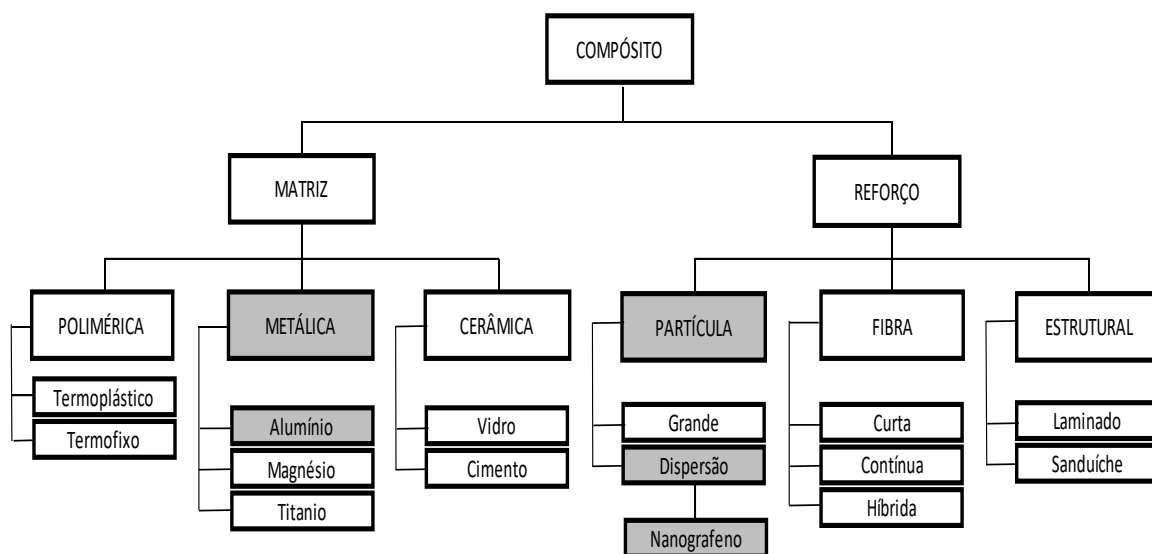
Figura 15 - Compósito: matriz metálica de liga Ti6Al4V e reforço de fibras de SiC



Fonte: Deodati, 2009

Existem seis tipos básicos de compósitos quando classificados por seus componentes funcionais, ou seja, a matriz e o reforço. Os materiais que tem funcionado como matrizes são metálicos, poliméricos e cerâmicos. Os materiais de reforço são classificados quanto sua morfologia e arranjo na matriz, podendo ser uma fibra cujo comprimento é maior que 100 μm e uma relação de aspecto superior a 10:1, partículas de formato aproximadamente esférico ou floculares de dimensões variando entre o décimos de milímetro (partículas grandes) a poucos nanômetros (dispersão). Finalmente, os compósitos laminares são compostos de camadas. As camadas podem ser de materiais diferentes ou do mesmo material com orientação diferente. Na figura 16 vemos esquematicamente como são classificados os materiais compósitos.

Figura 16 – Classificação dos compósitos



Fonte: Adaptado de Marchisio, 2013

Na figura 16 foi destacado o objetivo do presente projeto, que é o desenvolvimento de compósito de matriz de alumínio com reforço de nanopartículas de grafeno.

Compósitos com matriz metálica de ligas leves (Al, Ti, Cu, Ni, Mg) são geralmente reforçados por cerâmicas (SiC, Al₂O₃, TiC, B₄C), na forma de fibras longas, fibras curtas, *whiskers* ou partículas. Normalmente, esses compósitos são preparados com partículas de SiC ou Al₂O₃ em vez de fibras, que são utilizadas apenas para aplicações especiais. Compósitos com matriz de alumínio, preparados com reforço de partículas de SiC e Al₂O₃, visam o aumento de resistência mecânica e módulo de elasticidade, tenacidade à fratura, comportamento à fadiga, resistência ao desgaste e à corrosão em relação às ligas monolíticas correspondentes.

Recentemente, um novo material tem sido estudado como nanoreforço para os compósitos de matriz de alumínio (AMC): os nanotubos de carbono (CNTs) e o grafeno. Se comparados aos reforços convencionais, os CNTs e o grafeno são mais resistentes e proporcionam melhor tenacidade e menor expansão térmica. Um aspecto crítico é a otimização de conteúdo de reforço a adicionar no compósito, porque as propriedades dos compósitos com matriz de Al dependem fortemente de tal parâmetro. LIAO *et al.* relataram que as melhores características são alcançadas com 0,5% em massa de nanotubos de paredes múltiplas (MWCNT). Além das elevadas propriedades mecânicas, alta resistência à corrosão é um requisito dos compósitos de matriz de alumínio (AMC).

Outro relevante aspecto que tem sido extensivamente estudado nos AMCs, , mas ainda não está completamente elucidado, é se a presença de fases de reforço influencia a resistência à corrosão da matriz. É uma opinião comum que a corrosão galvânica pode ocorrer devido ao contato entre partículas de reforço e a matriz, pois a formação de um par galvânico entre o alumínio da matriz e partículas cerâmicas foi detectado, com o reforço atuando como um eletrodo inerte sobre o qual as reduções de O₂ e/ou H⁺ ocorre. De qualquer forma, os compósitos de matriz de alumínio são mais suscetíveis à corrosão por pite do que nas ligas monolíticas correspondentes e o ataque preferencial ocorre na interface matriz-reforço. O fenômeno é reforçado pela presença de precipitados intermetálicos, em particular quando estão localizados na interface entre as partículas de reforço e a matriz metálica. (KUMAR,2020). A formação de carbeto de alumínio romboédrico (Al₄C₃) pode degradar as propriedades mecânicas e de corrosão do compósito (ZARE *et al.*,2022).

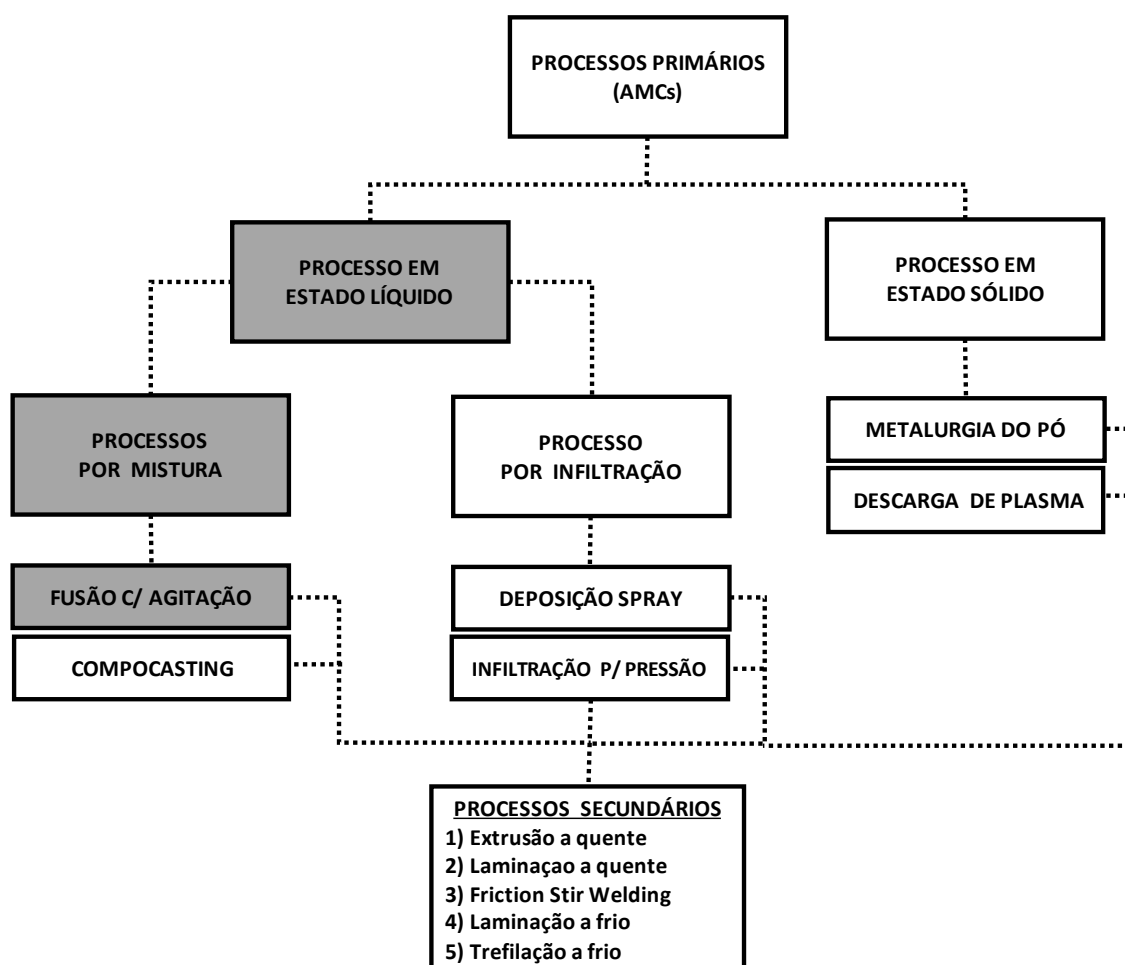
O desenvolvimento de compósitos de matriz metálica têm se justificado por apresentarem vantagens em comparação aos materiais convencionais quanto a sua rigidez, resistência à corrosão, resistência ao atrito e desgaste, condutividade elétrica e térmica. Vale salientar a busca de melhor comportamento mecânico em alta temperatura associado a leveza, em comparação às superligas de metais mais densos, como as de níquel, daí os compósitos de matriz metálica tem nas ligas de alumínio, magnésio e titânio as matrizes metálicas mais importantes comumente usadas, por possuírem baixa densidade (ver figura 03).

Um significativo interesse tem havido para desenvolvimento de MMCs com alta condutividade térmica para dissipar melhor o calor gerado e apresentar um coeficiente de expansão térmica (CTE) adaptável para minimizar tensões térmicas para melhorar o desempenho e confiabilidade de dispositivos eletrônicos (MALLIK,2011).

3.3.2 – Obtenção de compósitos de matriz de matriz metálica

O desenvolvimento dos processos de fabricação de compósitos de matriz metálica (MMCs – *Metal Matrix Composites*), entre os quais se incluem os compósitos de matriz de Alumínio (AMCs – *Aluminum Matrix Composites*) tem importantes limitações técnicas, devido a dificuldade de dispersão dos materiais de reforços durante o processamento (notadamente os nanomateriais, como o grafeno) e a necessidade de otimizar as interações matriz-reforço. Outra desafio é a preservação das propriedades físico-químicas dos reforços, contra danos mecânicos, oxidação, dentre outras. Na figura 17 vemos os principais métodos atualmente desenvolvidos para a processamento primário e secundário de compósitos de matriz de alumínio. Todos tem como principal desafio assegurar que o reforço utilizado seja dispersos de forma uniforme na liga de alumínio fundido, evitando ainda significativa alteração de propriedades.

Figura 17 – Processos primários para obtenção de compósitos matriz metálica (MMC)



Fonte: Adaptado de Khanna, 2021

Na figura 17 foi destacado os processos que serão adotados para produção do compósito de alumínio-grafeno, ao qual se concerne este projeto, que é um processo em estado líquido do metal da matriz (fusão do alumínio em forno de indução) com adição do material de reforço (nanografeno) ao metal fundido por processo de mistura por agitação (com agitação do banho por ação de indução eletromagnética), não sendo escopo do projeto adoção de processos secundários para obtenção das amostras a serem caracterizadas na condição bruta de fusão.

3.3.2.a - Métodos de processamento primário - Processos de estado líquido

No caso de processos em estado líquido, a dispersão do reforço é realizado sobre o metal fundido. Os processos de estado líquido mais comuns para fabricar MMCs, assim como os AMCs, são fundição por agitação, Compocasting, Infiltração por pressão e Deposição Spray.

Tem como principais vantagens o baixo custo de manufatura e potencial de produção em larga escala. Entretanto, tem uma séria desvantagem, a qual afeta diretamente a obtenção das propriedades mecânicas, elétricas e térmicas dos MMCs com reforços de grafeno, que é a dificuldade de dispersão uniforme do reforço na massa de metal líquido, que devido a presença de forças de Van der Waals que geram alta tensão superficial e a tendência de aglomeração ou emaranhamento. Para melhorar a dispersão de nanografeno em processos de fase líquida se busca garantir agitação vigorosa do banho, com formação de vórtex, durante a etapa de alimentação do grafeno. Agitação por assistência de dispositivos eletromagnéticos tem sido reportada (DAEYOUNG *et al.*,2020).

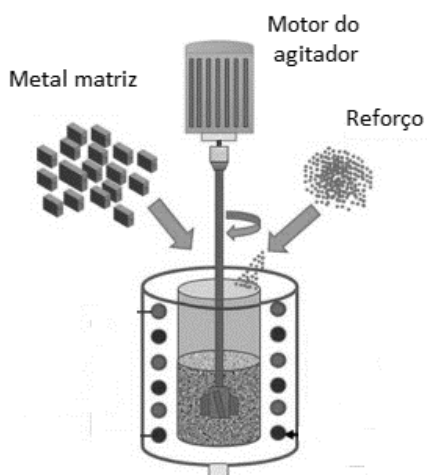
- **Fundição com agitação (Stir Casting)**

É a técnica de processamento em estado líquido que é mais comumente usada para a fabricação de compósitos com matriz metálica reforçada com partículas. Este processo consiste em fundir a liga da matriz em um forno. Em seguida, os materiais de reforço são adicionados ao banho líquido da liga matriz e a mistura é agitada por meio de um agitador mecânico. O metal fundido obtido é transferida para um molde com o formato desejado. Depois de transferir o metal fundido até solidificar. Após a solidificação, o compósito necessário é desmoldado e submetido a vários tratamentos térmicos. O maior desafio na fundição por agitação é a molhabilidade do reforço com o metal fundido. A velocidade de rotação do misturador feita com diferentes velocidades (500 rpm, 600 rpm, 700 rpm) e com diferentes tempos de agitação (5 ,10 e 15 min) revelou que maiores velocidade de agitação e tempo de agitação levam ao produção de compósitos com distribuição homogênea de partículas e maior dureza (KUMAR,2020).

A fundição por agitação envolve ação mecânica de mistura para dispersar a partícula de reforço na massa do metal fundido (figura 18). RADHA e VIJAYAKUMAR usando esta técnica para a liga AA6061 reforçada com 10% SiC e mais diferentes teores de grafeno (0% - 0,3% - 0,5%- 0,7% em massa) relataram que durante o processo de adição do reforço ao metal fundido,

ocorreu a flutuação dos mesmos na superfície devido à alta tensão superficial e pobre molhabilidade entre o reforço e o metal fundido. Pela mesma técnica, a liga AA3003 também foi utilizada com reforços de CNT e SiC para fabricar AMCs usando a fundição por agitação e a quantidade de CNTs foi fixada em 0,5% em massa com TiC% em massa variando de 0,5% a 2,0%. Curiosamente, para o teor de reforço maior, formou-se uma dispersão uniforme, o que levou a um aumento no as propriedades mecânicas e tribológicas dos compósitos formados (RADHA, 2016).

Figura 18 – Técnica de fundição com agitação



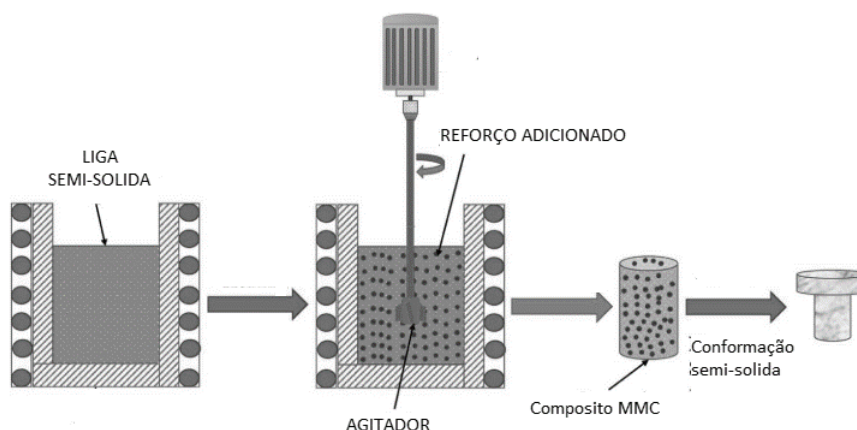
Fonte: Adaptado de Yu, 2022

Recomenda-se como aperfeiçoamentos desta técnica que se adote um forno com agitação eletromagnética ou ultrassônica para MMCs. (ARUNACHALAM,2019).

• Compocasting

Neste método, se faz a fusão do alumínio e numa segunda etapa, já com o alumínio em estado semi-sólido, se faz uma agitação vigorosa do banho para formar um vórtice na superfície e então faz-se a alimentação do grafeno, tomando o cuidado de dosar a adição e lançá-lo na lateral do vórtice formado (figura 19).

Figura 19 – Técnica Compocasting



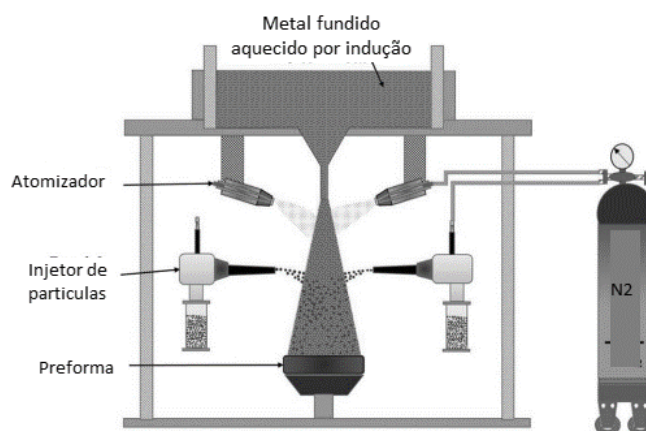
Fonte: Adaptado de Kumarasamy, 2017.

A agitação continua durante alguns minutos antes da massa ser moldada foi usada com sucesso para sintetizar a liga AA5083 e MWCNT variando a composição do reforço (1%, 1,25%, 1,5% e 1,75% em massa). O pré-aquecimento dos MWCNTs antes da mistura com alumínio semi-sólido, foi útil para uniformidade dispersão de MWCNTs na matriz, por ter evitado a formação de aglomerados de MWCNT. O método de fundição composta em duas etapas foi favorável para obter AMCs com reforço de 10% de cinzas de cenosfera (material que compreendem aproximadamente 1-2% das cinzas obtidas da combustão de óleo combustível pulverizado, uma mistura de vidros de aluminossilicato com mulita e quartzo e quantidades variáveis de grafeno de 2%, 4% e 6%) . Um método de agitação em dois estágios foi experimentado: no estágio 1, 10 min a agitação da massa semis-sólida a 615 °C e no estágio 2 refusão da pasta acima de 700 °C, que resultou na distribuição uniforme da cenosfera e grafeno na matriz, com melhoria nas propriedades mecânicas do compósitos (KUMARASAMY, 2017).

- **Deposição por pulverização**

A técnica de spray frio foi outra técnica usada para sintetizar amostras de matriz alumínio com reforço de MWCNTs. Pela técnica de spray frio, os gases hélio e nitrogênio foram utilizados para a síntese do AMCs baseados em matriz e MWCNTs (figura 20).

Figura 20 – Técnica de Deposição por pulverização



Fonte: Adaptado de Srivatsan , 1992

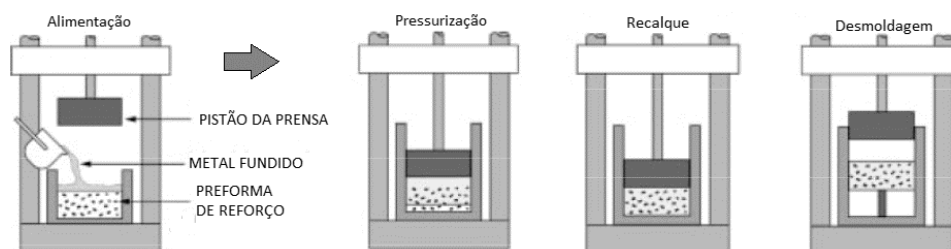
O ambiente de pulverização fria é obtido por meio de hélio, enquanto o nitrogênio é usado como transportador de energia. O aglutinante é igualmente importante no método de processamento por pulverização a frio. No caso acima, o álcool polivinílico foi utilizado como aglutinante. A técnica do Spray frio é útil para distribuição uniforme e redução de aglomeração de CNTs. A umectação fina dos CNTs com as moléculas do aglutinante é postulada para uma boa dispersão dos CNTs (BAKSHI, 2008).

- **Infiltração por pressão**

O processo de infiltração por pressão é usado para obtenção de AMCs com alto conteúdo de reforço. A técnica consiste em fazer com que o metal da matriz seja fundido, vazado e

pressurizado contra uma preforma ou molde revestido com o material de reforço. Esse o processo é mostrado na figura 21. Investigação feita com nanofolhas de grafeno (GNS) reforçando alumínio pelo método de Infiltração de Pressão concluiu que esta técnica pode ser usado para produzir compósitos matriz de alumínio-Nanofolhas de grafeno com excelente resistência mecânica e sem efeito de nocivo de formação do carbeto de alumínio (Al_4C_3) (YANG,2018).

Figura 21 – Técnica de Infiltração por pressão



Fonte: Adaptado de Guo, 2016

Outro estudo determinou que esta técnica de infiltração de pressão é adequado para produzir de forma econômica em comparação com outras técnicas de produção e que a qualidade é excepcional, uma vez que a fundição não depende do metal fundido da matriz molhar o reforço. (BLUCHER). Revelou que o método de infiltração por pressão apresenta melhor condutividade devido à ligação de interface aprimorada. Na fabricação de AMC Al12Si-grafite se obteve boas propriedades mecânicas e térmicas, adequadas para pistão de motores. (GUO, 2016)

3.3.2.b - Métodos de processamento primário - Processos de estado sólido

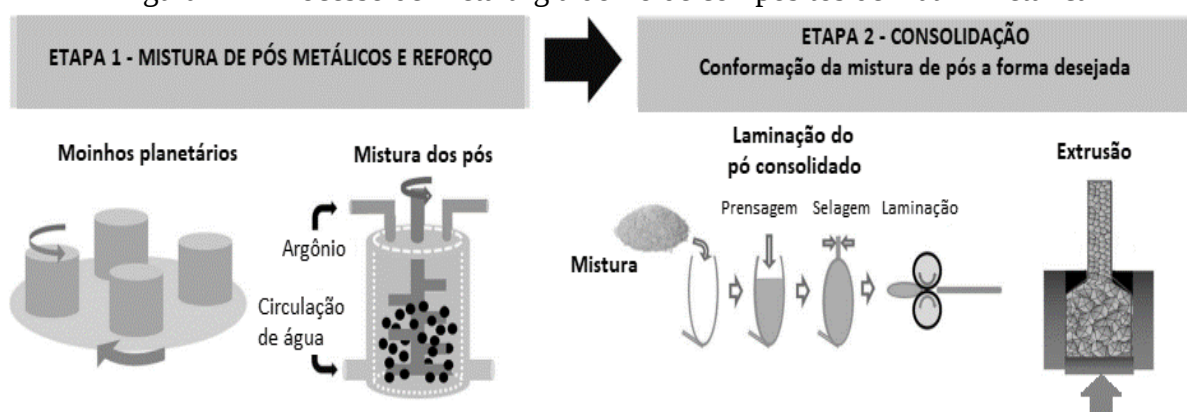
Ao contrário dos métodos de processamento líquido, o processamento em estado sólido é realizado com o metal da matriz no estado sólido ou semi-sólido. Tem como principal vantagem em relação ao processamento líquido a preservação das propriedades do material de reforço por operar em menores temperaturas, reduzindo o risco de oxidação do metal e/ou do reforço. Nos processos de estado sólido, o uso de pressão é a para se gerar uma ligação ou interação de interface entre matriz e reforço, alta pressão é aplicada em temperatura elevada, mas inferior ao ponto de fusão do metal.

• Metalurgia do pó

Na técnica de metalurgia do pó, o processo inicial é a mistura de pós de matriz e reforço para homogeneização. As granulometrias do pó da liga matriz e da partícula de reforço devem ser selecionadas corretamente, a fim de prevenir aglomeração dos materiais ao final do processo de mistura. Também é crítico uma adequada proporção entre os tamanhos do pó da liga e da partícula de reforço, para obter uma distribuição uniforme no produto final. Por exemplo, para o compósito alumínio-SiC, a proporção entre tamanho apropriada é da ordem de 7:10. Se a partícula de reforço for dura, é passível de fraturar durante a mistura. A ausência de pós defeituosos e a correta relação de aspecto dos pós são importantes, sendo cruciais para evitar fratura das partículas durante a mistura. Para compósito de alumínio-SiC, a relação de aspecto para pó da liga de alumínio e o pó

de reforço deve ser inferior a 5:1, com uma granulometria do pó de liga de alumínio de 20-40 μm e pó de reforço de 30-20 μm . Na sequência, a mistura homogênea obtida é submetida à compressão isotática em temperatura ambiente. As moléculas de água presentes na mistura podem causar porosidade durante a consolidação. Então, essas moléculas de água devem ser removidas antes do final processo de consolidação. O método de compressão à quente e à vácuo pode ser usado para o processo de consolidação final, abaixo do ponto *solidus* da liga, ou em estado semi-sólido para produzir compósitos densificados. A extrusão é o processo usual para obtenção do produto final. A taxa de extrusão deve ser superior a 20:1. Uma alta taxa de extrusão é essencial para obter uma uniformidade de distribuição das partículas de reforço na liga matriz e para obter uma ligação interfacial adequada matriz-reforço.

Figura 22 – Processo de Metalurgia do Pó de compósitos de matriz metálica



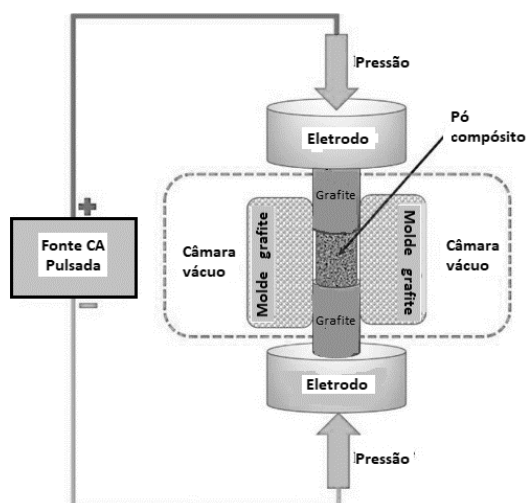
Fonte: Adaptado de Daeyoung *et al.*, 2020

A necessidade de longos tempos de mistura para distribuição uniforme de partículas é uma desvantagem da Metalurgia do pó. Suas vantagens são permitir uso de qualquer liga metálica e reforço próprios para compósitos e permite produzir compósitos com maior teor de reforço. Para compósitos Al-grafeno, por operar a menor temperatura que nos processos fase líquida, há diminuição do risco de degradação térmica do grafeno e da formação do carbeto de alumínio (Al_4C_3) na interface alumínio-grafeno, o que torna a técnica recomendável, pois o Al_4C_3 está associado a perdas de propriedades mecânicas (ESAWI, 2009) e condutividade (BEIHAI, 2018).

- **Sinterização por Descarga de Plasma**

O esquema geral de Sinterização por Descarga de Plasma (SPS – *Spark Plasma Sintering*) é mostrado na Figura 23. O SPS aquece rapidamente o molde e a mistura de pós do metal e reforço constituintes do compósito MMC, enquanto se aplica pressão, potencializando a força motriz do processo, ativando o processo de sinterização. O aumento da intensidade da corrente elétrica promove a compactação do pó no molde, o que gera muitas faíscas (*spark*) entre as partículas e cria o plasma necessário ao processo (RAZAVI, 2017).

Figura 23 – Técnica de Sinterização por Descarga de Plasma.



Fonte: Adaptado de Razavi, 2017

Este processo tem sido usado para produção de compósito de matriz cerâmica-cerâmica (CMC) como o reportado por K. Dash, que sintetizou um CMC de matriz de Al_2O_3 e reforço de SiC. O compósito atingiu dureza de 324,6 HV com 20% em massa de Al_2O_3 -SiC. (DASH, 2013).

3.4 – Fundição

Como já antecipado no item 3.3.2, o presente projeto fará uso do processo de fundição para preparação do nanocompósito de alumínio reforçado com grafeno de poucas camadas. O processo de fundição consiste basicamente da preparação da carga metálica e de reforço, carregamento da carga, fusão, refino e vazamento. Como já discutido, durante o processo metalúrgico, as nanopartículas de grafeno tendem a se aglomerar e causar uma distribuição heterogênea na matriz do compósito, resultando em perda de propriedades do material, o que se procurou mitigar pela adoção de forno de indução, cuja agitação por geração de correntes parasitas e mecânica, permitindo uma melhor dispersão do grafeno no metal líquido e na matriz, por efeito. A perda devido a oxidação e queima do grafeno é outro efeito que o processo de fundição pode resultar e para eliminar este efeito foi adotada a fundição sob atmosfera inerte.

A escolha desta estratégia de fabricação se apoia na estratégia de superar os desafios de fabricação de nanocompósitos Alumínio-Grafeno que vêm sendo relatado por pesquisadores.

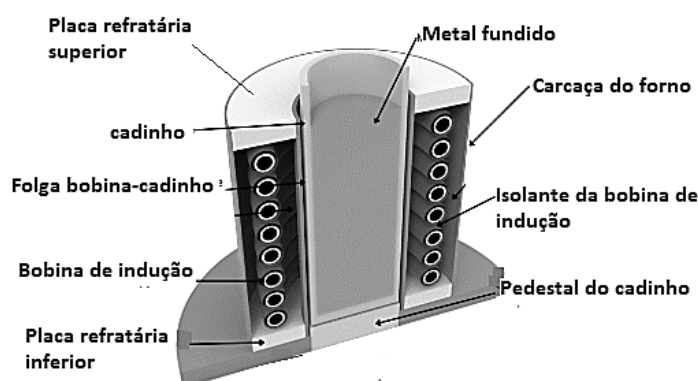
3.4.1- Forno de indução

Os fornos de indução para fusão de metal operam utilizando os princípios da indução eletromagnética para gerar e manter as temperaturas necessárias para fundir o metal sólido e transformá-lo metal líquido.

Pelo princípio da indução eletromagnética, quando uma corrente elétrica alternada flui através de uma bobina ou indutor, ela gera um campo magnético que muda rapidamente ao seu

redor. Quando um metal, é colocado ao alcance deste campo magnético, a oscilação do campo magnético induz correntes elétricas, conhecidas como correntes parasitas induzidas (*eddy current*). À medida que as correntes parasitas circulam pelo metal, elas encontram resistência, levando à geração de calor, em função do efeito Joule. Este processo faz com que o metal sólido aqueça rapidamente e atinja seu ponto de fusão. Os fornos de indução possuem controle preciso da temperatura durante o processo de fusão. A fonte de alimentação da bobina de indução pode ser ajustada para regular a taxa de aquecimento e manter a temperatura desejada para o metal a fundir. Na figura 24 vemos, em corte, um esquema de forno de indução e seus principais componentes.

Figura 24 – Forno de indução em corte e seus componentes



Fonte: Adaptado de Electroheating Induction Co, 2022

Depois que o metal é fundido, inicia-se o tempo de refino, onde a agitação do banho, ajustes de composição, desgaseificação e escorificação são executados. A etapa final da fundição é o vazamento, que neste projeto será em molde de grafita.

3.4.2.- Agitação de banho fundido

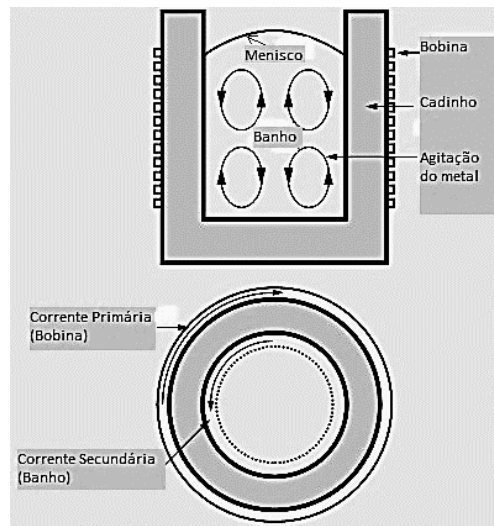
A agitação é frequentemente usada para aumentar a molhabilidade metal líquido-reforço, desaglomerar partículas de nanoreforço, promover uma distribuição homogênea, acelerar reações interfaciais metal-reforço e reduzir porosidades e gases aprisionados em regiões interfaciais sólido-líquido (PRABU, 2016).

Portanto, uma eficaz agitação do banho de alumínio fundido carregado com nanografeno é uma variável de controle crítica na obtenção do nanocompósito, pois a menor densidade do grafeno em relação a densidade do alumínio, associada à baixa molhabilidade inerente do grafeno (devido formação de forças de van der Waals entre as camadas do grafeno e a interação π - π entre nanoplacas individuais sobrepostas), faz com que o nanoreforço de grafeno tenda a flutuar, levando a formação de aglomerados de grafeno sobre o banho, o que dificulta a absorção ao alumínio do nanoreforço dada a redução da área de interface alumínio-grafeno. Outro efeito da baixa molhabilidade do grafeno no fundido é a formação de inclusões de grafeno no produto final, reduzindo as propriedades mecânicas e de condutividade do nanocompósito (YUAN *et al*, 2025).

3.4.2.1 – Agitação eletromagnética por correntes parasitas induzidas (*eddy current*)

Quando a carga de metal está fundida no cadinho do forno de indução, a interação do campo magnético e as correntes elétricas, que fluem na bobina de indução, produzem uma ação de agitação no metal fundido (Figura 25).

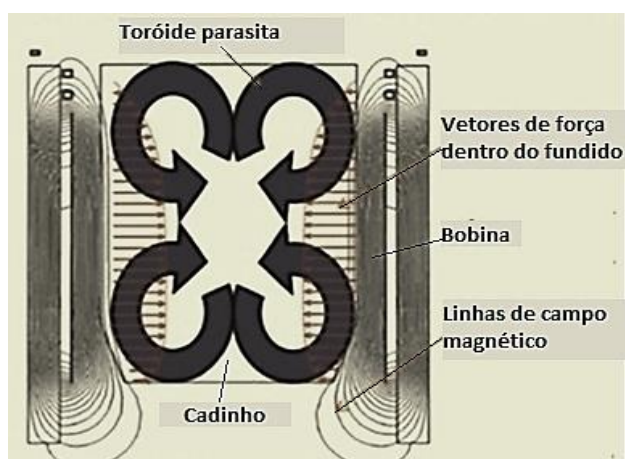
Figura 25 – Agitação do banho por ação do campo magnético



Fonte: Adaptado de ISPAT, 2021

Esta ação de agitação força o metal fundido a subir pelo centro da massa fundida, causando o menisco característico na superfície do metal. O grau de ação de agitação é influenciado pela potência e frequência aplicadas, bem como pelo tamanho e formato da bobina e pela densidade e viscosidade do metal fundido. As correntes parasitas (*eddy current*) induzidas na carga do forno e a indução magnética criam forças eletromagnéticas. Estas forças fluem basicamente numa direção radial em relação ao eixo do forno e pressionam o fundido da parede do cadinho para o centro. A gravidade atua contra essas forças e ocorre um abaulamento côncavo ou menisco na superfície do banho. Além disso, um fluxo é criado na forma de dois toróides parasitas com direções opostas. A distribuição de energia e o padrão de fluxo são mostrados na Figura 26.

Figura 26 – Geração de fluxo magnético pela corrente da bobina no banho



Fonte: Adaptado de ISPAT, 2021

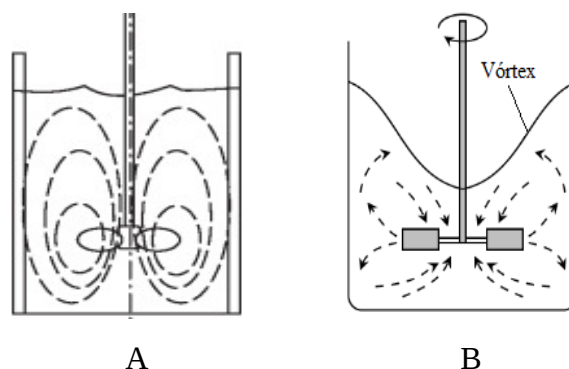
No aquecimento por indução, a frequência da bobina de indução influencia diretamente a intensidade e a profundidade das correntes parasitas induzidas no metal fundido, o que, por sua vez, afeta a agitação e a taxa de fusão. Frequências mais altas geralmente levam a correntes parasitas mais fortes e superficiais, resultando em uma agitação mais intensa, porém potencialmente localizada, enquanto frequências mais baixas produzem correntes mais fracas e profundas, causando uma mistura mais uniforme, porém potencialmente menos vigorosa.

A ação de agitação dentro do banho é importante, pois, além da otimização da fase de fusão da carga e a homogeneização da temperatura do banho, auxilia na mistura dos constituintes adicionados que forma a liga, no caso do presente projeto de pesquisa, a liga 1350 e as nanopartículas de grafeno. A agitação excessiva pode aumentar a captação de gás, o desgaste do revestimento e a oxidação das ligas (ISPAT,2021).

3.4.2.2 - Agitação mecânica por rotação de impulsores

A agitação mecânica é mais frequentemente usada para melhorar a molhabilidade, desaglomerar partículas de reforço, melhorar a distribuição homogênea, acelerar reações interfaciais e reduzir porosidades e gases aprisionados em regiões interfaciais sólido-líquido, dentre outros. (PRABU,2006). Um sistema agitador é um dispositivo que inclui um sistema de potência, um eixo e um impulsor para agitar um fluído no interior de um tanque. Os impulsores são compostos pelas pás agitadoras e o eixo motor, o qual é acionado por um motor elétrico. A rotação de impulsores imersos em líquidos, tal qual o banho fundido de alumínio no interior de cadinho de fundição, promove uma intensa transferencia de massa conforme a rotação aplicada, resultando na dispersão de partículas sólidas aglomeradas, a desgaseificação da massa fundida e a homogeneização térmica do banho. Os sistemas agitadores podem ser de fluxo radial ou axial (Figura 27).

Figura 27 – A) Fluxo de agitação axial; B) formação de vórtice no banho



Fonte: Vassilis, 2006

Impulsor axial geram fluxos paralelos ao eixo do rotor, enquanto que impulsor radial geram correntes em uma direção tangencial ao eixo do rotor (VASSILIS,2006).

3.4.3- Atmosfera Inerte

Tanto o alumínio, quanto o grafeno, são fortemente oxidados quando expostos a atmosfera oxidante à temperatura de fusão das ligas de alumínio (cerca de 660°C). A densidade de defeitos no grafeno aumenta gradualmente com o aumento da temperatura de fundição. Estudo mostrou que a camada de grafeno foi plenamente preservada sob atmosfera de argônio de alta pureza quando mantida abaixo de 600°C e que danos limitados ocorreram no grafeno quando tratado a temperaturas inferiores a 800°C. (LIU, 2019)

Particularmente para o grafeno, insumo ainda de alto custo, deve ser evitada sua oxidação para não diminuir seu rendimento de incorporação na matriz de alumínio. Para eliminar o risco de degradação por oxidação e mesmo queima do grafeno, deve-se executar todo o processo de fusão da liga de alumínio sob atmosfera de gás inerte, como argônio ou nitrogênio. A pureza do argônio para fusão de ligas de alumínio deve ser maior que 99,999% para garantir efetiva proteção do banho fundido. (LIU, 2019).

3.5 - Métodos de caracterização do nanocompósito Alumínio-Grafeno

3.5.1 – Microestrutura

3.5.1.a - Análise metalográfica

Os fundamentos da Metalografia como ciência é atribuído ao cientista inglês Henry Clifton Sorby, que no século XIX iniciou os estudos exploratórios sobre ferro e o aço manufaturados. O seu trabalho foi pioneiro na demonstração da relação entre as propriedades macroscópicas dos metais (por exemplo, dureza) e suas microestruturas (por exemplo, tamanho de grão ou grau de encruamento a frio).

Desde então, a Metalografia vem evoluindo no estudo da microestrutura de metais e ligas metálicas, pela análise de uma superfície representativa do espécime metálico. Portanto, na metalografia, uma amostra de material é preparada para tornar sua microestrutura visível, mediante processos de corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico, afim de caracterizar esta microestrutura pela visualização por meio de microscopia óptica (MO) ou eletrônica (MEV), que permite ampliações de entre 20 e 1.000.000 aumentos (STRÜERS, 2025).

Por causa de sua baixíssima dureza (cerca de 20HV), a preparação de amostra de alumínio da série 1XXX requerem cuidados especiais, a fim de evitar defeitos como arranhões profundos e persistentes após o polimento e contaminação da superfície por incrustações de abrasivos de lixamento e polimento. A tendência à passivação requer proteção pós-polimento imediata afim de evitar manchamento durante ataque químico.

3.5.1.b- Microscopia eletrônica por varredura (MEV)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) caracteriza os materiais pela emissão de um feixe de elétrons contra a superfície da amostra do material, gerando sinais cuja intensidade são utilizados para criar uma imagem da superfície do material.

O feixe de elétrons é emitido por um filamento (de tungstênio, hexaboreto de Lantânio ou Field Emission Gun-FEG) o qual é chamado de emissor de elétrons, o qual é aquecido para gerar o feixe de elétrons focado e acelerado por um campo elétrico em direcionado à amostra. Lentes eletromagnéticas focalizam e colimam o feixe de elétrons, tornando-o mais pontual e direcionado. Na sequência, este feixe varre a superfície da amostra por meio de bobinas de deflexão, cobrindo uma área delimitada, ponto a ponto. Tendo sido atingida a amostra pelo feixe eletrônico ocorre a emissão de elétrons secundários, retroespalhados e Raios X, bem como outros tipos de sinais. Detectores especiais captam esses sinais e os convertem em sinais elétricos que são processados para construir uma imagem da superfície sob varredura, geralmente em tons cinza, onde a intensidade do sinal detectado reflete a morfologia da superfície da amostra. Estas imagens permitem visualizar detalhes a nível nanométrico, em alta resolução, permitindo ainda a visualização da forma e textura da superfície, revelando dados sobre a textura e estrutura dos materiais. O MEV é versátil, podendo ser aplicado para análise de metais, cerâmicas, polímeros e mesmo materiais biológicos.

3.5.1.c- Espectroscopia por energia dispersiva (EDS)

Sendo o MEV equipado com detector de Raios X (EDS ou EDX), a combinação MEV-EDS tem a capacidade não somente de gerar imagens eletrônicas de alta resolução da superfície do material, mas também a possibilidade de fornecer informações sobre os elementos presentes, suas concentrações relativas e distribuição espacial em volumes muito pequenos (escala micrométrica e, em alguns casos, nanométrica). O MEV utiliza um feixe de elétrons para escanear a amostra, enquanto o EDS mede a energia dos Raios X emitidos pela amostra durante essa interação, identificando os elementos químicos presentes. O EDS detecta estes Raios X e mede sua energia. A energia dos Raios X é única para cada elemento químico. Um espectro de energia é gerado, mostrando os picos de energia correspondentes aos elementos presentes na amostra. Com base neste espectro, é possível identificar e quantificar os elementos químicos da amostra permitindo uma análise completa da amostra.

3.5.1.d- Análise química do carbono – Mapa Elementar de composição

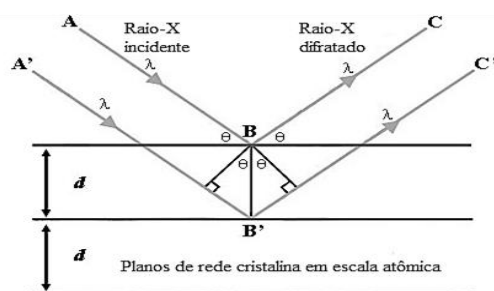
Dentro dos objetivos do projeto, o foco da análise química do carbono absorvido na matriz pretende caracterizar a uniformidade da distribuição e a ligação química do grafeno à matriz de alumínio. A técnica de Mapa elementar de composição química EDS permite medir semi-quantitativamente a presença e dispersão dos elementos na matriz. Adicionalmente, a análise química por Fluorescência de Raio X também busca a detecção da presença de carbono na matriz.

3.5.1.e – Difração de Raios X (DRX)

A difração de Raios X (XRD) é uma técnica utilizada para caracterizar as propriedades cristalográficas de materiais, revelando como os átomos estão estruturados por meio da análise dos padrões de difração resultantes da interação entre Raios X e amostras cristalinas. A técnica se baseia no fenômeno da difração, onde os Raios X emitidos interagem com um arranjo cristalino de átomos e são espalhadas em ângulos específicos.

De forma sucinta, a difração de Raios X é iniciada com uma fonte de Raios X emitindo um feixe de Raios X em direção a amostra em análise (Figura 28). O feixe de Raios X incide contra átomos localizados na amostra e, conforme o padrão cristalográfico existente na mesma, os Raios são espalhados ou difratados em diferentes direções. Quando Raios difratados interferem uns com outros, pode haver uma interferência construtiva, que causa uma ampliação de sua intensidade, ou destrutivamente, que causa uma atenuação da sua intensidade, criando um padrão de difração. Um detector registra a intensidade e os ângulos dos Raios X difratados, gerando um padrão de difração característico do material. Pela análise do padrão de difração pode-se determinar características do material amostral como tamanho dos cristais, estrutura cristalina e a composição do material. A lei fundamental na difração de Raios X é a chamada Lei de Bragg ($\sin\theta = n\lambda/2d$) que descreve a condição para que ocorra difração construtiva, onde o ângulo de incidência do feixe de Raios X (θ) e a distância entre os planos atômicos do cristal (d) são relacionados com o comprimento de onda dos Raios X (λ), sendo a ordem da reflexão (n) um número inteiro.

Figura 28 - Lei de Bragg. O Raios-X difratado apresenta interferência construtiva se a distância entre caminhos ABC e A'B'C' difere de um número inteiro de comprimentos de onda (λ).



Fonte: Autor, 2025.

As principais aplicações da técnica DRX são: identificação de materiais, pela comparação do padrão de difração obtido contra padrões conhecidos; identificação da estrutura cristalina; obter informação da disposição dos átomos em um cristal, como o tamanho da célula unitária e as distâncias interatômicas e por fim a caracterização de materiais quanto ao tamanho de cristalito, orientação preferencial e deformações na estrutura.

3.5.2- Propriedades de condutividade

3.5.2.a - Condutividade Elétrica

A condutividade elétrica (σ) é obtida a partir da resistividade elétrica (ρ) das amostras de nanocompósito de Alumínio-grafeno. A resistividade elétrica é a capacidade inerente de um material específico de resistir ao fluxo de corrente elétrica. Para tal, se requer a medição da resistência elétrica (R) destas amostras, num ambiente com temperatura a 20°C. Se as medições forem em temperatura diferente de 20°C, deve-se fazer a conversão pela equação 1 abaixo, onde R_T é a resistência na temperatura de referência T , R_t é a resistência da amostra á temperatura t e α_t é o coeficiente de temperatura da resistência do material da amostra, que para o alumínio 1350 com 61,8%IACS é 0,00408 a 20°C (ASTM,2002). Tendo medido os valores individuais de resistência das amostras e obtido o valor da área da seção (A) transversal ao fluxo de corrente aplicada durante a medição e a distancia entre os pontos de medição da voltagem (l), se calcula a resistividade elétrica (ρ) da amostra, cuja unidade de medida é o ohm-metro ($\Omega \cdot m$), a condutividade elétrica (σ), cuja unidade de medida é o Siemens por metro ($S \cdot m^{-1}$) e a condutividade elétrica %IACS, respectivamente, pela aplicação das equações 2, 3 e 4:

$$R_T = \frac{R_t}{1 + \alpha_T (t - T)} \quad (\text{Eq.1}); \quad \rho = \frac{R \cdot A}{l} \quad (\text{Eq.2});$$

$$\sigma = 1 \cdot \rho^{-1} \quad (\text{Eq. 3}); \quad \sigma_{\%IACS} = 1,724 \cdot \rho^{-1} \quad (\text{Eq.4}).$$

O valor da condutividade elétrica do cobre puro eletrolítico, de $5,81 \times 10^7 S \cdot m^{-1}$ a 20°C, foi estabelecido pela Comissão Eletrotécnica Internacional como o padrão 100% para condutividade elétrica. Por exemplo, o índice para o alumínio de puro 6N é 65 % e, equivale dizer, que sua condutividade é 65% do padrão cobre ($5,81 \times 10^7 S \cdot m^{-1}$) ou $3,77 \times 10^7 S \cdot m^{-1}$. O metal mais condutor, a prata, tem IACS de 106% ou $6,15 \times 10^7 S \cdot m^{-1}$. Este padrão é chamado Padrão Internacional do Cobre Recozido (IACS – *International Annealed Copper Standard*) e serve como referência para condutividade elétrica de todos demais condutores elétricos.

3.5.2.b- Condutividade térmica

A difusividade térmica é a propriedade termofísica do material que indica a taxa de transferencia de calor através do mesmo quando submetido a um gradiente térmico em suas fronteiras (DINCER, 1995). Isto posto, quanto mais rapidamente ocorre o fluxo de calor através do volume deste material na presença do gradiente térmico, maior sua difusividade térmica. Matematicamente, se calcula a difusividade térmica pela razão entre calor conduzido (ou condutividade térmica) e o calor armazenado (ou capacidade térmica volumétrica do material),

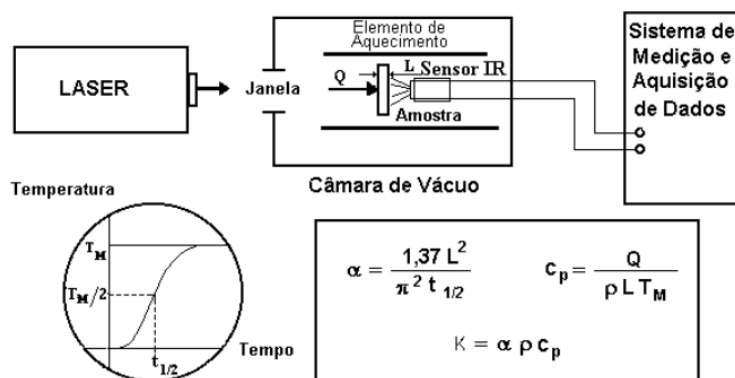
conforme equação 6:

$$k = \alpha \cdot \rho \cdot C_p \quad (\text{Eq. 5}) \quad \text{Desenvolvendo:} \quad \alpha = \frac{K}{\rho \cdot C_p} \quad (\text{Eq.6})$$

Sendo α a Difusividade Térmica, em $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$; k a condutividade térmica, em $\text{W}.\text{m}^{-1}.\text{K}^{-1}$; C_p é o Capacidade térmica específica, em $\text{J}.\text{kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ e ρ a densidade do material, em $\text{Kg}.\text{m}^{-3}$.

O método de Flash do Laser é o método mais utilizado para medição das propriedades termofísicas de sólidos (GROSSI *et al*, 2007). Neste ensaio um feixe de energia radiante, intenso e curto é aplicado uniformemente sobre uma das faces das amostras. O pulso de energia se difunde unidirecionalmente para a face oposta, obtendo-se um registro do transiente de elevação de temperatura nesta face oposta. A figura 29 apresenta o princípio do método Flash Laser.

Figura 29: Esquema do princípio do método Flash de Laser



Fonte: Grossi *et al.*, 2007.

A difusividade é calculada a partir da espessura da amostra (L), e do tempo para ocorrer metade da variação de temperatura na face oposta ($t_{1/2}$). O calor específico (C_p) é calculado a partir da temperatura máxima (T_M) atingida na face oposta, da espessura da amostra (L) e da massa específica do material (ρ). A condutividade térmica é então calculada pelo produto da difusividade pelo calor específico e pela massa específica do material (GROSSI *et al.*, 2007).

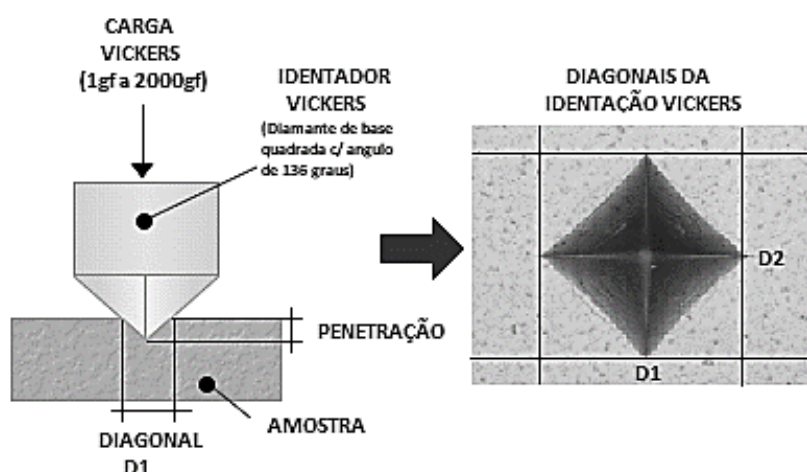
3.5.3- Caracterização de propriedades mecânicas

3.5.3.a- Microdureza Vickers

Dureza é a resistência de um material à deformação localizada ou penetração ou, classicamente falando, ao risco. É mais duro o material que resiste mais a esta força de penetração e resulta numa indentação de pequena área. Por outro lado, é mais macio o material que resiste menos à mesma força de penetração e resulta numa indentação de grande área.

O método Vickers foi desenvolvido em 1921 por Robert L. Smith e George E. Sandland durante seu trabalho na Vickers Ltd. Igualmente a qualquer outro teste de dureza, o teste Vickers envolve a aplicação de uma carga padronizada por meio de um penetrador – um diamante lapdado com a ponta em forma de pirâmide invertida de base quadrada com ângulo de topo de 136° - que assim, gera uma marca na superfície do material testado. As identações Vickers geram sempre uma perfuração na superfície do material em formato de pirâmide de base quadrada, de dimensões similares ao do penetrador Vickers e a dureza é função da profundidade de penetração, a qual é indiretamente determinada pela média das medidas das diagonais da base da pirâmide de base quadrada conformada no material pela penetração do identador. Assim, quanto mais duro o material, menor a penetração do identador e menor a dimensão da diagonais. Na figura 30 vemos esquematicamente os principio do ensaio Vickers.

Figura 30 - Método de micro dureza Vickers



Fonte: Autor, 2025

Para o cálculo da dureza Vickers se usa a equação 07, onde D_m é o valor médio das medições das diagonais D_1 e D_2 da indentação, F é a carga de penetração adotada:

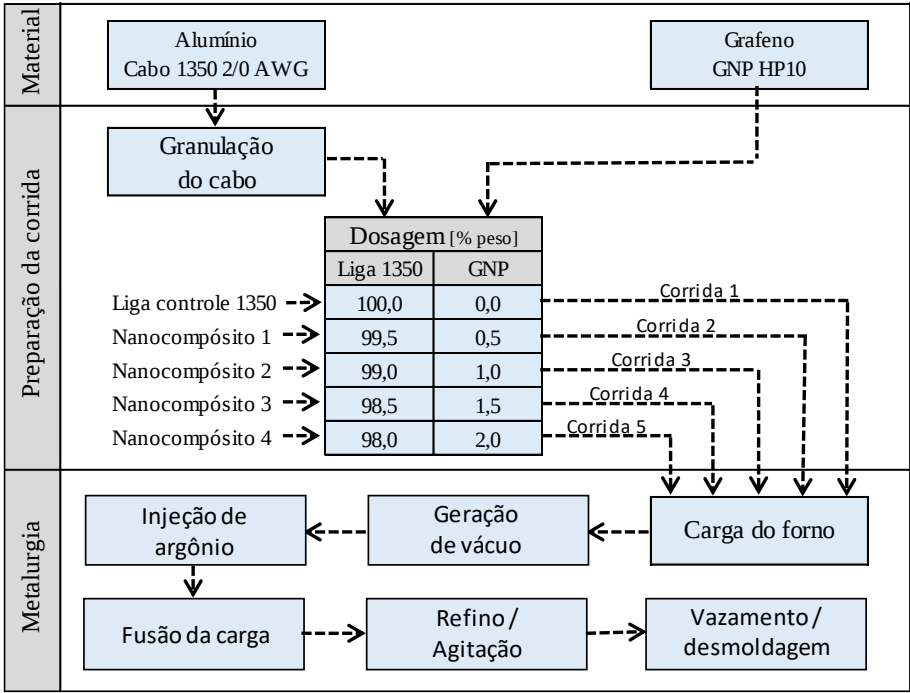
$$HV = 1,8544 \frac{F}{D_m^2} \quad (\text{Eq. 7})$$

A preparação da superfície a ensaiar é importante para acuracidade do resultado. Deve ser rigorosamente plana em relação ao eixo de ação do identador, livre de resíduos e oxidação, e polida, ou de preferência espelhada, para facilitar a visualização das bordas da diagonal da indentação e sua medição. O que diferencia o ensaio de dureza Vickers convencional do ensaio de microdureza é a carga de indentação aplicada, que na microdureza varia entre 1 e 1000gf, sendo usual 100gf.

4- METODOLOGIA

Para a obtenção dos nanocompósitos de alumínio-grafeno experimentais foi adotada a tecnologia de fusão por indução sob atmosfera de argônio, com posterior refino do banho fundido com combinação de agitações por indução eletromagnética de correntes parasitas e mecânica por rotor e vazamento automatizado sob atmosfera protegida em molde permanente (Figura 31) .

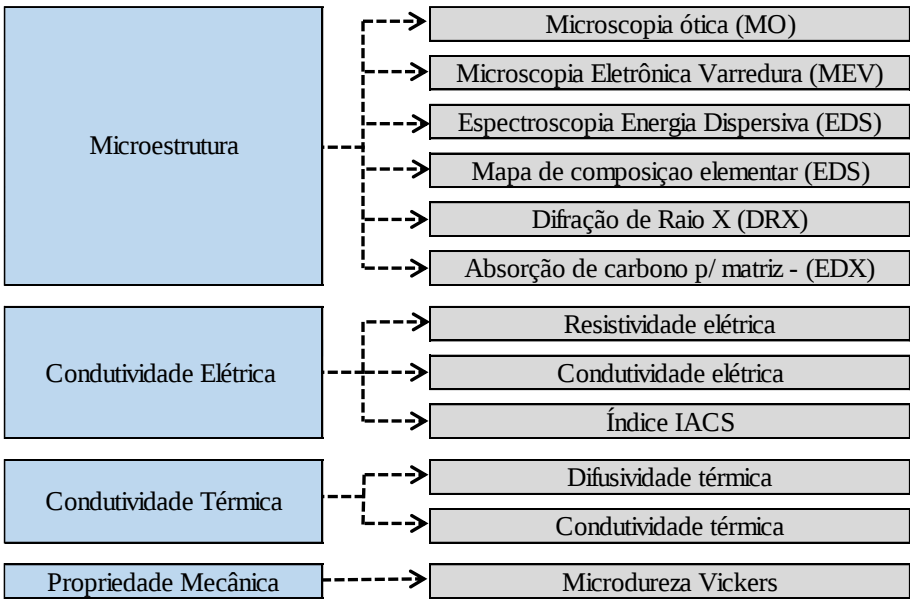
Figura 31- Fluxograma de obtenção do nanocompósito Al-grafeno



Fonte: Autor,2025.

Foram obtidos 5 lingotes fundido de nanocompósitos alumínio-grafeno nas corridas do fluxograma acima, os quais foram caracterizados conforme esquema da figura 32.

Figura 32 – Esquema das provas de caracterização dos nanocompósitos



Fonte: Autor,2025.

O projeto de obtenção e o plano de caracterização dos nanocompósitos propostos foram elaborados de forma a verificar se as criticidades e desafios de obtenção de MMNCs alumínio-grafeno, normalmente reportadas pelos pesquisadores dedicados ao desenvolvimento dos mesmos, de forma a verificar se foram mitigadas, ou mesmo superadas, ao final deste projeto de pesquisa.

4.1- Materiais

4.1.1- Grafeno

O grafeno utilizado na produção dos nanocompósitos foi cedido pela empresa Hexografeno (Santa Luzia/MG), com denominação comercial de Grafeno HP10. Conforme a folha de dados técnicos do fabricante (Anexo 1), trata-se de pó de cor preta (figura 33), com máximo diâmetro de partículas de 25 μ m, um teor carbono mínimo de 99,5% e área superficial de 64,6 m²/g.

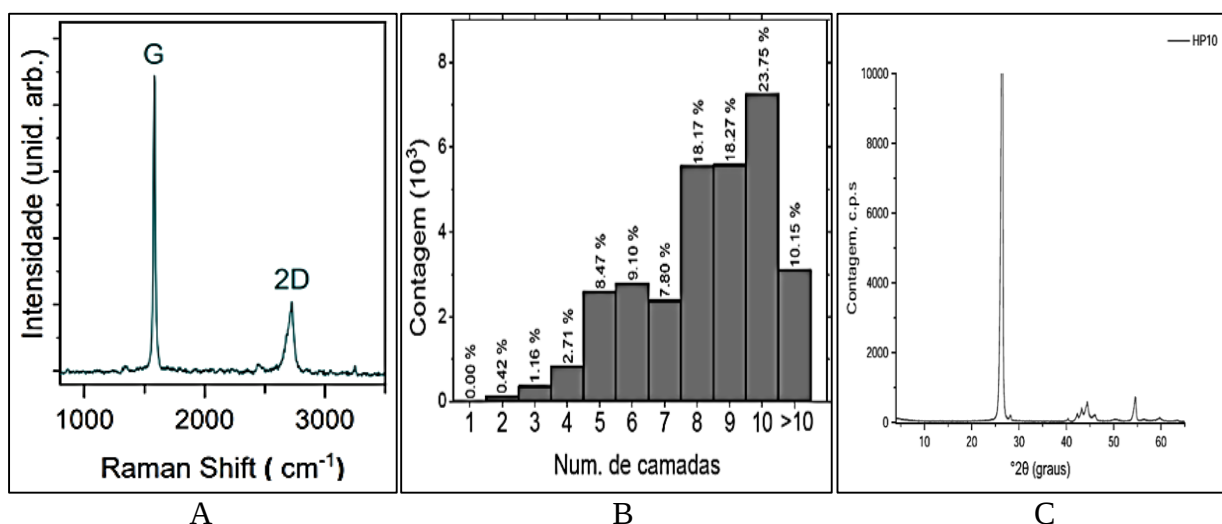
Figura 33 – Aspecto visual do grafeno comercial utilizado na pesquisa

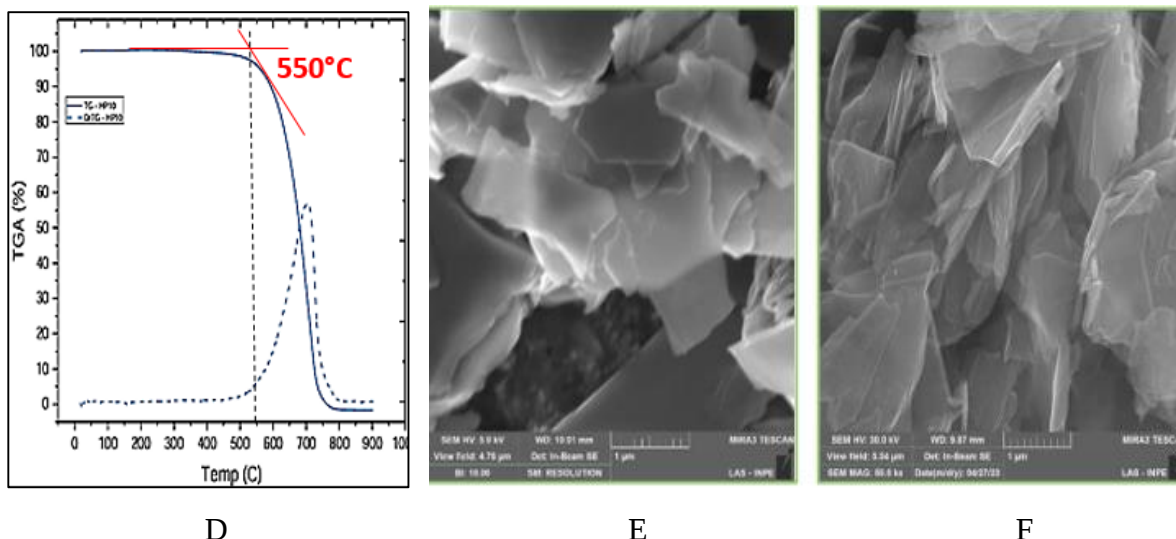


Fonte: Autor, 2025

As demais caracterizações físico-químicas e microestruturais do grafeno HP10 são apresentadas na figura 34.

Figura 34 – Caracterizações do grafeno HP10. A) Espectro Raman; B) Histograma número de camadas; C) Difratoograma RX; D) Análise termogravimétrica TGA; E e F) Imagens MEV-FEG.





Fonte: Hexografeno, 2025

Da análise da figura 34-A, conclui-se que a relação entre as intensidades de picos 2D e G e a baixa intensidade do pico D sinalizam tratar-se de grafeno de poucos camadas (menos de 10) e de alta cristalinidade. Na imagem 34-B é confirmado que cerca de 90% das partículas têm 10 ou menos camadas. No difratograma de Raios-X (imagem 34-C) o pico de maior intensidade $2\theta = 26^\circ$ é característico da estrutura hexagonal da grafita, seu material de origem, correspondendo à reflexão no plano (002), o que confirma sua alta cristalinidade. Com base no espectro TGA (figura 34-D) depreende-se que em torno de 550°C inicia-se a degradação térmica do grafeno HP10 quando submetido a aquecimento em atmosfera oxidante, daí ser crítico se realizar as corridas de fundição experimentais deste projeto pela geração de vácuo seguido de proteção por argônio. Nas figuras 34-E e F tem-se imagens geradas por MEV com filamento de tungstênio FEG (*Field Emission Gun*) que geraram imagens de alta resolução de nanopartículas.

4.1.2.- Liga de alumínio 1350 EC

Na figura 35 é apresentado o cabo de alumínio 1350 EC que foi utilizado para fabricação do nanocompósito alumínio-grafeno. A aquisição da liga foi feita no mercado atacadista de cabos condutores para linhas de transmissão e redes de distribuição de energia elétrica.

Figura 35: Cabo alumínio comercial 1350 EC H19, A) Rolo, B) Seção do cabo;



Fonte: Autor, 2025

A especificação do fabricante Nexus é cabo CA 2/0 AWG – liga 1350 EC têmpera H19. Foi confirmada a composição química para a liga 1350 (MATWEB, 2025) por espectroscopia de fluorescência de Raios X (FRX) conforme tabela 06.

Tabela 06 – Composição química do cabo liga 1350

	Al	Fe	Si	Cu	Zn	Cr	Ga	V+Ti	Outros
Especificação	≥ 99,500	≤ 0,400	≤ 0,100	≤ 0,050	≤ 0,050	≤ 0,010	≤ 0,030	≤ 0,020	≤ 0,100
Análise	99,503	0,122	0,196	0,004	0,011	0,018	0,008	-	0,138

Fonte: Autor, 2025

Houve desvios não significativos em relação a especificação: ferro residual foi menor que o máximo permitido (-0,278%), para silício (+0,098%), cromo (+0,008%) e alumínio (+0,003%). Como a técnica FRX é semi-quantitativa estes desvios estão dentro do aceitável.

4.2 Equipamentos

4.2.1 Forno a indução

No planejamento do projeto, um fator crítico para atingimento do seu objetivo foi a escolha da tecnologia do forno para fundição dos nanocompósitos. O processo de metalurgia dos nanocompósitos planejado requereria a fusão por aquecimento indutivo, com capacidade de agitação do banho por indução eletromagnética e sob atmosfera de gás inerte, de forma a melhorar a dispersão do grafeno no banho, minimizar as perdas de grafeno por aglomeração e flutuação e minimizar a degradação da carga de alumínio e grafeno por gases reativos (como o oxigênio, dióxido de carbono e materiais particulados). Por isso, optou-se por forno a indução do Laboratório de Combustível Nuclear (LabCoN) do Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear (CDTN), localizado no campus da UFMG (Universidade Federal de Minas Gerais) (figura 36).

Figura 36 - Forno de indução LEYBOLD-HERAUS IW-7P utilizado na pesquisa

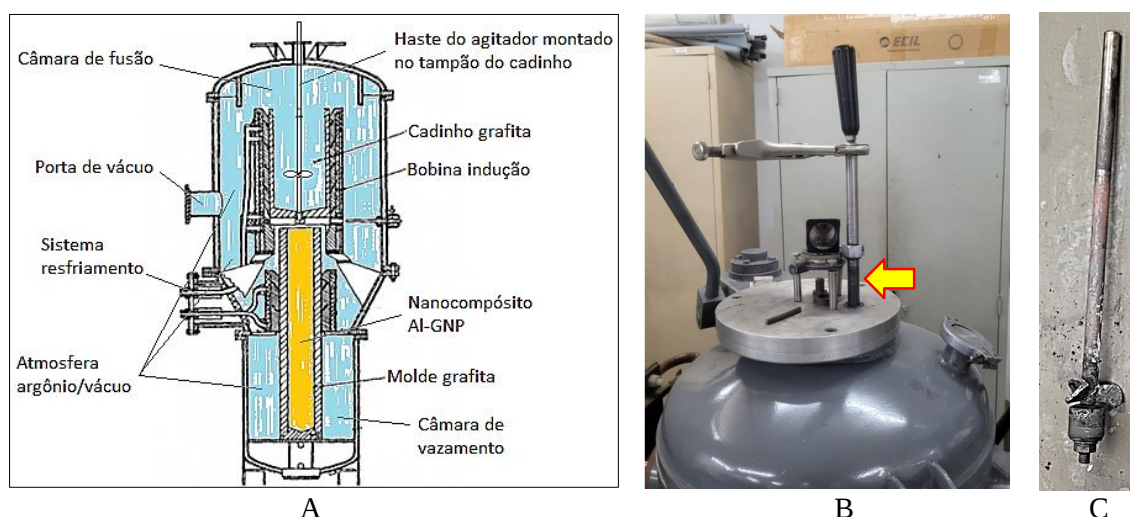


Fonte: Autor, 2025

A bobina de indução tem a função de aquecimento do cadinho e carga por radiação. É alimentada por energia do gerador elétrico. A escolha da frequência e potência de operação dependem da do volume da carga, velocidade de fusão e grau de homogeneização pós-fusão. Para uma fusão rápida de pequenos volumes opera-se com altas frequências. Para uma fusão de volumes maiores e/ou quando se requer homogeneização térmica e química do banho, opera-se com baixas frequências. Contudo, de acordo com o plano de fusão e refino, pode-se adotar um ajuste híbrido, com fusão com alta frequência e refino com baixa frequência.

No decorrer dos trabalhos no LabCoN CDTN foi necessário um incremento da capacidade de agitação do banho, a fim de assegurar adequado rendimento do grafeno, tendo sido adaptado um dispositivo de agitação mecânica manual, destacado abaixo na figura 37.

Figura 37 - A) Esquema do forno de indução e atmosfera inerte. B) Adaptação de agitador mecânico acoplado ao tampão de obturação do furo de vazamento. C) Haste com agitador.

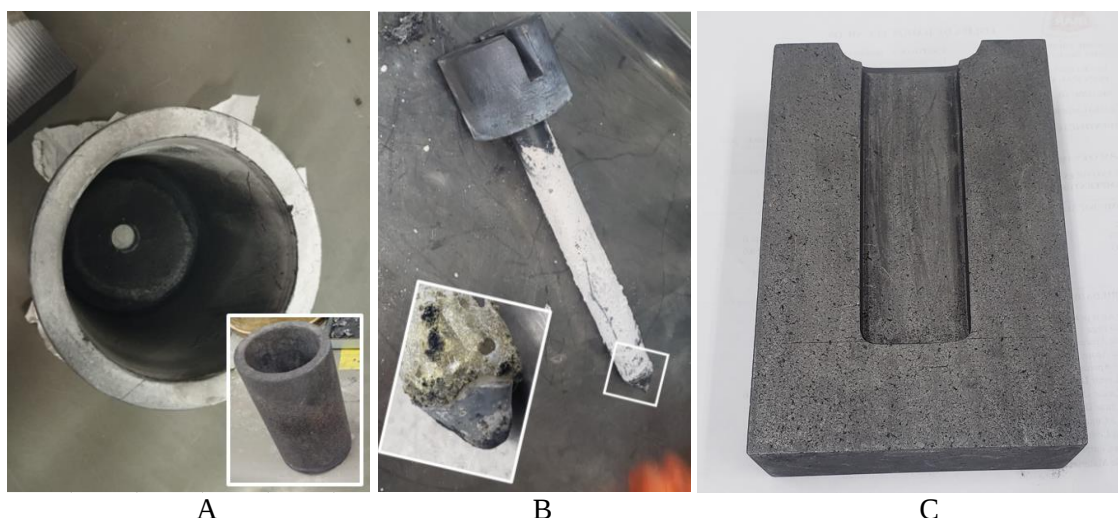


Fonte: Adaptado de CDTN, 2025

4.2.2- Acessórios de fundição – Cadinho, lança obturadora de furo de vazamento e molde

Os acessórios de fundição desenvolvidos para o projeto foram um cadinho, uma lança obturadora do furo de vazamento do cadinho e um molde. Todos acessórios foram usinados no CDTN a partir de blocos monolíticos de grafita (Figura 38). O cadinho tinha 97mm de diâmetro interno, 130mm de altura interna, 10mm de espessura e continha o furo para vazamento de corrida. Tinha capacidade volumétrica útil de 605cm³ e uma capacidade de fusão de 1,638 Kg para a liga 1350. A lança obturadora do furo de vazamento do cadinho era composta pela haste obturadora e o cabeçote de conexão com a manopla externa de içamento, a qual era acionada externamente ainda com o forno fechado, permitindo o vazamento da corrida. O molde era bipartido e simétrico, com cada metade com dimensões do corpo prismático de 120mm de altura x 35mm de largura e 8mm de profundidade, assim a espessura de fundido é 16mm, as quais foram unidas hermeticamente para formar a cavidade do molde de fundição.

Figura 38 - Acessórios de fundição para o projeto. A) Cadinho, B) Lança; C) molde



A

B

C

Fonte: Autor, 2025

4.3 Procedimentos

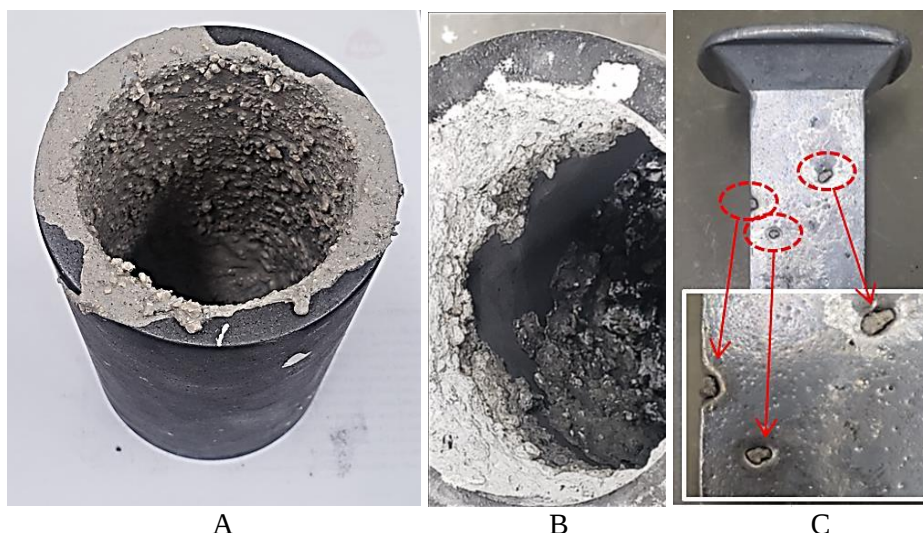
4.3.1 - Obtenção dos nanocompositos de alumínio-grafeno

4.3.1.a – Fundições experimentais

Buscando otimizar a execução das corridas de fabricação dos materiais experimentais a serem caracterizados para esta pesquisa, foram planejados alguns experimentos com o fito de aumentar e uniformizar a dispersão do grafeno na matriz metálica.

Experimento 1 – Revestimento refratário de cadinho de grafita : Durante revisão bibliográfica, foi apurado que uso de cadinhos e moldes de grafita poderia trazer risco de contaminação de carbono das ligas metálicas fundidas (NTIS, 1974). Como no LabCoN CDTN somente havia o cadinho e o molde de grafita confeccionado para o projeto, foi tentado eliminar este risco de contaminação, executando uma corrida exploratória com o cadinho de grafita revestido com cimento refratário sílico-aluminoso (Figura 39-A) , porem a insuficiente adesão à quente do revestimento aplicado por pintura gerou inclusões não-metálicas de refratário (Figura 39-B e 39-C). Dada esta limitação e também pela impossibilidade de revestir o molde de grafita, optou-se por manter o planejamento de uso do cadinho e molde de grafita, porem foi adicionada uma caracterização adicional ao plano de provas que consistiu numa checagem de contaminação de carbono após a fundição no CDTN, tanto da liga-controle 1350, quanto dos 4 nanocompósitos a serem fabricados, não tendo sido confirmada a contaminação por carbono na liga-controle.

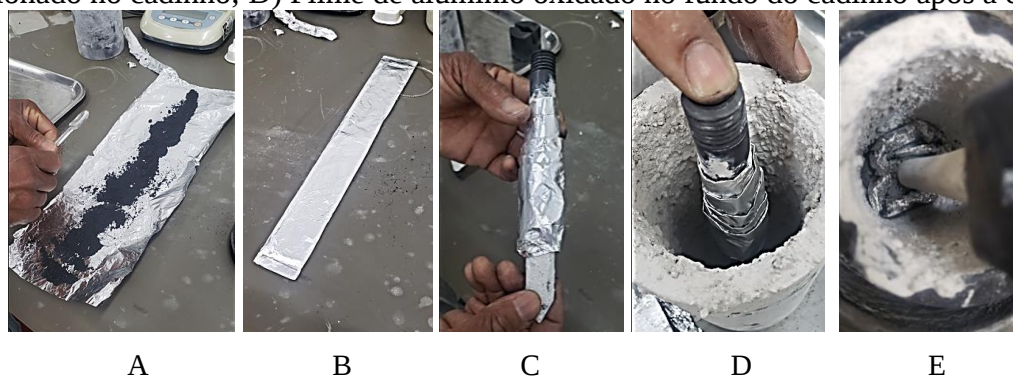
Figura 39 - Experimento de revestimento do cadinho com refratário sílico-aluminoso. A) Cadinho antes corrida; B) Cadinho após corrida; C) Inclusões não metálicas no fundido.



Fonte: Autor, 2025

Experimento 2 – Envelopamento do grafeno: Foi usada a técnica de envelopamento do grafeno carregado no cadinho usando filme de alumínio (Figuras 40-A a D) a fim de dosar a liberação do grafeno no banho. Intencionava-se que a liberação da carga do grafeno somente começasse a ocorrer após o banho de alumínio ter sido formado. O filme de alumínio seria dissolvido, liberando o grafeno de forma mais lenta no banho e assim a absorção do mesmo seria mais gradual, favorecendo sua molhabilidade e dificultando eventual aglomeração. Entretanto, ao final da corrida constatou-se que o filme de alumínio não se fundiu e reteve grande parte do grafeno ainda envelopado. (Figura 40-E). Como antes da fusão se fez vácuo e a fusão foi sob atmosfera inerte, concluiu-se que o filme de alumínio comercial usado para envelopamento já possuía uma espessa camada de óxido de alumínio (Al_2O_3), gerado por passivação, o que impediu sua fusão, haja vista que o Al_2O_3 é refratário, com ponto de fusão igual a 2073°C , bem acima da temperatura operacional.

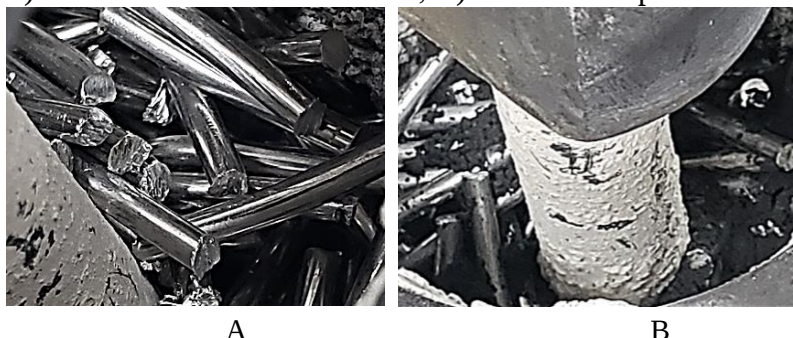
Figura 40 – Experimento de envelopamento do grafeno com filme de alumínio. A) Carga grafeno sob o filme; B) Envelope alumínio-grafeno; C) Envelope envolto na lança; D) posicionado no cadinho; E) Filme de alumínio oxidado no fundo do cadinho após a corrida.



Fonte: Autor, 2025.

Experimento 3 – Fracionamento do cabo de alumínio: Para facilitar o balanço de massa das cargas e melhorar o empacotamento, o cabo condutor foi cortado na forma de filamentos com comprimento inferior a 30mm (Figura 41-A). Houve melhoria do empacotamento da carga como pode ser visto pelo emaranhamento do grafeno com os grânulos de alumínio (Figura 41-B).

Figura 41 – A) Grânulos do cabo no cadinho; B) Efeito de empacotamento grafeno-fio Al



Fonte: Autor, 2025

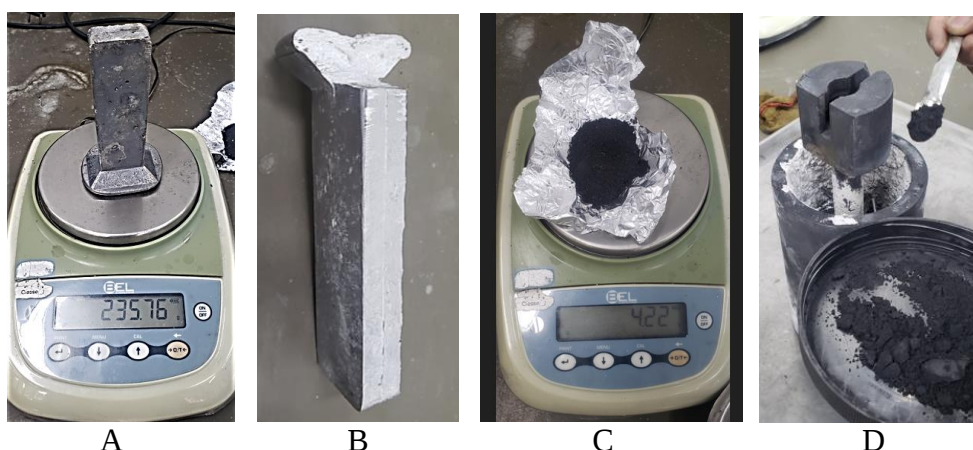
Pode-se observar na figura 41 que a granulação do cabo condutor de alumínio de fato facilitou seu carregamento no cadinho e aumentou a taxa de empacotamento da carga no interior do cadinho, e com isso aumentou a área de contato sólido-sólido, o que favoreceu a dispersão do grafeno sólido na massa do alumínio fundido.

4.3.1.b - Fundição dos nanocompósitos

A preparação prévia dos materiais experimentais (cabos de alumínio e as nanoplaquetas de grafeno de múltiplas camadas) e a elaboração das 5 corridas de fundição conforme figura 31, foram realizadas no Laboratório de Combustível Nuclear do CDTN, com supervisão do autor.

Inicialmente, foram feitas algumas corridas exploratórias com carga de 100% de alumínio para definir qual era a massa de alumínio asseguraria enchimento do molde sem rechupe de contração desclassificante do lingote, tendo sido apurado ser 235,76g (Figura 42), a qual foi a massa-padrão para fazer o balanço de massa das corridas conforme teor de grafeno (tabela 07).

Figura 42 – A) Lingote experimental; B) Lingote experimental cortado para avaliar penetração de rechupe; C) Balança usada para dosagem; D) Carga manual do cadinho



Fonte: Autor, 2025

Tabela 07 - Dosagem de materiais para cada corrida de fundição

Corrida	Liga AA1350		Grafeno		Massa lingote [g]
	massa [g]	% peso	massa [g]	% peso	
1 - Liga controle AA1350	235,76	100,0%	0,00	0,0%	235,76
2 - AA1350-0,5GNP	234,58	99,5%	1,18	0,5%	235,76
3 - AA1350-1,0GNP	233,40	99,0%	2,36	1,0%	235,76
4 - AA1350-1,5GNP	232,22	98,5%	3,54	1,5%	235,76
5 - AA1350-2,0GNP	231,04	98,0%	4,72	2,0%	235,76

Fonte: Autor, 2025

Após diversas corridas exploratórias, o procedimento operacional para fundição foi padronizado. A primeira operação consistia de posicionar o molde de grafita montado no interior da câmara do forno, posicionado sob a bobina de indução (Figura 43-A), seguido do posicionamento do cadinho carregado, com a montagem da lança obturadora e a haste do agitador mecânico previamente montada (Figura 43-B). Então fechava-se a câmara do forno e finalizava-se a montagem dos dispositivos de içamento da lança obturadora de vazamento e da haste de agitação.

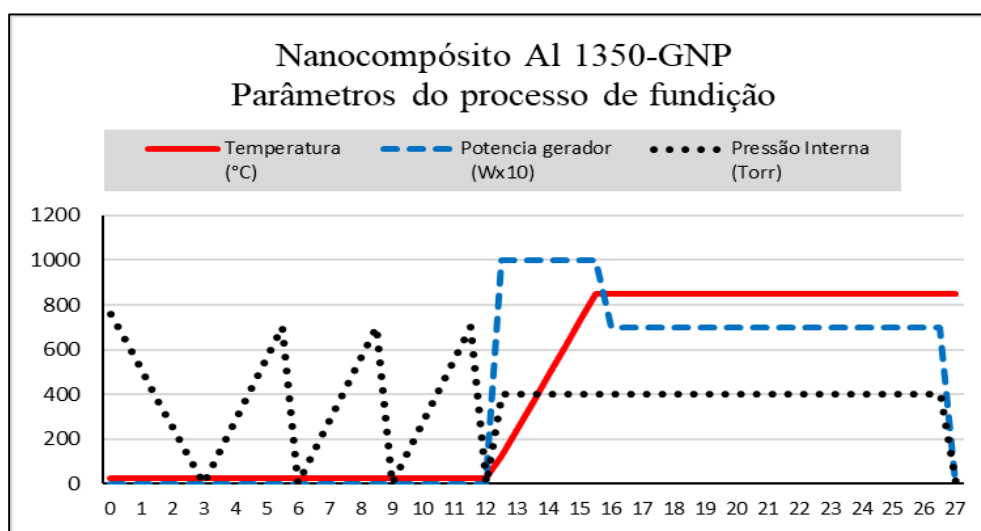
Figura 43 – A) Molde sob a bobina; B) Posicionamento do cadinho e haste de agitação



Fonte: Autor, 2025

Em seguida, fechava-se hermeticamente a câmara de fusão e iniciava-se o ciclo de purga do ar atmosférico interior, que prosseguia até formar pressão de vácuo de $1,0 \times 10^{-3}$ Torr. A partir desta etapa do processamento, operava-se o processo de fundição conforme as parametrizações de temperatura, pressão de atmosfera interna e potência de alimentação do gerador da bobina conforme figura 44. Para gerar a atmosfera de fundição, inicialmente foram feitos 3 ciclos de purga de ar atmosférico presente na câmara para gerar o vácuo, fechou-se a válvula de acesso ao ducto da bomba de vácuo e iniciou-se a formação da atmosfera inerte, pela admissão do argônio grau pureza 5, com pressão de injeção máxima de 15 Kgf/cm^2 até pressão da câmara atingir 700 Torr. Depois mantinha-se a pressão interna da câmara acima de 400 Torr, através do controle da vazão de argônio;

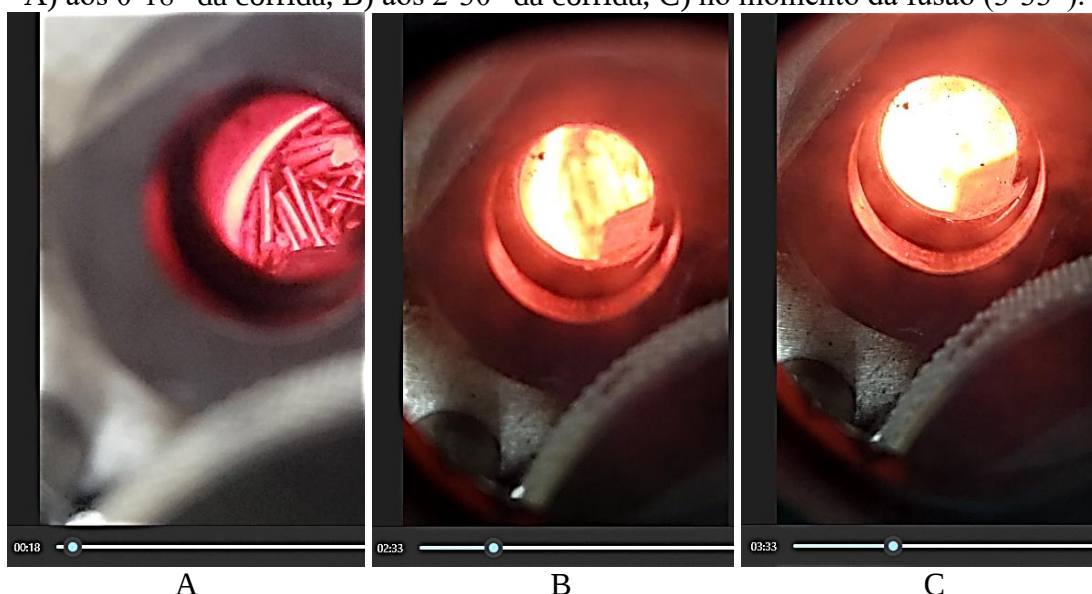
Figura 44 – Ciclo de parâmetros operacionais do forno



Fonte: Autor, 2025

O aquecimento da carga ocorreu por efeito Joule, pela ação das correntes parasitas induzidas na mesma. A operação do forno foi a baixa frequência, a corrente e potência do gerador foram respectivamente 160A e 10kW, a corrente de excitação foi 1,0A, a tensão no barramento foi 80V. Com esta parametrização operacional objetivou-se baixa taxa de fusão da carga, a formação de toróides parasitas mais profundos após a fusão da carga e a geração intensa de correntes parasitas. Após confirmação da fusão da carga de alumínio, iniciou-se o monitoramento do aquecimento pelo visor da câmara e a medição da temperatura do forno. Na taxa de aquecimento ajustada, a fusão ocorreu em aproximadamente aos 3 minutos e 33 segundos, conforme Figura 45.

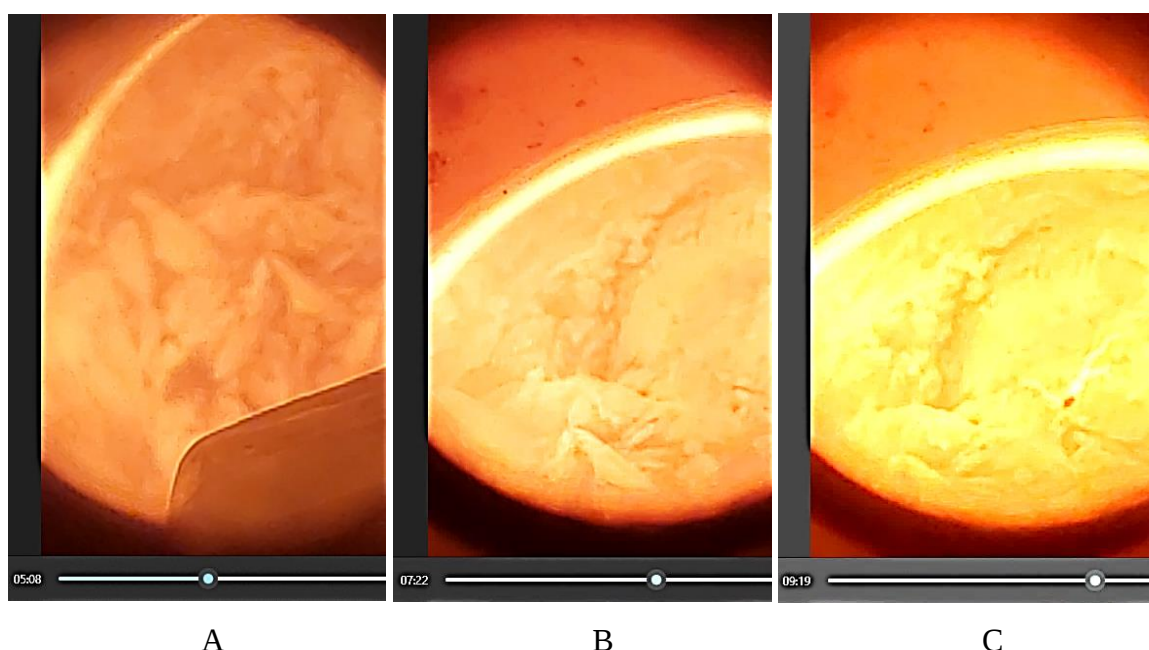
Figura 45 – Monitoramento visual do aquecimento da carga.
A) aos 0'18" da corrida, B) aos 2'30" da corrida, C) no momento da fusão (3'33").



Fonte: Autor, 2025

Tendo a fusão da carga sido constatada através do visor ótico, reduzia-se a potência do gerador para 7kW e ajustava-se as variáveis da bobina de indução para regime de estabilização de temperatura do banho em no máximo 820°C e reduzia-se a frequência, objetivando geração das correntes parasitas que agitassem mais profundamente o banho pela formação dos toróides parasitas ao longo da coluna do banho. Paralelamente, iniciava-se a agitação mecânica girando externamente à câmara a haste do agitador acoplada a lança obturadora do furo do cadinho, por 10 minutos a 30 rotações por minuto.

Figura 46 – Monitoramento visual do banho e constatação da flutuação do grafeno. A) aos 5'08"; B) aos 7'22"; C) aos 9'19" da fase refino, cuja duração era de 10 minutos.



Fonte: Autor, 2025

Neste ponto, é importante justificar a motivação da adoção da agitação mecânica, como ação coadjuvante à agitação eletromagnética, pois inicialmente não era prevista no escopo do projeto. Foi decorrência da constatação durante o monitoramento da fase de refino das corridas exploratórias, da ocorrência do fenômeno de flutuação do grafeno (Figura 46) e, embora a agitação por correntes parasitas fosse aumentada ao máximo, esta camada de grafeno flutuante não se dissolvia no banho e ao final da fundição uma camada de grafeno residual se depositava no topo do lingote (Figura 47-A) resultando perdas entre 30 e 50% do grafeno adicionado. Com a adaptação de haste de agitação mecânica, cujas aletas impulsoras foram soldadas numa posição projetada para gerar um vórtice no banho capaz de romper e succionar a camada de grafeno flutuante, houve redução do grafeno residual não absorvido pelo banho (Figura 47-B)

Figura 47 – Grafeno residual no topo do lingote com 2% GNP em corridas exploratórias.
A) sem agitação mecânica; B) com agitação mecânica



A

B

Fonte: Autor, 2025

Finalizado o tempo de refino padronizado de 10 minutos, fazia-se o vazamento do cadinho, pelo içamento externo da lança obturadora, diretamente no molde de grafite. Durante toda operação de vazamento era garantida a presença de atmosfera inerte de argônio. Decorrida cerca de 1 hora após o vazamento, se fazia a desmoldagem do lingote (Figura 48).

Figura 48 – Desmoldagem. A) Molde montado como extraído do forno; B) Lingote fundido.



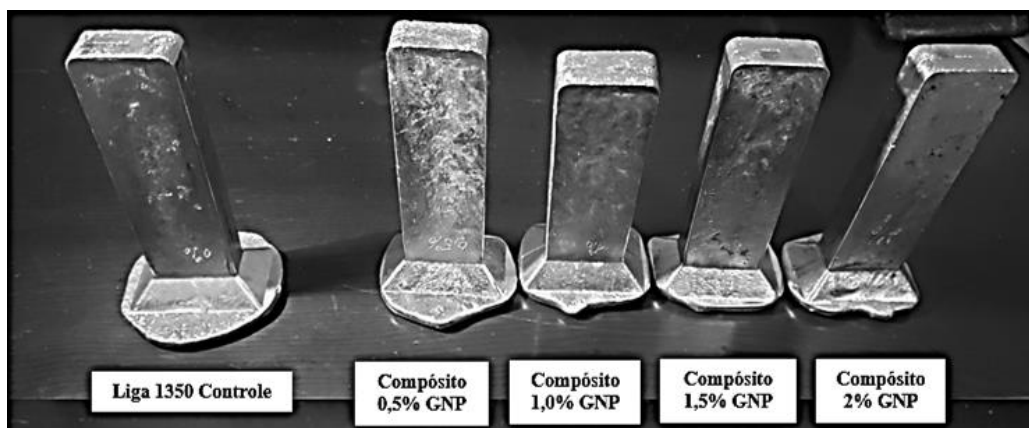
A

B

Fonte: Autor, 2025

Este procedimento padronizado foi repetido para todas corridas planejadas conforme esquema da figura 31, resultando nos lingotes vistos na figura 49.

Figura 49 – Lingotes de liga-controle 1350 e dos nanocompósitos alumínio-grafeno.

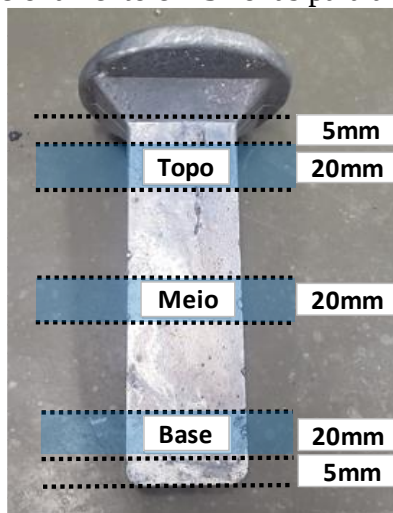


Fonte: Autor, 2025

4.3.2. - Caracterização dos nanocompósitos alumínio-grafeno

Para amostragem dos corpos de prova a serem avaliados conforme o plano de caracterização esquematizado nas figuras 31 e 32, elaborou-se um plano de seccionamento de cada lingote de forma a permitir amostragens em triplicata. Na figura 50 vemos o plano de corte dos lingotes. As medições em triplicata é função do seccionamentos do corpo prismático do lingote na base, no meio e no topo.

Figura 50 – Esquema de seccionamento em 3 zonas para amostragem em triplicata



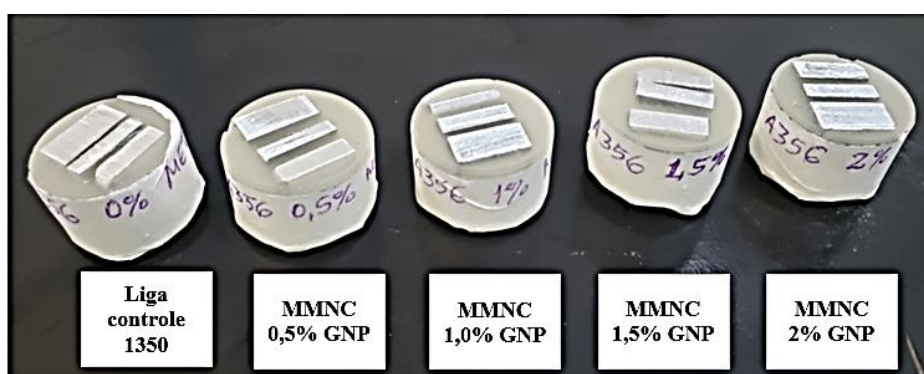
Fonte: Autor, 2025

Cada secção de amostragem teve volume 35mm x 20mm x 16mm, tomando o cuidado das secções de base e topo terem descarte de 5mm em relação a extremidade, no caso da base, e 5mm abaixo do massalote, no caso do topo. As amostras extraídas dos lingotes obtidos permaneceu bruta de fusão, não tendo sido feito quaisquer tratamento térmico ou mecânico que modificasse esta microestrutura.

4.3.2.1 - Microscopia ótica (MO)

Para ensaios de metalografia, as amostras foram cortadas transversalmente e embutidas em resina metacrilato de metila de cura a frio. Em seguida ao embutimento, as amostras foram lixadas manualmente utilizando lixas 400, 600, 1000, 1500 e 2000 mesh. Foi efetuado polimento manual por meio de panos com diamante policristalino em suspensão de $9\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ e $1\mu\text{m}$, e por fim, polimento com solução aquosa de sílica coloidal $0,05\mu\text{m}$, até que a superfície se apresentasse espelhada (figura 51).

Figura 51 – Embutimento de amostras da base, meio e topo do lingote da liga-controle e dos nanocompósito com 0,5-1,0-1,5-2,0% de nanoplaquetas de grafeno.



Fonte: Autor (2025)

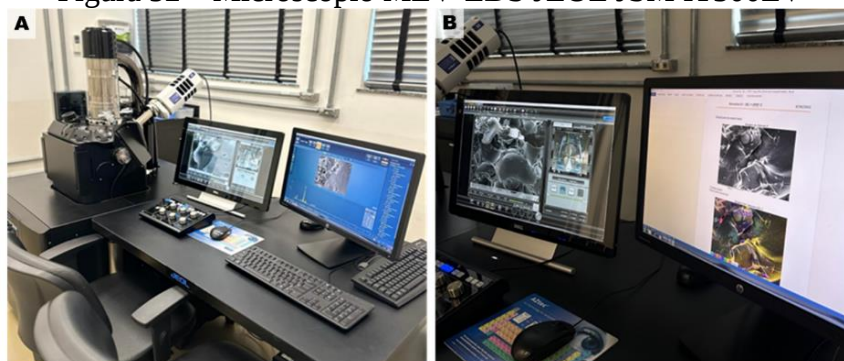
Primeiramente foi feita análise micrográfica sem ataque com intuito de melhor percepção de aglomerados de grafeno. Para a análise micrográfica com ataque químico foi usado o reagente químico ASTM No. 1B (Reagente de Flick) adequado para ligas de alumínio comercialmente puro, composto por 1,0ml de ácido hidrófluorídrico e 200ml de água desmineralizada, indicado para revelar os contornos de grão dendríticos pela técnica de ataque com esfregamento entre polimentos.

4.3.2.2 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) incrementou muito a análise microestrutural obtida por MO, notadamente pela possibilidade da visualização, com alta resolução e maiores aumentos, da estrutura e topografia da superfície em análise dos nanocompósitos. Assim, com o MEV se objetivou observar a presença de nanografeno e sua eventual ligação interfacial com a matriz de alumínio.

O microscópio eletrônico de varredura Jeol JSM IT300LV do Laboratório de Microscopia Avançada da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais (PUC/MG) (Figura 52) foi usado para esta análise.

Figura 52 – Microscópio MEV-EDS JEOL JSM IT300LV



Fonte: Carvalho *et al*, 2024

As mesmas superfícies metalográficas usadas para obter as micrografias óticas da secção média foram as usadas para as análises MEV.

4.3.2.3 - Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

O MEV do Laboratório de Microscopia Avançada da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais (PUC/MG) está equipado com um detector Oxford EDS, o que possibilitou simultaneamente à geração das imagens eletrônicas da microestrutura, obter-se a composição química semi-quantitativa de pontos selecionados sobre a microestrutura obtida, que se mostraram relevantes para confirmar a presença de grafeno no nanocompósito e a tendência a formação de inclusões de grafeno.

4.3.2.4 - Mapa de composição por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Outra caracterização executada pelo EDS foi a elaboração do Mapa de Composição EDS dos elementos de liga que compuseram o nanocompósito, notadamente do carbono, que forneceu informação quanto a absorção e uniformidade do mesmo na matriz de alumínio. É importante ressaltar que a detecção de elementos leves, como o carbono, é mais difícil em MEV-EDS porque a energia dos raios X característicos estes elementos emitem é muito baixa, resultando em uma menor intensidade de sinal e maior probabilidade de sobreposição de espectros com raios X de elementos mais pesados, além de serem mais facilmente absorvidos pelo próprio detector ou pela amostra. Portanto, valores detectados de teor de carbono podem variar em relação ao teor de grafeno adicionado.

4.3.2.5 - Fluorescência de Raios X – Teor carbono absorvido (FRX)

Uma medição adicional do teor de carbono na matriz também foi feita por meio da análise FRX no equipamento Shimadzu EDX 720 da Hexografeno de Santa Luzia/MG. Tal qual o EDS, há limitação da técnica de fluorescência de Raios X para detectar elementos leves, entre os quais o carbono, por isso adotou-se um protocolo de ensaio no qual as indicações espectrais dos elementos leves fossem acumulada e registradas como sendo carbono oriundo do grafeno.

4.3.2.6 - Difração de Raios X (DRX)

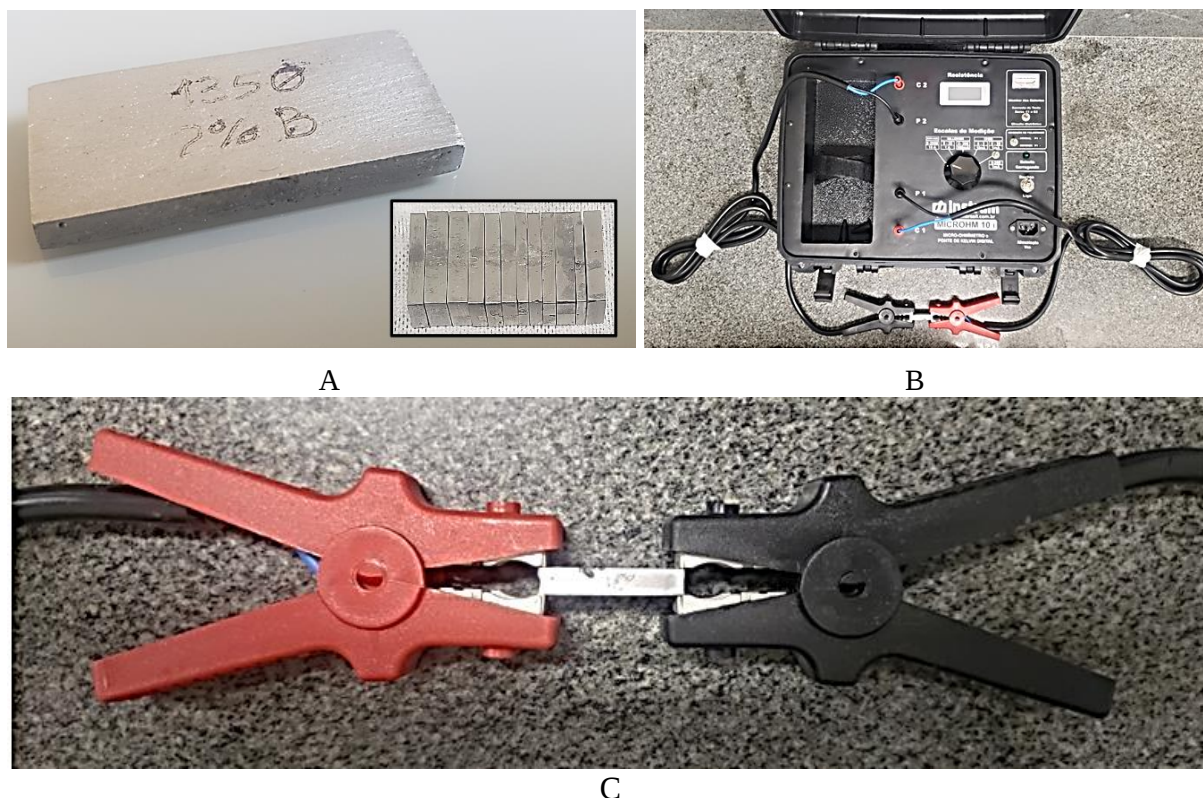
Esta análise visa a caracterização das estruturas cristalinas de constituintes da liga-controle alumínio 1350 e dos nanocompósitos alumino-GNP obtidos. As medições foram realizadas no Laboratório de Caracterizações do Departamento de Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET/MG) usando o equipamento Shimadzu XRD-7000 com fonte de radiação monocromática $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0.154056 \text{ nm}$) com tensão de 40 kV e corrente de 30 mA, com ângulo de varredura 2θ entre 10° e 80° e com velocidade de varredura $2^\circ/\text{min}$. Os dados brutos da análise foram processados por meio do software MS-Excel, cujo gráfico foi comparado com o banco de dados #65-2869 do (JCPDS) para identificar as fases da liga de alumínio presentes nas amostras. Adicionalmente, os difratogramas foram comparados com o banco de dados ICSD para identificar o carbeto de alumínio Al_4C_3 (GESING, 1995), fase cerâmica formada pela ligação entre o alumínio da matriz e o nanoreforço de grafeno.

4.3.2.7 - Condutividade Elétrica

O processo de caracterização elétrica dos nanocompósitos se iniciou pela medições de resistência elétrica de amostras prismáticas de seção retangular regular (Figura 53-A) com micro-ohmímetro com ponte Kelvin digital marca INSTRUM 10i do Laboratório de Engenharia de Materiais (DEMAT) do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET/MG). Este micro-ohmímetro utiliza o método de Ponte Kelvin para medição, fazendo leituras diretas da resistência elétrica na faixa de $1 \mu\Omega$ até 200Ω , incerteza de medição de $\pm 0,25\%$ entre 15 e 35°C , e correntes de prova entre 1mA até 10A . Em função da baixa resistividade elétrica das ligas de alumínio EC, a escala de medição adequada foi a de 0 a $2000 \mu\Omega$, cuja resolução é de $1 \mu\Omega$ com corrente de medição de 10 A (Figura 53-B). Este instrumento é composto por um medidor de corrente interno, ligado por meio de cabos a um material com resistência conhecida em uma das extremidades, e na outra extremidade dos cabos, possui dois grampos com conectores pré-dispostos para ligação ao material a ser testado. Por meio da circulação de uma pequena tensão aplicada no circuito, é possível medir a resistência do material a ser testado pelo princípio da proporcionalidade, por meio do Efeito Hall. (Figura 53-C).

A amostragem para determinação da resistência elétrica foi em triplicata, sendo que cada nanocompósito teve corpos de prova extraídos da base, meio e topo dos lingotes de cada nanocompósito (0,5% - 1,0% - 1,5% - 2,0% de grafeno) e mais 3 amostras da liga de controle, perfazendo um total de 15 amostras. As medições foram obtidas sob temperatura ambiente de 20°C , tornando desnecessária a conversão para temperatura de referência 20°C .

Figura 53 - A) Corpos de prova para medição de resistência elétrica; B) Micro-ohmímetro com Ponte Kelvin digital; C) Corpo de prova montado entre pontas de prova do micro-ohmímetro.



Fonte: Autor, 2025

Os valores de resistência de cada amostra foram das médias aritméticas das resistências obtidas conforme a técnica de medição da resistência via corrente direta e via corrente reversa. Esta técnica, além de confirmar a consistência das medições de resistência de cada amostra (caso houvesse divergência maior que $1\mu\Omega$ entre o valor da medição direta em relação ao de medição inversa), contribuiu para minimizar o erro de medição devido: i) aumento da acuracidade de medição dada a baixíssima resistividade obtida com os nanocompósitos, ii) eliminar erros sistemáticos que possam surgir da instrumentação ou da configuração de prova, iii) cancelamento da ação de força eletromotriz (fem) térmica e iv) compensação de variação devido resistência de contato das pontas de prova. (ASTM, 2002).

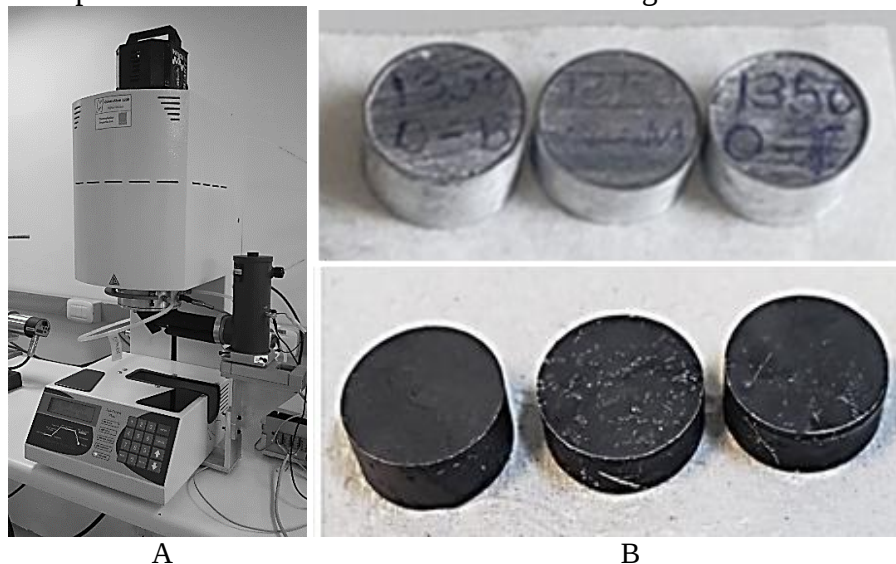
A partir das medições de resistência elétrica foram calculadas a condutividade elétrica e índice IACS de cada amostra, conforme equações 04 e 05.

4.3.2.8 - Condutividade Térmica

Para a determinação da difusividade térmica das amostras foi utilizado um difusímetro QuadruFlash 1200 da marca Protolab (Figura 54-A), do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (LMPT/CDTN). Este difusímetro consiste em uma lâmpada de xenônio de 1200J responsável pelo pulso de energia, um conjunto de três termopares, um forno à vácuo e uma unidade de aquisição e tratamento do sinal elétrico.

Os corpos de prova foram discos Ø12mm x 2,0mm espessura. (Figura 54-B). Foram tomados cuidados para minimizar fontes de incertezas de medição relativas à amostra, tais como, recobrir as amostras com grafita coloidal para aumentar sua absortividade e garantir a planicidade e paralelismo das faces da amostra num nível inferior a 0,1mm.

Figura 54 – A) Difusímetro QuadruFlash 1200; B) Corpos de prova pré-usinados e posteriormente retificados e revestidos com grafita coloidal.



Fonte: Autor, 2025.

As espessuras das amostras variaram e foram medidas à temperatura ambiente, para minimizar a incerteza associadas com a expansão térmica da amostra, incluindo as incertezas do instrumento de medição de temperatura (calibração, resolução, tempo de resposta, etc). (GROSSI *et al*, 2007)

4.3.2.9 - Microdureza Vickers

Para caracterização mecânica dos nanocompósitos e liga de controle foram realizadas medições de microdureza Vickers. O equipamento de medição utilizado foi um microdurômetro Shimadzu HMV-2T do laboratório de metalografia do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET/MG). De cada secção amostrada (Topo, Meio e Base) foram feitas 3 microidentações, perfazendo n=9 medições por amostra. Os parâmetros foram carga da indentação de 9,81N (0,1Kgf) e tempo de indentação de 15 segundos. As medições das diagonais das indentações foram manualmente obtidas com uso da objetiva de 40x.

5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados encontrados após execução do plano de caracterização descrito no figura 33 dos nanocompósitos obtidos por meio dos procedimentos experimentais descritos no capítulo 4.

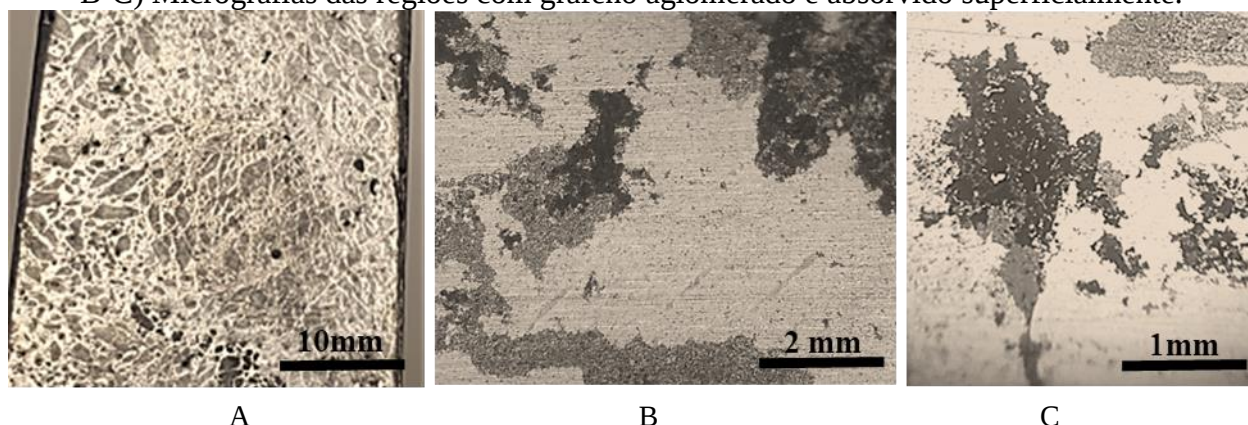
5.1- Microscopia ótica (MO)

5.1.1 - Micrografias sem ataque

A preparação de micrografias sem ataque permitiu a caracterização visual da distribuição do grafeno, notadamente pela identificação de macro-inclusões não-metálicas correspondentes a aglomeração do nanoreforço, as quais se destacaram visualmente sobre o fundo claro da matriz de alumínio α .

Após a processo de fundição, também verificou-se a presença de incrustações escurecidas nas faces dos lingotes, que sugeriam tratar-se de grafeno absorvido superficialmente. Foi executada uma micrografia da superfície do lingote (Figura 55-A), na qual foi retirada a camada superficial por lixamento e polimento, comprovando haver aderência sub-superficial entre estas películas de grafeno e a matriz (Figura 55-B e C).

Figura 55 – A) Presença na superfície do lingote de incrustações de grafeno não absorvido, B-C) Micrografias das regiões com grafeno aglomerado e absorvido superficialmente.

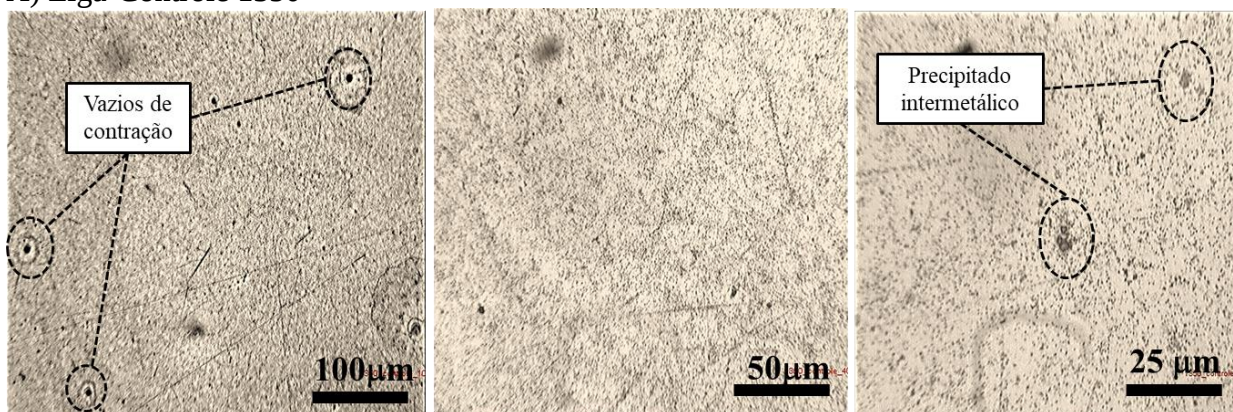


Fonte: Autor, 2025

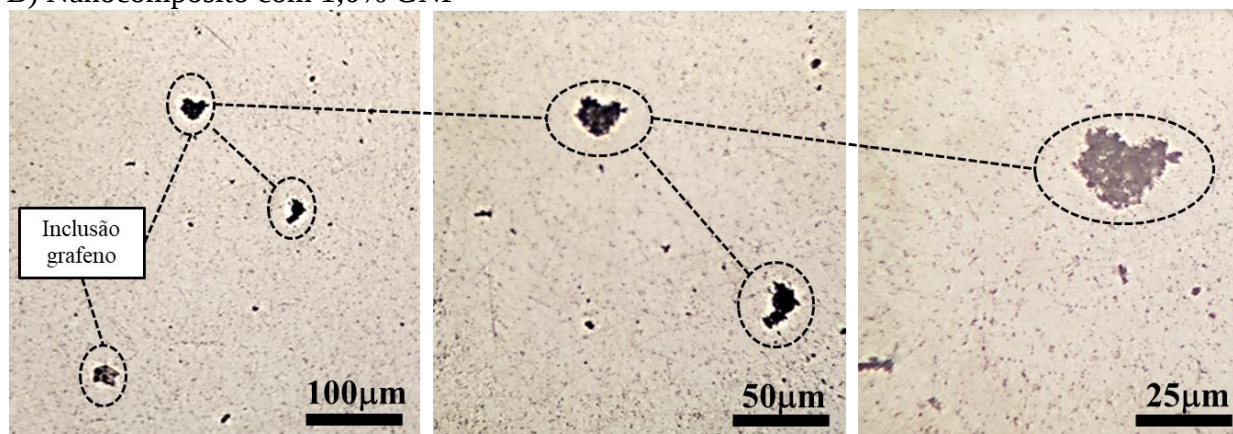
Em micrografias feitas nas secções amostrais internas (base-meio-topo dos lingotes) foram detectadas aglomerações de nanoplacas de grafeno. Esta detecção foi independente do teor de grafeno adicionado (Figura 56).

Figura 56 - Presença na seção transversal do lingote de inclusões de grafeno.

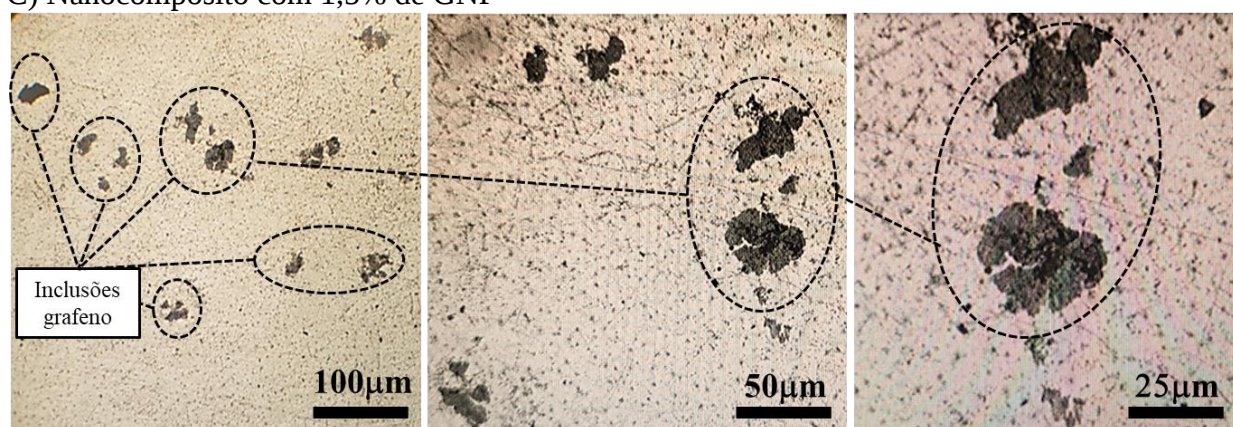
A) Liga-Controle 1350



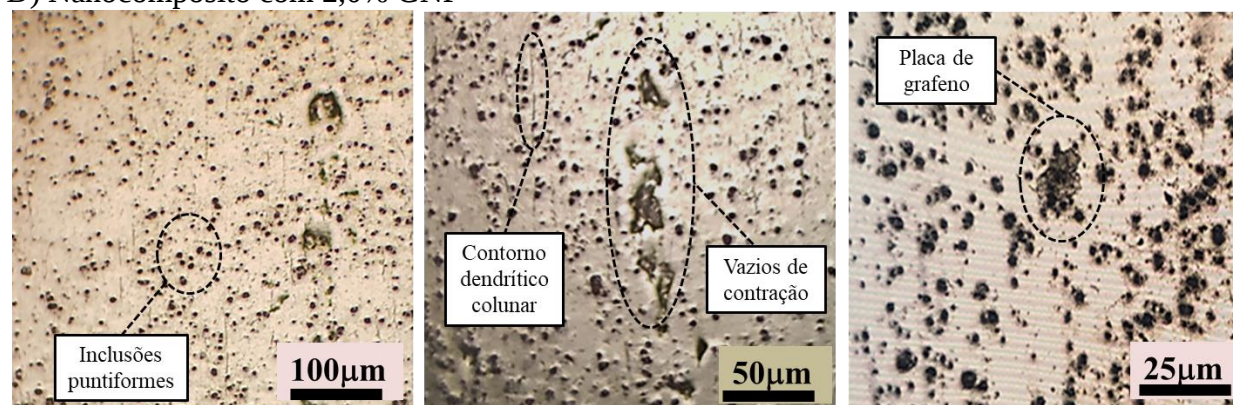
B) Nanocompósito com 1,0% GNP



C) Nanocompósito com 1,5% de GNP



D) Nanocompósito com 2,0% GNP

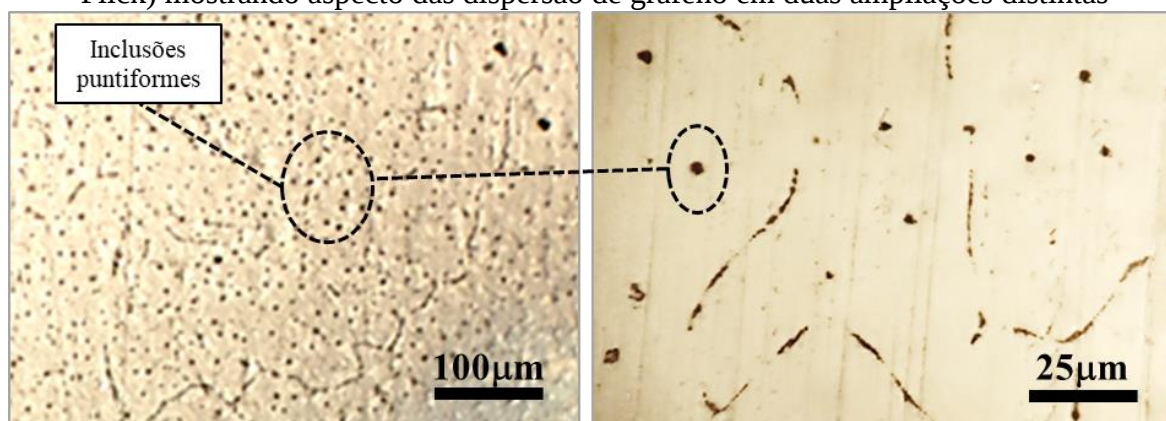


A micrografia da liga-controle mostra ausência de inclusões de grafeno e contaminação por grafita do cadinho (figura 57-A). As micrografias dos nanocompósitos (figuras 57-B-C-D) revelam que parece haver coerência entre a quantidade das inclusões de grafeno na matriz e o seu teor de adição. Outros aspectos relevantes foram a tendência à aglomeração granulosa de grafeno, notadamente para o teor de 2% GNP, e a presença de nanoplacas de grafeno com cerca de 25µm de diâmetro, coerentemente com a indicação de tamanho máximo de nanoplaca informada pela tabela 2 da folha técnica do grafeno HP10 (Anexo1) utilizado na preparação dos nanocompósitos. A morfologia puntiforme finamente dispersa do grafeno é favorável a ganhos de condutividades elétrica e térmica.

5.1.2 – Micrografia com ataque

O ataque com reagente de Flick revelou escassos contornos dendríticos e mostrou a morfologia típica de ligas de alumínio comercialmente puras na condição brutas de fusão, quando submetidas a resfriamento de solidificação rápido, como foi no caso do processamento no CDTN. No entanto, um fato relevante foi a profusa dispersão puntiforme, que provavelmente são de nanografeno na matriz (Figura 57), o que foi corroborado pela detecção de carbono via MEV-EDS (Figura 61) e nos Mapas de composição elementar EDS (Figura 62).

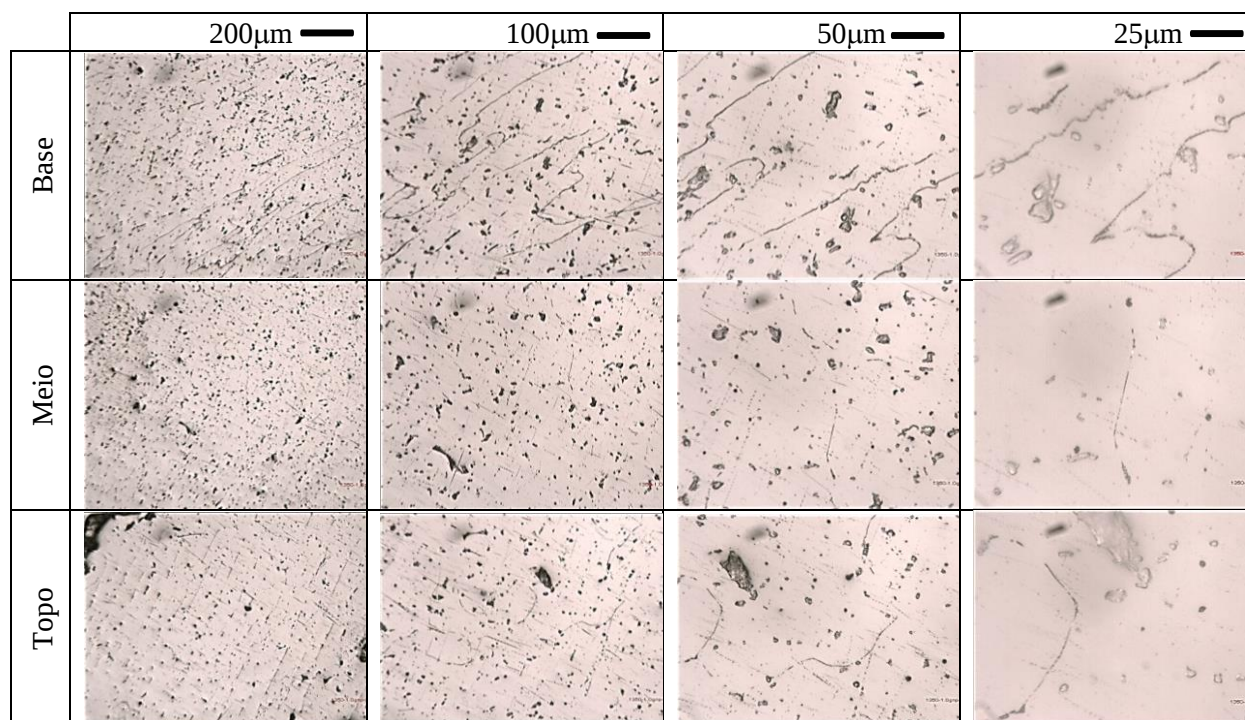
Figura 57 - Micrografia da estrutura bruta de fusão (nanocompósito atacado com reagente de Flick) mostrando aspecto das dispersão de grafeno em duas ampliações distintas



Fonte: Autor, 2025

Na sequência abaixo temos um mapa micrografico de acordo com secção do lingote, sendo demonstrado o exemplo do nanocompósito 1% GNP. As micrografias confirmam a presença de inclusões de grafeno sobre matriz Al-α e contornos dendríticos. A presença de microvazios de contração nos contornos dendríticos foi mais frequente na seção de topo do lingote, coerente com o fato de ser a última porção do lingote a se solidificar (Figura 58).

Figura 58 - Micrografias das seções do nanocompósito com 1,0% GNP. Para cada secção, a mesma região amostral foi submetida aos aumentos indicados.



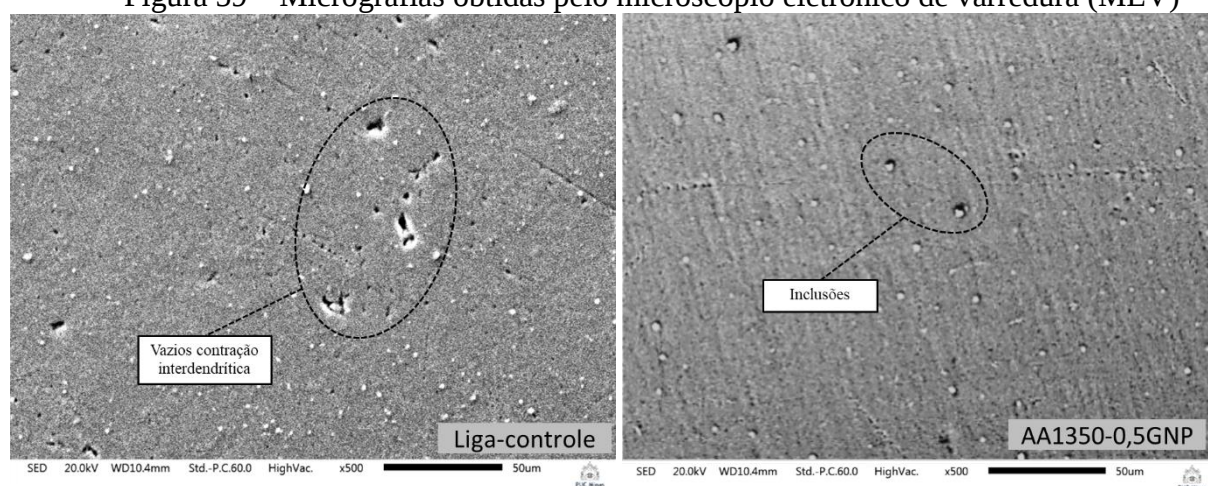
Fonte: Autor,2025

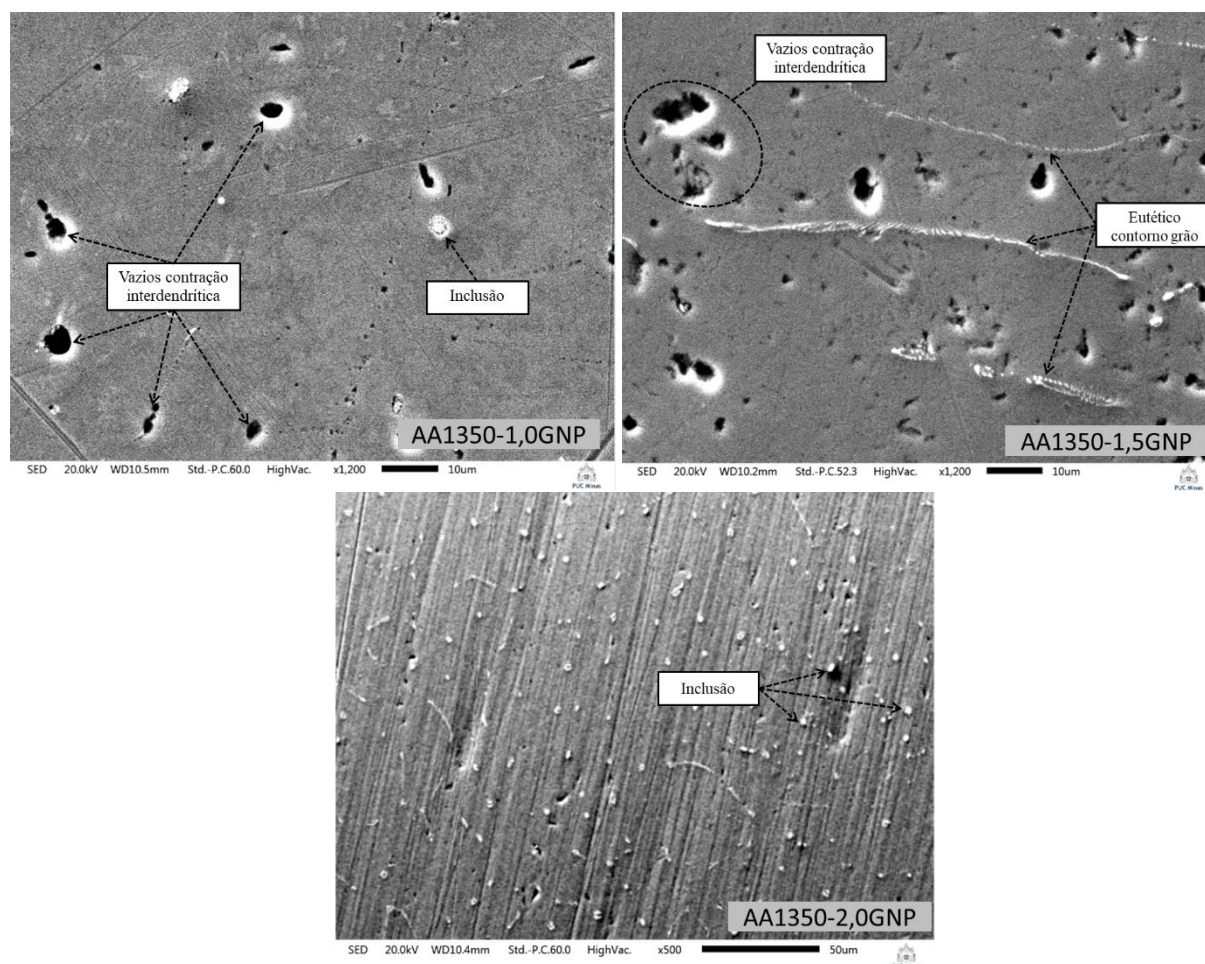
5.2 – Microscopia Eletrônica

5.2.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para obtenção das imagens por Microscopia Eletrônica de Varredura foram usadas as mesmas amostras da seção do meio dos lingotes caracterizadas por microscopia ótica, tanto da liga-controle 1350, assim como dos 4 nanocompósitos alumínio-grafeno (Figura 59).

Figura 59 – Micrografias obtidas pelo microscopio eletrônico de varredura (MEV)





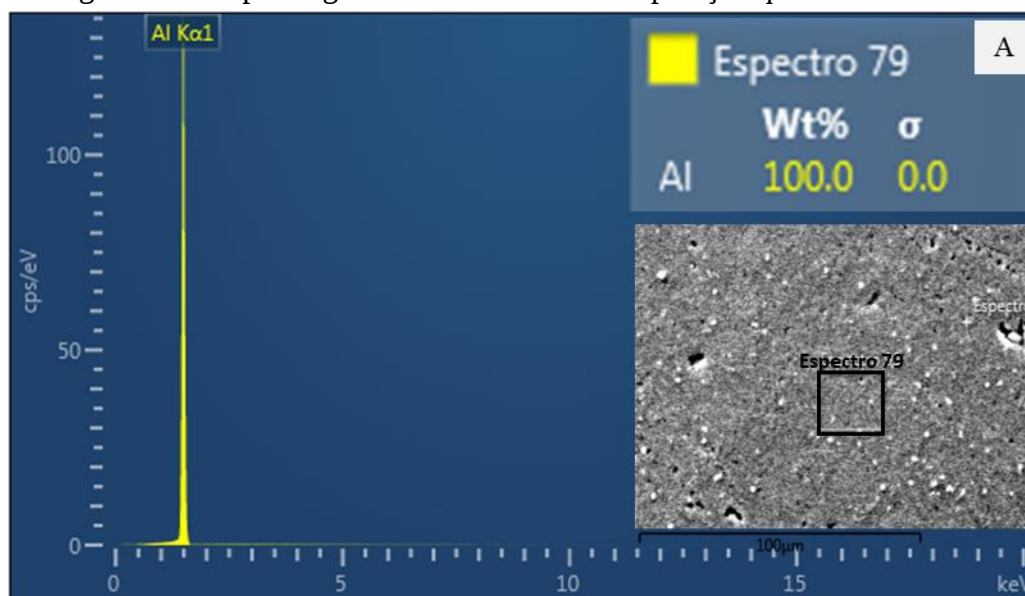
Fonte: Autor, 2025

As micrografias MEV acima foram obtidas da liga-controle 1350 (A) e dos nanocompósitos com 0,5% GNP (B), 1,0% GNP (C), 1,5% (D) e 2% (E). Não foram discernidos com os aumentos aplicados (500x e 1200x) as inclusões de grafeno na áreas escaneadas, mas foi percebida a ocorrência de estruturas puntiformes brancas regularmente dispersas na matriz, que seriam alvo de análise subsequente por EDS. Com ampliações de 1200x foi evidenciada a uma extensa ocorrência de microvazios de contração interdendrítica.

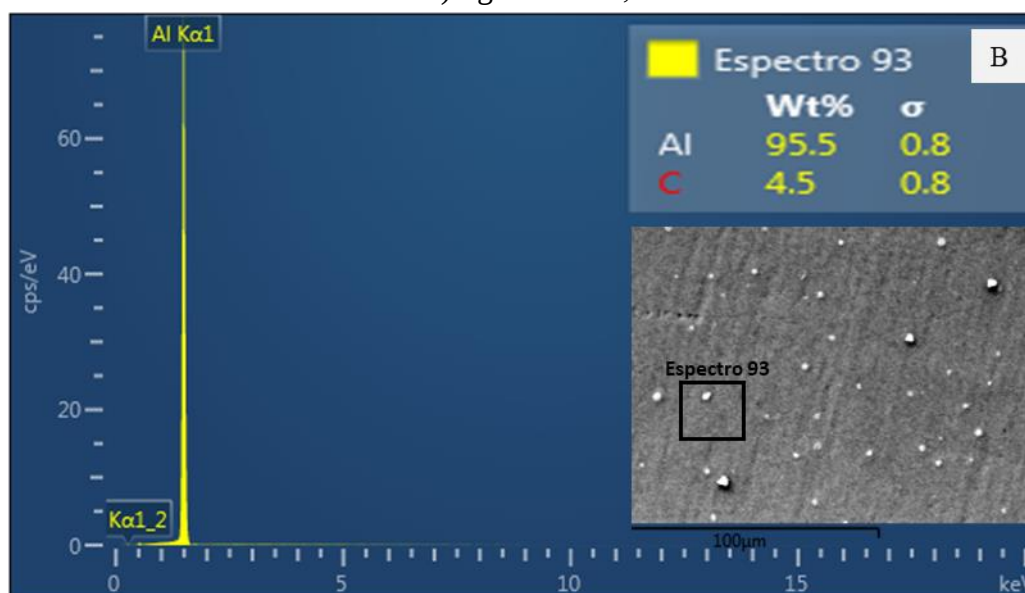
5.2.2 – Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS)

Os espectros da composição química de pontos das micrografia MEV selecionados são apresentados abaixo na figura 60. Foi anexada a imagem MEV e a ponto de varredura amostrado para gerar o espectro. Os pontos foram escolhidos e escaneados com objetivo principal de verificar a absorção de carbono na matriz do nanocompósito. Como já discorrido anteriormente, o fato do carbono se enquadrar entre os elementos da tabela periódica considerados leves (entre hidrogênio e flúor), sua detecção é passível de variações significativas, devendo os teores apurados serem tomados à luz da limitação do método, que apresentou variação de teor de carbono entre 4,0 e 8,2% em massa, portanto, muito acima do teor de adição das corridas de fabricação.

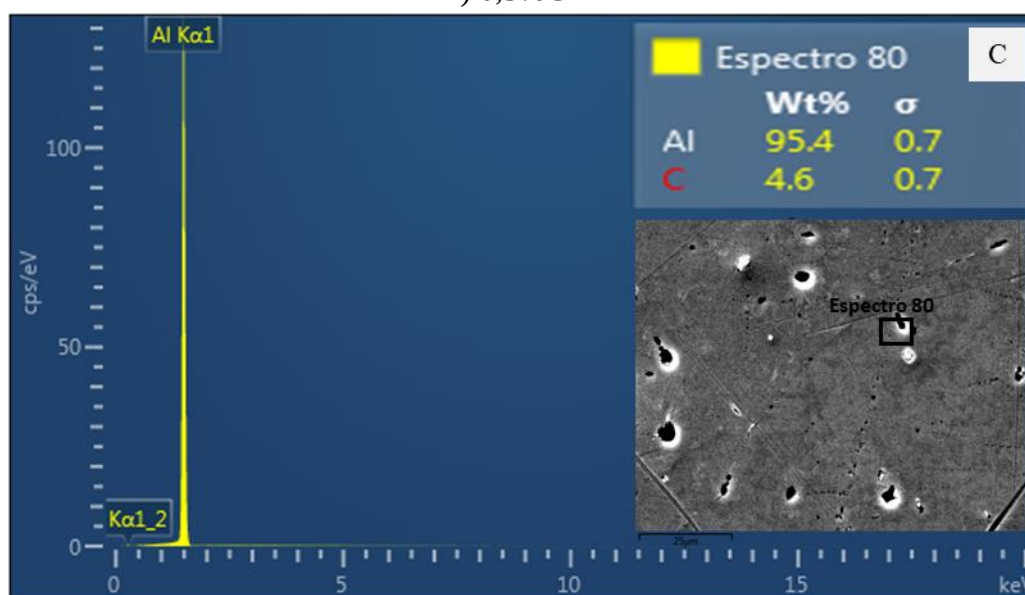
Figura 60 - Espectrogramas de análise de composição química da matriz:



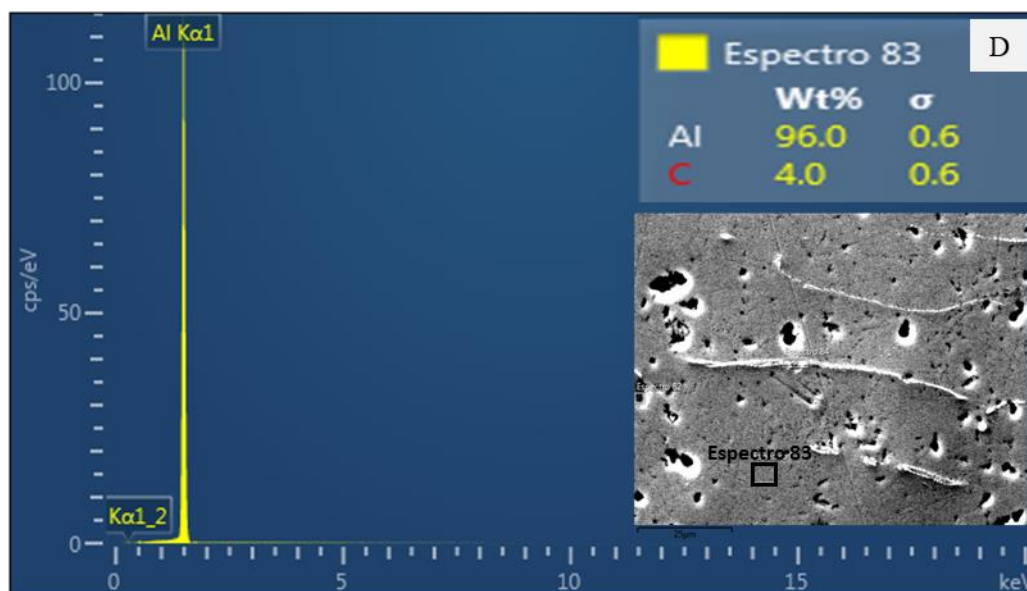
A) liga-controle;



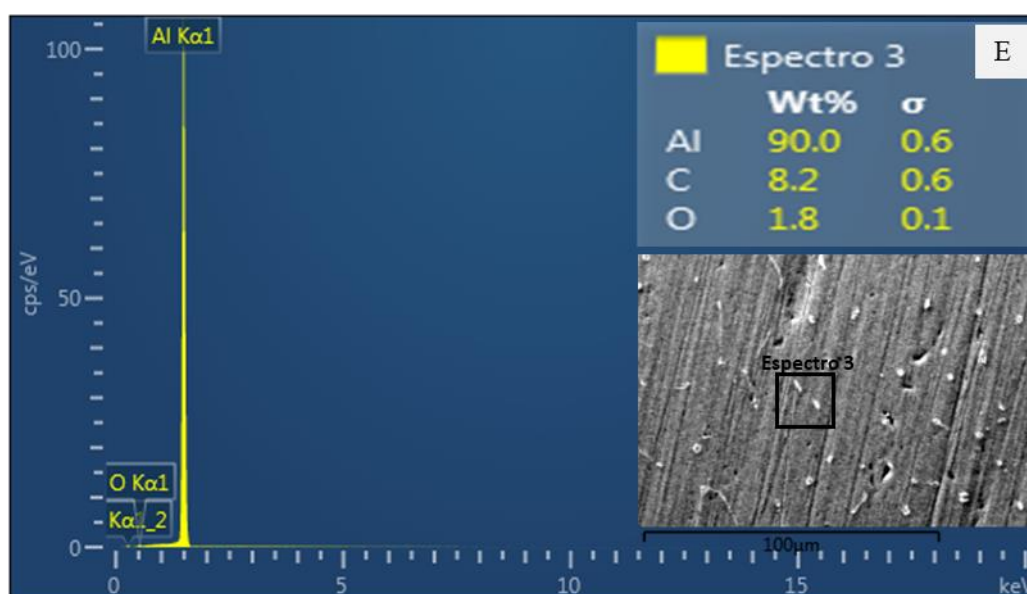
B) 0,5%GNP



C) 1,0%GNP;



D) 1,5%GNP;



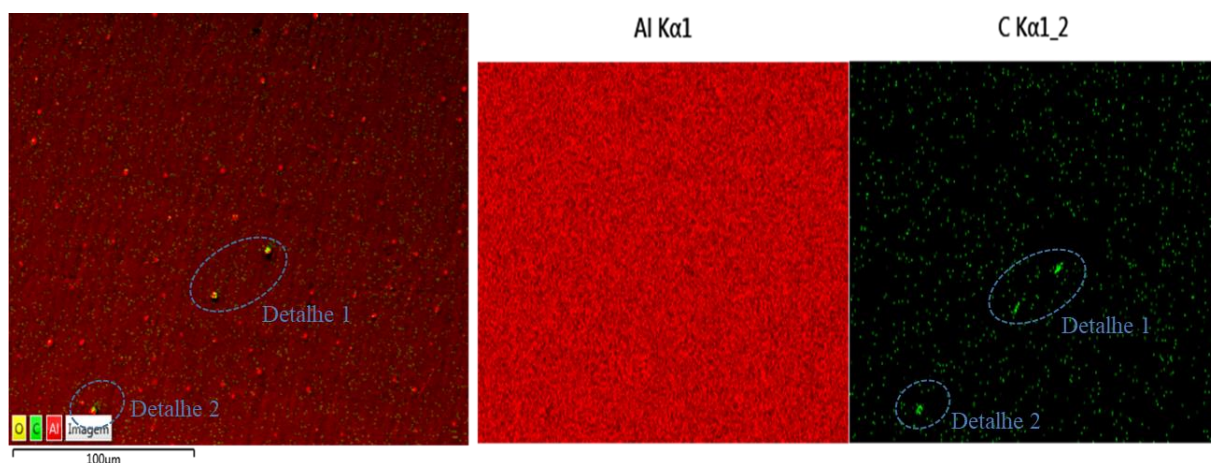
E) 2%GNP

Fonte: Autor, 2025

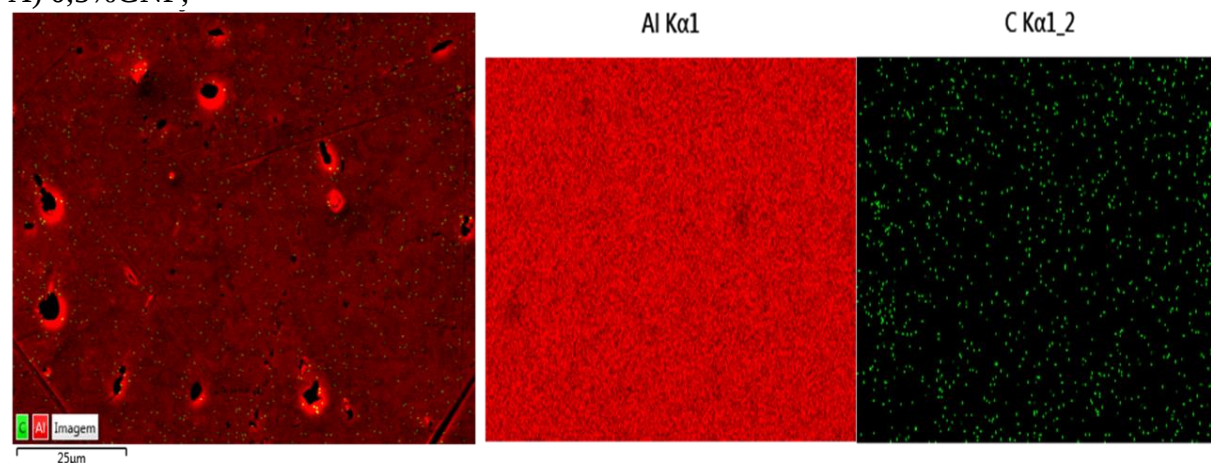
5.2.3 – Mapa de Composição Elemental - Espectroscopia Dispersiva de Raios X (EDS)

Tendo sido confirmada a presença puntual de carbono na matriz de alumínio dos nanocompósitos por meio da espectroscopia EDS, recorreu-se a espectroscopia EDX para mapear o grau de dispersão deste carbono, assim como de qualquer outro elemento químico presente na matriz na área de varredura. Na figura 61 os mapas de composição elemental obtidos para o alumínio e carbono são apresentados, a direita da imagem MEV da qual foi originado.

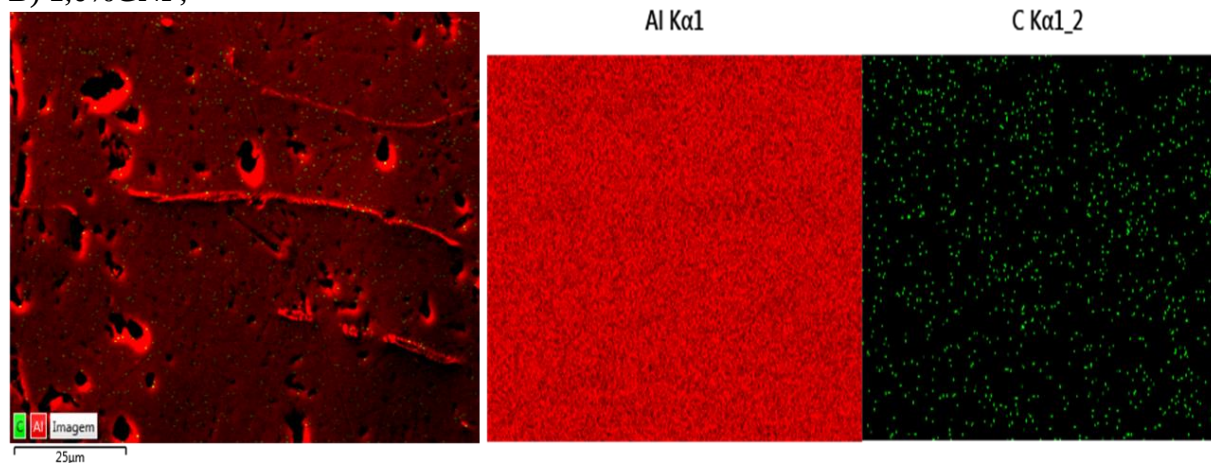
Figura 61 - Mapa de composição elemental EDX para alumínio e carbono dos nanocompósitos.



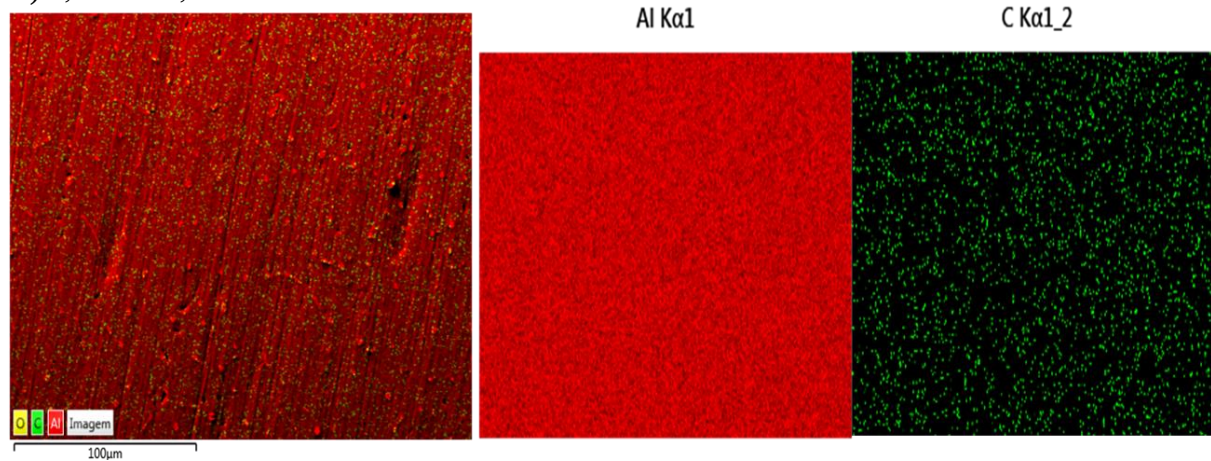
A) 0,5%GNP;



B) 1,0%GNP;



C) 1,5%GNP;

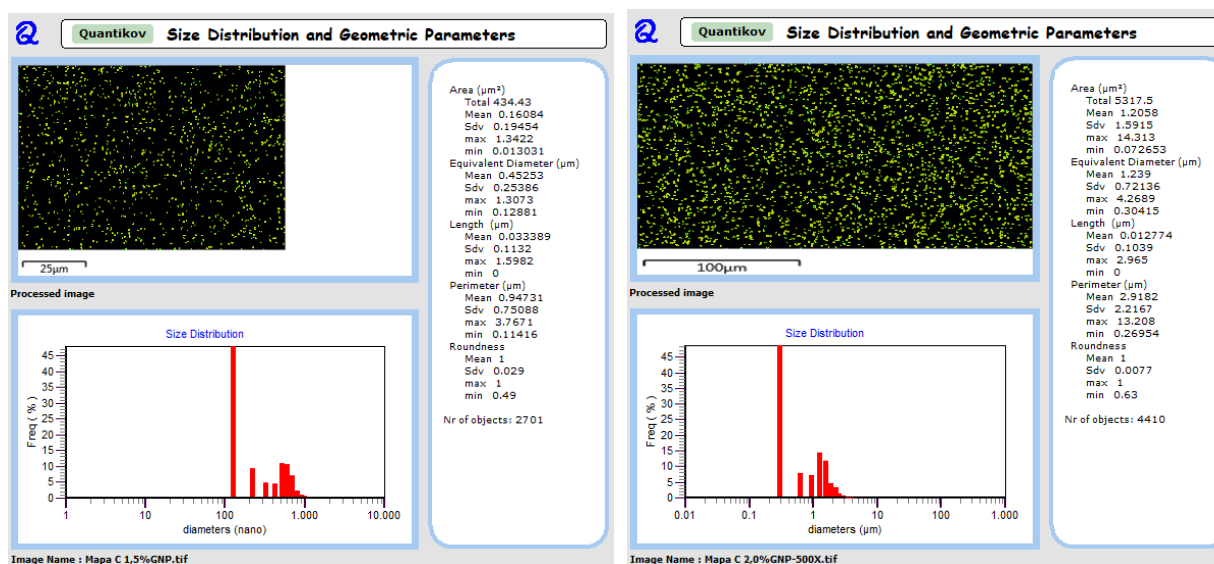
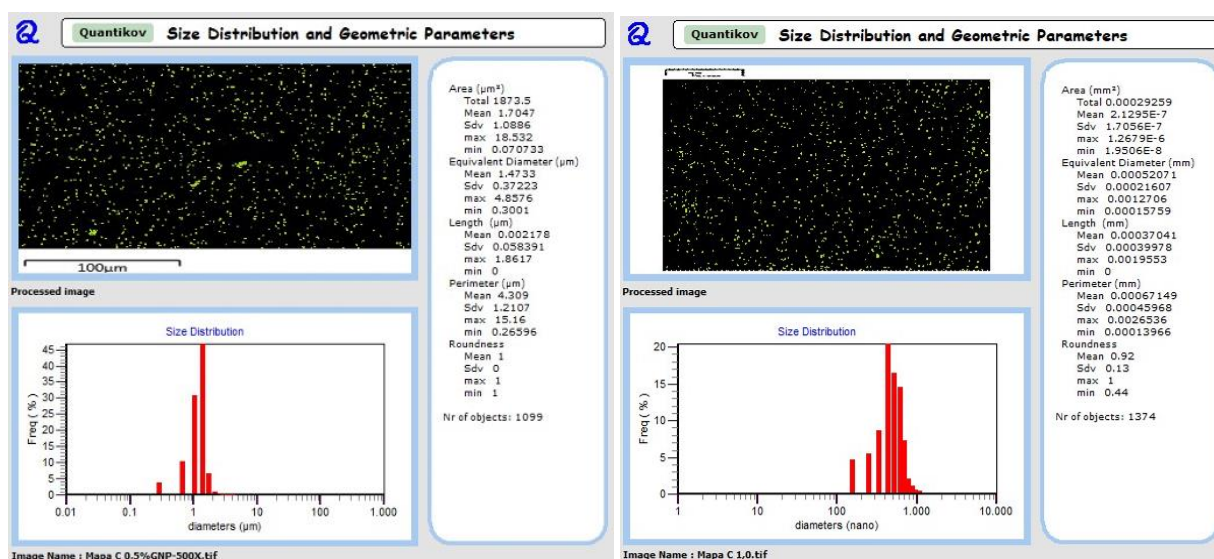


D) 2%GNP

Foi relevante a capacidade do MEV/EDS para detectar e sinalizar aglomerados de grafeno na matriz do nanocompósito, como pode ser visto nos detalhes 1 e 2 assinalados sobre os mapa de carbono e da imagem MEV referente ao nanocompósito 0,5% GNP (Figura 61-A).

Visando uma análise quantitativa do grau de dispersão de carbono na matriz, os mapas elementares de carbono obtidos pelo MEV/EDS foram submetidos a análise do programa QUANTIKOV versão 24.15, que é um analisador de imagens digitais para caracterização microestrutural de cerâmicas e metais, por meio do qual foi feita a determinação da quantidade de pontos espectrais de carbono registrados nas micrografias EDS dos nanocompósitos (Figura 62).

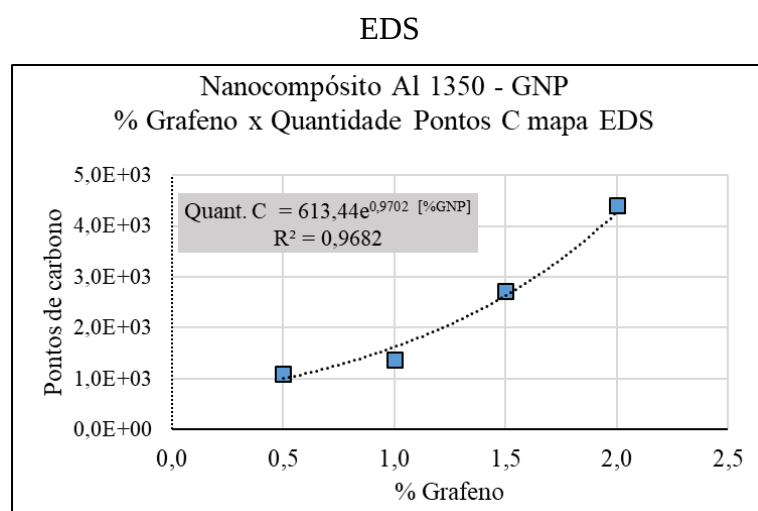
Figura 62 – Relatórios do processamento digital dos mapas elementares de carbono MEV/EDS:



Fonte: Autor, 2025

Houve uma forte correlação positiva ($R^2=0,9682$) entre teor de grafeno adicionado e a contagem dos pontos espectrais de carbono detectados pelo EDS (Figura 61), o que corrobora ter havido uma adequada dispersão do nanografeno na matriz de alumínio.

Figura 63 - Correlação % grafeno adicionado x quantidade de pontos espectrais de carbono

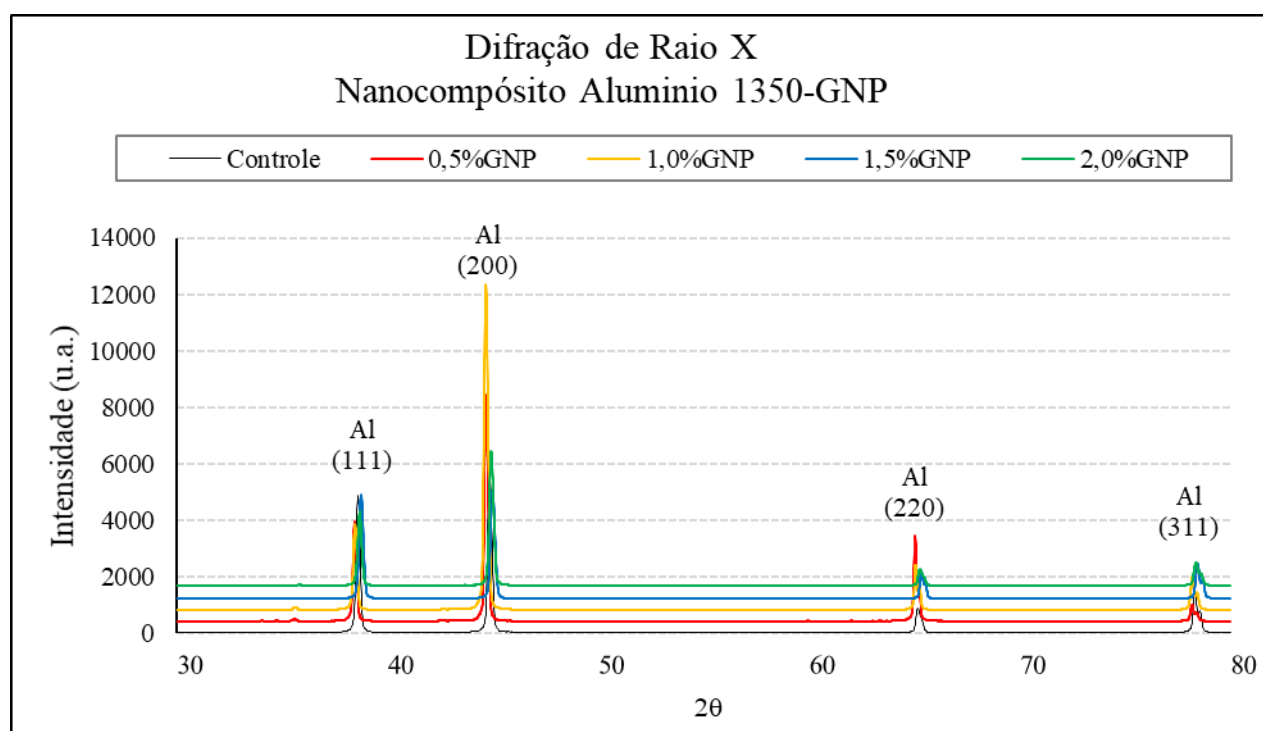


Fonte: Autor, 2025

5.3 - Difrração de Raios X (DRX)

Os padrões DRX obtidos para a liga-controle 1350 e para os nanocompósitos alumínio-GNP são mostrados agrupadamente na figura 64.

Figura 64 – Difrátograma agrupado das análises DRX dos nanocompósitos e liga-controle

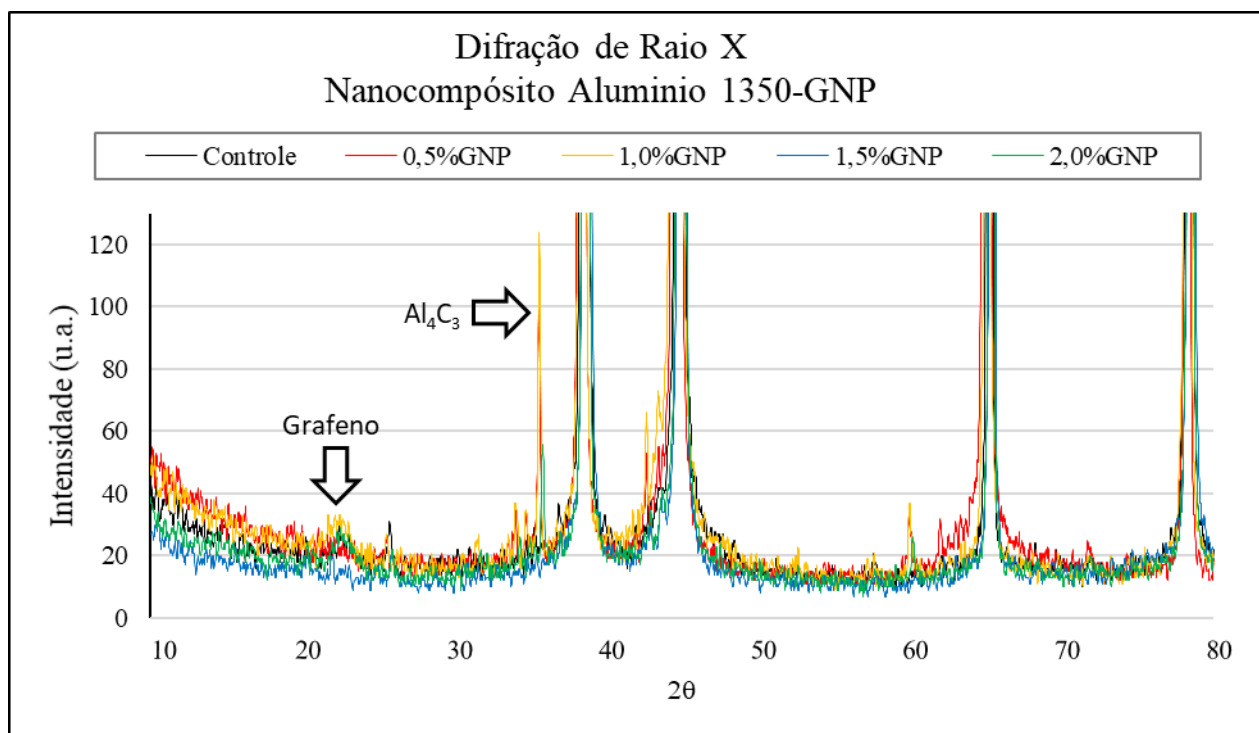


Fonte: Autor, 2025

Os resultados mostrados acima confirmam a presença da fase Alumínio- α , cujos picos característicos 2θ e plano cristalino a $\sim 38,3^\circ$ (111), $\sim 44,6^\circ$ (200), $\sim 65,1^\circ$ (220) e $\sim 78,2^\circ$ (311) foram confirmados na comparação com o banco de dados JCPDS #65-2869. Um agrupamento de

picos de baixa intensidade em torno de $2\theta = 20^\circ$ a 25° foram detectados, indicativo da discreta detecção de inclusão de nanoplacas de grafeno, como destacado na figura 65, igualmente reportado por ZENGRONG, 2023.

Figura 65 – Identificação espectral DRX de grafeno e Al_4C_3



Fonte: Autor, 2025

Discretos picos de baixa intensidade, entre 108 e 124 u.a., detectados nos ângulos 2θ de $36,06^\circ$, para nanocompósito 0,5% GNP, e $36,08^\circ$ para nanocompósito 1,0% GNP foram identificados, os quais são coerentes com pico de alta intensidade cuja assinatura espectral 2θ entre $35,6^\circ$ e $36,2^\circ$ foi registrada em análise DRX para carbetto de alumínio (Al_4C_3) puro obtido por fundição por indução, tal qual reportado por GESING, 1995, embora outros picos de alta intensidade a 2θ a $31,8^\circ$, $40,2^\circ$, $43,5^\circ$, $48,2^\circ$, $55,1^\circ$ e $72,7^\circ$ do trabalho de Gesing não tenham sido confirmados nos difratogramas dos nanocompósitos fabricados para este projeto. Em nanocompósitos AMC, o carbetto de alumínio é formado pela ligação iônica da borda das nanoplacas de grafeno ao alumínio, cuja morfologia se assemelha lâminas ou bastões, normalmente discerníveis por MET. Quanto maior a espessura desta ligação grafeno-alumínio, maior a perda de resistência mecânica do compósito, uma vez que o carbetto de alumínio se caracteriza por elevada dureza e comportamento frágil à fratura e, portanto, baixa resistência ao impacto. Outros aspectos negativos da formação do carbetto de alumínio é a redução da resistência à corrosão do nanocompósito, pois o mesmo é solúvel em água, assim como que, por se tratar de composto cerâmico, inerentemente tem baixa condutividade térmica ($107,8 \text{ W.m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)

(BEIHAI,2018), que é menos da metade da liga-controle. Contudo, é importante pontuar que a presença discreta deste carbeto é evidência da efetiva ligação grafeno-matriz, sendo adequado se bastões possuem poucos nanômetros de espessura. (GHADERI, 2024). Devido às condições complexas que levam ao crescimento ou a supressão da formação da fase carboneto de alumínio, alguns autores não relataram sua formação, concluindo que a ausência e baixa densidade de defeitos na lateral da nanoplaca de grafeno ou CNT utilizados, cujos planos grafíticos altamente estáveis e livres de defeitos do grafeno, restringem a reação com o alumínio para formar carboneto de alumínio (BARTOLUCCI,2011).

5.4 - Teor carbono absorvido na matriz - Fluorescência de Raios X (FRX)

Como previamente adiantado no item 4.2.2.1.f, foi aplicado um protocolo de ensaios para que a detecção de elementos leves, cujos número atômicos fossem menores que do Sódio, fossem acumuladas e quantificadas como sendo exclusivamente ao carbono presente na matriz dos nanocompósitos. Todas as 12 amostras, dos 4 teores de grafeno e das 3 secções de lingote/teor, apresentaram valor constante de 0,01% de carbono (Tabela 08) e, portanto, não mostraram correlação com as adições de grafeno adicionado em cada nanocomposito, mostrando-se o uso desta caracterização imprecisa para detectar a quantidade adsorvida de carbono na matriz dos nanocompósitos nos teores estudados.

Tabela 08 – Teor de carbono EDX na matriz na seção média dos lingotes dos nanocompósitos

	Al	C	Fe	Si	Cr	Zn	Ga	Ni	Na	Outros
AA1350-0,5GNP	92,046	0,010	0,209	0,338	0,030	0,005	0,027	0,000	7,163	0,172
AA1350-1,0GNP	97,051	0,010	0,098	0,000	0,013	0,015	0,006	0,000	2,743	0,064
AA1350-1,5GNP	99,825	0,010	0,130	0,000	0,020	0,000	0,007	0,005	0,000	0,003
AA1350-2,0GNP	98,277	0,010	0,102	0,000	0,016	0,000	0,006	0,010	1,579	0,000

Fonte: Autor, 2025

5.4- Condutividade Elétrica

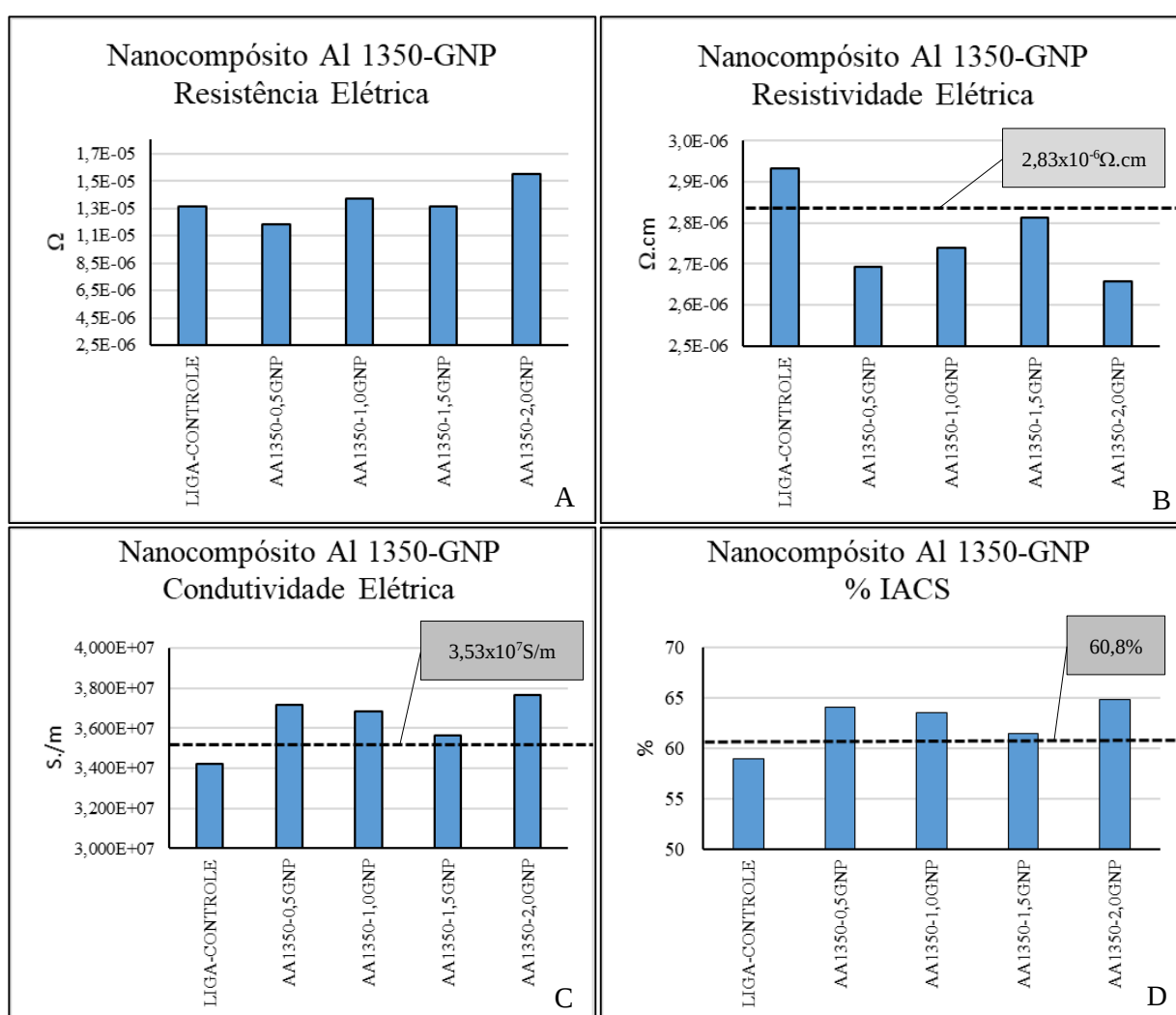
Os resultados das medições de resistência elétrica das amostras da liga-controle 1350 e dos nanocompósitos alumínio-GNP fabricados, bem como os valores calculados de resistividade elétrica, condutividade elétrica e índice IACS são apresentados na tabela 09 e sua correspondente representação gráfica na figura 66, mais adiante.

Tabela 09 - Caracterização das propriedades de condutividade elétrica da liga-controle e dos nanocompósitos Alumínio-GNP

Amostra	Grafeno % massa	Condutividade Elétrica [S.m ⁻¹]			% IACS Media (n=3)
		Media (n=3)	Desvio- padrão	CV [%]	
LIGA-CONTROLE	0,0	3,42E+07	2,71E+06	7,9%	59,0%
AA1350-0,5GNP	0,5	3,72E+07	8,04E+05	2,2%	62,1%
AA1350-1,0GNP	1,0	3,68E+07	4,25E+06	11,5%	63,9%
AA1350-1,5GNP	1,5	3,56E+07	2,21E+06	6,2%	64,2%
AA1350-2,0GNP	2,0	3,76E+07	1,27E+06	3,4%	64,3%
Cabo 1350 H19	-	3,48E+07	1,40E+05	0,4%	60,0%

Fonte: Autor,2025.

Figura 66 - Propriedades elétricas da liga-controle 1350 e dos nanocompósitos Alumínio-GNP.
A) Resistência elétrica; B) Resistividade elétrica; C) Condutividade elétrica; D) %IACS



Fonte: Autor,2025.

Comparativamente aos valores de normatizados para o liga de alumínio 1350 com têmpera “O” e aqueles alcançados pela liga-controle 1350 , todas as especificações de

nanocompósitos alumínio-GNP desenvolvidos experimentalmente neste projeto de pesquisa apresentaram aumento de condutividade elétrica, inclusive se comparadas à a condutividade medida para o cabo Al1350 H19 usado como matéria-prima desta pesquisa.

Em relação a resistividade elétrica, todos os nanocompósitos tiveram melhor desempenho comparativamente ao valor de referência para o alumínio 1350 EC ($283 \times 10^{-8} \Omega \cdot \text{cm}$), com queda entre 0,6% (AA1350-1,5GNP) e 6,1% (AA1350-2,0GNP). A liga-controle processada apresentou maior resistividade em relação à referência padronizada (+3,6%), o que se explica pela sua microestrutura bruta de fusão, menos homogênea e contendo microvazios de contração de solidificação, cuja presença provoca aumento de resistência elétrica das amostras. Esta condição de acabamento não é usual para a liga 1350 na condição de referência, sendo normalmente trefilada para tempera H19 (que elimina os microvazios de fundição) e recozida (que promove uma estrutura mais homogênea e diminui as discordâncias acumuladas durante a trefilação).

Consequentemente, a condutividade elétrica e o índice IACS foram melhorados para todos os nanocompósitos comparativamente aos valores de referência para alumínio 1350 EC, respectivamente, $3,53 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ e 60,8% IACS. O nanocompósito com 2% GNP apresentou aumento de condutividade de 6,5% com condutividade elétrica de $3,77 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ e o índice IACS melhorou 3,4 p.p. tendo atingido 64,3%. A liga-controle processada apresentou piora de condutividade e IACS com, respectivamente, $3,42 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ e 59% IACS, pelos motivos de microestrutura e acabamento já discutidos anteriormente.

Foi relatado por AZIZI,2022, que nanocompósito Alumínio 1350 com 0,5% GNP em massa, cuja fabricação envolveu dispersão por ultrasonicação do grafeno, seguido de sua mistura com pó de alumínio 95% em moinho de bolas sob atmosfera de argônio, tendo esta mistura sido fundida junto com lingotes de liga 1350 em forno de indução sob atmosfera de argônio com agitação combinada eletromagnética-mecânica e sido acabado por extrusão à quente e recozimento, apresentou condutividade elétrica de $3,83 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$, ao passo que o nanocompósito Alumínio 1350-0,5%GNP deste projeto de pesquisa, com rota de fabricação simplificada, apresentou uma condutividade de $3,72 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$, somente 3,0% menor, ratificando o potencial desta rota de fabricação, em si muito menos complexa que a adotada por AZIZI,2022.

5.6- Condutividade Térmica

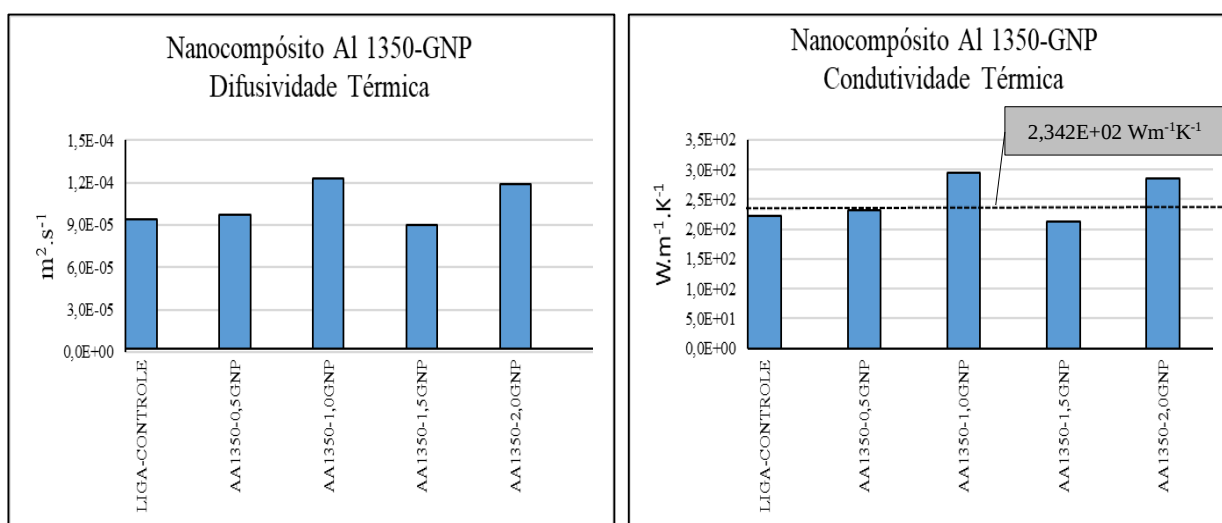
Os resultados das medições de difusividade térmica das amostras da liga-controle 1350 e dos nanocompósitos alumínio-GNP fabricados, bem como os valores calculados de condutividade térmica são apresentados na tabela 10 e sua representação gráfica está na figura 67, mais adiante.

Tabela 10 - Caracterização das propriedades de condutividade térmica da liga-controle e dos nanocompósitos Alumínio-GNP

Amostra	% Grafeno massa	Densidade [Kg.m ⁻³]			Difusividade Térmica [m ² .s ⁻¹]			Condutividade Térmica [W.m ⁻¹ .°C ⁻¹]
		Medida (em ar)	Teórica (Teoria Mistura)	Δ%	Média (n=5)	Desvio padrão	CV (%)	
Liga-controle 1350	0,0	2627,1	2705	-2,9%	9,39E-05	4,44E-06	4,7%	2,220E+02
AA1350-0,5GNP	0,5	2641,5	2702	-2,2%	9,76E-05	9,06E-06	9,3%	2,320E+02
AA1350-1,0GNP	1,0	2660,5	2700	-1,5%	1,23E-04	8,77E-06	7,1%	2,945E+02
AA1350-1,5GNP	1,5	2634,8	2697	-2,3%	8,98E-05	6,46E-06	7,2%	2,129E+02
AA1350-2,0GNP	2,0	2654,9	2695	-1,5%	1,19E-04	9,57E-06	8,0%	2,843E+02

Fonte: Autor, 2025

Figura 67 - Propriedades térmicas da liga-controle 1350 e dos nanocompósitos Alumínio-GNP. A) Difusividade térmica; B) Condutividade térmica

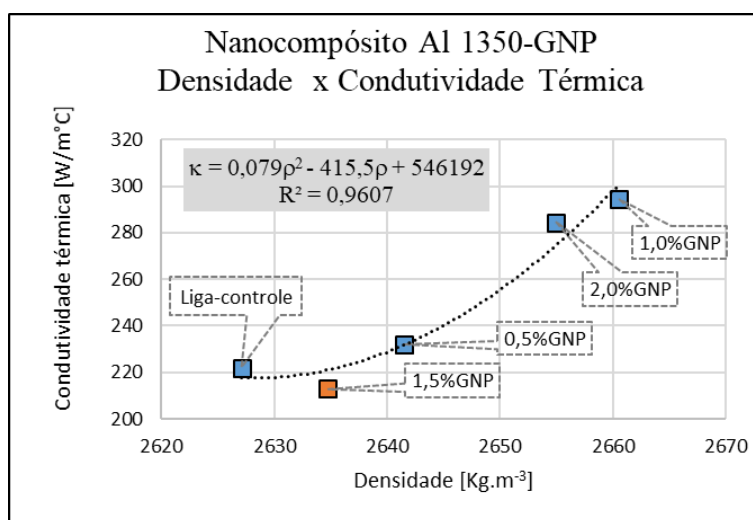


Fonte: Autor, 2025.

Os nanocompósitos com 0,5%, 1,0% e 2,0% de GNP, em massa, superaram a condutividade térmica da liga-controle 1350 (234,2 Wm⁻¹K⁻¹) em respectivamente, 5,4%, 25,8% e 21,40%. Fato relevante, em relação ao alumínio 6N (237 Wm⁻¹K⁻¹), os nanocompósitos com 1,0% e 2,0% de GNP, obtiveram ganhos de respectivamente, 19,8% e 24,0%. Em termos de índice IACS para condutividade térmica, os nanocompósitos com 1,0% GNP e 2,0%GNP atingiram , respectivamente, 73,8% e 71,30% do valor do cobre eletrolítico (398 Wm⁻¹K⁻¹), corroborando os resultados de condutividade elétrica já discutidos.

No entanto, houve menor condutividade térmica em relação a liga-controle para o nanocompósito com 1,5% GNP. Com base nos dados experimentais desta pesquisa pode-se cogitar que talvez: (i) tenha havido provavelmente uma correlação da porosidade por vazios de contração na fundição destas amostras afetando a condutividade (Figura 68), exceto para 1,5% GNP, onde a densidade aparente reduziu interferindo diretamente na condutividade térmica (ver Figura 67); (ii) ao ainda seu menor teor de carbono no EDX possa ter sido possivelmente afetado pela porosidade durante a leitura, (iii) e ainda ao atribuímos um valor fixo de capacidade de calor específico de $900 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}$, o qual é padrão para Al 1350, neste dado tenha comprometido o cálculo da condutividade térmica. .

Figura 68 - Correlação densidade medida em ar e condutividade térmica



Fonte: Autor, 2025

5.7- Microdureza Vickers

Os resultados dos ensaios de microdureza Vickers (HV) da liga-controle 1350 e dos 4 nanocompósitos fabricados são apresentados na tabela 11.

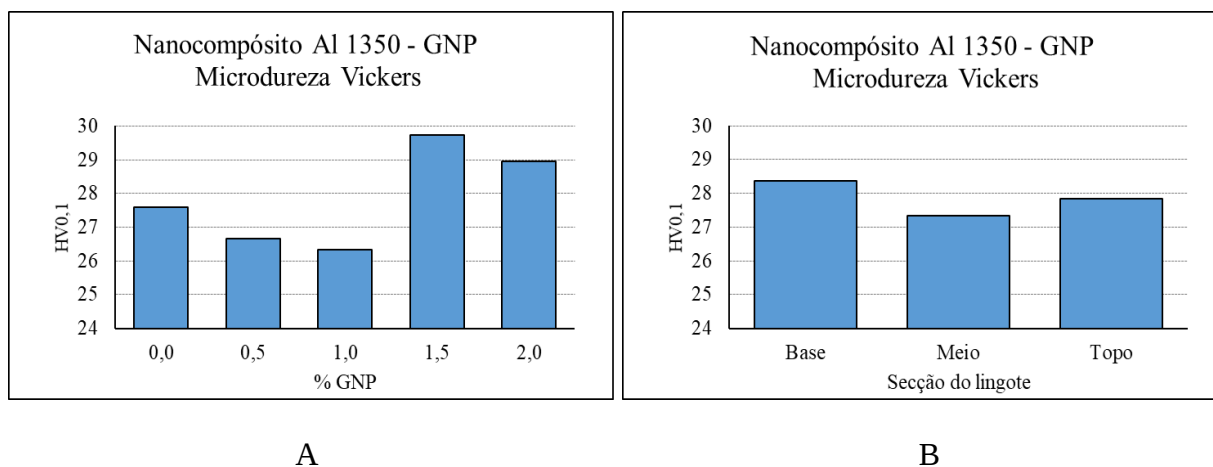
Tabela 11 - Microdureza Vickers da liga-controle e dos nanocompósitos Alumínio-GNP

Amostra	Grafeno % massa	Microdureza (HV0,1)		
		HV _{média} (n=9)	Desvio padrão	CV %
Liga-controle 1350	-	27,6	0,90	3,3%
AA1350-0,5GNP	0,5	26,6	0,70	2,6%
AA1350-1,0GNP	1,0	26,3	0,74	2,8%
AA1350-1,5GNP	1,5	29,7	0,44	1,5%
AA1350-2,0GNP	2,0	29,0	0,43	1,5%

Fonte: Autor, 2025

Os valores de microdureza obtidos para a liga-controle e os 4 nanocompósitos foram plotados na figura 69.

Figura 69 – Microdureza Vickers média. A) por % GNP; B) por secção do lingote



Fonte: Autor, 2025.

Teoricamente, esperava-se que os nanocompósitos alumínio-grafeno apresentasse aumento da microdureza Vickers proporcionalmente ao aumento do teor adicionado de nanoreforço, uma vez que o grafeno teria função de prover ganhos de propriedades mecânicas. Contudo, este pressuposto teórico foi somente parcialmente confirmado, pois a microdureza alcançada pela liga-controle 1350 foi superior a dos nanocompósitos com teores de 0,5% e 1,0% de GNP, mas por outro lado para nanocompositos com 1,5% e 2,0% de GNP houve aumento da microdureza em relação a liga-controle. Avaliando-se as pesquisas similares encontramos resultados similares. PÉREZ (2014) relatou redução da microdureza em nanocompósito sinterizados de Al puro com adição de 0,25% GNP em relação à liga-controle, com respectivamente, 45HV e 70HV. TABANDEH (2015) obteve microdurezas de 98HV e 97HV para nanocompositos Al puro-GNP com, respectivamente, 0,1% e 1,0% de nanoreforço, ao passo que a liga-controle registrou 111HV. Relevante foi o estudo reportado por KUMAR (2021), que para nanocomposito AA6061 com nanoreforços de 0,25-0,50-0,75-1,0% GNP, obtidos por fundição, informou que todos nanocompósitos tiveram menor microdureza (até 10% menor) que da ligamatrix AA6061, com agravante de ter havido uma redução linear da microdureza à medida que se aumentava a adição de GNP. Por outro lado, diversos pesquisadores reportaram contínuo incremento de dureza dos nanocompósitos em relação a dureza da liga-matriz. RASHAD (2014), em nanocompositos Al puro com 0,3% GNP obtidos por sinterização, que reportou aumento de 76HV para 85HV, destacando que se obteve uma alta densidade final do sinterizado. LIU (2016) para nanocompositos Al puro com 0,07-0,10-0,15 % GNS sinterizados, reportou aumentos progressivos de dureza Vickers (usou carga de indentação de 1,0Kg) à medida que aumentava a adição de GNS. KHAN 2017, para nanocompositos Al puro com 1,0-3,0-5,0% GNP, obtidos por sinterização, relatou valores de dureza Vickers (adotou carga de indentação de 5Kg)

progressivamente maiores em relação a liga-controle. Também foram reportados estudos com aumento inicial seguido de queda na dureza. (GHAZALY, 2013) (ALAM,2016). Em suma, a literatura acima consultada mostra tendências tanto de aumento quanto de diminuição de dureza Vickers dos nanocompósitos Alumínio-GNP em relação suas ligas-matrizes. Nos casos de diminuição, percebeu-se a influência da variação de densidade dos nanocompósitos, a qual é inerentes aos processos de fabricação por fundição (pela presença de microvazios de contração interdendrítica) e sinterização (pela variação de densificação das partículas metálicas), sem posterior tratamento termo-mecânico, ao passo que, nos casos que houve aumento progressivo da dureza com aumento do teor de adição de grafeno, percebeu-se uma tendência pelos pesquisadores pelo uso de carga de indentação Vickers maiores (entre 1,0 até 5,0Kgf), ao invés de cargas próprias de ensaios de microdureza. Contudo, há unanimidade dos pesquisadores de que quanto menos disperso o grafeno na matriz, maiores as variações de microdureza dos nanocompósitos.

Da análise da figura 69-B infere-se que as maiores durezas nas seções de base e de topo do lingote é função do maior taxa de resfriamento e consequente formação de textura dendrítica colunar, que resultou em grãos mais finos e distribuição mais uniforme da fase β , mais dura, nos contornos dendríticos, enquanto que a secção média, por ser a última a resfriar, tende a formar textura dendrítica equiaxial, com maior extensão de áreas de matriz Al- α , menos dura, além de maior propensão de apresentar microvazios de contração de resfriamento.

6 CONCLUSÃO

Neste projeto buscou-se desenvolver nanocompósitos alumínio 1350 reforçado com nanoplaquetas de grafeno de poucas camadas (GNP) com 0,5%, 1,0%, 1,5% e 2,0%, em massa, fabricados por fundição. Com base nos resultados obtidos, conclui-se que foi alcançado este objetivo. Os resultados alcançados pelos materiais experimentais os habilitam como potenciais sucedâneos ao cobre, porém menos densos e menos sujeitos à corrosão. Este projeto contribui para aprimorar o entendimento destas propriedades dos nanocompósito de alumínio com grafeno, confirmando-o como material de engenharia potencial para aplicação como condutores elétricos, enrolamentos e armaduras dos motores elétricos e componentes trocadores de calor, dentre outras aplicações tecnológicas. Sustentam estas conclusões os fatos abaixo:

- 1) A partir das análises microestrutural, realizada por meio da microscopia óptica (MO) e eletrônica por varredura associado a espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EDS) pode-se verificar, por comparação, que nos nanocompósitos obtidos em relação ao alumínio 1350 (matriz como recebido), houve correlação positiva entre quantidade de grafeno adicionado na fabricação e o grau de dispersão de carbono nos mapas de composição EDX dos nanocompósitos, sendo que, à medida que aumentou-se o percentual em massa de grafeno, houve aumento da dispersão de carbono na matriz, o que confirma que o grafeno foi absorvido na matriz dos nanocompósitos durante o processo de fundição, embora com presença de sítios de aglomeração de grafeno, como revelados por MO e EDX. As caracterizações das microestruturas dos nanocompósitos por MO e MEV-EDS indicaram a discreta presença de estruturas peritéticas que se referem as microestruturas que podem ser obtidas durante a solidificação de ligas metálicas. Essas estruturas são formadas a partir da reação do alumínio fundido (fase líquida) e grafeno (fase sólida), resultando em uma nova fase sólida, o carbeto de alumínio (Al_4C_3), além de inclusões de grafeno dispersas. As microestruturas dos nanocompósitos foram formados de alumínio alfa ($\text{Al}-\alpha$) com características dendríticas (brutas de fusão) resultante do gradiente térmico e a velocidade de solidificação, com inclusões de grafeno na matriz, o que sinaliza a necessidade de ulteriores aperfeiçoamentos nos procedimentos de obtenção proposto. A técnica MEV-EDS, por meio da preparação dos mapa de composição elementar dos nanocompositos, mostrou-se muito eficaz para avaliar a dispersão de carbono do grafeno na matriz. A difração de Raios X (DRX) confirmam a presença majoritária da fase alumínio- α , em todos os nanocompositos e no Al 1350 com picos característicos em $38,3^\circ$, $44,6^\circ$, $65,1^\circ$ e $78,2^\circ$ (JCPDS #65-2869). Além disto, apesar da baixa intensidade, nos nanocompositos foram observados picos de intensidade discretos em 2θ da ordem de 36° possivelmente associado ao carbeto de alumínio (Al_4C_3) formado na interface da matriz com as GNP. Também uma banda discreta de picos de baixa intensidade em torno de $2\theta=20^\circ$ foi detectado, o que possivelmente esta associado a presença de inclusão de grafeno;

- 2) A partir da avaliação da condutividade elétrica dos nanocompositos obtidos por meio da medição da resistência elétrica com micro ohmímetro ponte de Kelvin e cálculo da condutividade elétrica em comparação com o índice IACS, confirma-se que houve um aumento de condutividade elétrica nos nanocompósitos desenvolvidos. O nanocompósito com 2% de GNP, apresentou um índice IACS de 64,31%, praticamente igualando a performance de um condutor de alumínio puro 6N que possui uma condutividade elétrica de 64,94% da IACS;
- 3) A avaliação das propriedades térmicas dos nanocompósitos obtidos, conduzidas por meio de ensaios de difusividade térmica pelo método do Flash Laser, mostra que nanocompósitos com 1,0%GNP e 2,0%GNP apresentaram condutividade térmica que superaram o valor de referência da liga-controle 1350, em respectivamente, 25,8% e 21,4%, e do alumínio puro 6N em respectivamente, 19,8% e 24,0%, e atingiram índice IACS de 73,8% e 71,3%, respectivamente. Porém demais composições dos nanocompósitos apresentaram resultados discrepantes de condutividade térmica, notadamente do nanocompósito com 1,5% GNP, cuja performance ficou aquém da liga-controle, o que pode-se atribuir à incerteza na obtenção da densidade da amostra, ao menor concentração de carbono EDS na matriz e a estimativa da capacidade de calor específico dos nanocompósitos;
- 4) A avaliação dos nanocompósitos de matriz alumínio-grafeno por meio de microdureza Vickers (HV) mostra uma inconsistência dos resultados de caracterização mecânica esperado para os nanocompósitos. Estas inconsistências podem ser atribuída a variação morfológica das amostras, notadamente pela presença de microvazios de contração próprios de estruturas brutas de fusão, embora a literatura consultada mostra que os inúmeros pesquisadores dedicados ao mesmo tema divergem entre si acerca do pressuposto teórico de que sempre haverá aumento de microdureza Vickers com aumento do teor de nanoreforço de grafeno adicionado.

Concluindo, os resultados experimentais alcançados pelos nanocompósitos sinalizam para viabilidade tecnológica para a adição do nanoreforço de grafeno de poucas camadas para melhoria das propriedades de condutividade térmica e elétrica em compositos de matriz de alumínio, por meio da técnica de fundição à indução com combinação de agitação eletromagnética e mecânica, associada a atmosfera de argônio, principalmente por, termodinamicamente, não ter sido favorável à formação do Al_4C_3 . Além disso, o alumínio por ser conhecido por sua baixa densidade e alta resistência à corrosão, tornando-o uma escolha mais econômica e ambientalmente correta para diversas aplicações elétricas, em especial pela sua maior eficiência energética, mitigando desperdícios e impactos ambientais.

7 SUGESTÕES PARA PROJETOS FUTUROS

Relaciono abaixo linhas de pesquisa sugeridas para eventual aprofundamento do presente projeto de pesquisa:

- Incrementar os processos de laminação e recozimento do lingote fundido para eliminar os microvazios de contração ou descontinuidades.
- Aprofundar a caracterização mecânica por incremento de teste de resistência à tração e substituir ensaio de microdureza Vickers por dureza Vickers;
- Realização de ensaios mecânicos de resistência ao impacto e microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e/ou MEV-EBSD (microscopia eletrônica de varredura equipado com difração de elétrons retro-espalhados) para caracterização adicional da formação do microconstituente carbeto de alumínio (Al_4C_3);
- Estudar o efeito de adição de nanopartículas de trióxido de cério (Ce_2O_3) na molhabilidade do grafeno no banho de alumínio fundido;
- Estudo de funcionalização do nanografeno por elementos químicos Cu e Ni visando a melhoria da sua molhabilidade em processos de fundição;
- Melhorar a aquisição de dados sobre a densidade dos nanocompósitos para considerar o efeito da porosidade real (Método de Arquimedes) no cálculo da condutividade térmica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alam, S.N.; Kumar, L.; Mechanical properties of aluminium based metal matrix composites reinforced with graphite nanoplatelets. *Mater. Sci. Eng., A* 667, 16 (2016).
<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.054>
- Alan P.K., Andressa T.S., Diego P.P., Roshini C.P., Ricardo B., Ricardo V.B.O., *et al.* The worldwide graphene flake production. *Advanced Materials*; 30:1-6.; 2018.
- Altenpohl, D.; Aluminium von innen; Düsseldorf Aluminium-Verlag; ISBN 3-87017-235-5; 1994.
- ANEEL (Agência Nacional de Energia Elétrica), www.aneel.gov.br/, acesso em janeiro de 2025.
- ASTM – Standard Test Method for Resistivity of Electrical Conductor Materials - ASTM-B193-02; 2002.
- Askeland, D.R.; Fulay, P.P.; Wright, W.J.; The science and engineering of materials 6th edition; Cengage Learning, 2010.
- Azizi, Z.; Rahmani, K.; Taheri-Behrooz, F. The influence of graphene nanoplatelets addition on electrical and mechanical properties of pure Aluminum used in high-capacity conductors. *Metals*, 1883; 2022; <https://doi.org/10.3390/met12111883>
- Backes, C.; Campi, D.; Szydlowska, B.M.; Synnatschke, K.; Ojala, E.; Rashvand, F.; Harvey, A.; Griffin, A.; Sofer, Z.; Marzari, N.; Coleman, J.N.; O'Regan, D.; Equipartition of Energy Defines the Size–Thickness Relationship in Liquid-Exfoliated Nanosheets. *ACS Nano.*; 2019.
- Balandin, A.A.; Ghosh S.; Bao, W.; Calizo, I.; D. Teweldebrhan, F. Miao, *et al.*, Superior thermal conductivity of single-layer graphene, *Nano. Lett.* 8; 2008.
- Bakshi, S.R.; Singh, V.; Balani, K.; Carbon nanotube reinforced aluminum composite coating via cold spraying, *Surface Coating Technology* 202; 2008.
- Bartolucci, S.F *et al*; Graphene–aluminum nanocomposites; *Materials Science and Engineering A*; 528, 7933– 7937, 2011 <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.07.043>
- Beihai, M.; Jie, W.; Tae, H. L.; Stephen, E. D.; Jianguo, W.; Uthamalingam, B.; Microstructural characterization of Al₄C₃ in aluminum–graphite composite prepared by electron-beam melting; *Journal of Materials Science / Issue 14/* 2018; <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2336-y>
- Benedyk, J.C.; International temper designation system for wrought aluminum alloys – part II; *Light Metal Age*, 16-22; 2010.
- Blucher JT. Discussion of a liquid metal pressure infiltration process to produce metal matrix composites. *J Mater Process Technol*; 30:381–90; 1992.
- Boehm, H. P.; Clauss, A.; Fischer, G.; Hofmann, U. (1962). *"Surface Properties of Extremely Thin Graphite Lamellae"* . Proceedings of the Fifth Conference on Carbon; 1962.
- Boehm, Hanns-Peter. Graphen - wie eine Laborkuriosität plötzlich äußerst interessant wurde. *Angewandte Chemie*. 122 (49): 9520–9523.; 2010.
- BOSCH; Can graphene-based conductors compete with copper in electrical conductivity ?; Bosch Research blog by M. Köhne; 2021.
- Callister, W. D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 8º ed. Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 348-349; 2015.
- Carvalho, M.B; Resende, D.F.; Albuquerque, V.N.; Gonçalves, V.P.; Zenóbio, E.G.; Abreu, F.A.M.; O microscópio eletrônico de varredura e suas aplicações para biomateriais; Blog PPGO PUC Minas; 2024.

CDTN (Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear), www.cdtm.br, acesso em Agosto de 2025.

Crossno, J. *et al.* Observation of the Dirac fluid and the breakdown of the Wiedemann-Franz law in graphene. *Science*. v.351, 2016, p. 1058-1068.; 2016.

Czerwinski, F.; Aluminum alloys for electrical engineering: a review; *J Mater Sci* 59:14847–14892; <https://doi.org/10.1007/s10853-024-09890-0> ; 2024.

DEMAT (Departamento de Engenharia de Materiais), www.demat.cefetmg.br, acesso em Agosto de 2025.

Cao, K. "[Elastic straining of free-standing monolayer graphene](#)". *Nature Communications*. 11 (284): 284, 2020

Cooper, D.R.; D'Anjou, B.; Ghattamaneni, N.; Harack, B.; Hilke, M.; Horth, A.; Majlis, N.; Massicotte, M.; Vandsburger, L.; [«Experimental review of graphene»](#). arXiv e-prints; 2012.

Daeyoung, K.; Hye, J. C.; Hyunjo, C.; Microscopic analysis of metal matrix composites containing carbon nanomaterials; *Applied Microscopy* 50:4; 2020.

Dash K, Chaira D, Ray BC. Synthesis and characterization of aluminium–alumina micro- and nano-composites by spark plasma sintering. *Mater Res Bull*; 48:2535–42; 2013.

Denis, P. A.; Iribarne, F.; Comparative Study of Defect Reactivity in Graphene. *Journal of Physical Chemistry C*. 117 (37): 19048–19055, 2013.

Deodati, P.; Donnini, R.; Montanari, R.; Testani, C.; Valente, T. Production and heat treatments of Ti6Al4V–SiCf composite. Part II- Mechanical characterization. *Mater. Sci. Forum*, 604–605, 341–350; 2009.

Deyer, D.R; Sunglin, P.; Bielawski, C; Ruoff, R.S.; The chemistry of graphene oxide , *Chemical Society Review*, 2010.

Dincer, I. Thermal diffusivities of geometrical objects subject to cooling. *Applied Energy*, London, v.51, p.111-8, 1995.

Esawi, A.M.K.; Borady, M.A.E.; Carbon nanotube-reinforced aluminium strips. *Compos. Sci. Technol.* 68, 486–492; 2008.

Esawi, A.M.K.; Morsi, K.; Sayed, A.; Gawad, A.; Borah, P.; Fabrication and properties of dispersed carbon nanotube–aluminum composites. *Mater. Sci. Eng. A* 508, 167–173, 2009.

EAA European Aluminum Association; european-aluminium.eu/blog/aluminium-automotive-manual, 2022.

EATON; Application Paper AP083003EN; Aluminium, the other conductor; 2018.

Geim, A.K.; Novoselov, K.S. The rise of graphene. *Nature Materials*, 6, 183–191, 2007.

Geim, A.K.; Nobel lecture: random walk to graphene, *Rev. Mod. Physics*. 83; 851- 862.; 2011.

Garnica, D.J.F.; Dissertação “Síntese e caracterização de grafeno por CVD catalítico em filmes finos de Ni e Cu” – Escola Politécnica USP; 2017.

Gesing, T.M.; Jeitschko, W.; The crystal structure and chemical properties of U₂Al₃C₄ and structure refinement of Al₄C₃ - *Zeitschrift fuer Naturforschung, B: A Journal of Chemical sciences* 50, p. 196-200, 1995. <https://doi.org/10.1515/znb-1995-0206>

Ghaderi O, Zare M, Niroumand B, Church BC, Rohatgi PK; Selected challenges in solidification processing of graphene nanoplatelets (GNPs) reinforced aluminum alloys composites; *Front. Mater.* 11:1363270. <https://doi.org/10.3389/fmats.2024.1363270> ; 2024.

Ghazaly, A.; Seif, B.; Salem, H.G.; Mechanical and tribological properties of AA2124-graphene self lubricating nanocomposite; In *Light Metals 2013* (John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, 2013); p. 411. https://doi:10.1007/978-3-319-65136-1_71

Grossi P. A., Camarano D. M., Ferreira R. A. N., Andrade R. M.; Metodologia para estimativa da incerteza de medição da difusividade térmica pelo método flash laser. Centro de desenvolvimento da tecnologia nuclear – CDTN. 8º CIBIM, Cusco, 2007.

Guo C, He X, Ren S, Qu X. Effect of (0–40) wt. % Si addition to Al on the thermal conductivity and thermal expansion of diamond/Al composites by pressure in filtration; *J Alloys Compound* ;664:777–83; 2016.

Hatch, J. E. ; *Aluminum - Properties and Physical Metallurgy*; American Society for Metals, Metals Park, Ohio, ISBN 0-87179-176-6; 1984.

Hibino, H; Kageshima, H; Nagase, M.; Graphene Growth on Silicon Carbide. *NTT Technical Review*. 8 (8); 2010.

Hummers Jr, W.S.; Offeman, R.E.; Preparation of Graphitic Oxide; *Journal of the American Chemical Society* 80 (6), 1339-1339; DOI: 10.1021/ja01539a017; 1958.

IEA International Energy Agency; *World Energy Outlook*; Chapter 4 page 187; 2024.

IUPAC International Union of Pure and Applied Chemistry; Nomenclature and terminology of graphite intercalation compounds; *Pure & Appl. Chem.*, Vol. 66, No. 9, pp. 1893-1901; 1994.

Jacobs, M.H.; EAA European Aluminum Association; TALAT Lecture 1201; 1999.

Khanna, V.; Mechanical properties of aluminium-graphene/carbon nanotubes (CNTs) metal matrix composites: Advancement, opportunities and perspective; *Materials Research Bulletin* 138-111224; 2021.

Kuanyshbekov, T.K.; Akatan, k.; Kabdrakhmanova, S.K.; Nemkaeva, R.; Aitzhanov, M.; Imasheva, A.; Kairatuly, E.; Synthesis of GO from graphite by Hummers method; *Oxidation Communications* 44 - N°2, 356-365; 2021.

Kumar,N.; Lokesh,K.S.; Kannantha,V.; Pai, R; Hebbale, A.M.; Development and experimental investigation of mechanical properties of graphene-based aluminum 6061 alloys; *Materials Today: Proceedings* 46 2421–2424; 2021 ; <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.01.303>

Kumar, R. A. *et al*; Fabrication and Corrosion Behaviour of Aluminium Metal Matrix Composites – A Review; *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 923 012056; 2020 <https://doi.org/10.1088/1757-899X/923/1/012056>

Kungl. Vetenskaps Akademien-The Royal Swedish Academy. Graphene, Scientific background on the Nobel Prize in Physics, 2010.

Leonel IS, Daniel AM, Tomba JP, Carmen CR. Optimizing graphene production in ultrasonic devices. *Ultrasonics* ;100:105989; 2020.

Liao,J.; Tan, M.J.; Mixing of carbon nanotubes CNTs and aluminum powder for Powder Metallurgy use; *Powder Technology* 208; 42-48; <https://doi:10.1016/j.powtec.2010.12.001>; 2011.

Liu, F.; Wang, M.; Chen,Y.; Gao, J.; Thermal stability of graphene in inert atmosphere at high temperature; *Journal of Solid State Chemistry* 276, 100–103, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2019.04.008>

Liu, G.; Zhao, N.; Shi, C.; *et al.*, *In-situ* synthesis of graphene decorated with nickel nanoparticles for fabricating reinforced 6061Al matrix composites, *Mater. Sci. Eng. A.* 699 185–193, 2017.

- Lumley, R.; Fundamentals of aluminum metallurgy – Production, processing and applications; Woodhead Publishing Limited, 2011.
- Marchisio, S.; Composite materials reinforced by CNT; PhD thesis; Politecnico di Torino; 2013.
- Matthews, F. L., & Rawlings, R. D; Composite materials: science and engineering. (Springer, Ed.) Engineering (Vol. 2nd ed, p.483). Springer. [https://doi:10.1016/S0140-6736\(00\)67208-2](https://doi:10.1016/S0140-6736(00)67208-2) , 1999.
- Mattevi C, Kim H, Chhowalla M. A review of chemical vapour deposition of graphene on copper. Journal of Materials Chemistry. ; 21:3324-3334; 2011.
- MATWEB – Especificação liga 1350 tempera “O” , acesso 29/07/2025 pelo link (<https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=6ff3f965352a40d3bb4361bc509d57fe&ckck=1> , 2025.
- Mehta, V.R.; Sutaria, M.P. Investigation on the Effect of Stirring Process Parameters on the Dispersion of SiC Particles inside melting Crucible. Metallurgical. Materials. Int., 26, 1–14. 2020.
- Nagata, S.; Mixing Principles and Applications; Wiley: New York, NY, USA, 1975.
- Mondolfo, L.E.; Aluminium Alloys - Structure and Properties, Butterworths, pp.22-23, 1979.
- Novoselov, K.S.; Jiang, D.; Schedin, F; Booth, F.T. J.; Khotkevich, V. V.; Morozov, S. V.; and Geim, A.K. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America 102, 10451, 2005.
- Paton, K. R., *et al*; Scalable production of large quantities of defect-free few-layer graphene by shear exfoliation in liquids (Version 1). University of Sussex; 2014.
- Pérez-Bustamante, R. *et al*; Microstructural and hardness behavior of graphene-nanoplatelets/aluminum composites synthesized by mechanical alloying; Journal of Alloys and Compounds 615 S578–S582; 2014 ; <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.225>
- J. Phiri, L.S. Johansson, P. Gane, T. Maloney, A comparative study of mechanical, thermal and electrical properties of graphene-, graphene oxide- and reduced graphene oxide-doped microfibrillated cellulose nanocomposites. Composites Part B-Eng. 147, 104–113; 2018.
- Parker, W.J.; Jenkins, R.J.; Butler, C.P.; Abbott, G.L.; Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity. J. Appl. Phys., vol.32, n. 9, pp. 1679-1684, 1961. <https://doi.org/10.1063/1.1728417>
- Prabu, S.B.; Karunamoorthy, L.; Kathiresan, S.; Mohan, B. Influence of stirring speed and stirring time on distribution of particles in cast metal matrix composite. Journal Materials. Process. Technology. 171, 268–273; 2006.
- Radha, A.; Vijayakumar, K.R.; An investigation of mechanical and wear properties of AA6061 reinforced with silicon carbide and graphene nano particles Particulate composites, Material. Today Proc. 3 2247–225; 2016.
- Raghu AV, Lee YR, Jeong HM, Shin CM. Preparation and physical properties of waterborne polyurethane/ functionalized graphene sheet nanocomposites. Macromolecule Chemistry Physics; 209:2487e93. [196]; 2008.
- Razavi M, Farajipour AR, Zakeri M, Rahimipour MR, Firouzbakht AR. Production of Al₂O₃–SiC nano-composites by spark plasma sintering. Boletín La Soc Española Cerámica Y Vidraria ;56:186–94; 2017.
- Reddy MP, Shakoor RA, Parande G, Manakari V, Ubaid F, Mohamed AMA, *et al*. Enhanced performance of nano-sized SiC reinforced Al metal matrix nanocomposites synthesized through microwave sintering and hot extrusion techniques. Prog Nat Sci Mater Intl; 27:606–14.; 2017.

Sprinkle, M.; Boehm's 1961 isolation of graphene; Graphene times; Shen, C., & Oyadiji, S. O. (2020). The Processing and Analysis of Graphene and the Strength Enhancement Effect of Graphene-based Filler Materials: A Review. *Materials Today Physics*, 15, 100257. Article 100257; 2010.

Srivatsan, T.S.; Lavernia, E.J.; Use of spray techniques to synthesize particulate-reinforced metal-matrix composites. *Journal Material Science*; 27:5965–8; 1992.

Tabandeh-Khorshid, M; Omrani, E.; Menezes, P.L.; Rohatgi, P.K.; Tribological performance of self-lubricating aluminum matrix nanocomposites: Role of graphene nanoplatelets. *Eng. Sci. Technol., Int. J.* 19, 463 (2016). <http://dx.doi.org/10.1016/j.jestch.2015.09.005>

Tahriri, M. *et al.* Graphene and its derivatives: opportunities and challenges in dentistry. *Materials Science and Engineering C*, v. 102, p. 171–185, 2019.

The University of Manchester ["The Story of Graphene"](http://www.graphene.manchester.ac.uk); www.graphene.manchester.ac.uk.. 10 September 2014. Retrieved 9 October 2014.

Thostenson ET, Chou T. Microwave processing: fundamentals and applications. *Composites Part A: Applied Science Manufacture*; 30:1055–71. [66] Oghbaei M, Mirzaee O. Microwave versus conventional sintering: a review; 1999.

Vassilis J. Inglezakis, Stavros G. Pouloupoulos, *Heterogeneous Processes and Reactor Analysis, Adsorption, Ion Exchange and Catalysis*, Elsevier, <https://doi.org/10.1016/B978-044452783-7/50003-3> ; 2006

Vilar E. O., Vieira S. J. E. D., Grafeno: Uma revisão sobre propriedades, mecanismos de produção e potenciais aplicações em sistemas energéticos. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos, América do Sul*, v. 11, n. 2, p. 54-67. 2016.

Vlassiounk, I.; Regmi, M.; Fulvio, P.; Dai, S.; Datskos, P.; Eres, G. Smirnov, S.; Role of Hydrogen in Chemical Vapor Deposition Growth of Large Single-Crystal Graphene, *VL* - 5, 2011.

Yang W, Zhao Q, Xin L, Qiao J, Zou J, Shao P, *et al.* Microstructure and mechanical properties of graphene nanoplates reinforced pure Al matrix composites prepared by pressure infiltration method. *Journal Alloys Compound*; 732:748–58; 2018.

Yi M, Shen Z. A review on mechanical exfoliation for the scalable production of graphene.; *Journal Material Chemistry*; 2008.

Yu, X. Z.; Hwang, C. G.; Jozwiak, C. M.; Köhl, A.; Schmid, A. K.; Lanzara, A.; New Synthesis Method for the Growth of Epitaxial Graphene. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*.; 2011.

Yu, J.; Li, X.; Modeling of the precipitated phases and properties of Al-Zn-Mg-Cu alloys; *Journal Phase Equilibrium Diffusion*, 32-350; 2011.

Yu, H. *et al.* High-efficient Synthesis of Graphene Oxide Based on Improved Hummers Method. *Sci. Rep.* 6, 36143; 2016. <http://doi:10.1038/srep36143>

Yuan, L.; Lianyong,X.;Hongyang, J.; Lei, Z.; Kangda, H.;Yongdian, H.; Study on the floating kinetics of graphene in molten Sn-based alloy based on in-situ observation of X-ray radiography; *Composites Part B*, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.109909>

Wang, Xi.; Narita, A.; Müllen, K.; Precision synthesis versus bulk-scale fabrication of graphenes *VL2* - 10.1038/s41570 - *Nature Reviews Chemistry*, 2017.

Wei J, Atif R, Vo T, Inam F. Graphene nanoplatelets in epoxy system: Dispersion, reaggregation, and mechanical properties of nanocomposites. *Journal of Nanomaterials*;12:1-12; 2015.

Wejrzanowski et al.; Thermal conductivity of metal-graphene composites; *Materials and Design* 99; 163–173; 2016 ; <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.069>

Zare, M.; Maleki, A., Niroumand, B.; In-situ Al-SiOC composite fabricated by in situ pyrolysis of a silicone polymer gel in aluminum melt. *Int. J. Metalcasting* 16 (3), 1327–1346. 2022 <https://doi:10.1007/s40962-021-00658-9>

Zengrong H.; Zhikang W.; Shuncun L., Xiaonan W., Qiong N., Yao C., Hiromi N.; “Large scale production of graphene aluminum composites by stir casting: Process, microstructure and properties”; *Journal of Materials Research and Technology* 2023;27:681e691; 2023 <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.298>

Zhang, P.; Ma, L.; Fan, F.; Zeng, Z.; Peng, C.; Loya, P.E.; Liu, Z.; Gong, Y.; Zhang, J.; Zhang, X.; Ajayan, P.M.; Zhu, T.; Lou, J.; .["Fracture toughness of graphene"](#). *Nature Communications*. 5: 3782, <https://doi.org/10.1038/ncomms4782> ; 2014.

ANEXOS

Anexo I – Data Sheet HP10 Powder HEXOGRAFENO 2025



HP10 Powder

FICHA DE DADOS



HP10 Powder

Grafeno (pó), Graphene few layer, Grafite esfoliado, Grafeno de Poucas Camadas (GPC)

Espectroscopia RAMAN analisada via software de ponta (rede neural)^[1]:

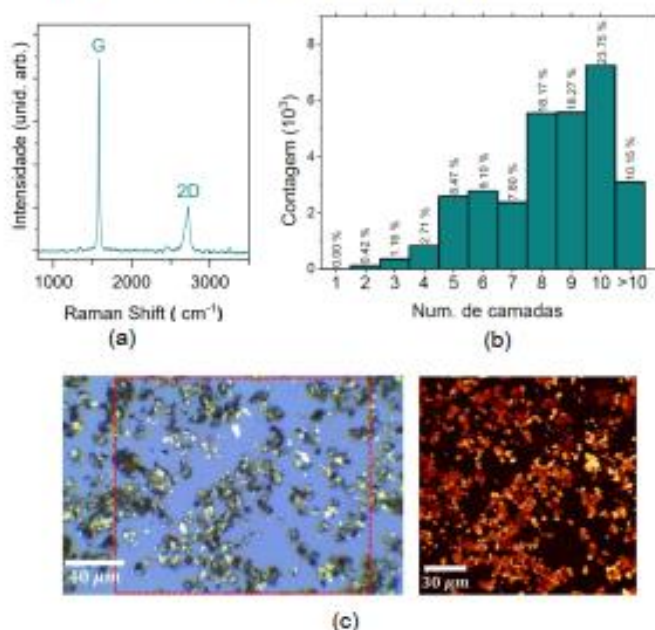


Figura 1 - (a) Espectro Raman predominante nas áreas analisadas, fora usado para as medidas o laser de comprimento de onda de 532 nm. (b) Distribuição do número de camadas obtida através de Mapeamento Raman característico do HP10 Powder. (c) A imagem da esquerda é uma imagem óptica da amostra depositada em substrato de silício e, a direita a imagem de Hiperespectro selecionando a intensidade da banda 2D (≈2650 cm⁻¹) na região delimitada em vermelho na imagem óptica a esquerda. Figuras pelo grupo FABNS/UFMG.

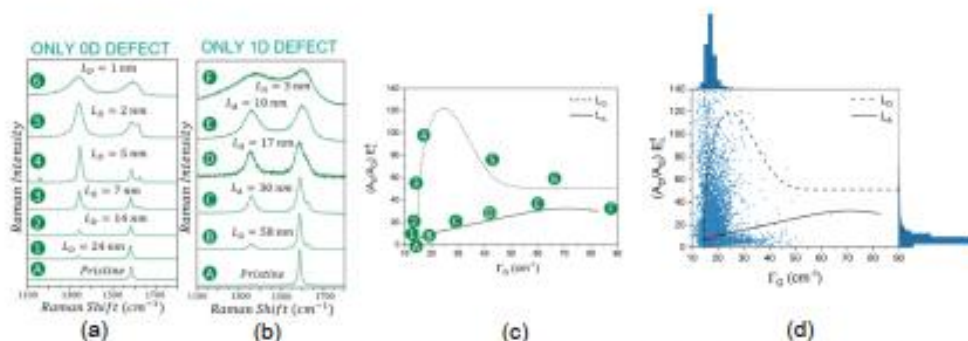


Figura 2 - Variação no espectro de materiais carbonosos devido à presença de (a) defeitos pontuais (0D), (b) defeitos de borda (1D). (c) Caminho de amorfização. (d) Resultado estatístico obtidos pelo tratamento via software pelo grupo FabNS-UFMG.

[1] Sessão com dados extraídos de relatório de análise fornecido e embasado em estado da arte e ISO21356-1. Os textos acadêmicos com os estudos são:

Diogo L. Silva, João E. Campos, Thales F.D. Fernandes, Jonatan W. Rocha, Lucas R.P. Machado, Eden W. Soares, Douglas R. Araújo, Rodolfo Almeida, Cassiano Nakato, César P. Vittor Neto, João Carlos, and Luis Gustavo Caspary. Raman spectroscopy analysis of number of layers in graphene produced by chemical exfoliation. Carbon, 202, 281–286, 2020.

João Gustavo Caspary, Marcos Gomes da Silva, Elton H. Martins Pereira, Frederico F. de, Karina Kasper, Kai Huang, Alan Perazzo, Carlos Alberto Gomes, Rodrigo B. Capaz, and João Carlos. Overlapping contributions of point and line defects in Raman spectra of graphene-based materials. 2D Materials, 6(2):025036, Apr 2017.

João Carlos Caspary, Rodolfo Almeida, Cassiano Nakato, Edilson Carlos Rezende, Saphira Faria, João Roberto, Rodolfo B. Capaz, and João Carlos. Applications of Raman spectroscopy in graphene-based materials and the development of parameterized data for large-scale data analysis. Journal of Raman Spectroscopy, 49(2):141–151, 2018.



Características do HP10 Powder

Tabela 1 - Propriedade físico-químicas do HP10 Powder obtidos através das técnicas de caracterização apresentadas acima.

Técnica	Parâmetros	Resultados
Espectroscopia Raman*	I_G (cm^{-1})	18,37
	A_{2D}/A_G (eV^{-1})	8,87
	L_D (nm)	39,88
	L_A (nm)	3,27
	σ ($10^2 \mu m^{-2}$)	2,00
Termogravimetria	C (%m/m)	99,50
	Resíduo (%m/m)	0,50
Análise Elementar	% C	98,65
	% H	0,05
	% N	0,04
Aparência (cor)		Preto
Densidade (g/cm^3)		0,17

* Dados Obtidos via FabNS-UFMG via análise por software de ponta (rede neural).

Análise Granulométrica por CILAS

Gráfico 1 - Sobreposição do acumulativo de granulometria por CILAS 1190.

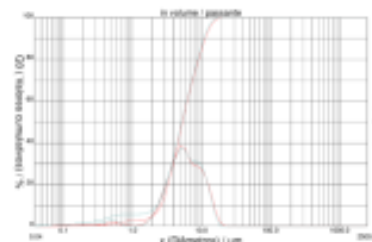


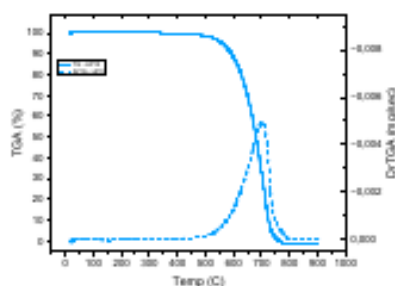
Tabela 2 - Distribuição dos diâmetros das partículas do HP10 Powder.

Características	
Diâmetro a 10%	2,49
Diâmetro a 50%	5,35
Diâmetro a 90%	11,30

Análise realizada pelo grupo LabCom-CDTN

Análise Termogravimétrica

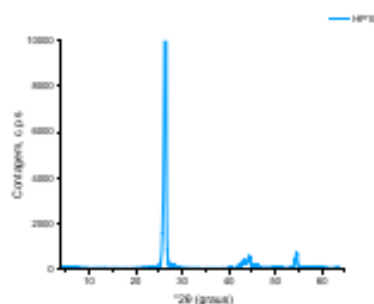
Gráfico 2 - Curva TG e DTG do HP10 em ar sintético de alta pureza e taxa de aquecimento a 10 °C/min.



Análise realizada pelo grupo GRUTAN-UFMG

Difração de raio-X (DRX)

Gráfico 3 - Difrátograma de raio-X do HP50 Powder



Análise realizada pelo grupo SEMRI-CDTN



Microscopia Eletrônica de Alta Resolução (MEV-FEG)

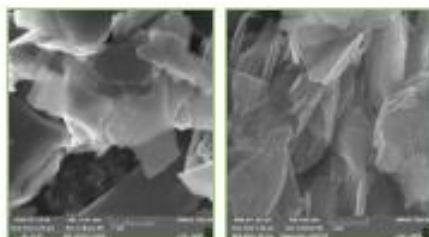


Figura 3 - Imagens alta resolução obtidas pela técnica de MEV-FEG representativas das partículas do HP10 Powder, medidas realizadas no INPE SP.

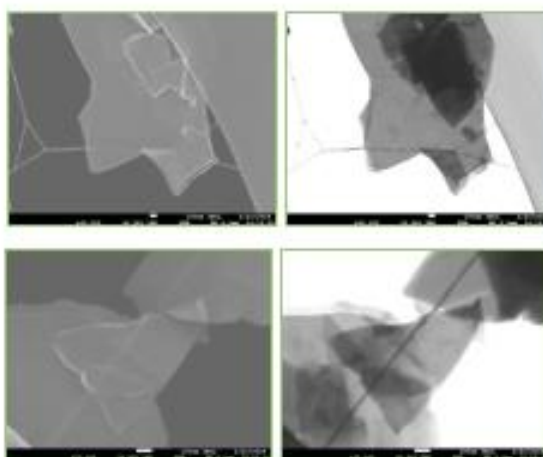


Figura 4 - Imagens de alta resolução obtidas pela técnica de MEV-FEG representativas das partículas do HP10 Powder, medidas realizadas no CIT SENAI MG.