



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS



Dissertação de Mestrado

Igor Martins Coura

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DA LIGA DE ALUMÍNIO FUNDIDO SAE 323
COM ACRÉSCIMO DE GRAFENO PROCESSADOS EM ATMOSFERA INERTE**

**Belo Horizonte
Dezembro / 2021**

Igor Martins Coura

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DA LIGA DE ALUMÍNIO FUNDIDO SAE 323
COM ACRÉSCIMO DE GRAFENO PROCESSADOS EM ATMOSFERA INERTE**

Dissertação apresentada à banca examinadora do 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 a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Sidney Nicodemos da Silva

Belo Horizonte
Dezembro / 2021

Coura, Igor Martins.
C858a Avaliação das propriedades da liga de alumínio fundido SAE 323
com acréscimo de grafeno processados em atmosfera inerte / Igor
Martins Coura. – 2021.
94 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, 2021.
Bibliografia.

1. Grafeno. 2. Alumínio. 3. Nanocompósitos. 4. Fundição. I. Silva,
Sidney Nicodemos da. II. Título.

CDD: 620.112



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS - NS



ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO Nº 30 / 2021 - POSMAT (11.52.07)

Nº do Protocolo: 23062.056880/2021-82

Belo Horizonte-MG, 21 de dezembro de 2021.

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**"AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DA LIGA DE ALUMÍNIO FUNDIDO SAE 323
COM ACRÉSCIMO DE GRAFENO PROCESSADOS EM ATMOSFERA INERTE"**

Autor: Igor Martins Coura

Orientador: Prof. Dr. Sidney Nicodemos da Silva

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

Prof. Dr. Sidney Nicodemos da Silva (ORIENTADOR)

Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof.^a Dr.^a Ivete Peixoto Pinheiro Silva (MEMBRO INTERNO)

Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Almir Gonçalves Vieira (MEMBRO EXTERNO)

Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET-MG

(Assinado digitalmente em 23/12/2021 10:47)

ALMIR GONCALVES VIEIRA

PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO

DF (11.56.10)

Matricula: 1219790

(Assinado digitalmente em 25/12/2021 16:25)

IVETE PEIXOTO PINHEIRO SILVA

PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO

CAP (11.68.01)

Matricula: 980653

(Assinado digitalmente em 28/12/2021 11:10)

SIDNEY NICODEMOS DA SILVA

PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO

DF (11.56.10)

Matricula: 2519987

Para verificar a autenticidade deste documento entre em <https://sig.cefetmg.br/public/documentos/index.jsp>
informando seu número: 30, ano: 2021, tipo: ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO, data de emissão:
21/12/2021 e o código de verificação: e9a09b5715

A minha mãe, Auxiliadora Martins Coura

Ao meu pai, Sebastião João Maria Coura

A minha filha, Ana Clara Coura

As minhas irmãs, Paula e Priscila

E em especial a minha noiva Letícia Baracho Thibau, pelo apoio constante,

Dedico a vocês a conclusão deste projeto.

AGRADECIMENTOS

Acima de tudo, agradeço a Deus, pelo dom da vida, saúde e sabedoria a mim ofertados em abundância desde sempre.

A Letícia Baracho Thibau, minha amada noiva e futura esposa, amiga e companheira, por ser minha principal incentivadora, sempre presente e sempre contribuindo muito para que este trabalho evoluísse nos momentos mais difíceis.

A minha querida mãe Auxiliadora Martins Coura, por todo apoio direto e indireto, pela demonstração de amor, carinho e atenção, e ao meu pai Sebastião João Maria Coura, que me fez ingressar ainda criança, com 15 anos de idade, no meu primeiro curso técnico de Mecânica Industrial no SENAI-MG, onde me fez despertar o interesse pela Engenharia e pelos estudos. Acima de tudo obrigado pelas cobranças, pelo incentivo e pelo apoio, no qual me tornaram um homem dedicado e interessado na busca de conhecimento e inovação.

A minha querida filha Ana Clara Coura por ser uma fonte de inspiração e busca por aprimoramento, para permanecer lutando sempre, para conseguir oferecer a ela a melhor base e exemplo, além de buscar ser cada dia o melhor pai.

As minhas irmãs Paula e Priscila, por serem exemplo e pelo apoio durante os desafios da minha vida, desde os primeiros aprendizados da minha vida.

Ao meu orientador Professor Dr. Sidney Nicodemos da Silva, os meus sinceros agradecimentos, por acreditar no meu potencial e pela oportunidade de poder trabalhar em conjunto, quando todos descreditaram de mim, o senhor através da sua confiança e orientação me fez capaz buscar um crescimento profissional e científico que julgava impossível em tão pouco tempo na minha carreira e na minha vida.

A RITZ, por todo embasamento técnico que proporcionou ao longo da minha carreira profissional e pela oportunidade e incentivo em poder buscar novos conhecimentos. Obrigado pelas flexibilizações de jornada de trabalho ao longo de todo curso, e meu agradecimento especial ao Gerente de Operações, Vinícius Lamego, grande incentivador da pesquisa, por acreditar no meu crescimento profissional e ceder o espaço e a estrutura da empresa para realização do trabalho. Meu agradecimento também ao Engenheiro Ramon Sá, sempre disposto e colaborativo com a realização deste trabalho.

A Dra. Denise das Mercês Camarano e ao CDTN, meu agradecimento, pela cordialidade, pronta disponibilidade e apoio na realização de ensaios imprescindíveis para o desenvolvimento deste trabalho.

Muito obrigado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET-MG, com especial agradecimento a todo corpo docente, que me permitiu desfrutar de toda sua excelência de ensino e pesquisa.

Obrigado a todos aqueles que estiveram de maneira direta ou indiretamente contribuindo para que este sonho fosse realizado, aos parentes próximos, amigos e colegas de profissão.

“Seja você quem for, seja qual for a posição social que você tenha na vida, a mais alta ou a mais baixa, tenha sempre como meta muita força, muita determinação e sempre faça tudo com muito amor e com muita fé em Deus, que um dia você chega lá. De qualquer maneira você chega lá.”

Ayrton Senna

“Conhece-te a ti mesmo e conhecerás o Universo e os Deuses.”

Atribuído a Tales de Mileto

RESUMO

A literatura vem mostrando recentemente que os nanocompósitos de matriz de alumínio (Al) com reforço de grafeno (G), têm despertado atenção principalmente pela sua elevada relação de propriedades físicas/densidade. O Al e suas ligas, por sua vez, são comumente empregados industrialmente nos setores elétrico, automotivo e aeroespacial em diversas aplicações que exigem materiais de alta resistência mecânica, boa condutividade, baixa densidade e uma significativa vantagem comparativa custo-benefício. O grafeno, alotrópico do carbono, apresenta baixíssima densidade, baixo coeficiente de expansão térmica, além de razoáveis propriedades mecânicas e elétricas. Neste trabalho buscou-se aprimorar o processamento por fusão em atmosfera inerte e avaliar as propriedades de nanocompósitos de matriz da liga de alumínio SAE 323 com reforço de grafeno. O material grafênico utilizado possuía até 30 camadas, sendo adicionado nas proporções de 0,5%, 1% e 2% m/m. Para a obtenção dos corpos de provas (CPs) por fusão em forno resistivo, adaptações para evitar oxidação foram realizadas com o uso de uma atmosfera de gás nitrogênio (N₂). Os ensaios de caracterizações físico-química e microestruturais dos CPs foram realizados por microscopia eletrônica por varredura acoplado com análise de espectroscopia por energia dispersiva (MEV/EDS), utilizados para a determinação da porcentagem de carbono, para determinação da incorporação e dispersão de frações de grafenos e avaliar as morfologias. Já os ensaios mecânicos, elétricos e térmicos realizados foram: durezas (HB e HV) para avaliação das propriedades mecânicas; ensaio de resistência elétrica para avaliar as propriedades de elétricas (resistividade elétrica), e ensaio de difusividade térmica, através do método quadruplo térmico (flash laser) para avaliar as propriedades térmicas (difusão térmica). Verificou-se que no nanocompósito, o material do reforço foi disperso e encontrado tanto na matriz como em clusters, sendo que as propriedades mecânicas não apresentaram modificações significativas. As propriedades elétricas, apresentaram redução da resistência elétrica em até 43,3%, e as propriedades térmicas foram levemente modificadas com até 12,6% de aumento na difusividade térmica.

Palavras-chave: Grafeno, alumínio, nanocompósitos, fundição, atmosfera inerte.

ABSTRACT

Literature has recently shown that aluminum (Al) matrix nanocomposites with graphene (G) reinforcement have attracted attention mainly due to their high physical properties/density ratio. Al and its alloys, in turn, are commonly used industrially in the electrical, automotive and aerospace sectors in various applications that require materials with high mechanical resistance, good conductivity, low density and a significant cost-effective comparative advantage. Graphene, an allotropic carbon, has a very low density, low coefficient of thermal expansion, in addition to reasonable mechanical and electrical properties. In this work, it was sought to improve the melt processing in an inert atmosphere to evaluate the properties of nanocomposites with an SAE 323 aluminum alloy matrix with graphene reinforcement. The graphene material used had up to 30 layers, being added in proportions of 0.5%, 1% and 2% m/m. To obtain the specimens (CPs) by melting in a resistive furnace, adaptations to avoid oxidation were carried out using a nitrogen (N₂) gas atmosphere. The tests of physical-chemical and microstructural characterizations of the PCs were performed by scanning electron microscopy coupled with energy dispersive spectroscopy (SEM/EDS) used to determine the percentage of carbon, to determine the incorporation and dispersion of fractions of graphene and evaluate the morphologies. The mechanical, electrical and thermal tests performed were: hardness (HB and HV) to evaluate the mechanical properties; electrical resistance test to evaluate the electrical properties (electrical resistivity) and thermal diffusivity test, using the quadruple thermal method (laser flash) to evaluate the thermal properties (thermal diffusion). It was found that in the nanocomposite that the reinforcement material was dispersed and found both in the matrix and in clusters, and the mechanical properties did not show significant changes. The electrical properties showed a reduction in electrical resistance of up to 43.3% and the thermal properties were slightly modified with up to 12.6% increase in thermal diffusivity.

Key-words: Graphene, aluminum, nanocomposites, casting, inert atmosphere.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação das fases matriz e dispersa de um nanocompósito.	24
Figura 2 – Gráfico força x deformação da liga de alumínio SAE 323 sem tratamento térmico.	30
Figura 3 – Gráfico força x deformação da liga de alumínio SAE 323 com tratamento térmico T6.	30
Figura 4 – Ligas de alumínio e a microestrutura da liga SAE 323 com tratamento térmico.	32
Figura 5 – Representação esquemática do grafeno em monocamada derivado do carbono.	33
Figura 6 – Estrutura em camadas do grafeno	34
Figura 7 – Métodos de síntese do grafeno por Top-down.	36
Figura 8 – Fluxograma do processo de fundição por gravidade.....	40
Figura 9 – Circuito em ponte para medição de um resistor.	46
Figura 10 – Modelização para o método Quadrupolo térmico.....	47
Figura 11 – Fluxograma de processamento das amostras.	48
Figura 12 – Fluxograma de ensaios e caracterizações dos corpos de prova.....	49
Figura 13 – Grafeno Phoster com seu lote e data de fabricação.	50
Figura 14 – Difratograma de raios X, MEV e MO do Grafeno Phoster (como recebido).	51
Figura 15 – Lingotes de alumínio SAE 323 como fornecido.....	52
Figura 16 – Composição química do alumínio SAE 323.	52
Figura 17 – Mufla RevestArc com 16.000W e temperatura máxima 1200°C.	54
Figura 18 – Tubo adaptado ao cilindro de nitrogênio para entrada do gás na mufla.	54
Figura 19 – Tubo para entrada de gás N2 na mufla sobre o material em fusão....	55
Figura 20 – Cadinho cerâmica, tripé metálico e prolongado para manuseio.....	56
Figura 21 – Pesagem do grafeno.	57
Figura 22 – Armazenamento do grafeno.	57
Figura 23 – Pesagem do alumínio.....	58
Figura 24 – Armazenamento do alumínio.	58
Figura 25 – Etapas de processamento das amostras.	59
Figura 26 – Inserção do grafeno.	60

Figura 27 – Cobrimento do G com Al líquido.....	60
Figura 28 – Inserção de alumínio sólido em cubos.	60
Figura 29 – Aferição da temperatura da liga.	61
Figura 30 – Envase em caixas de areia verde.	61
Figura 31 – Retirada de amostra da caixa de areia.....	62
Figura 32 – Amostras identificadas após fusão.....	62
Figura 33 – Amostra metalográfica para ensaio de MEV / EDS.....	63
Figura 34 – Instrumento Ponte de Kelvin PK230 Nansen.	65
Figura 35 – Difusímetro QuadruFlash 1200.	66
Figura 36 – Gráfico com o percentual de desvio após fusão	67
Figura 37 – Amostras submetidas ao ensaio de análise química por combustão por infravermelho.	68
Figura 38 – Microestrutura da amostra de Al-05%G.	70
Figura 39 – Microestrutura da amostra de Al-05%G.	71
Figura 40 – Microestrutura da amostra de Al-05%G.	71
Figura 41 – Microestrutura da amostra de Al-1%G.	72
Figura 42 – Microestrutura da amostra de Al-1%G.	72
Figura 43 – Microestrutura da amostra de Al-2%G.	73
Figura 44 – Microestrutura da amostra de Al-2%G.	73
Figura 45 – Aspecto das microestruturas/regiões de composição química por EDS das amostras.	75
Figura 46 – Microestrutura da amostra de alumínio com 0,5% de grafeno analisada por EDS.	76
Figura 47 – Microestrutura da amostra de alumínio com 1% de grafeno analisada por EDS.	77
Figura 48 – Microestrutura da amostra de alumínio com 2% de grafeno analisada por EDS.	78
Figura 49 - Amostras submetidas ao ensaio de dureza Brinell.	79
Figura 50 – Resultado do ensaio de microdureza Vickers dos nanocompósitos.	81
Figura 51 – Resultado do ensaio resistividade elétrica ($\mu\Omega$) dos nanocompósitos.	82
Figura 52 – Resultado do ensaio de difusividade térmica dos nanocompósitos. ..	84

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química da liga de alumínio SAE 323.	31
Tabela 2 – Propriedades mecânicas da liga de alumínio SAE 323.	32
Tabela 3 - Composição química do Grafeno Phoster.....	50
Tabela 4 – Balanço de massa dos nanocompósitos com grafeno.	67
Tabela 5 – Concentração de carbono por amostras.	69
Tabela 6 – Concentração de principais elementos químicos encontrados nas amostras processadas.	75
Tabela 7 – Principais elementos químicos em amostra de alumínio com 0,5% de grafeno pelo EDS.	77
Tabela 8 – Principais elementos químicos em amostra de alumínio com 1% de grafeno pelo EDS.	78
Tabela 9 – Principais elementos químicos em amostra de alumínio com 2% de grafeno pelo EDS.	79
Tabela 10 – Dureza Brinell (HB) das amostras.	80
Tabela 11 – Valores de resistência elétrica dos nanocompósitos.	82
Tabela 12 – Valores de difusividade térmica dos nanocompósitos.	83

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

A	= Área
Al	= Alumínio
Al ₂ O ₃	= Óxido de alumínio
ASTM	= Sociedade Americana para Testes e Materiais
Au	= Ouro
B	= Boro
C	= Carbono
CDTN	= Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
CEFET-MG	= Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais
CFC	= Cúbica de face centrada
Cl	= Cloro
CO	= Monóxido de carbono
CO ₂	= Dióxido de carbono
CPs	= Corpos de Prova
Cr	= Cromo
Cu	= Cobre
CVD	= Deposição química de vapor
DEMAT	= Departamento de Engenharia de Materiais
DRX	= Difração de raios X
EDS	= Espectroscopia por energia dispersiva
Fe	= Ferro
g	= Gramas
G	= Grafeno
g/cm ³	= Gramas por centímetro cúbico
GO	= Óxido de grafeno
GPa	= Gigapascal
H	= Hora
HB	= Dureza Brinell
HV	= Dureza Vickers
HNO ₃	= Ácido nítrico fumegante
H ₂ O	= Água
H ₂ SO ₄	= Ácido sulfúrico concentrado
I	= Corrente
J	= Joules
k	= Condutividade térmica
K	= Potássio
KClO ₃	= Clorato de potássio
kg	= Quilograma
kgf/mm ²	= Quilograma força por milímetro quadrado
KMnO ₄	= Permanganato de potássio
LMPT	= Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas

Ltda	= Sociedade limitada
m	= metro
mm	= milímetro
MEV	= Microscopia eletrônica por varredura
Mg	= Magnésio
Mn	= Manganês
MO	= Microscopia óptica
m ² /g	= Metroquadrado por grama
N	= Newton
N ₂	= Nitrogênio
NaNO ₃	= Nitrato de sódio
Ni	= Níquel
nm	= Nanômetro
O ₂	= Oxigênio
pH	= Potencial hidrogeniônico
R	= Resistência elétrica
RBC	= Rede Brasileira de Calibração
rGO	= Óxido de grafeno reduzido
S	= Enxofre
SAE	= Sociedade dos Engenheiros Automotivos
Si	= Silício
SiC	= Carbetto de silício
SiO ₂	= Dióxido de silício
Sn	= Estanho
T	= Temperatura
t	= Tempo
Ti	= Titânio
W	= Watts
Zn	= Zinco
°C	= Grau Celsius
°F	= Grau Fahrenheit
–OH	= Hidroxila
C–O–C	= Carbonila
–COOH	= Ácido carboxílico
%m/m	= Porcentagem por peso
Mm	= Micrômetro
α	= Difusividade térmica
φ	= Fluxo de calor

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	18
1.1 Justificativa e relevância	20
2. OBJETIVOS	22
2.1 Objetivos Gerais	22
2.2 Objetivos Especificos	22
3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS E REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
3.1 Materiais Compósitos	23
3.1.1 <i>Fase Matriz</i>	24
3.1.2 <i>Fase Dispersa</i>	25
3.2 Nanocompósitos	26
3.2.1 <i>Nanocompósitos reforçados por dispersão</i>	26
3.2.2 <i>Nanocompósitos com matriz metálica</i>	27
3.3 Alumínio e suas ligas	28
3.3.1 <i>Liga SAE J425 323 / UNS A03560 / ANSI A356.0</i>	31
3.4 Grafeno e Óxido de Grafeno	33
3.4.1 <i>Rotas de redução da grafita em grafeno</i>	35
3.5 Fundição	38
3.5.1 Fundição por gravidade em molde de areia	39
3.5.2 <i>Fundição em atmosfera inerte</i>	40
3.6 Análise química por combustão direta por infravermelho	41
3.7 Metalografia	41
3.7.1 <i>Microscopia eletrônica por varredura (MEV)</i>	41
3.7.2 <i>Espectroscopia por energia dispersiva (EDS)</i>	42
3.8 Dureza	43
3.8.1 <i>Dureza Brinell (HB)</i>	43
3.8.2 <i>Microdureza Vickers (HV)</i>	44

3.9	Resistência elétrica.....	45
3.9.1	<i>Ponte Wheatstone e ponte Kelvin.....</i>	45
3.10	Difusividade térmica.....	46
3.10.1	<i>Método Quadrupolo Térmico</i>	46
4.	METODOLOGIA	48
4.1	Materiais e Equipamentos	49
4.1.1	<i>Grafeno.....</i>	49
4.1.2	<i>Alumínio SAE 323.....</i>	51
4.1.3	<i>Mufla à indução com atmosfera inerte</i>	53
4.1.4	<i>Cadinhos e suporte de sustentação</i>	55
4.2	Procedimento experimental (Processamento das amostras).....	56
4.3	Caracterizações físico-química, mecânica e metalográfica	63
4.3.1	<i>Análise química por combustão direta por infravermelho</i>	63
4.3.2	<i>Metalografia</i>	63
4.3.3	<i>Dureza Brinell</i>	64
4.3.4	<i>Microdureza Vickers</i>	65
4.3.5	<i>Resistência elétrica.....</i>	65
4.3.6	<i>Difusividade térmica.....</i>	66
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	67
5.1	Análise química por combustão direta por infravermelho	68
5.2	Metalografia	70
5.2.1	<i>Microscopia eletrônica por varredura (MEV).....</i>	70
5.2.2	<i>Espectroscopia por energia dispersiva de Raios X (MEV/EDS)</i>	74
5.3	Dureza Brinell	79
5.4	Dureza Vickers.....	80
5.5	Resistência elétrica.....	82
5.6	Difusividade térmica.....	83

6. CONCLUSÃO	86
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	88
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89

1. INTRODUÇÃO

Atualmente na indústria, os materiais condutores têm evoluído do cobre (Cu), material com alto custo agregado, para o alumínio, por este ter um custo mais acessível, além da abundância deste metal na crosta terrestre. Porém, o alumínio, ainda apresenta oportunidades de melhoria e incremento na resistência mecânica, assim como nas condutividades elétrica e/ou térmica. Mais recentemente, o reforço de materiais condutores de alumínio tem sido feito por materiais compósitos, e também por processamento através da nanotecnologia.

O grafeno, por sua vez, é um material que consiste de uma folha plana e fina de átomos 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 (Si), condutividade térmica mais alta que o cobre, área superficial maior que a observada para o grafite e ainda um material mais leve que tantos outros (VILAR; VIEIRA, 2016).

O prêmio Nobel concedido em 2010 aos professores Andre Geim e Konstatin Novoselov, da Universidade de Manchester, despertou o interesse de pesquisadores do mundo inteiro em estudar o grafeno, material que tem sido considerado uma das formas alotrópicas do carbono (C) mais promissoras para aplicações tecnológicas. Isso porque ele apresenta uma série de características peculiares, como resistência térmica e mecânica elevada, boa condutividade elétrica, dentre outras, que podem ter uma ampla gama de aplicações (WICK, 2014).

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 “guiados” por um canal de menor resistência. Tal característica ocorre porque os elétrons e os “buracos” presentes no carbono conhecidos como *graphinos* podem conduzir a energia elétrica linearmente com mínimo de resistência, devido a baixíssima densidade de colisões elétron-elétron.

Como o nível Fermi (energia de Dirac Férmions) do material pode se tornar consideravelmente elevado, o grafeno pode se transformar em um supercondutor, melhor até mesmo que o ouro (Au) ou cobre.

Como o grafeno é mais condutivo que o cobre, ele pode ter aplicações elétricas e eletrônicas. 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 prática 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 150K 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. 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).

Os compósitos de matrizes de alumínio reforçadas com grafeno têm sido amplamente estudados, pois podem aliar as características importantes do alumínio, como baixa densidade, baixo custo, facilidade comercial e de processamento, com as características de excelente resistência mecânica, condutividade elétrica e térmica presentes no grafeno. Pesquisas têm sido desenvolvidas com estes dois materiais pelos métodos de metalurgia do pó, moagem por bolas, compactação, extrusão e também pelo método da fundição. Este último método, têm chamado a atenção, pela popularidade e simplicidade de processamento, além da excelente relação custo-benefício.

Em geral, a síntese de solidificação de compósitos com matriz de metal envolve a produção de um fundido do material de matriz selecionado seguido pela introdução de um material de reforço no fundido, obtendo uma dispersão adequada. A próxima etapa é a solidificação do fundido contendo dispersóides suspensos sob condições selecionadas para obter a distribuição desejada da fase dispersa na matriz moldada (HASHIM et al., 1999).

Entre a variedade de processos de fabricação disponíveis para compósitos de matriz de metal descontínuo, a fundição é geralmente aceita como uma rota particularmente promissora, atualmente praticado comercialmente. Suas vantagens residem em sua simplicidade, flexibilidade e aplicabilidade em grandes quantidades de produção. Também é atraente porque, em princípio, permite que uma rota de processamento de metal convencional seja usada e, por isso, minimiza o custo final do produto (HASHIM et al., 1999).

Neste sentido, os nanocompósitos de alumínio e grafeno apresentam-se com grande potencial para aplicação em diversos setores da indústria, por oferecerem grandes possibilidades de aumento de resistência mecânica e de condutividade elétrica, além da manutenção da baixa densidade e facilidade em processamento.

1.1 Justificativa e relevância

Com a eletrificação dos modais logísticos, os nanocompósitos de matriz metálica têm atraído significativa atenção principalmente pela sua alta relação resistência/densidade, dureza e resistência ao desgaste melhoradas para uso estrutural em motores e demais componentes elétricos. O alumínio e suas ligas têm destaque como o material não ferroso por razões econômicas e enorme versatilidade em compósitos de matriz metálica. Os materiais grafênicos vêm sendo utilizados como um reforço relevante objetivando o desenvolvimento de nanocompósitos com matriz de alumínio, esse reforço com grafenos ou óxidos de grafenos vem recebendo atenção devido a sua baixa densidade, diminuto coeficiente de expansão térmica, além de razoáveis propriedades tribológicas. Atualmente a literatura trata esses nanocompósitos como um grupo de novos materiais avançados, visto que podem proporcionar as ligas de Al uma gama de características superiores, em que um material convencional com essa combinação de propriedades não seria disponível.

Neste projeto buscou-se desenvolver a fusão em atmosfera inerte do alumínio e da inserção de nanoplaquetas de grafeno com até 30 camadas atômicas. Foi avaliado o comportamento mecânico e físico dos nanocompósitos, principalmente no que tange a dispersão com a incorporação de até 2% m/m de nanopartículas de grafeno dispersas homogeneamente dentro da matriz de liga de alumínio. Além disso, o alumínio monolítico (liga sem partículas de grafeno) também foi processado pelo mesmo método para comparações.

Foram realizadas análises no 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. Com o intuito de avaliar o desempenho mecânico do nanocompósito, o teste de dureza e microdureza de indentação foram realizados, além de ensaios de avaliação da resistência elétrica e da difusividade térmica. Os resultados experimentais (físico-químicos, mecânicos, elétricos e térmicos), mostram que este processo de fusão com atmosfera proteção tem razoável potencial para incorporar frações expressivas de grafenos em nanocompósitos de matriz metálica (Al).

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivos Gerais

Desenvolver o processamento por fusão de nanocompósitos da liga de alumínio (SAE 323) reforçados com grafeno, obtidos pelo método de fundição com atmosfera inerte protetora, visando avaliar as propriedades mecânicas, elétricas e térmicas, para aplicações como materiais de engenharia.

2.2 Objetivos Específicos

- a) Obter nanocompósitos de matriz da liga de alumínio (SAE 323) com reforço de grafeno, processados por fundição em atmosfera inerte (N_2), variando a concentração de reforço em 0,5%, 1% e 2% m/m;
- b) Comparar a morfologia dos nanocompósitos de alumínio-grafeno com a liga sem grafeno, através da análise microestrutural por microscopia eletrônica por varredura (MEV) e qual a forma de dissipação do grafeno na matriz de alumínio, através microanálise por espectroscopia de energia dispersiva de raios X (MEV/EDS);
- c) Inferir a percentagem real de carbono (C) presente nas matrizes nos nanocompósitos com o uso de ensaio para determinação da composição química através da combustão direta por infravermelho;
- d) Avaliar as propriedades mecânicas dos nanocompósitos de alumínio-grafeno ao longo do aumento da concentração de grafeno na matriz, através de ensaios de dureza Brinell (HB) e de microdurezas Vickers (HV);
- e) Medir a resistividade elétrica dos nanocompósitos de alumínio-grafeno comparando com a liga sem grafeno (como recebida);
- f) Avaliar as propriedades térmicas dos nanocompósitos de alumínio-grafeno com o aumento da concentração de grafeno na matriz, com a determinação da difusividade térmica de materiais sólidos pelo método quadruplo térmico.

3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS E REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo é apresentado por uma revisão sobre os tópicos relacionados aos materiais compósitos e nanocompósitos, alumínio e grafeno, processo de fabricação por fundição e parâmetros de processamento e caracterização.

3.1 Materiais Compósitos

O advento dos compósitos como uma classe de materiais distinta deu-se na metade do século XX, com a fabricação de compósitos deliberadamente projetados, por meio do conceito de combinar materiais diferentes durante o processamento. De maneira geral, um compósito pode ser considerado como qualquer material multifásico que exibe uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases constituintes, em que é obtida melhor combinação de propriedades de maneira equilibrada (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

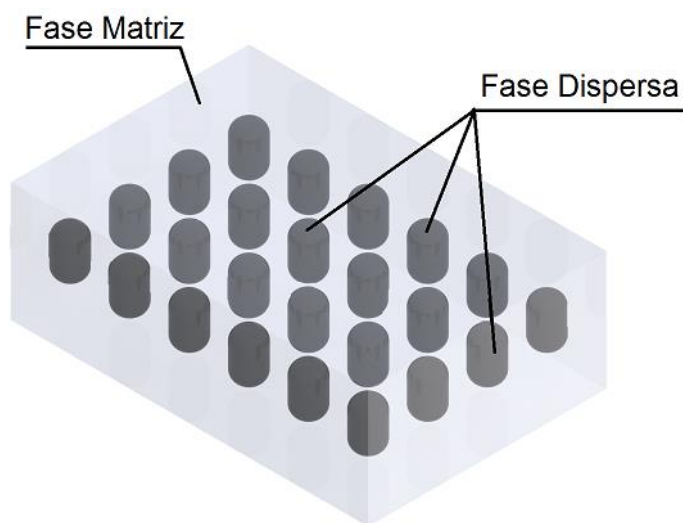
Os compósitos são produzidos quando dois ou mais materiais (ou fases) são utilizados em conjunto para resultar em uma combinação de propriedades que não pode ser obtida de outra maneira. Materiais compósitos podem ser selecionados para resultar em combinações incomuns de rigidez, resistência mecânica, densidade, desempenho em altas temperaturas, resistência à corrosão, dureza ou condutividade (ASKELAND; WRIGHT, 2014).

Os compósitos são projetados e processados com os seguintes objetivos:

1. Combinar melhores características de distintos materiais em um único;
2. Melhorar as propriedades mecânicas, elétricas e térmicas;
3. Melhorar a resistência à corrosão;
4. Melhorar a razão peso-resistência;
5. Proporcionar benefícios nas etapas de processamento;
6. Possibilitar a existência de materiais com boa relação custo-benefício.

Estes materiais são uma combinação entre pelo menos duas fases, uma é denominada fase matriz, caracterizada pela sua forma contínua que atua como enchimento e outra denominada fase dispersa incorporada como reforço. A figura 1 apresenta a distribuição da fase dispersa na fase matriz.

Figura 1 – Representação das fases matriz e dispersa de um nanocompósito.



Fonte: Próprio autor (2020).

Os compósitos multifásicos oferecem a oportunidade de obtenção de materiais com atributos superiores aos das fases constituintes iniciais. Desta forma, melhores propriedades podem ser criadas e exploradas, através da combinação de porções da fase dispersa na fase matriz, no qual uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases constituintes é obtida dentro de um equilíbrio.

3.1.1 Fase Matriz

A fase matriz em um compósito tem diversas funções importantes, as quais a torna indispensável para a estrutura de um material. Entre elas pode-se citar a de que é a responsável por ligar as partes da fase dispersa umas às outras, deve ser composta por um material dúctil e seu módulo de elasticidade deve ser menor que o da fase dispersa.

A matriz é quem recebe a carga de tensão aplicada externamente e a transmite para a fase dispersa, protegendo-as contra danos superficiais decorrentes de esforços abrasivos e/ou reações químicas do ambiente. Ela também é a responsável em prevenir a propagação de trincas frágeis entre os componentes da fase dispersa ou do reforço, assim mesmo que algumas partes individuais dos reforços falhem a fratura total do nanocompósito não ocorrerá até que uma grande porção da fase dispersa adjacentes tenha falhado.

O mecanismo de aumento da resistência é semelhante ao de endurecimento por precipitação, enquanto a matriz suporta a maior parte da carga aplicada, as pequenas partículas dispersas impedem ou dificultam o movimento das discordâncias. Dessa forma a deformação plástica fica restrita de modo tal que os limites de escoamento e de resistência a tração, assim como dureza, são melhorados (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

É muito importante que as forças de ligação entre a fase matriz e a fase dispersa sejam grandes e fortes, minimizando assim o arrancamento dos reforços. A resistência de um nanocompósito depende basicamente da intensidade desta ligação, para que a transmissão de tensões ocorra de uma boa forma entre a fase matriz de baixa resistência e a fase dispersa de boa resistência e responsável por suportar e sustentar o nanocompósito.

3.1.2 Fase Dispersa

A fase dispersa de um compósito é aquela responsável por suportar e resistir aos esforços nos quais o material é submetido. Os materiais utilizados na fase dispersa apresentam altos limites de resistência à tração.

Para maioria dos nanocompósitos, a fase particulada é mais dura e mais rígida que a matriz. Essas partículas de reforço tendem a restringir o movimento da fase matriz na vizinhança de cada partícula. Essencialmente a matriz transfere parte da tensão aplicada as partículas, as quais suportam uma fração da carga. O grau de reforço ou melhoria do comportamento mecânico depende de uma ligação forte na interface matriz-partícula (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

Nanocompósitos particulados contêm partículas de 10nm a 250nm de diâmetro. Estes dispersóides, normalmente um óxido metálico, são inseridos na matriz e mesmo que não sejam cristalograficamente coerentes com a matriz, elas bloqueiam o movimento das discordâncias, resultando num efetivo endurecimento do material (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

Os materiais da fase dispersa podem ser classificados como fibras ou whiskers. As fibras podem ser materiais policristalinos ou amorfos e possuem diâmetros pequenos, sendo geralmente polímeros ou cerâmicas. Já os whiskers são monocristais muito finos, com razões comprimento-diâmetro extremamente grande.

Em consequência disso esses nanomateriais apresentam alto grau de perfeição cristalina e são virtualmente livres de defeitos, o que lhes proporcionam resistências extremamente elevadas.

3.2 Nanocompósitos

Os nanocompósitos estabelecem uma categoria de materiais que vem sendo estudados desde o século passado, mas principalmente no século XXI têm sido amplamente desenvolvidos e aprimorados em aplicações e produtos inovadores. Nestes materiais a fase dispersa incorporada como reforço, possui escala nanométrica, de grandeza na ordem 10^{-9}m .

Ligas endurecidas por dispersão são exemplos de materiais tradicionais que podem ser considerados compósitos em nanoescala. Em um nanocompósito, a fase dispersa consiste em partículas em escala nano distribuídas em uma fase matriz (ASKELAND; WRIGHT, 2014).

3.2.1 Nanocompósitos reforçados por dispersão

Os metais e ligas metálicas podem ter sua resistência aumentada e ser endurecidos pela dispersão uniforme de diversas porcentagens volumétricas de partículas finas de um material inerte e muito duro. A fase dispersa pode ser metálica e não metálica; óxidos são usados com frequência. Novamente, o mecanismo de aumento da resistência envolve interações entre as partículas e as discordâncias na matriz. O efeito do aumento da resistência por dispersão é mantido em temperaturas elevadas e por períodos de tempos prolongados, pois as partículas dispersas são escolhidas para não serem reativas com a fase matriz (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

Em geral, a síntese de solidificação de matriz de compósitos metálicos, envolve a produção de um fundido do material da matriz selecionada, seguido pela introdução de um material de reforço no fundido, obtendo uma dispersão adequada. A próxima etapa é a solidificação do fundido contendo dispersóides sob condições selecionadas

para obter a distribuição desejada da fase dispersa na matriz fundida (HASHIM et al., 1999).

3.2.2 Nanocompósitos com matriz metálica

Os nanocompósitos com matriz metálica possuem um metal dúctil como material da matriz, e podem ser usados em temperaturas de serviço mais elevadas que seus respectivos metais base. Além disso, o reforço pode melhorar a rigidez específica, a resistência específica, a resistência a abrasão, a resistência a fluência, a condutividade térmica e a estabilidade dimensional. As superligas, assim como ligas de alumínio, magnésio (Mg), titânio (Ti) e cobre (Cu) são empregadas como materiais da matriz. O reforço pode ser na forma de particulados de fibras contínuas, incluindo as de carbono, carbeto de silício (SiC), boro (B), óxido de alumínio (Al₂O₃) e metais refratários. Normalmente o processamento destes nanocompósitos envolve pelo menos duas etapas, uma de introdução do reforço na matriz, denominada de consolidação ou síntese, seguida de uma operação de conformação (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

Compostos de matriz metálica se tornaram materiais de engenharia cruciais, combinando ductilidade e tenacidade de metais com alta resistência e propriedades de alto módulo de elasticidade, alta resistência a tração e compressão e usabilidade em altas temperaturas. Embora todos os tipos de metais leves possam ser usados como material de matriz na produção de compósitos de matriz metálica, o alumínio e suas ligas geralmente ocupam o primeiro lugar. A razão de preferir essas ligas é que elas têm baixa densidade e baixa temperatura de fusão. No entanto, a fim de melhorar essas propriedades ainda mais, compósitos com matrizes metálicas vem sendo reforçados com materiais de nova geração mostrando propriedades superiores. Atualmente, os melhores resultados desses reforços são obtidos a partir de compósitos de matriz metálica reforçados com grafeno (GULER; BAGCI, 2020).

Na preparação de compósitos com matriz de metal pela fundição, há vários fatores que precisam ser considerados, incluindo:

1. A dificuldade de alcançar uma distribuição uniforme do material de reforço;
2. Molhabilidade entre as duas substâncias principais;
3. Porosidade nos compósitos com matriz de metal fundido;

4. Reações químicas entre o material de reforço e a liga da matriz.

A fim de alcançar as propriedades ideais do metal compósito de matriz, a distribuição do reforço material na liga da matriz deve ser uniforme, e a molhabilidade ou ligação entre essas substâncias deve ser otimizada. Os níveis de porosidade precisam ser minimizados, e reações químicas entre os materiais de reforço e a liga da matriz deve ser evitada (HASHIM et al., 1999).

As formas de ligação na interface dos compósitos com matriz de alumínio, durante o processo de mistura molecular, visto que existem grupos funcionais nas cargas de carbono, é o mais importante para a transferência de carga entre a matriz e o reforço. As interfaces e a forte ligação interfacial entre o reforço de grafeno e a matriz de metal da liga de alumínio, desempenham um papel importante na determinação da resistência à tração dos compósitos e, conseqüentemente, nas propriedades mecânica (VENKATESAN; XAVIOR, 2019).

3.3 Alumínio e suas ligas

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante da Terra, depois do oxigênio (O) e do silício. Entretanto até o fim do século XIX sua produção era difícil e cara. Em 1884, o revestimento do topo do Monumento a Washington, com cerca de 2,7 quilogramas, era uma das maiores peças de alumínio feitas até então (ASKELAND; WRIGHT, 2014).

O alumínio e suas ligas são caracterizados por uma massa específica relativamente baixa ($2,7\text{g/cm}^3$ ou um terço do aço e um módulo de elasticidade de 70GPa), condutividades elétricas e térmicas elevadas, e resistência à corrosão em alguns ambientes comuns, incluindo a atmosfera ambiente (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

Embora as ligas de alumínio tenham propriedades de tração inferiores às do aço, as resistências específicas delas (ou razão resistência mecânica-densidade) são excelentes. O alumínio pode ser processado mecanicamente com facilidade, tem alta condutividade térmica e elétrica e não apresenta transição frágil-dúctil em baixas temperaturas. O material não é tóxico e pode ser reciclado, gastando neste caso apenas cerca de 5% da energia necessária para produzi-lo a partir da alumina. Suas propriedades físicas interessantes incluem comportamento não ferromagnético e boa

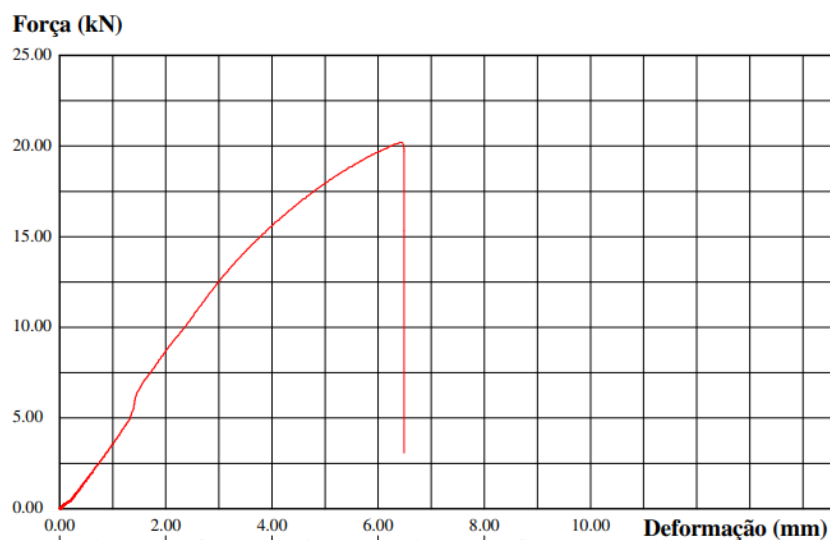
resistência à oxidação e corrosão. Entretanto o alumínio não tem um limite de resistência à fadiga elevado, de modo que trincas por fadiga podem ocorrer depois de algum tempo, mesmo sob condições de baixa tensão. Por fim, as ligas de alumínio têm baixa dureza, resultando em baixa resistência ao desgaste (ASKELAND; RIGHT, 2014).

Muitas das ligas de alumínio são conformadas com facilidade em virtude das suas ductilidades elevadas, isso fica evidente nas finas folhas de papel-alumínio nas quais o material relativamente puro pode ser laminado. Uma vez que o alumínio possui uma estrutura cristalina CFC, sua ductilidade é mantida mesmo em temperaturas muito baixas. O alumínio possui baixa temperatura de fusão, 660°C ou 1220°F (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

A resistência mecânica do alumínio pode ser aumentada por trabalho a frio e pela formação de ligas, entretanto, ambos os processos tendem a diminuir a resistência à corrosão. Os principais elementos de liga incluem cobre, magnésio, silício, manganês e zinco. As ligas que não são tratáveis termicamente consistem em uma única fase, e um aumento na resistência é obtido através do endurecimento por solução sólida. Outras ligas tornam-se termicamente tratadas (capazes de serem endurecidas por precipitação) como resultado da adição de elementos de ligas. Em várias dessas ligas, o endurecimento por precipitação é devido à precipitação de dois elementos, diferentes do alumínio, que formam um composto intermetálico (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

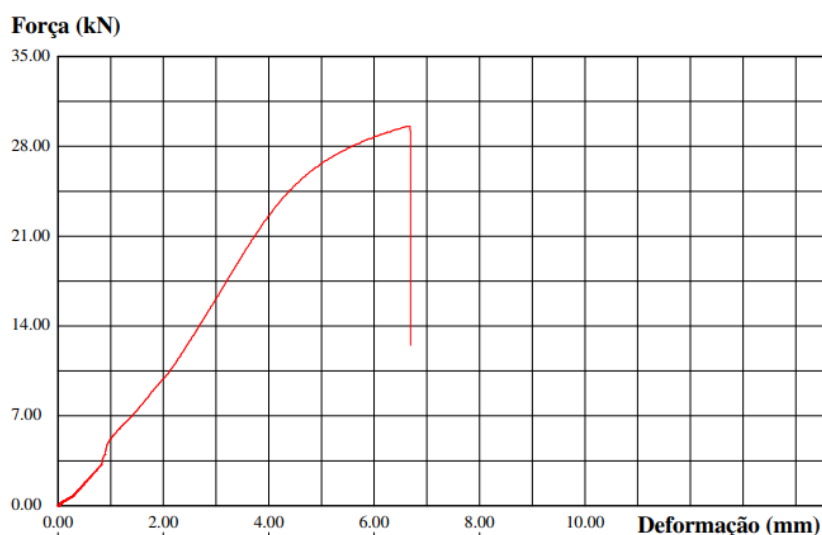
Os gráficos de força e deformação das figuras 2 e 3, apresentam a diferença de resistência mecânica de uma liga de alumínio sem tratamento térmico e com tratamento térmico, respectivamente. A liga de alumínio apresentada é a SAE 323, processada por fundição e o tratamento térmico aplicado é o T6. Neste tratamento, o material após fundição, é colocado em um forno à temperatura de 520°C a 540°C no intervalo de 8h a 12h e resfriado bruscamente em água a temperatura ambiente para choque térmico. Após esta etapa, o material é envelhecido de 3 a 6 horas à temperatura de 150°C e resfriado em temperatura ambiente, com o objetivo de alívio de tensões. Enquanto a força máxima de tração do material sem tratamento térmico é de 20221,46N, a força máxima a tração do material com tratamento térmico T6 chega a 29570,76N, ou uma razão de 46,2% a mais de resistência. Nos gráficos ainda é possível observar a ausência da transição frágil-dúctil, característica do material.

Figura 2 – Gráfico força x deformação da liga de alumínio SAE 323 sem tratamento térmico.



Fonte: Acervo técnico da empresa RITZ (2017).

Figura 3 – Gráfico força x deformação da liga de alumínio SAE 323 com tratamento térmico T6.



Fonte: Acervo técnico da empresa RITZ (2017).

As ligas de alumínio podem ser classificadas em dois grupos principais: ligas trabalhadas e ligas para fundição, dependendo do método de fabricação. As ligas trabalhadas, deformadas plasticamente por meio de conformação mecânica, têm composição e microestrutura muito diferentes das ligas para fundição, refletindo as diferentes características exigidas pelo processo de fabricação. Cada grupo pode ser separado em dois subgrupos: as ligas tratáveis termicamente e as não tratáveis termicamente (ASKELAND; WRIGHT, 2014).

Algumas das aplicações mais comuns das ligas de alumínio incluem as peças estruturais de aeronaves, latas de bebidas, carrocerias de ônibus e peças automotivas (blocos do motor, pistões distribuidores) (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

3.3.1 Liga SAE 323 / UNS A03560 / ANSI A356.0

A liga SAE 323 é equivalente as ligas UNS A03560 e a ANSI A356.0. Ela é uma liga apropriada para fundição tanto em coquilha, onde existe a cavidade para envase do material derretido usinada normalmente em material metálico, quanto para em areia, onde a cavidade é moldada por um modelo ou placa de fundição.

Esta liga também é caracterizada por possuir uma boa resistência à corrosão, fluidez e estanqueidade, além de boa condutividade elétrica. É uma liga extremamente comercial, isto quer dizer que é fácil de encontrar no mercado e está em constante aplicação e utilização em empresas de fundição e nas mais variadas peças de diferentes aplicações. É normalmente encontrada sob a forma de lingotes, onde posteriormente são fundidos dando início ao ciclo do processo de fundição, mas também pode ser encontrada na forma de pó.

Em sua composição química pode-se observar como elemento predominante além do alumínio, o silício entre 6,5% e 7,5%. Isso faz que a liga SAE 323, também seja chamada de liga alumínio silício. Na tabela 1, estão relacionados os principais elementos químicos e as respectivas porcentagens de concentração da liga.

Tabela 1 – Composição química da liga de alumínio SAE 323.

Composição química da liga de alumínio SAE 323	
Silício (Si) %	6,5 – 7,5
Ferro (Fe) %	0,6 máx.
Cobre (Cu) %	0,25 máx.
Manganês (Mn) %	0,35 máx.
Magnésio (Mg) %	0,20 - 0,45
Cromo (Cr) %	-
Níquel (Ni) %	-
Zinco (Zn) %	0,35 máx.
Estanho (Sn) %	-
Titânio (Ti) %	0,25 máx.
Outros (Individual) %	0,05 máx.
Outro (Total) %	0,15 máx.

Fonte: Norma SAE J425 (2018) – Adaptado pelo autor.

Sua temperatura de vazamento ideal é entre 680°C e 740°C, e depois de fundidas as peças da liga SAE 323 podem ser tratadas termicamente, conseguindo assim um incremento das características mecânicas. O tratamento mais indicado é o T6 e após este procedimento, pode-se obter peças com as seguintes propriedades apresentadas pela tabela 2 (SAE J452, 2018).

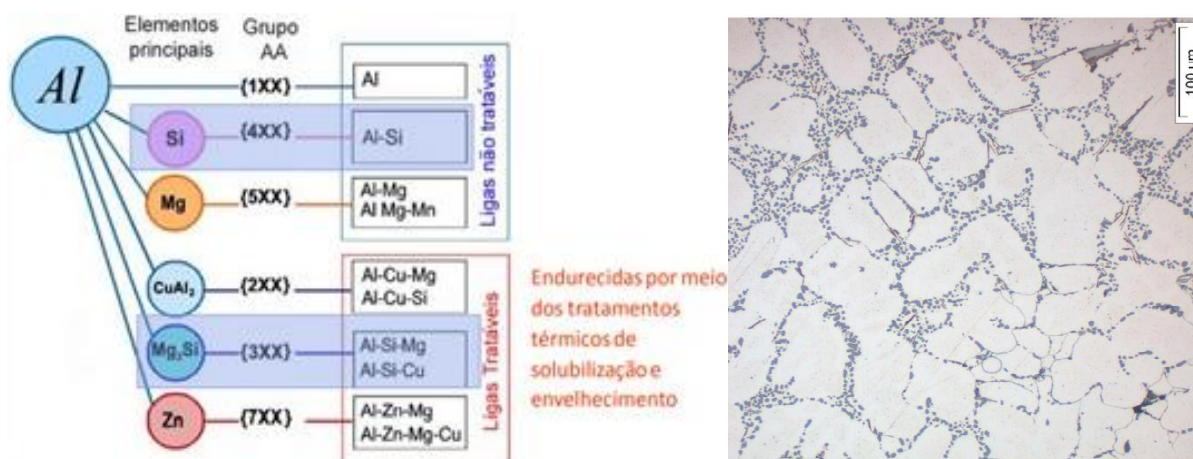
Tabela 2 – Propriedades mecânicas da liga de alumínio SAE 323.

Propriedades mecânicas da liga de alumínio SAE 323		
Propriedade mecânica	Fundição em coquilha	Fundição em areia
Resistência à tração (kgf/mm ²)	25 - 30	20 - 25
Alongamento %	6,0 - 10,0	2,0 - 4,0
Dureza Brinell	80 - 100	70 - 90

Fonte: Norma SAE J452 (2018) – Adaptado pelo autor.

A figura 4 apresenta os seis grupos principais das ligas de alumínio tratáveis e não tratáveis termicamente e a estrutura da liga de alumínio SAE 323 após tratamento térmico T6.

Figura 4 – Ligas de alumínio e a microestrutura da liga SAE 323 com tratamento térmico.



Fonte: Acervo técnico da empresa RITZ (2017).

É possível observar nestas ligas endurecidas por meio de tratamento térmico uma matriz formada por uma solução sólida rica em alumínio (fase alfa) e agregados eutéticos globulares (rico em silício) modificados por solubilização e envelhecimento térmico.

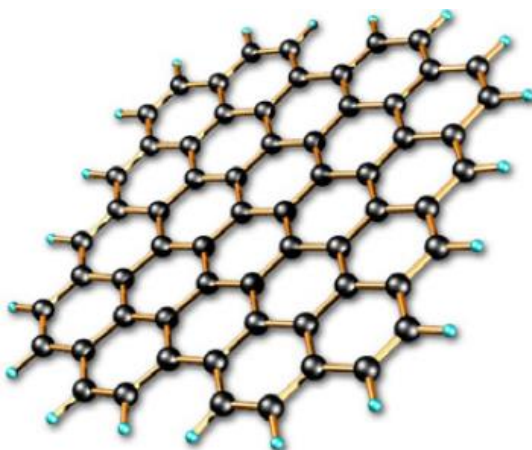
3.4 Grafeno e Óxido de Grafeno

Apesar de já estudado anteriormente, o grafeno foi apresentado à comunidade científica internacional pelos professores André Geim e Konstantin Novoselov, da Universidade de Manchester, que os rendeu em 2010 o prêmio Nobel daquele ano e passou a despertar o interesse de pesquisadores de todo o mundo. Na ocasião, a obtenção de grafeno foi efetuada pelo método designado por esfoliação mecânica, onde com um pedaço de fita cola, os professores conseguiram remover folhas de átomos de carbono a partir de um bloco de grafite.

Estudos experimentais e teóricos relativos a síntese e as propriedades do grafeno e do óxido de grafeno vinham sendo realizados desde meados do século XIX. Entretanto, sua maior popularidade foi motivada, em parte pelo desenvolvimento de nanotubos de carbono, a partir da década de 1990 e por esse trabalho de Novoselov et al., publicado em 2004, no qual foram confirmados experimentalmente os efeitos físicos previstos em estudos teóricos (WHITENER, 2014).

O grafeno, assim como o diamante e o grafite, é uma das formas alotrópicas do Carbono, que é o 15º elemento químico mais abundante da crosta terrestre, sólido a temperatura ambiente. O grafeno possui uma série de características peculiares que o caracteriza, dentro destas formas alotrópicas, como a mais promissora para aplicações tecnológicas. Ele vem sendo a motivação de estudos e pesquisas no desenvolvimento de nanocompósitos em diversas áreas de aplicação, a fim de se conseguir avanços na obtenção de materiais com suas excelentes propriedades e características. A figura 5 apresenta a representação esquemática do grafeno.

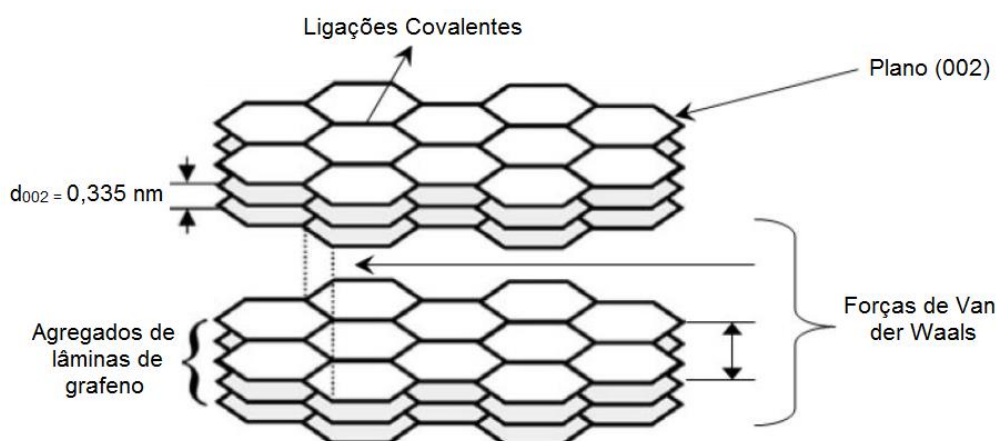
Figura 5 – Representação esquemática do grafeno em monocamada derivado do carbono.



Fonte: Zarbin; Oliveira (2013).

O grafeno é um material bidimensional com espessura monoatômica, formado por átomos de carbono com hibridação sp^2 ligados entre si em estrutura hexagonal, apresentado na figura 6. Atualmente, porém, o termo grafeno tem sido utilizado de forma um pouco mais ampla, abrangendo não só o material original, composto de uma única folha, mas também a uma família de materiais formados por mais folhas de grafeno empilhadas de forma organizada (MEHL et al., 2014).

Figura 6 – Estrutura em camadas do grafeno



Fonte: Camargos et al. (2017).

O grafeno é um dos materiais mais resistentes já conhecidos, com uma resistência de mais de 100 vezes maior do que um filme de aço hipotético da mesma espessura. Possui apenas um átomo de carbono de espessura, ou seja, apenas 0.345nm. Possui alta impermeabilidade e elasticidade (KUSMARTSEV et al., 2015).

Sua estrutura eletrônica resulta em propriedades que traduzem uma resistência mecânica maior que a do aço, mobilidade eletrônica mais elevada que o silício, condutividade térmica mais alta que o cobre, área superficial maior que a observada para o grafite e ainda um material mais leve que tantos outros (VILAR; VIEIRA, 2016).

A classificação dos diferentes tipos de grafeno pode ser dada pela a quantidade de camadas em sua estrutura e de acordo com o estado oxidativo advindo do seu processo de fabricação. Em relação à quantidade de camadas, podem ser classificados como bicamada (2 camadas) ou multicamada (3-10 camadas). Já em relação ao estado oxidativo, podem ser classificados como oxido de grafeno (GO) e oxido de grafeno reduzido (rGO). Quando derivados do método de obtenção por esfoliação química, o óxido de grafeno e o óxido de grafeno reduzido possuem grupos funcionais como óxidos, hidroxilas ou carboxilas ligadas à sua superfície e estrutura.

Para o óxido de grafeno reduzido, mais de uma sequência de tratamentos químicos de redução são aplicados, fazendo assim uma diminuição na quantidade de grupos funcionais. Isso faz com que este material adquira características muito similares ao grafeno puro (TAHRIRI et al., 2019).

O óxido de grafeno por sua vez possui uma estrutura amorfa, isto se deve ao fato da presença de átomos de oxigênio e de outros grupos químicos os quais fazem a ligação com o carbono hibridizado em sp^2 . Assim a estrutura do GO perde a organização cristalina e ganha uma reatividade superficial maior devido à presença de grupos funcionais variados. Essa variedade de grupos funcionais é proveniente dos diferentes níveis de oxidação e agentes oxidantes usados para a obtenção do GO a partir do carbono, sendo os mais comuns: hidroxila ($-OH$), alcóxi ($C-O-C$), carbonila ($C=O$), ácido carboxílico ($-COOH$), dentre outros (GAO et al., 2009).

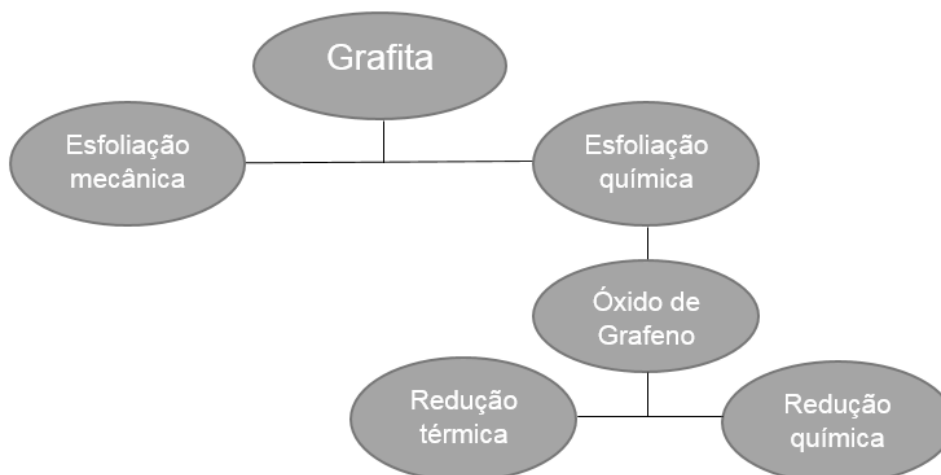
3.4.1 Rotas de redução da grafita em grafeno

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 da grafita produzindo folhas individuais (CORDEIRO, 2015).

Bottom-up (de baixo para cima): No processo bottom-up, destacam-se a síntese do grafeno por meio dos métodos de crescimento epitaxial e deposição química de vapor (CVD).

Top-down (de cima para baixo): O grafeno produzido utilizando esse método pode ser obtido a partir da separação por meio de uma esfoliação mecânica ou química, conforme apresentado pela figura 7.

Figura 7 – Métodos de síntese do grafeno por *Top-down*.



Fonte: Próprio autor (2019).

Na esfoliação mecânica, é feita a descamação das camadas de grafeno de um floco de uma grafita com auxílio de uma fita adesiva, por meio de movimentos de “colagem e descolagem”, o que provoca uma clivagem preferencialmente nos planos cristalinos e deixa expostos os planos atômicos. Após esse processo, é feita a remoção do material da fita por um banho em solução com acetona, junto a um substrato de dióxido de silício (SiO_2), onde o grafeno fica retido. Para obter uma única camada de grafeno, esse procedimento deve ser realizado várias vezes. Esse método produz grafeno com perfeita cristalinidade e com poucos defeitos em sua estrutura, o custo do produto final é muito elevado, pois a sua produtividade e rendimento são muito baixos, tornando assim o método inviável e impraticável (NOVOSLEV; GEIM, 2004).

Já o método de esfoliação química, consiste na oxidação da grafita por ação de agentes oxidantes fortes como ácido sulfúrico, ácido nítrico, permanganatos e cloratos, onde íons são intercalados à estrutura da grafita, ampliando o espaço interplanar. O material resultante deste processo é chamado de grafite intercalado. Em seguida da oxidação, é necessário submeter o grafite intercalado a uma esfoliação, com auxílio de ultrassom, por exemplo, que separa camadas da grafita, gerando o grafeno (HUMMERS; OFFEMAN, 1958).

Dentre as diferentes rotas de esfoliação química existentes, destacam-se as desenvolvidas por Staudenmaier, Hofmann e Hummers. O método de Staudenmaier utiliza ácido nítrico fumegante (HNO_3), ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) e clorato de potássio (KClO_3). Já o método de Hofmann utiliza ácido nítrico concentrado

(HNO₃), ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄) e clorato de potássio (KClO₃). Por fim, o método de Hummers utiliza ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄), nitrato de sódio (NaNO₃) e permanganato de potássio (KMnO₄) (POH et al., 2012).

O grafeno produzido pelo método Staudenmaier e de Horfmann tem características mais semelhantes entre si do que o produzido de acordo com Hummers, já que os dois primeiros partem do KClO₃ e ácido nítrico, e o segundo tem como base o permanganato de potássio. Essa variação gera grafenos com propriedades eletroquímicas bem distintas (POH et al., 2012).

Há ainda, outro método de produção de grafeno, extremamente eficiente e barato, utilizando radiação eletromagnética (laser de um gravador de DVD) sob um filme de óxido de grafite produziu uma camada de grafeno de qualidade e mecanicamente muito resistente, podendo funcionar como capacitor ou substrato de semicondutor.

A síntese por esses métodos é amplamente estudada devido ao baixo custo e possibilidades de produção em larga escala. Entretanto, a ação dos oxidantes causa defeitos na estrutura do mineral. O material resultante do processo é um óxido de grafeno com uma série de grupos funcionais ligados e falhas na rede hexagonal. Esses grupos podem facilitar a interação com outros materiais, contribuindo, por exemplo, para a produção de compósitos poliméricos, mas pode também interferir nas propriedades elétricas do produto final. A falta de homogeneidade da estrutura e presença de defeitos está diretamente relacionada ao grau de oxidação, que é determinado por sua vez pelo processo de produção.

Se a quantidade de grupos funcionais precisarem ser minimizada, torna-se necessário adicionar uma etapa de redução, que pode ser química ou térmica. Ela tem como objetivo restaurar as ligações e reestabelecer a condutividade elétrica no material, eliminando os radicais anexados e reestabelecendo a rede gráfica características do grafeno.

No processo de redução química, o óxido de grafeno é esfoliado por meio de uma dispersão coloidal com redutores, tais como hidrazina, dimetilidrazina e boro-hidreto seguido de hidroquinona. Por outro lado, a redução térmica se baseia no rápido aquecimento de óxido de grafeno liberando moléculas de monóxido de carbono (CO), dióxido de carbono (CO₂) e água (H₂O), o que aumentam a pressão interna da estrutura e forçam a separação das folhas (MCALLISTER, 2007).

O tratamento com campos elétricos ou radiação eletromagnética também vem sendo utilizado, com o objetivo de redução do óxido de grafeno. Entretanto, apesar de ser um método de preparação que tem ganhado destaque nos últimos anos. Incluindo na produção de amostras comerciais, o número de variáveis envolvidas no processo é extremamente elevado, e uma pequena mudança em uma dessas variáveis pode levar a materiais com propriedades e características bastante distintas. Tal complexidade torna complicada a comparação entre amostras produzidas por procedimentos diferentes ou inclusive a reprodutibilidade de resultados uma vez já obtidos (MEHL et al., 2014).

3.5 Fundição

A fundição é um processo de fabricação no qual um metal totalmente fundido é derramado na cavidade de um molde que apresenta a forma desejada; com a solidificação, o metal assume a forma do molde, mas sofre certa contração. Em comparação com outros processos de fabricação, a fundição é o processo mais econômico. Técnicas diversas de fundição são comumente empregadas, incluindo a fundição em molde de areia, com matriz, de precisão, com cera perdida e a fundição contínua (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

O processo de fundição pode dar origem a peças acabadas, já em seu formato final, ou em peças que posteriormente serão submetidas a outros processos de conformação mecânica, como por exemplo, a forja, soldagem ou usinagem. Entretanto, de um modo geral, as peças fundidas passam por processos de acabamentos padrões, como corte de canais, rebarbação e jateamento. É muito comum, após a fundição, as peças serem submetidas a tratamentos térmicos, quando se é necessário obter maior resistência mecânica, uma vez que o processo de fundição confere menor resistência mecânica do que outros processos de conformação.

Entre a variedade de processos de fabricação disponíveis para compósitos de matriz de metal descontínuo, a fundição é geralmente aceita como um caminho particularmente promissor, atualmente praticado comercialmente. Suas vantagens residem em sua simplicidade, flexibilidade e aplicabilidade para grandes quantidades. Também é atraente porque, em princípio, permite que uma rota de processamento de metal convencional seja usada, e, portanto, minimiza o custo final do produto. Esta

técnica de metalurgia líquida é a mais econômica de todas as rotas disponíveis para a produção de compósitos com matriz de metal e permite que componentes de tamanhos muito grandes sejam fabricados (HASHIM et al., 1999)

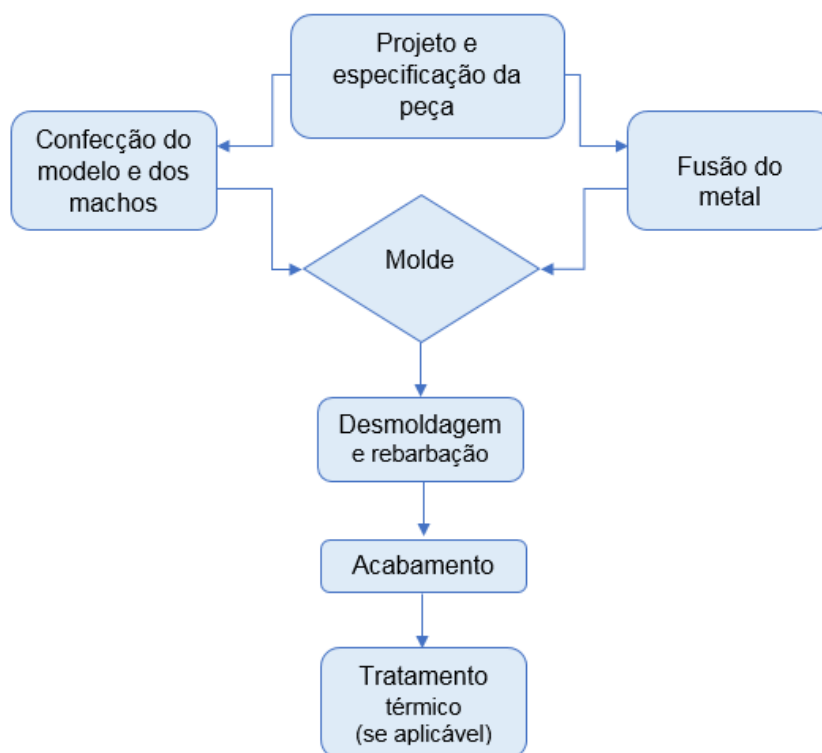
O custo de preparação de materiais compósitos usando um método de fundição é cerca de um terço a metade dos métodos competitivos e para alto volume produção, projeta-se que o custo pode cair para um décimo (SKIBO et al., 1988).

3.5.1 Fundição por gravidade em molde de areia

Na fundição em molde de areia, que é provavelmente é o método mais comum, a areia comum é utilizada como o material do molde. Um molde em duas partes é formado pela compactação da areia ao redor de um modelo que tem a forma da peça que se deseja fundir. Além disso, um sistema de canais de alimentação é geralmente incorporado ao molde, para possibilitar e acelerar o escoamento do metal fundido para o interior da cavidade e para minimizar defeitos internos da fundição (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

Podem ainda ser utilizados para modelamento das peças, componentes chamados de machos de fundição, que servem para formar canais ou furos em peças que precisem ser vazadas. Os machos devem ser feitos de um material resistente o suficiente para suportar o processo de vazamento do metal fundido, mas devem ser quebráveis após o processo de solidificação e esfriamento para que possa ser retirado da peça. As etapas do processo de fundição por gravidade podem ser verificadas no fluxograma da figura 8.

Figura 8 – Fluxograma do processo de fundição por gravidade.



Fonte: Próprio autor (2019).

Com este processo de fundição é possível obter peças com boas precisões dimensionais além de bons acabamentos superficiais.

3.5.2 *Fundição em atmosfera inerte*

O termo inerte significa "quimicamente inativo", de modo que uma atmosfera inerte é um ambiente em que a fusão pode ocorrer sem risco de contaminação pelos gases reativos que existem no ar, como o oxigênio e o dióxido de carbono. O gás argônio é bastante utilizado para ambientes de manufatura com fundição nestas características, devido ao fato de que ele é inerte e abundante (o terceiro gás mais abundante na atmosfera terrestre).

Uma atmosfera inerte é essencial para o processo de fusão para garantir que as peças metálicas que estão sendo construídas não sejam contaminadas pelas moléculas de ar que podem alterar as propriedades físicas e químicas das peças finais.

3.6 Análise química por combustão direta por infravermelho

O ensaio de análise química por combustão direta por infravermelho, é uma técnica para determinação quantitativa dos teores de carbono e enxofre em amostras sólidas de materiais metálicos.

Durante o procedimento, a amostra é inserida em uma atmosfera de oxigênio puro, a uma temperatura média de 1350°C. A combinação da temperatura do forno e fluxo de oxigênio puro, provoca a combustão das amostras. Todo material presente na amostra passa por um processo de oxidorredução, que gera a liberação de carbono e enxofre. O carbono então se oxida ao gás dióxido de carbono (CO₂) e o enxofre ao gás dióxido de enxofre (SO₂). Este fluxo de gás é detectado por células de infravermelho que medem as concentrações de CO₂ e SO₂. O equipamento converte as medições em valores percentuais utilizando uma equação que considera o peso da amostra, a calibração e o valor de uma amostra padrão (ASTM E1019, 2011).

3.7 Metalografia

O termo metalografia é bastante genérico, causando assim controvérsia quanto a sua definição. Porém, utiliza-se do conceito de que é o estudo das características estruturais ou da constituição dos metais e suas ligas, para relacioná-los com suas propriedades físicas, químicas e mecânicas. Para se conseguir essa relação entre estrutura observada a olho nu, lupa ou microscópio com as propriedades mecânicas, deve-se seguir uma linha definida de procedimentos, que chamamos de exame metalográfico (FERNANDES, 2011).

Para a realização da análise, o plano de interesse da amostra é cortado, lixado, polido e atacado com reagente químico, de modo a revelar as interfaces entre os diferentes constituintes do material (FERNANDES, 2011).

3.7.1 Microscopia eletrônica por varredura (MEV)

O microscópio é um aparelho que pode fornecer rapidamente informações sobre a morfologia e identificação de elementos químicos de uma amostra sólida. Sua utilização é comum em biologia, odontologia, farmácia, engenharia, química, metalurgia, física, medicina e geologia (DEDAVID, 2007).

O MEV é um dos mais versáteis instrumentos disponíveis para a observação e análise de características microestruturais de objetos sólidos. A principal razão de sua utilidade é a alta resolução que pode ser obtida quando as amostras são observadas; valores da ordem de 2 a 5 nanômetros são geralmente apresentados por instrumentos comerciais, enquanto instrumentos de pesquisa avançada são capazes de alcançar uma resolução melhor que 1nm (NAGATANI et al. 1987).

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura, consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente. Por um sistema de bobinas de deflexão, o feixe pode ser guiado de modo a varrer a superfície da amostra segundo uma malha retangular. O sinal de imagem resulta da interação do feixe incidente com a superfície da amostra. O sinal recolhido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, permitindo a observação (DEDAVID, 2007).

3.7.2 Espectroscopia por energia dispersiva (EDS)

A espectroscopia de raios X por dispersão em energia, é uma técnica analítica acoplada ao microscópio eletrônico de varredura, que permite uma análise elementar, caracterização química dos elementos presentes na amostra, microanálise qualitativa e semi-quantitativa de elementos químicos, e também uma porcentagem de fase em microestruturas (DA COSTA, 2016).

Essa detecção dos raios da amostra pode ser executada pela medida de suas energias (EDS), ou ainda, pelo seu comprimento de onda (WDS). A detecção a partir da EDS é a mais recorrida por possuir maior rapidez na quantificação dos elementos. Estatisticamente, as análises de amostras contendo apenas 10% dos elementos que a compõe levaria cerca de 10s, proporcionalmente, uma contendo 1%, demandaria 100s (EVERHART, 1960).

Característica primordial dessa técnica é o fato de obter-se o mapa constitucional da região analisada podendo correlacionar a morfologia, obtida por MEV e composição (DA COSTA, 2016).

3.8 Dureza

A dureza é uma medida da resistência de um material a uma deformação plástica localizada, provocada por um pequeno penetrador, quando este é forçado contra a superfície do material testado. A profundidade ou o tamanho da impressão é medida, então relacionada a um número de dureza; quanto mais macio for o material, maior e mais profunda será a impressão, e menor será o número índice de dureza (CALLISTER; RETHWISCH, 2015).

3.8.1 Dureza Brinell (HB)

A dureza por penetração, proposta por J. A. Brinell em 1900, denominada dureza Brinell e simbolizada por HB, é o tipo de dureza mais usado até os dias de hoje na Engenharia. O ensaio de dureza Brinell consiste em comprimir lentamente uma esfera de aço, de diâmetro D , sobre uma superfície plana, polida e limpa de um material através de uma carga, F (em N), durante um tempo t . Essa compressão provocará uma impressão permanente no metal com o formato de uma calota esférica, tendo um diâmetro, d , o qual é medido por intermédio de um micrômetro óptico, depois de removida a carga.

$$HB = \frac{0,102 (2F)}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad \text{Eq. (01)}$$

A dureza Brinell é definida, em N/mm^2 , como o quociente entre a carga aplicada pela área superficial de contato (DE SOUZA, 1982).

Este ensaio de dureza é indicado para materiais heterogêneos, pois a área superficial da impressão deixada pelo penetrador é bastante representativa da microestrutura da amostra. Mas alguns inconvenientes são encontrados neste ensaio, como a impossibilidade de se avaliar a dureza dos microconstituintes de nanocompósitos. A força deve ser escolhida de forma que o diâmetro da impressão esteja compreendido entre os valores de $0,24D$ (D é o diâmetro da calota) e $0,6D$.

3.8.2 Microdureza Vickers (HV)

Utiliza-se muito a dureza Vickers para pesquisas, estudos e mais especificamente para determinação da profundidade de têmpera nos aços, para ensaios de metais muito duros ou moles. Essa dureza foi introduzida em 1925 por Smith e Sandland, levando o nome Vickers, pela companhia Vickers-Armstrong Ltda, que fabricou as máquinas mais conhecidas para operar com este tipo de dureza. O penetrador é uma pirâmide de diamante de base quadrada, praticamente indeformável, com um ângulo de 136° entre as faces opostas. Esse ângulo produz valores de impressões semelhantes à dureza Brinell e o número de dureza obtido é o mesmo para qualquer carga usada de escala para materiais homogêneos. Para este tipo de dureza, a carga varia de 1 a 120 kgf e a mudança de carga é necessária para se obter uma impressão regular, sem deformação e de tamanho compatível para medida de suas dimensões no visor da máquina (DE SOUZA, 1982).

Entretanto para cargas muito pequenas, a dureza Vickers pode variar de uma carga para outra, sendo então necessário mencionar a carga usada toda vez que se ensaiar um metal. A área tem que ser medida com precisão, e para este fim existe um microscópio acoplado à máquina para determinação das diagonais (d), com grande precisão, cerca de 1 micrometro.

A microdureza Vickers tem a faixa de força de ensaio F (em N) entre 0,09807 ≤ F < 1,961 e o símbolo da dureza HV_{0,01} a HV_{0,2}, respectivamente.

$$HV = \frac{0,189F}{d^2} \quad \text{Eq. (02)}$$

A carga é aplicada levemente na superfície da amostra, por meio de um pistão movido por uma alavanca e é mantida por cerca de 10 a 15 segundos, depois do qual é retirada e o microscópio é movido manualmente até que focalize a impressão (DE SOUZA, 1982).

As principais vantagens do método Vickers são:

1. Escala contínua;
2. Impressões extremamente pequenas que não inutilizam a peça;
3. Grande precisão de medida;
4. Deformação nula do penetrador;

5. Existência de apenas uma escala de dureza;
6. Aplicação para toda gama de durezas encontradas nos diversos materiais;
7. Aplicação em qualquer espessura de material, podendo, portanto, medir também durezas superficiais (DE SOUZA, 1982).

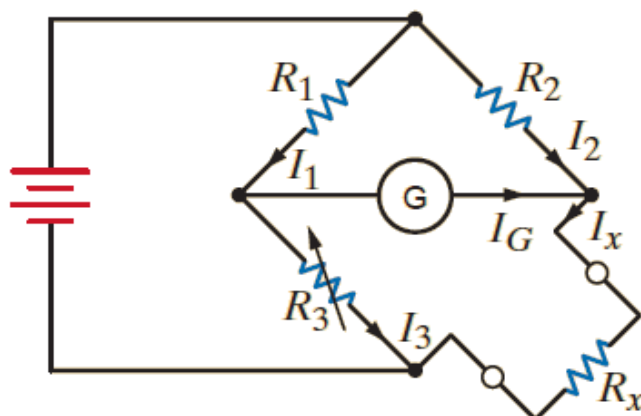
3.9 Resistividade elétrica

Resistividade elétrica (R) é a capacidade de um corpo qualquer se opor à passagem de corrente elétrica mesmo quando existe uma diferença de potencial aplicada. Quando uma corrente elétrica é estabelecida em um condutor metálico, um número muito elevado de elétrons livres passa a se deslocar nesse condutor. Nesse movimento, os elétrons colidem entre si e também contra os átomos que constituem o metal. Portanto, os elétrons encontram uma certa dificuldade para se deslocar, isto é, existe uma resistência à passagem da corrente no condutor (IRWIN; NELMS, 2005).

3.9.1 Ponte Wheatstone e ponte Kelvin

A medição da resistência elétrica é realizada por uma variedade de métodos e instrumentos, dependendo da magnitude do resistor e da precisão ou escala desejada. No intervalo de alguns ohms (Ω) a um megohm ($M\Omega$), um ohmímetro pode ser usado com boa precisão. Porém, para medições de resistência em menores escalas, os métodos de ponte são aplicados, porque são métodos nos quais duas ou mais proporções podem ser igualadas e porque as medições podem ser feitas por comparação com padrões conhecidos com precisão. Para resistores de dois terminais, a ponte de Wheatstone pode ser usada (Figura 9); para medições de quatro terminais, e para escala de medição de baixa (menor que 1Ω) a ponte Kelvin é o instrumento mais adequado aplicado (BEATY, 2012).

Figura 9 – Circuito em ponte para medição de um resistor.



Fonte: Irwin e Nelms (2005).

Segundo Irwin e Nelms (2005), um circuito de ponte é um dispositivo preciso para medir a resistência. Este circuito é usado para medir o resistor desconhecido. Nesta condição equilibrada:

$$\frac{R_1}{R_3} = \frac{R_2}{R_x} \quad \text{Eq. (03)}$$

A perna central do circuito contém um galvanômetro, que é um dispositivo muito sensível usado para medir corrente (I). Quando o resistor desconhecido é conectado à ponte, é ajustado até que a corrente no galvanômetro seja zero, ponto em que a ponte é equilibrada, conhecendo-se a resistividade por comparação.

3.10 Difusividade térmica

O significado físico da difusividade térmica está associado à difusão de calor dentro do produto durante as mudanças da temperatura com o tempo. Um elevado valor da difusividade térmica significa uma rápida transferência do calor dentro do produto e pouco tempo para o calor sair do corpo (DINCER, 1995).

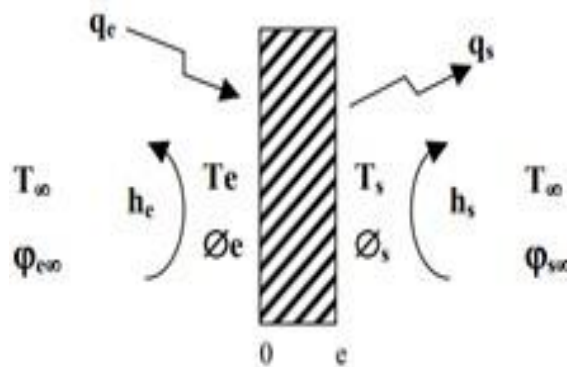
3.10.1 Método Quadropolo Térmico

O método do quadropolo térmico foi desenvolvido por Degiovanni (2000; 2002) cuja resolução é aproximada pelo método dos mínimos quadrados, conduzindo assim

à determinação da difusividade térmica em toda a duração do termograma. Diferente de outros métodos, o Quadrupolo Térmico inclui as perdas térmicas existentes, convectivas e/ou radiativas, em todas as direções.

A figura 10 apresenta a modelização para o método Quadrupolo térmico:

Figura 10 – Modelização para o método Quadrupolo térmico.



Fonte: Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN) (2021).

Este método oferece um modelo que conduz à solução da equação geral de difusão de calor:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha} \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) \quad \text{Eq. (04)}$$

em que T a temperatura, t o tempo, e α é a difusividade térmica:

$$(\alpha = k/(\rho c)) \quad \text{Eq. (05)}$$

O fluxo de calor φ em qualquer ponto dentro do sistema é dado por:

$$\varphi = -kA \frac{\partial T}{\partial x} \quad \text{Eq. (06)}$$

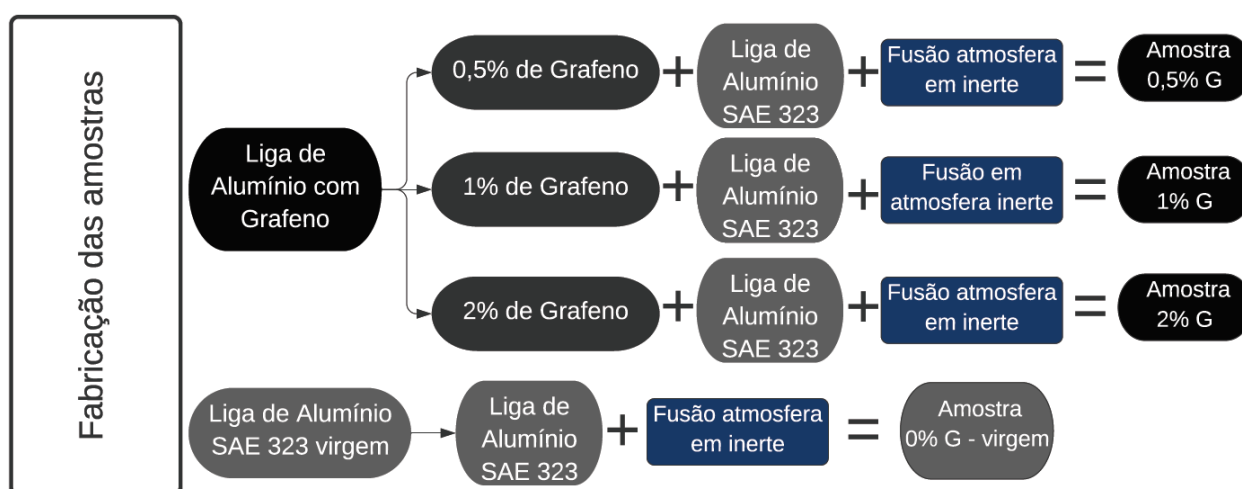
em que k é a condutividade térmica e A é a área.

4. METODOLOGIA

A pesquisa foi desenvolvida em colaboração com a empresa RITZ (Betim -MG), onde as amostras dos nanocompósitos foram processadas e foram realizados os ensaios de resistividade elétrica. Os ensaios para caracterizações físico-química, mecânica (dureza Brinell - HB) e metalografia foram realizados nos laboratórios do Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial - SENAI (Itaúna-MG). Já o ensaio para medição da difusividade térmica, foi realizado no Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - CDTN (Belo Horizonte-MG). Por fim, o ensaio de microdureza Vickers (HV com 0,1kgf) foi realizado no Departamento de Engenharia de Materiais do CEFET - Campus I (Belo Horizonte-MG).

As amostras foram confeccionadas por fundição com o objetivo de avaliar três concentrações de reforço de grafeno, sendo processados amostras com 0,5%, 1% e 2% m/m em relação a liga SAE 323, além da refusão de uma amostra como recebida da liga SAE 323, sem adição de grafeno, para fins comparativos. As fusões foram realizadas em uma mufla de indução elétrica marca RevestArc de 16 kW (RITZ), utilizando atmosfera inerte com a presença de N₂ gasoso, a fim de proteger o grafeno e impedir sua queima ou oxidação pelo contato com altas temperaturas e com o gás O₂. Pode-se observar no fluxograma da figura 11 o processamento das amostras.

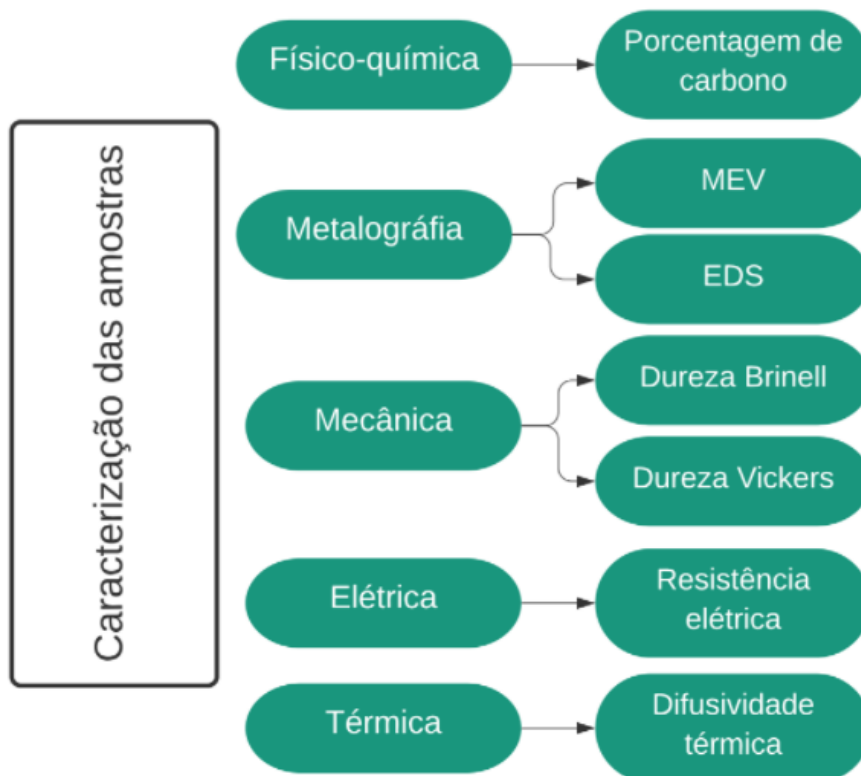
Figura 11 – Fluxograma de processamento das amostras.



Fonte: Próprio autor (2021).

A partir das amostras, corpos de provas foram confeccionados para seguir para ensaios e caracterizações físico-químicas, metalográfica, mecânica, elétrica e térmica, conforme apresentado na figura 12 que segue.

Figura 12 – Fluxograma de ensaios e caracterizações dos corpos de prova.



Fonte: Próprio autor (2021).

As caracterizações foram realizadas buscando mostrar que este processo de fusão com atmosfera inerte, promoveu uma proteção contra a oxidação e permitiu uma razoável incorporação de frações expressivas de grafenos nos nanocompósitos de matriz de alumínio.

4.1 Materiais e Equipamentos

4.1.1 Grafeno

O grafeno utilizado na produção das amostras foi doado pela empresa Graphen Phoster e Tecnologia (Santa Luzia-MG), com denominação comercial de Grafeno Phoster. O material é constituído de um pó preto e muito fino, possui uma

composição de 99,420% C e área superficial de 64,6m²/g, conforme especificação do fornecedor (vide anexo I no *data sheet* do produto). Pode ser observado na figura 13 o grafeno Phoster de lote PL02 e data de fabricação de junho de 2021 enquanto na tabela 3 pode ser verificada a sua composição química.

Figura 13 – Grafeno Phoster com seu lote e data de fabricação.



Fonte: Próprio autor (2021).

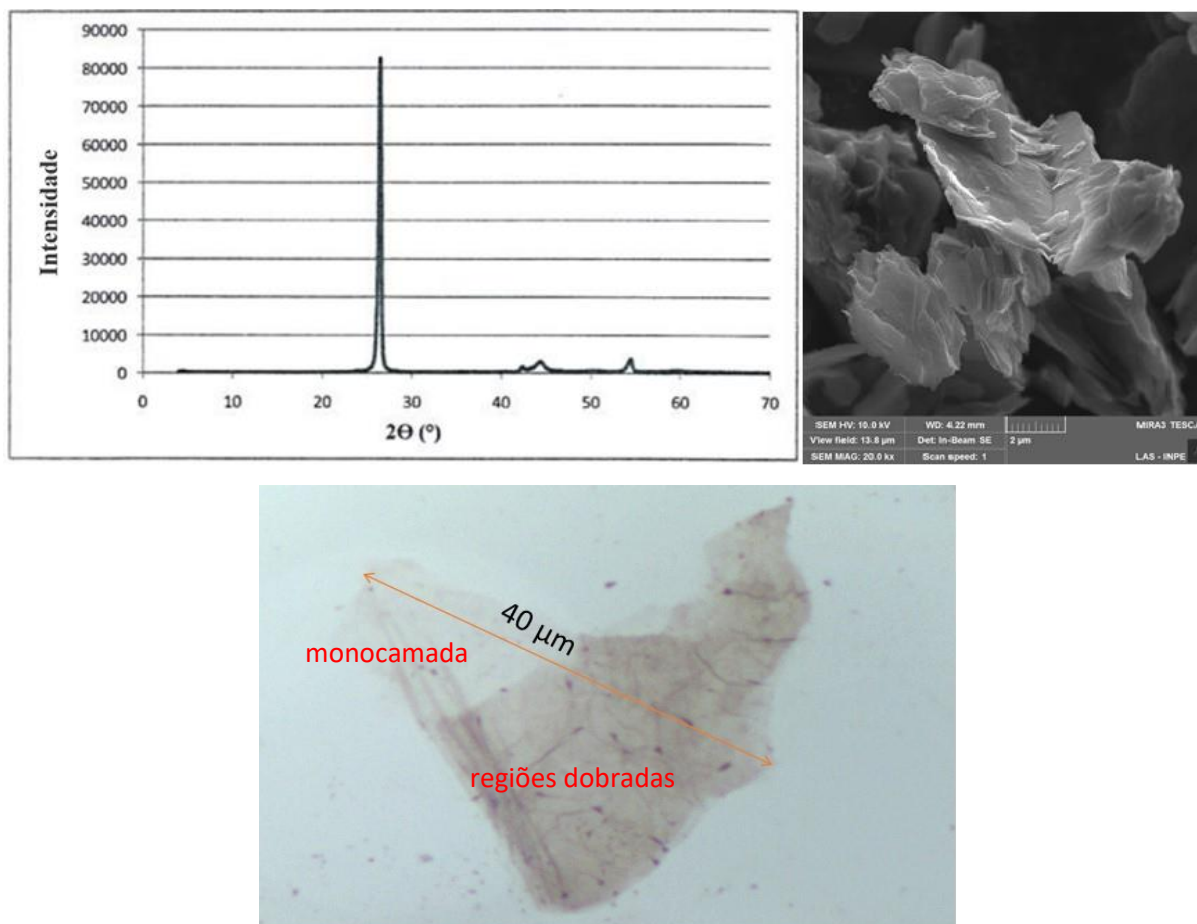
Tabela 3 - Composição química do Grafeno Phoster.

Especificação química	
C (%m/m)	99.420
O (%m/m)	<0.05
Outros: K, Al, S, Ni, Cl, Si, Mg, Fe, Cr (%m/m)	0.576
Área de superfície média (m ² /g)	64.6
pH	6.5 – 7.5
Número de camadas	30 - 50

Fonte: Adaptado de Phoster (2021).

As caracterizações por difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia óptica (MO) são mostradas na figura 14. O DRX conforme especificado no *data sheet* (vide anexo I) pela Graphen (Grafeno Phoster), apresenta um pico dominante de intensidade na faixa dos 26°, característico de material grafênico, que após a medição pelo método Scherrer (tamanho de cristalitos) pelo difratograma, análises de MEV e MO, determinou que as amostras possuem de 1 a 30 camadas (para o lote fornecido).

Figura 14 – Difratoograma de raios X, MEV e MO do Grafeno Phoster (como recebido).



Fonte: Adaptado de Phoster (2021).

Esse pico é característico da estrutura hexagonal da grafita, seu material de origem, correspondendo à reflexão nos planos (002), o que indica uma boa cristalinidade do constituinte e razão de aspecto da ordem de 40 μ m. Os valores de densidade são de 0,15g/cm³.

4.1.2 Alumínio SAE 323

O alumínio utilizado na produção das amostras foi cedido pela RITZ, que foi adquirido da empresa Capixaba Metais. O lote de fornecimento dos lingotes de alumínio está registrado como número 213030, com um peso bruto total de 487,5kg, mostrado na figura 15.

Figura 15 – Lingotes de alumínio SAE 323 como fornecido.



Fonte: Próprio autor (2021).

Já a composição nominal e a análise química da liga de alumínio SAE 323 podem ser visualizadas na figura 16. Conforme certificado enviado pelo fornecedor, é possível afirmar que o material se encontra dentro dos limites especificados pelo cliente e pela norma SAE J425, classificando o material como alumínio silício. Sua concentração de alumínio é de 91,66%, de silício é de 7,10% e a de ferro é de 0,430%.

Figura 16 – Composição química do alumínio SAE 323.

METAIS CAPIXABA *PK = 292272* Certificado de Análise Nota Fiscal 52308

Cliente : TEREX BETIM EQUIPAMENTOS LTDA DATA : 12/07/2021

NORMA / ESPECIFICAÇÃO QUÍMICA DO CLIENTE : 323TRX

Elementos %	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Sn	Ti	Pb	Ca	Sr	Al	Mn/Fe	Total	IS
	Silício	Ferro	Cobre	Manganês	Magnésio	Cromo	Níquel	Zinco	Estanho	Titânio	Chumbo	Cálcio	Estrôncio	Alumínio	Relação	Referência	Segregação
Min.(%)	6,50				0,20									Restante			
Máx.(%)	7,50	0,60	0,25	0,35	0,45	0,05	0,05	0,35	0,05	0,25	0,05	0,05	0,05	Restante		0,15	

ANÁLISE MÉDIA ESPECTRÔMETRO

Lotes	Elementos	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Sn	Ti	Pb	Ca	Sr	Al	Mn/Fe	Total	IS	Kg
	Análises	Silício	Ferro	Cobre	Manganês	Magnésio	Cromo	Níquel	Zinco	Estanho	Titânio	Chumbo	Cálcio	Estrôncio	Alumínio	Relação	Sem/Espec.		
213030	9571	7,10	0,430	0,233	0,300	0,280	0,007	0,022	0,140	0,006	0,034	0,020	0,0008	0,0002	91,66	0,69	0,000	1,05	2000
213032	9572	6,82	0,560	0,180	0,330	0,310	0,011	0,012	0,130	0,005	0,033	0,026	0,0007	0,0003	91,50	0,58	0,000	1,25	1000

Descrição para o Produto : 323TRX Quantidade : 3000 Kg

Observações do Certificado:
 Método de Análise conforme norma interna IT-02
 Fe/Mn – Relação Ferro Manganês
 IS – Índice de Segregação

Controle de Qualidade
 ISMAEL PEREIRA
 CRQIV: 044107561

Fonte: Adaptado de Capixaba Metais (2021).

Esta liga é adequada tanto para fundição em areia como em coquilha, para peças onde se requer resistência à corrosão, estanqueidade e/ou condutibilidade. Peças fundidas com este material podem ser tratadas termicamente, conseguindo-se um incremento das características mecânicas. O tratamento mais indicado é o T-6, em duas etapas:

1. Solubilização entre 520°C e 540°C, durante 8h - 12h, seguida de resfriamento brusco em água quente;
2. Envelhecimento artificial entre 150°C e 160°C, durante 3h - 6h.

Os valores de densidade e intervalo de solidificação são respectivamente: 2,68g/cm³ e 620°C a 560°C.

4.1.3 Mufla à indução com atmosfera inerte

Para o processamento das amostras, foram necessárias algumas adaptações para que a mufla utilizada na fusão da liga funcionasse com uma atmosfera inerte protetora. A mufla utilizada no experimento é da marca RevestArc e tem capacidade de 96 litros, possui controle de temperatura digital de 0° a 1200°C e potência de 16.000 Watts. Sua base interna de tijolos refratários tem dimensões úteis de 400mm (altura) x 400mm (largura) x 600mm (profundidade) e sua porta possui sensor para desligamento automático com a abertura da porta. Através de um furo realizado na parte traseira da mufla, foi adaptada uma tubulação que permitiu o acesso do gás nitrogênio em seu interior. Em uma das extremidades do tubo, uma conexão com engate rápido permitiu a ligação junto a mangueira do manômetro do cilindro de nitrogênio, enquanto a outra extremidade foi posicionada para dispersar o gás sobre o material em fusão, proporcionando assim uma atmosfera protetora. A mufla utilizada, bem como as adaptações realizadas para processamento das amostras podem ser visualizadas nas imagens 17, 18 e 19.

Figura 17 – Mufla RevestArc com 16.000W e temperatura máxima 1200°C.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 18 – Tubo adaptado ao cilindro de nitrogênio para entrada do gás na mufla.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 19 – Tubo para entrada de gás N₂ na mufla sobre o material em fusão.



Fonte: Próprio autor (2021).

Uma das principais características do alumínio e do grafeno são suas afinidades químicas pelo oxigênio. No caso do grafeno poderia haver a combustão oxidativa, e na liga de alumínio resultaria na formação de óxidos do tipo Al₂O₃ (alumina) na superfície do metal, quando esta é exposta a meios oxidantes. A camada de óxido que se forma na superfície é muito fina, tenaz e refratária. A alta tenacidade dessa camada dificulta sua ruptura pela ação das tensões superficiais geradas durante sua própria formação durante a fundição. Assim proteção gasosa produzida no interior do forno mufla, impede que o alumínio passive e que o grafeno queime ou volatilize na presença de meios oxidantes, se decompondo muito rapidamente.

4.1.4 Cadinhos e suporte de sustentação

Os cadinhos utilizados para fusão da liga são da marca Alfa Equipamentos, possuem em sua composição 99,9% de zircônia, e são conhecidos por cadinho cerâmica ou cadinho de óxido ou crisol. Este modelo de cadinho é largamente utilizado em escala laboratorial ou industrial, para calcinação ou a secagem de amostras e manuseio de pequenas porções de materiais fundidos, para amostragem em ensaios

de controle de qualidade em corridas de grandes escalas. Possui volume de 0,21 litros e é capaz de resistir a temperaturas extremas de até 1750°C. Para sustentação dos cadinhos dentro da mufla, foram fabricados dois suportes tipo tripé em aço, através do qual cada cadinho permaneceu sempre em posição que não oferecesse risco de derramamento de material. Além dos tripés, foi fabricado também um prolongador intercambiável para servir de pegador, com aperto através de um parafuso com acionamento manual. A imagem 20 mostra o modelo do cadinho, tripé e prolongador utilizados no experimento.

Figura 20 – Cadinho cerâmica, tripé metálico e prolongado para manuseio.



Fonte: Próprio autor (2021).

Estes arranjos metálicos, juntamente com o prolongador, possibilitou o manuseio dos cadinhos durante os procedimentos de fusão e envase da liga, sem o risco de exposição à radiação extrema ou queimadura por parte do operador.

4.2 Procedimento experimental (Processamento das amostras)

A fim de verificar a influência do grafeno como reforço na matriz de alumínio, foram fabricadas amostras com diferentes concentrações de grafeno, sendo 0,5%, 1% e 2%. Além disso, foi processada uma corrida sem adição do reforço, denominada liga virgem, para fins comparativos das propriedades do material.

Durante o processamento das amostras, a pesagem dos materiais, foi o primeiro procedimento realizado. Para o grafeno uma balança analítica calibrada foi

utilizada, e para cada corrida, uma diferente concentração de reforço de grafeno foi considerada. Consequentemente cada concentração resultava em diferentes relações de peso. Para a corrida de Al com 0,5% de reforço foram pesadas as concentrações de 1,83g ou 2/3 de reforço e 0,92g ou 1/3 de reforço, representando um total de 2,75g de grafeno. Já para a corrida de Al com 1% de reforço foram pesadas as concentrações de 3,67g ou 2/3 de reforço e 1,83g ou 1/3 de reforço, representando um total de 5,5g de grafeno. Por fim, para a corrida de Al com 2% de grafeno, foram pesadas as concentrações de 7,33g ou 2/3 de reforço e 3,67g ou 1/3 de reforço, representando um total de 11g de grafeno. As imagens 21 e 22 apresentam os detalhes de pesagem e armazenamento de cada proporção de grafeno.

Figura 21 – Pesagem do grafeno.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 22 – Armazenamento do grafeno.



Fonte: Próprio autor (2021).

Da mesma maneira procedeu com as pesagens para o material da matriz, o alumínio. Desta vez, como a matriz teve um mesmo peso e proporção final igual entre as amostras a pesagem se deu em duas porções de 55g ou 10% de alumínio para primeira etapa das corridas. Para segunda e terceira etapa, os valores pesados foram de 330g ou 60% de alumínio e 110g ou 20% de alumínio respectivamente. Foi utilizada uma balança de precisão digital, apresentada nas fotos 23 e 24.

Para facilitar a fabricação dos corpos de provas, para a liga de alumínio sem reforço, também denominada de liga virgem, a pesagem foi feita em etapa única de 550g ou 100% de alumínio.

Figura 23 – Pesagem do alumínio.

Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 24 – Armazenamento do alumínio.

Fonte: Próprio autor (2021).

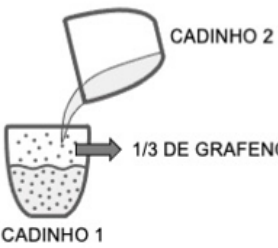
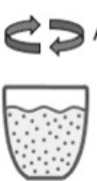
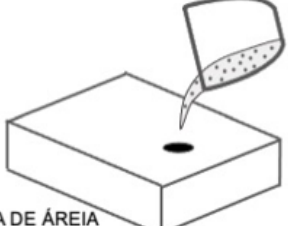
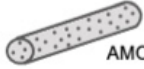
O processamento foi dividido em 4 etapas, buscando a melhor dissipação bem como melhor fixação do reforço na matriz. Durante a primeira etapa 55g ou 10% de alumínio foram colocados para fusão em dois cadinhos distintos, dentro da mufla à 850°C e com atmosfera inerte através do gás nitrogênio. A intenção era fazer com este material um pé de banho, de maneira que com o acréscimo do grafeno, o reforço tivesse maior facilidade em se espalhar dentro da liga em fusão. Na segunda etapa, após a fusão do alumínio, em um dos cadinhos foi acrescentado 2/3 de reforço por cima do alumínio líquido e logo na sequência foi derramado por cima a outra porção de 55g de alumínio, também já líquido do outro cadinho. Simultaneamente, no cadinho com alumínio líquido e grafeno, foram acrescentados 330g ou 60% de alumínio em cubos no estado sólido e agitado manualmente o conjunto do cadinho com o auxílio do pegador. A intenção era que na medida que o material fosse fundindo, o grafeno do cadinho pudesse incorporar e se espalhar sobre a liga. Ainda na mesma etapa, no cadinho vazio, o restante dos 110g ou 20% de alumínio sólido foi colocado para fusão, para ser usado na próxima etapa. A mufla permaneceu na temperatura de 850°C e com entrada de gás nitrogênio e na terceira etapa o restante do reforço de grafeno de 1/3 foi colocado sobre o cadinho com a liga de alumínio e grafeno e em seguida, por cima foi acrescentado os 110g finais de alumínio em fusão no segundo cadinho. Da mesma maneira, o conjunto da liga foi agitado manualmente e na sequência permaneceu por mais 5 minutos na mufla de atmosfera inerte. Na quarta etapa, a temperatura da liga foi aferida com termômetro próprio de fundição para verificar se o

material líquido estava com temperatura superior a 740°C, e posteriormente o material foi envasado imediatamente após saída a mufla com atmosfera inerte na caixa de areia pré-disposta com modelo da amostra a ser fundido.

Este processamento se repetiu para as três proporções de reforço, com os mesmos parâmetros de temperatura da mufla de 850°C, tempo entre as etapas e fluxo do gás nitrogênio para proporcionar a atmosfera inerte. As etapas descritas podem ser visualizadas com detalhes na figura 25.

Figura 25 – Etapas de processamento das amostras.

ETAPAS DE PROCESSAMENTO

TEMPERATURA DA MUFLA: 850° C		TEMPO TOTAL: 0 MINUTOS (INÍCIO)	
ETAPA 1			
	CADINHO 1 55g OU 10% DE Al (SÓLIDO)	CADINHO 2 55g OU 10% DE Al (SÓLIDO)	
TEMPERATURA DA MUFLA: 850° C		TEMPO TOTAL: 15 MINUTOS	
ETAPA 2			
	CADINHO 1 2/3 DE GRAFENO	CADINHO 1 330g OU 60% DE Al (SÓLIDO)	CADINHO 2 55g OU 10% DE Al (SÓLIDO)
TEMPERATURA DA MUFLA: 850° C		TEMPO TOTAL: 35 MINUTOS	
ETAPA 3			
	CADINHO 1 1/3 DE GRAFENO	CADINHO 1	
TEMPERATURA DA MUFLA: 850° C		TEMPO TOTAL: 40 MINUTOS	
ETAPA 4			
	CAIXA DE AREIA	AMOSTRA	

Fonte: Próprio autor (2021).

Durante a realização de as todas etapas do procedimento, foi dada atenção especial quanto a segurança e integridade física dos envolvidos, bem como a preservação de todos equipamentos e instrumentos utilizados. Cada etapa foi planejada previamente para evitar equívocos durante o procedimento.

As figuras 26, 27 e 28 apresentam os detalhes da etapa 2 de processamento de uma das amostras, sendo inserção do grafeno sobre pé de banho em alumínio, cobertura do grafeno com alumínio líquido e auxílio dos dois cadinhos e acréscimo de alumínio sólido por cima da mistura em fusão, respectivamente.

Figura 26 – Inserção do grafeno.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 27 – Cobrimento do G com Al líquido.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 28 – Inserção de alumínio sólido em cubos.



Fonte: Próprio autor (2021).

Após todas as etapas de fusão e mistura dos materiais da matriz e do reforço, iniciou-se os procedimentos para envase da liga. Caixas de areia verde de fundição, já haviam sido preparadas anteriormente, com respectivo modelo de fundição. Um carrinho de mão foi utilizado em seu transporte para perto da mufla, evitando exposição prolongada da liga a uma atmosfera oxidante e o risco de queimaduras. A aferição da temperatura pode ser observada na figura 29, procedimento importante para confirmar as condições necessárias para envase. Já na figura 30 observa-se o envase da liga logo após a retirada do cadinho da mufla com auxílio do pegador.

Figura 29 – Aferição da temperatura da liga.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 30 – Envase em caixas de areia verde.



Fonte: Próprio autor (2021).

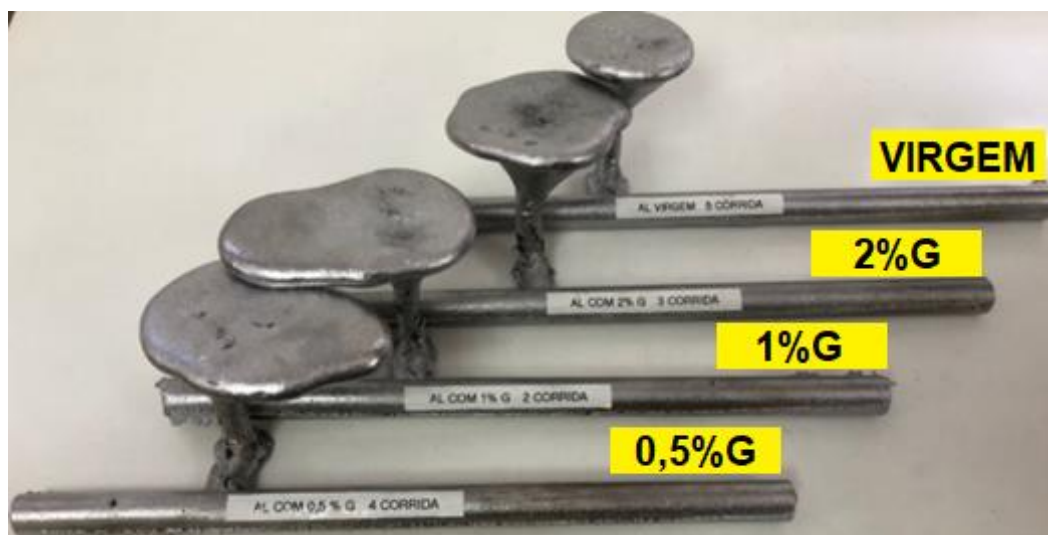
Alguns minutos após o envase, as caixas de areia foram quebradas e as amostras foram retiradas e identificadas. As figuras 31 e 32 apresentam respectivamente a retiradas das amostras da caixa de areia e todas elas identificadas e ainda com os massalotes de fundição.

Figura 31 – Retirada de amostra da caixa de areia.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 32 – Amostras identificadas após fusão.



Fonte: Próprio autor (2021).

Ao final de cada corrida, após o procedimento de envase, foi observado uma porção de grafeno que não se misturou completamente ao alumínio. Este grafeno ficou depositado no fundo do cadinho, juntamente com uma pequena porção de escória. O grafeno não se aderiu as paredes internas do cadinho e, portanto, foi retirado e depositado sobre uma folha de papel branca. Após a retirada da escória e demais impurezas perceptíveis, a porção de grafeno foi pesada a fim de se conhecer qual o peso e porcentagem de massa não se agregou em cada corrida.

4.3 Caracterizações físico-química, mecânica e metalográfica

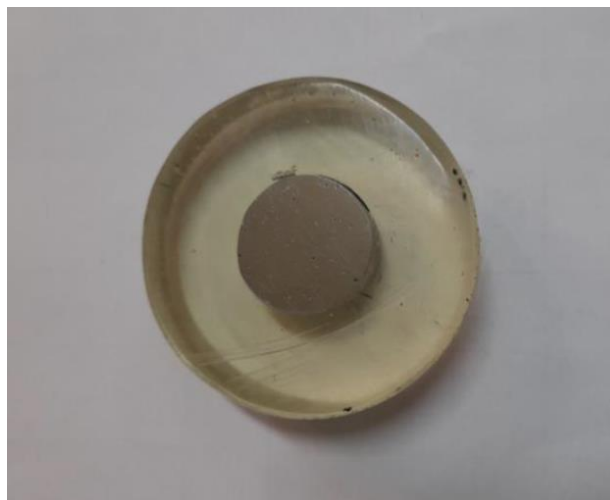
4.3.1 *Análise química por combustão direta por infravermelho*

A preparação de cada amostra, se deu por meio de transformação do material em limalhas. O equipamento utilizado neste ensaio foi o analisador automático simultâneo de carbono e enxofre da marca Quimitron, modelo QCS 1232 e número de série SNI.041, calibrado pelo fabricante. A balança utilizada é da marca Startorius de identificação 123575, calibrada por laboratório pertencente à Rede Brasileira de Calibração (RBC). A norma utilizada como referência é a ASTM E 1019.

4.3.2 *Metalografia*

Para ensaios de metalográfica, as amostras foram cortadas transversalmente e embutidas em moldes de silicone de diâmetro de 30mm, com resina epóxi termo endurecível, que apresenta baixa contração e boa aderência. Em seguida ao embutimento, as amostras foram lixadas manualmente utilizando lixas 120, 240, 400, 600 e 1200 mesh. Foi efetuado polimento manual através de panos com diamante policristalino em suspensão de 3 μ m e 1 μ m, e por fim, polimento com sílica coloidal de 0,05 μ m, até que a superfície apresentasse aspecto de espelhada. Pode-se observar na figura 33, apresenta o padrão de preparação das amostras para os ensaios de MEV e EDS.

Figura 33 – Amostra metalográfica para ensaio de MEV / EDS.



Fonte: Próprio autor (2021).

4.3.2.1 Microscopia eletrônica por varredura (MEV)

O procedimento de preparação metalográfica foi executado buscando a realização dos ensaios topográficos de caracterização das micrografias através de imagens de alta resolução da superfície das amostras, para identificar as morfologias dos principais constituintes microestruturais e suas distribuições. As micrografias foram realizadas no microscópio eletrônico por varredura da marca JEOL e modelo JSM-6510LV. Foram realizadas imagens das microestruturas de todas as amostras em pelo menos três regiões distintas, com ampliações variadas, de forma a ter uma visão representativa das amostras estudadas.

4.3.2.2 Espectroscopia por energia dispersiva (EDS)

Durante a operação da microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi realizado o ensaio de espectroscopia por energia dispersiva (EDS), simultaneamente, através da microsonda EDS Thermo Scientific UltraDry. O objetivo foi a análise, localização e quantificação da concentração dos principais elementos químicos em pontos de interesse nas micrografias. Foram realizados levantamentos e quantificações das concentrações de todas as amostras, em três regiões distintas.

4.3.3 Dureza Brinell

Os resultados dos ensaios de dureza Brinell (HB) foram obtidos com a utilização do durômetro Universal Dura Vision modelo DV30, identificação 219170, calibrado por laboratório pertencente a Rede Brasileira de Calibração – RBC.

A carga aplicada em cada medição foi de 62,5kgf (fator de carga 10, ou seja $0,102 F/D^2$), por um penetrador de diâmetro de 2,5mm, com tempo de aplicação da força entre 10 a 15s. Foram realizadas 5 medições em cada amostra, em pontos distintos, sendo 3 medições de um dos lados dos corpos de prova e outras 2 medições nos lados opostos. O objetivo de realizar 5 medições em cada amostra, foi de obter de maneira mais precisa os valores de dureza, e caracterizar melhor as propriedades mecânicas.

4.3.4 Microdureza Vickers

Os resultados dos ensaios de microdureza Vickers (HV) foram realizados com o microdurômetro da marca Shimadzu Corporation e modelo HMV-2T E, com microscópio óptico incorporado e software Easy Test HMV-AD, para obtenção de imagens capturadas por meio de câmera digital incorporada ao equipamento, com cargas de 100 gf durante um carregamento de 15 segundos. Foram realizadas 3 medições em cada amostra.

4.3.5 Resistividade elétrica

Para a determinação da resistividade elétrica das amostras foi utilizado o instrumento Ponte de Kelvin PK230 do fabricante de marca Nansen, do laboratório de propriedades elétricas da RITZ, apresentado na figura 34.

Figura 34 – Instrumento Ponte de Kelvin PK230 Nansen.



Fonte: Próprio autor (2021).

Este instrumento é composto por um medidor de corrente interno, ligado através 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 no material a ser testado. Através da circulação de uma pequena tensão aplicada no circuito, é possível medir a resistência do material a ser testado pelo princípio da proporcionalidade.

4.3.6 *Difusividade térmica*

Para a determinação da difusividade térmica das amostras foi utilizado o difusímetro QuadruFlash 1200 da marca Protolab, do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (LMPT/CDTN), apresentado na figura 35.

Figura 35 – Difusímetro QuadruFlash 1200.



Fonte: Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (2021).

Este difusímetro consiste de uma lâmpada de xenônio de 1200 J responsável pelo pulso de energia, um conjunto de três termopares, um forno e uma unidade de aquisição e tratamento do sinal elétrico. Todas as amostras foram recobertas com grafite coloidal em ambas faces de medição para uniformizar absorção de calor.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos com os procedimentos de processamento e caracterizações descritos na metodologia. Os resultados são analisados e discutidos a partir das amostras fabricadas e ensaiadas com as diferentes concentrações de reforço, sendo 0,5%, 1%, 2% de grafeno, além da amostra como recebida.

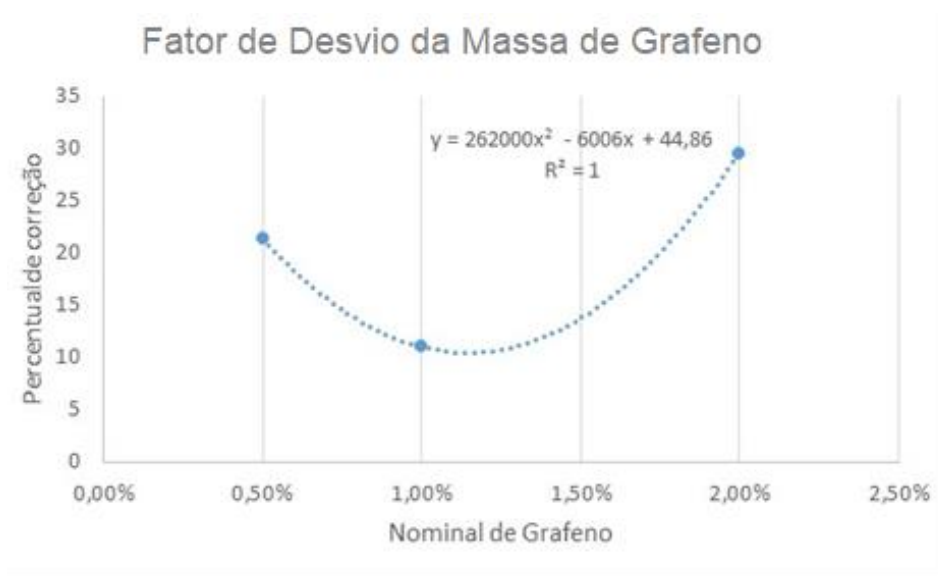
Após a fusão dos nanocompósitos, um novo balanço foi realizado considerando a massa de grafeno não incorporado à liga de alumínio durante o processamento, os seus respectivos valores nominais incorporados (%) com um fator de desvio, podem ser visualizados na tabela 4 e na figura 36.

Tabela 4 – Balanço de massa dos nanocompósitos com grafeno.

Balanço de massa do grafeno			
Amostra (%G)	0,50	1,00	2,00
Peso de grafeno inserido (g)	2,75	5,50	11,00
Peso de grafeno incorporado (g)	2,16	4,89	7,75
%m de grafeno incorporado (real)	0,39	0,89	1,41
Peso de grafeno não incorporado (g)	0,59	0,61	3,25
Fator de desvio (%m/m)	21,5	11,1	29,5

Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 36 – Gráfico com o percentual de desvio após fusão



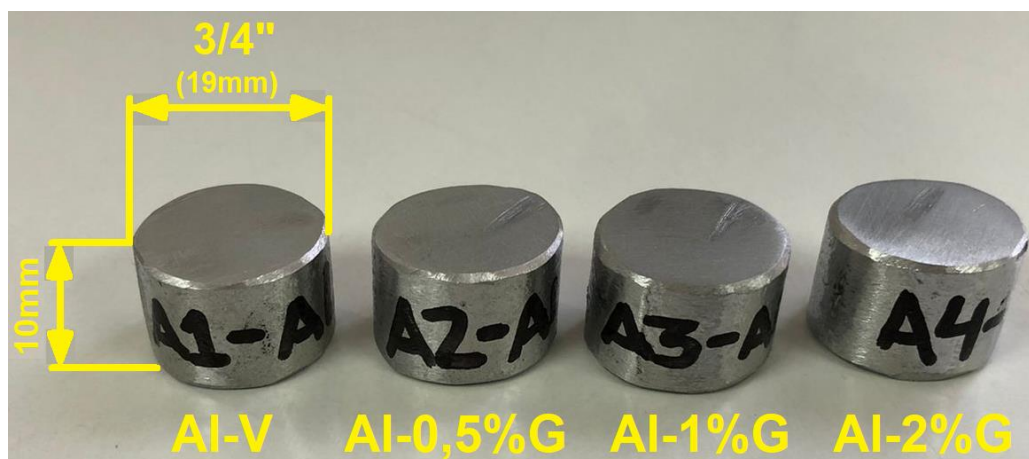
Fonte: Próprio autor (2021).

A tabela 4 e a figura 36, apresentam os valores percentuais de desvio da massa de grafenos que deveriam ser adicionadas ao balanço de massa inicial, para possível correção final dos nanocompósitos. Observa-se que o processo de fusão gera perdas que não são lineares, utilizou-se um ajuste polinomial de 2ª ordem, com coeficiente de determinação (R^2) igual a 1. A enorme diferença de densidade entre a liga de alumínio ($2,68\text{g/cm}^3$) e o grafeno ($0,15\text{g/cm}^3$) dificulta sua incorporação na matriz metálica. A concentração de carbono decresce com o aumento do incremento de grafeno em torno de 1%, devido provavelmente a sua pirolise, e também a dificuldade em se vencer a diferença de tensão superficial entre os materiais, bem como a baixa molhabilidade do grafeno no banho. Por outro lado, aparentemente o maior percentual associado com a manutenção de uma temperatura elevada, aliado ao maior tempo no platô de fusão proporcionou maior percentual de correção (2%G).

5.1 Análise química por combustão direta por infravermelho

A figura 37, apresenta as dimensões das amostras submetidas ao ensaio de análise química por combustão direta por infravermelho. O volume de cada amostra é de $2850,23\text{mm}^3$, ou 0,00285 litros, equivalente a 1,36% do volume total de cada corrida. Na sequência, a tabela 5, apresenta os valores de concentração de carbono encontrados nas respectivas amostras após o processamento por fusão.

Figura 37 – Amostras submetidas ao ensaio de análise química por combustão por infravermelho.



Fonte: Próprio autor (2021).

Tabela 5 – Concentração de carbono por amostras.

Denominação da amostra	%C Real incorporada	Carbono (%x10 ⁻⁴ C)
Al-V (como recebido)	0	2
Al-0,5%C	0,39	60
Al-1%C	0,89	70
Al-2%C	1,41	90

Fonte: Próprio autor (2021).

Conforme a norma SAE J452, o alumínio SAE 323, possui valores desprezíveis para a concentração do elemento carbono, devido a sua baixa concentração ou mesmo a sua inexistência. O fornecedor do material, de maneira análoga, também não apresenta valores para o elemento carbono.

Apesar de ambas fontes de informação não considerarem a concentração de carbono, o ensaio de análise química por combustão direta por infravermelho realizado na amostra de alumínio sem reforço (como recebido), apontou o valor de 0,00002% de concentração do elemento carbono no volume total da amostra. Da mesma maneira, o ensaio foi realizado para as outras amostras, com reforço, onde é possível observar que, apesar dos valores continuarem pouco expressivos quando analisados isoladamente, pode-se afirmar que houve um aumento considerável dos valores de concentração. A amostra com 0,5% de reforço, teve um aumento de 30 vezes na concentração de carbono encontrada, quando se comparada a amostra sem reforço. Já as amostras de com 1% e 2% de reforço, tiveram um aumento de 35 e 45 vezes respectivamente na proporção do elemento carbono.

Nota-se que, a concentração carbono, aumentou de maneira diretamente proporcional ao aumento da quantidade de reforço para as amostras de 0,5% e 1%. Entretanto para a amostra de 2%, houve uma queda na taxa de incremento. Conforme Wu et al. (2019), isso pode ser explicado primeiramente pela dificuldade em se dispersar e fixar o reforço na matriz, devido a fraca molhabilidade entre carbono e o alumínio, e também pela tensão superficial existente no alumínio em estado líquido. Outro fenômeno que explica o decréscimo da concentração de carbono encontrada na amostra em que foi inserido maior quantidade de reforço, é o fato de que uma parte do carbono pirolisou durante o processamento, e ao se inserir uma maior porção de reforço, uma maior quantidade também ficou mais exposta a reação de queima.

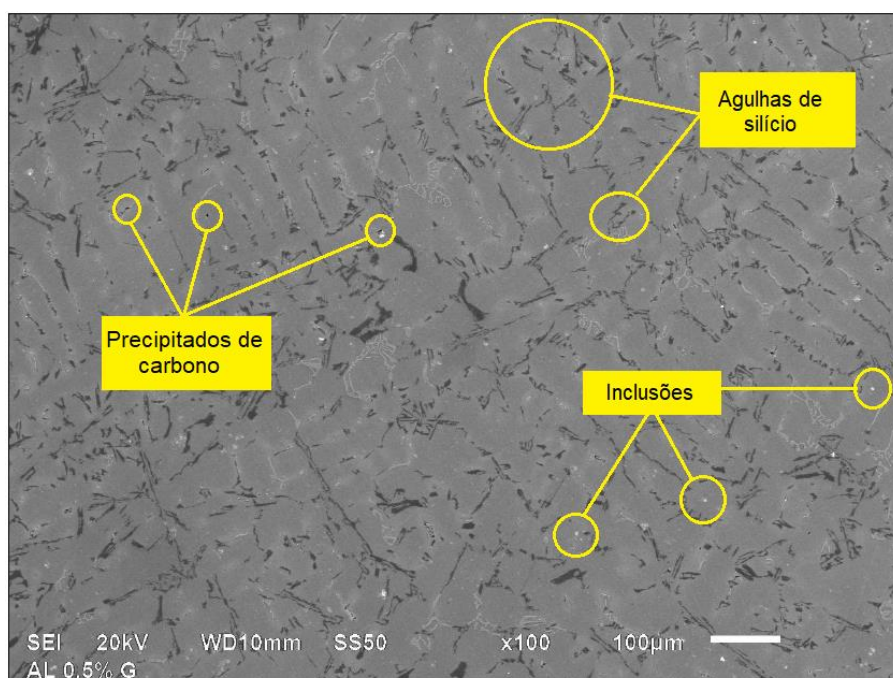
5.2 Metalografia

5.2.1 Microscopia eletrônica por varredura (MEV)

É apresentada nas figuras 38, 39 e 40, a morfologia da amostra de alumínio com reforço de 0,5% de grafeno. É possível observar a presença de precipitados ricos em carbono, consequência do processamento realizado, além de regiões aciculares, em forma de agulhas, de silício, segundo elemento mais abundante na liga. As regiões brancas, representam inclusões ou mesmo pontos de oxidação, comuns de ocorrer.

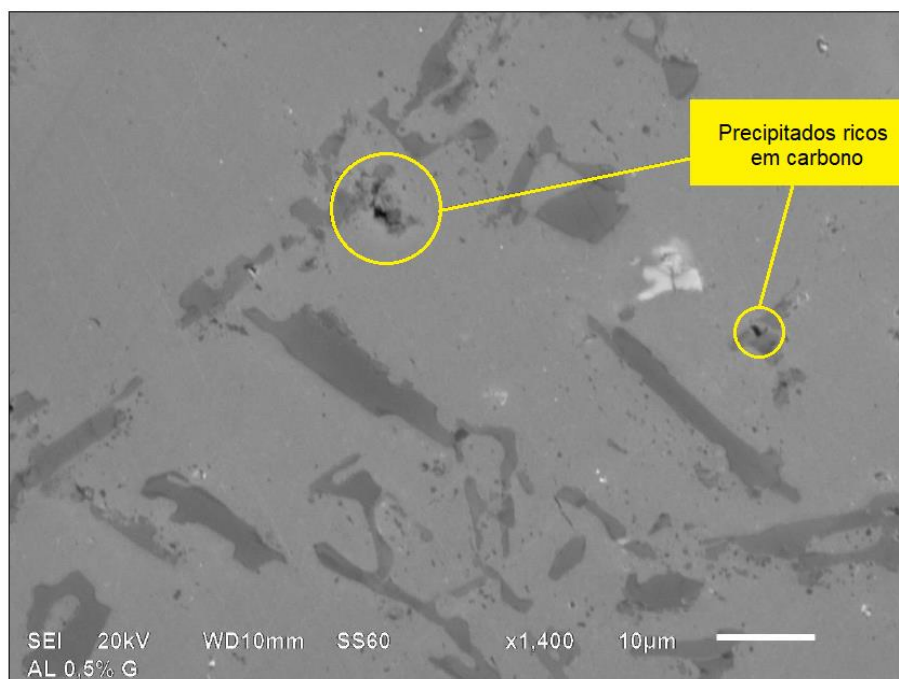
As imagens obtidas por microscopia eletrônica por varredura (MEV), evidenciaram nos aumentos de 100x, 1400x e 3500x, aspectos peculiares da morfologia dos nanocompósitos, que podem ser observados na dissipação de veios e/ou a forma de incorporação do grafeno na matriz de alumínio, principalmente nas micrografias com maior ampliação em que detalhes desses precipitados ricos em carbono foram proporcionalmente maiores.

Figura 38 – Microestrutura da amostra de Al-05%G.



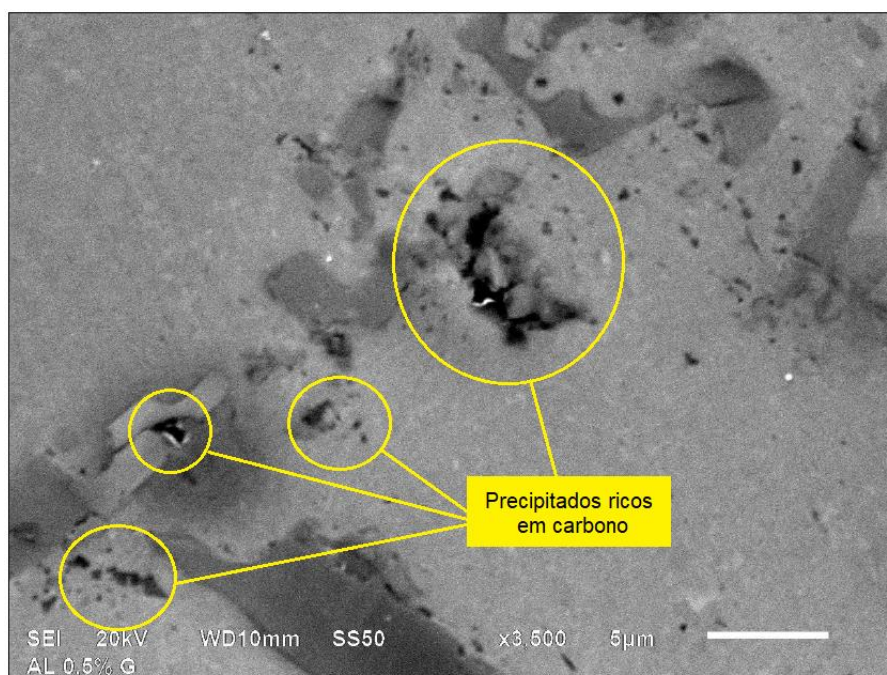
Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 39 – Microestrutura da amostra de Al-05%G.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 40 – Microestrutura da amostra de Al-05%G.

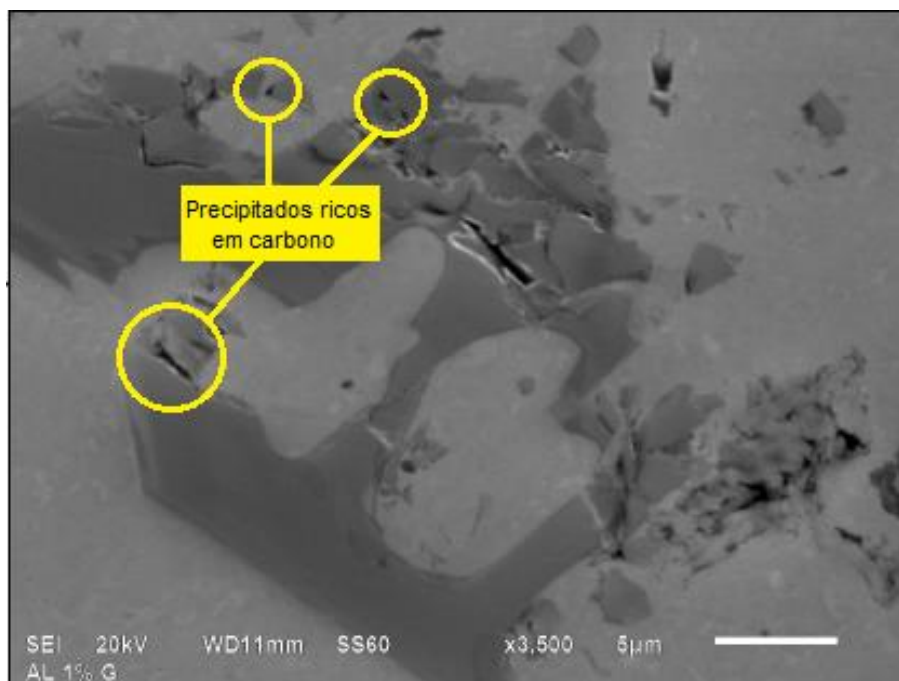


Fonte: Próprio autor (2021).

Da mesma maneira, procedeu o ensaio para a amostra de alumínio com 1% de grafeno, figuras 41 e 42. Primeiramente é apresentada a ampliação de 3500x, e na

sequência, o mesmo detalhe de precipitado rico em carbono, com a ampliação de 7000x, no qual a interface do grafeno com o alumínio é mostrada com maior detalhe.

Figura 41 – Microestrutura da amostra de Al-1%G.



Fonte: Próprio autor (2021).

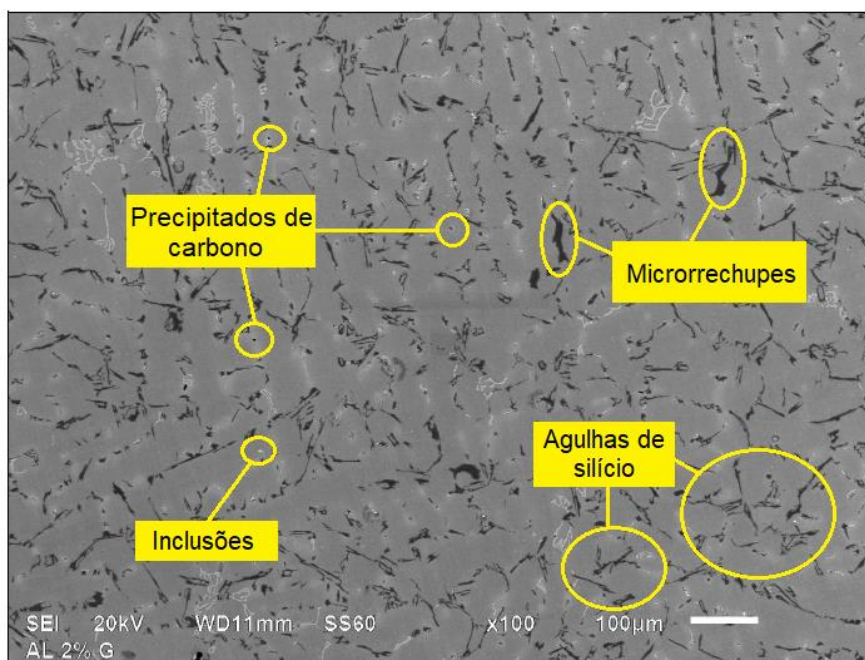
Figura 42 – Microestrutura da amostra de Al-1%G.



Fonte: Próprio autor (2021).

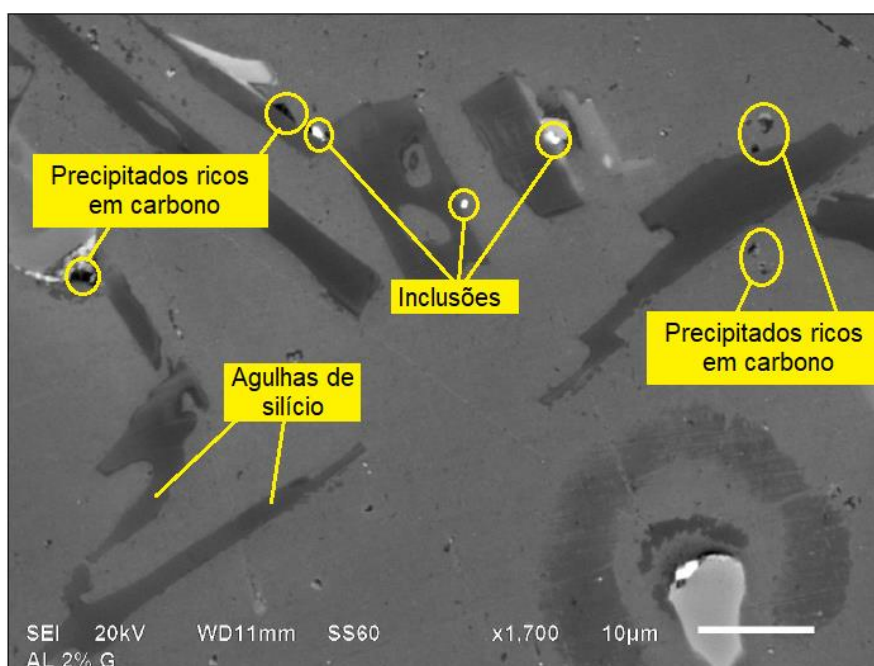
Por fim, a amostra de alumínio com 2% de grafeno, é apresentada nas figuras 43 e 44. Nas ampliações de 100x e 1700x, pode-se observar precipitados de carbono, agulhas de silício, inclusões e alguns microrrechupes, fenômenos comuns em materiais fundidos.

Figura 43 – Microestrutura da amostra de Al-2%G.



Fonte: Próprio autor (2021).

Figura 44 – Microestrutura da amostra de Al-2%G.



Fonte: Próprio autor (2021).

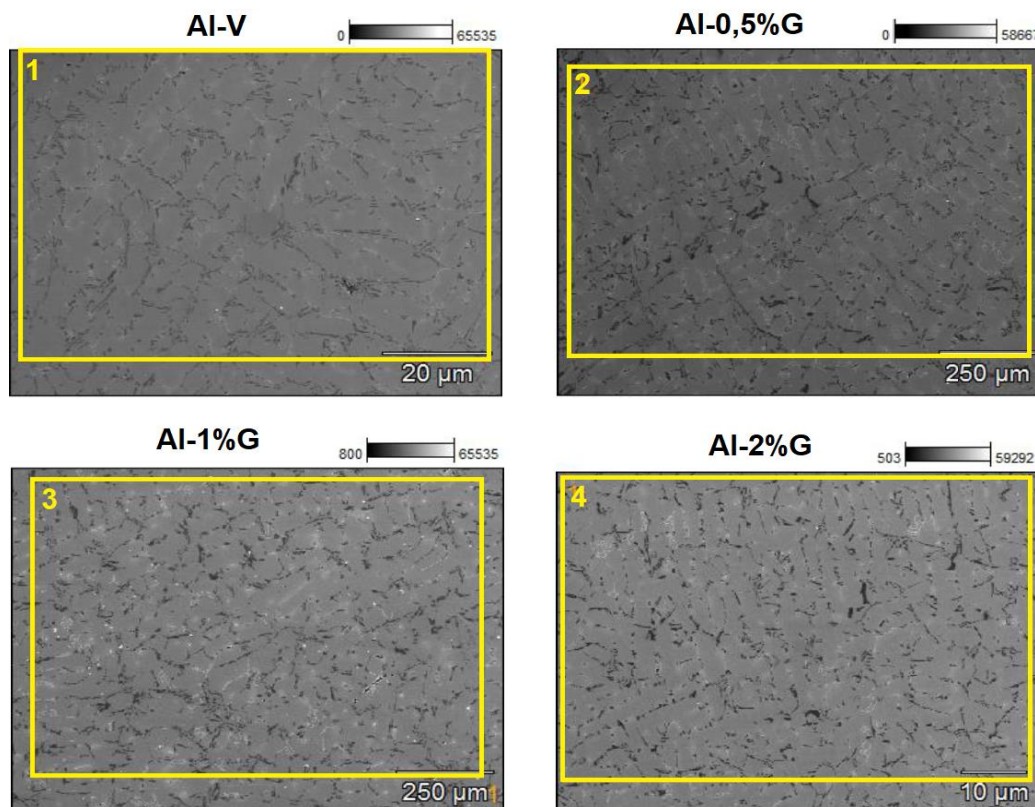
O grafeno é distribuído principalmente nas fronteiras de grãos de alumínio, o que causa a perda de associatividade com o material da matriz, e diminui assim, capacidade de sinterização do compósito, ocasionando perda de propriedades. O aumento da concentração de reforço, pode não significar ganho de propriedades se uma maior quantidade de grafeno se localiza nos limites de grãos de alumínio, se estendendo pela matriz durante a tensão, inibindo propriedades mecânicas do compósito. O modo de fratura de compósitos grafeno-alumínio, pode se alterar de fratura dúctil para fratura frágil, com o aumento do teor de grafeno (GAO et al., 2016).

É possível afirmar que a presença do grafeno é o parâmetro mais influente na resistência a tração de compostos de grafeno-alumínio fabricados pelo processo de fundição agitada. Porém, este mesmo processo, é o responsável pela formação de orifícios de sopro e porosidade, o que contrapõe o ganho de propriedades mecânicas (VENKATESAN; XAVIOR, 2019).

5.2.2 Espectroscopia por energia dispersiva de Raios X (MEV/EDS)

Foi realizado o ensaio de espectroscopia por energia dispersa de raios X acoplada ao MEV para cada amostra processada, com o objetivo de determinar a composição química nas microestruturas ou microconstituintes. Na figura 45, estão indicadas as regiões analisadas em cada material, sendo alumínio sem reforço (virgem - como recebida), alumínio com 0,5%, 1% e 2% de grafeno.

Figura 45 – Aspecto das microestruturas/regiões de composição química por EDS das amostras.



Fonte: Próprio autor (2021).

Na tabela 6 pode-se verificar os elementos químicos encontrados em cada microestrutura, além das respectivas concentrações.

Tabela 6 – Concentração de principais elementos químicos encontrados nas amostras processadas.

Amostra	Região analisada	% C	% Al	% Si	% O
Liga SAE 323 (nominal)	-	-	Balanço	6,5 a 7,5	-
Al-V (como recebido)	1	-	86,2	11,6	1,04
Al-0,5%G	2	0,98	84,2	12,9	0,66
Al-1%G	3	1,18	85,3	12,0	0,79
Al-2%G	4	1,28	85,0	11,9	0,75

Fonte: Próprio autor (2021).

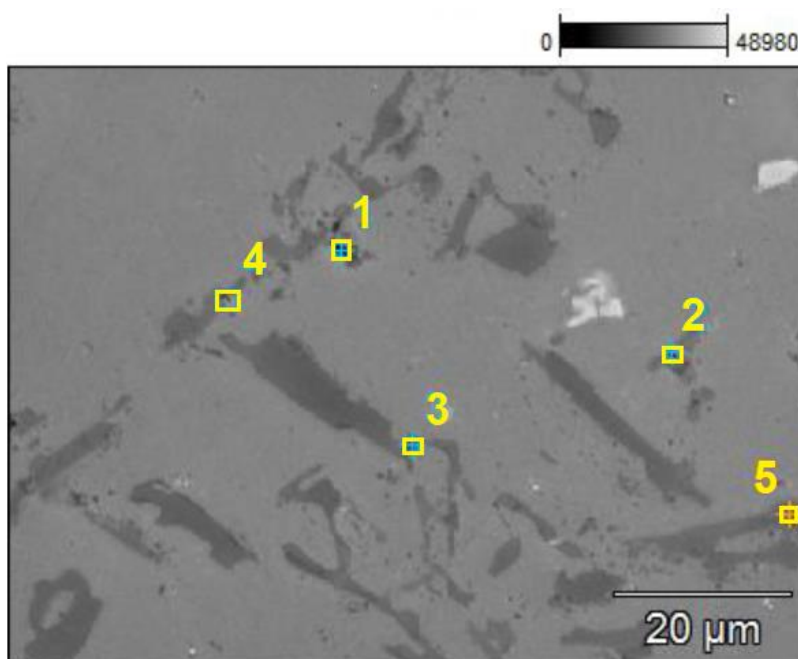
Apesar da análise da composição por EDS ser semi-quantitativa é possível observar que o alumínio e o silício, como esperado, são os elementos majoritários encontrados na liga como recebida (vide composição nominal da liga) e também nas amostras processadas. O percentual de carbono, aparece com destaque para as amostras em que foram inseridos os reforços de grafeno, isso prova que houve

dissipação deste elemento, uma vez que a amostra sem acréscimo de reforço, não apresenta valores relevantes para o elemento químico nesta análise por mapa de composição. Outro elemento químico minoritário que se destaca é o oxigênio, ele aparece presente em pontos de oxidação em algumas regiões da microestrutura de todas as amostras, fenômeno comum em materiais desta natureza (WANG et al, 2015).

O oxigênio, pode ser ainda, proveniente do procedimento de preparação das amostras para análise no MEV/EDS. Os outros elementos químicos encontrados no ensaio, possuem menor relevância, e estão distribuídos entre Cobre (Cu), Ferro (Fe), Níquel (Ni), Magnésio (Mg), dentre outros. Estes elementos segundo a literatura possuem concentrações abaixo de 0,5% e foram encontrados na microestrutura na forma de inclusões oriundas do processamento metalúrgico da liga.

Com o objetivo de aprofundar as análises para os precipitados de carbono, derivado do reforço em grafeno inserido, foram analisadas regiões mais específicas nas microestruturas processadas. A figura 46, apresenta o levantamento de elementos químicos presentes na região ampliada da amostra de alumínio com acréscimo de 0,5% de grafeno. Na sequência, a tabela 7, apresenta os principais elementos químicos encontrados e as suas respectivas concentrações. Nota-se regiões com elevada concentração de carbono, chegando até 11, 0%, no ponto 1.

Figura 46 – Microestrutura da amostra de alumínio com 0,5% de grafeno analisada por EDS.



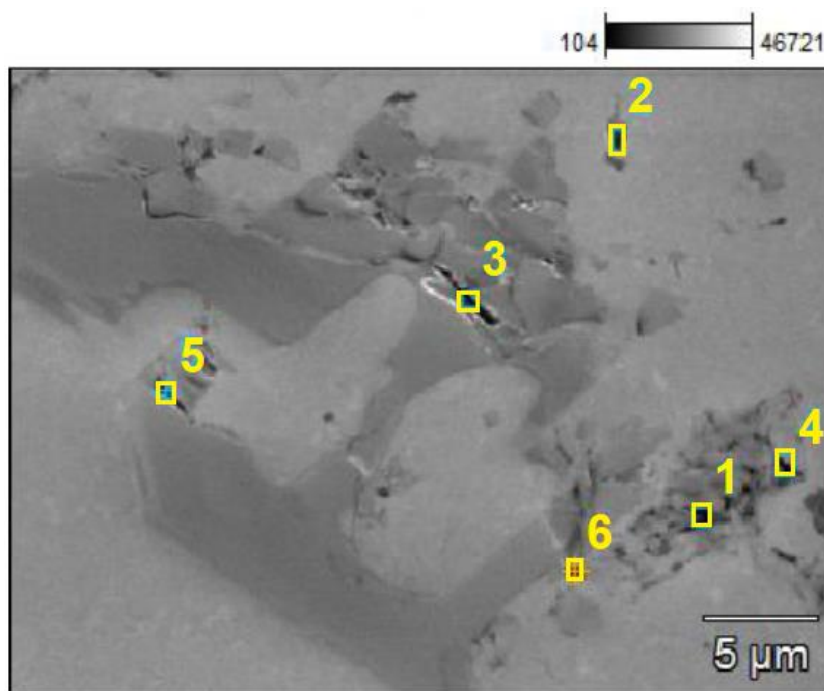
Fonte: Próprio autor (2021).

Tabela 7 – Principais elementos químicos em amostra de alumínio com 0,5% de grafeno pelo EDS.

Alumínio com 0,5% de grafeno			
Ponto analisado	% C	% Al	% Si
1	11,0	66,7	19,2
2	4,3	30,8	54,4
3	3,5	38,0	57,7
4	1,7	65,0	32,0
5	2,8	32,5	60,9

Fonte: Próprio autor (2021).

De maneira análoga, uma microestrutura ampliada da amostra de alumínio com acréscimo de 1% de grafeno foi avaliada e é apresentada na imagem 47. A tabela 8, apresenta os elementos químicos e os respectivos valores de concentração encontrados em cada região analisada.

Figura 47 – Microestrutura da amostra de alumínio com 1% de grafeno analisada por EDS.

Fonte: Próprio autor (2021).

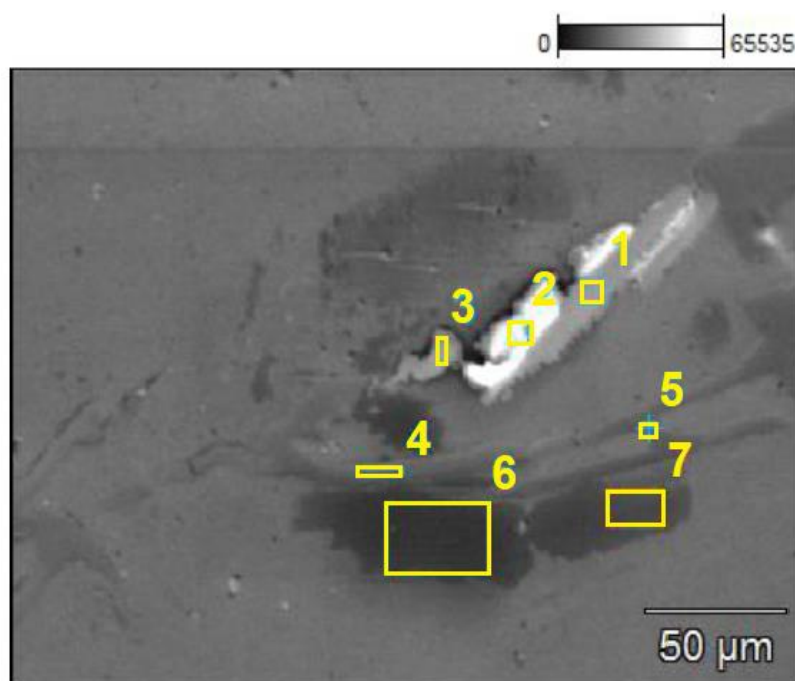
Tabela 8 – Principais elementos químicos em amostra de alumínio com 1% de grafeno pelo EDS.

Alumínio com 1% de grafeno			
Ponto analisado	% C	% Al	% Si
1	1,7	76,8	9,5
2	4,0	86,1	5,0
3	2,0	23,6	66,7
4	6,5	82,9	3,2
5	7,1	29,8	53,3
6	5,8	54,9	36,3

Fonte: Próprio autor (2021).

Entre os pontos analisados, destaca-se a alta concentração de carbono, derivada do reforço incrementado, onde três pontos apresentam concentração superior a 5%, atingindo 7,1% no ponto 5.

Por fim, pode-se observar na imagem 48, uma microestrutura ampliada da amostra de alumínio com acréscimo de 2% de grafeno, também avaliada pelo ensaio de espectroscopia por energia dispersa. Na tabela 9, observa-se os elementos químicos e respectivos valores de concentração encontrados na microestrutura analisada.

Figura 48 – Microestrutura da amostra de alumínio com 2% de grafeno analisada por EDS.

Fonte: Próprio autor (2021).

Tabela 9 – Principais elementos químicos em amostra de alumínio com 2% de grafeno pelo EDS.

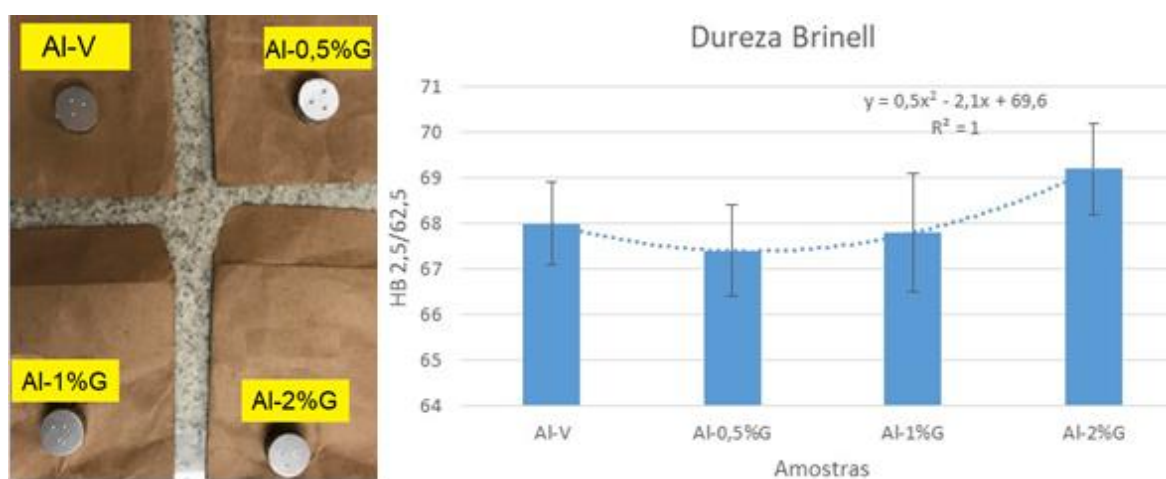
Alumínio com 2% de grafeno					
Ponto analisado	% C	% Al	% Si	% Cu	% Ni
1	1,7	57,5	19,7	1,4	1,9
2	2,5	57,2	2,1	24,9	5,0
3	2,4	66,2	14,3	7,8	-
4	2,4	43,7	52,7	0,5	-
5	4,9	47,8	46,8	-	-
6	2,5	94,4	-	-	-
7	2,3	90,3	4,5	-	-

Fonte: Próprio autor (2021).

Nota-se, em concordância com ensaio de análise química por combustão direta por infravermelho, que a amostra de alumínio com acréscimo de 2% de grafeno, foi a que obteve menor quantidade de regiões analisadas com precipitados ricos em carbono. Nenhum ponto teve a concentrações de carbono superior a 5%, provando que durante o processamento o grafeno pode ter sido pirolisado, e consequentemente ter sido perdido. Há ainda regiões com altas concentrações de elementos químicos classificados como inclusões, como Cobre e Níquel, eminentes ao processo de obtenção do material por fusão.

5.3 Dureza Brinell

Observa-se na figura 49 o ensaio de dureza realizado em cada amostra e na tabela 10, os respectivos valores de dureza Brinell encontrados.

Figura 49 - Amostras submetidas ao ensaio de dureza Brinell.

Fonte: Próprio autor (2021).

Tabela 10 – Dureza Brinell (HB) das amostras.

Amostra	HB 2,5 / 62,5
Al-V (como recebido)	68,0 ± 0,9
Al-0,5%G	67,4 ± 1,0
Al-1%G	67,8 ± 1,3
Al-2%G	69,2 ± 1,0

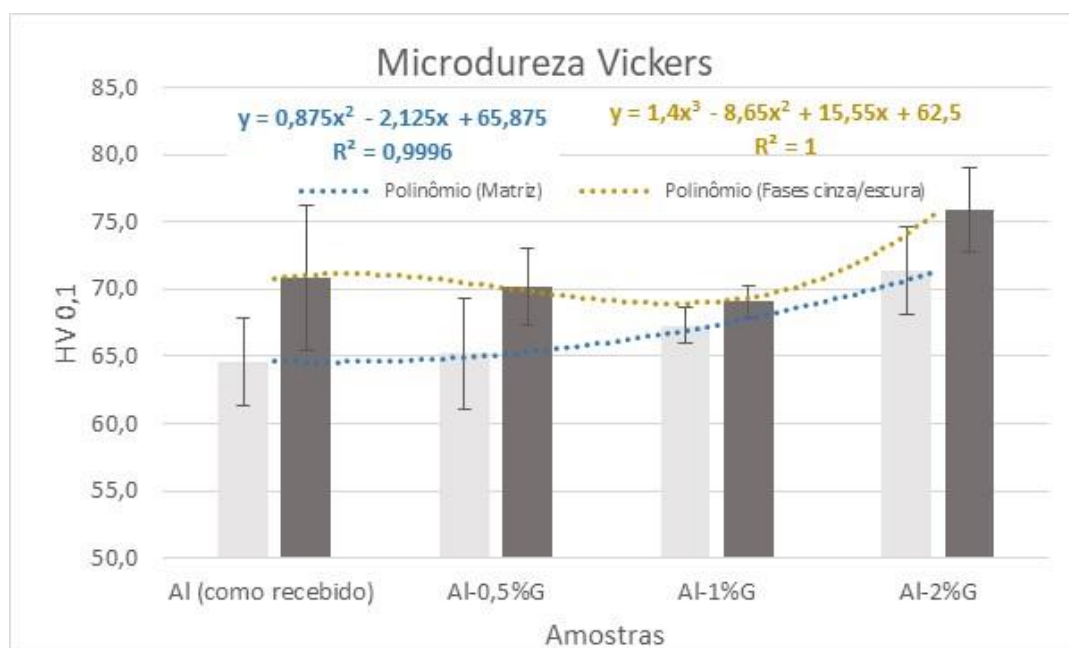
Fonte: Próprio autor (2021).

Para que o grafeno desempenhe um papel importante nas propriedades mecânicas do composto, é importante a sua distribuição uniforme. No entanto, um pequeno aumento das propriedades mecânicas, pode ser explicado primeiramente pelo fato do grafeno estar distribuído aleatoriamente na matriz de alumínio, e nem todo reforço está incorporado na região ou direção adequada do esforço aplicado. Em segundo lugar, a ligação da interface do grafeno e alumínio matriz não é otimizada, e a eficiência de transferência de carga não é alta o suficiente (GAO et al., 2016).

A literatura mostra que o grafeno tem propensão para formar carboneto de alumínio durante o processamento, o que poderia reduzir a dureza e, por conseguinte a resistência à tração do alumínio. Segundo Bartolucci et al. (2011), a natureza do grafeno com elevada área superficial e a sua razão de aspecto, bem como a forma de incorporação podem levar a formação de óxidos ou precipitações de carbonetos durante a fusão, e isto provavelmente pode ser responsável por promover a formação de carboneto de alumínio observado em ligas de alumínio-grafenos.

5.4 Dureza Vickers

Pode-se observar no gráfico da figura 50, os respectivos valores de microdureza Vickers ($HV_{0,1}$) encontrados para as amostras, tanto da matriz (fase alfa) quanto nas demais fases. Nota-se que há um ligeiro decréscimo entre a dureza da matriz (fase alfa – mais clara vide microestruturas) e as demais fases cinza ou escura.

Figura 50 – Resultado do ensaio de microdureza Vickers dos nanocompósitos.

Fonte: Próprio autor (2021).

É possível observar nas matrizes dos nanocompósitos, um ligeiro aumento da dureza formada provavelmente por uma solução sólida com presença de carbono, talvez intersticial na rede cristalina do alumínio (fase alfa), e nos agregados de carbono ou precipitados dendríticos, pequenas modificações devido a solubilização parcial dos grafenos nas fases ricas em silício e precipitações de placas e/ou clusters de grafenos. Um relativo incremento nos valores de microdureza medidos para a amostra de 2% de grafeno, tanto na matriz quanto nas fases cinza ou escura.

O melhor valor de dureza do compósito de alumínio é baseado na dispersão uniforme de particulados de grafeno na matriz de alumínio e com base na agitação, se isso não ocorrer a concentração as propriedades mecânicas podem até decrescer com a formação de concentradores de tensões. A literatura nos mostra que os valores de dureza são obtidos como valores altos e baixos em alguns lugares, devido à não uniformidade da distribuição das partículas de grafeno em peso da matriz de alumínio (VENKATESAN; XAVIOR, 2019).

5.5 Resistividade elétrica

Pode ser observado na tabela 11 apresenta os valores de resistividade elétrica medido nas amostras processadas e na liga como recebida. As medidas foram realizadas na temperatura ambiente do laboratório ($20,5 \pm 1,0$)°C e a umidade era de 41%. Foram realizadas 5 medições em cada amostra, onde foi possível obter a média e o desvio padrão.

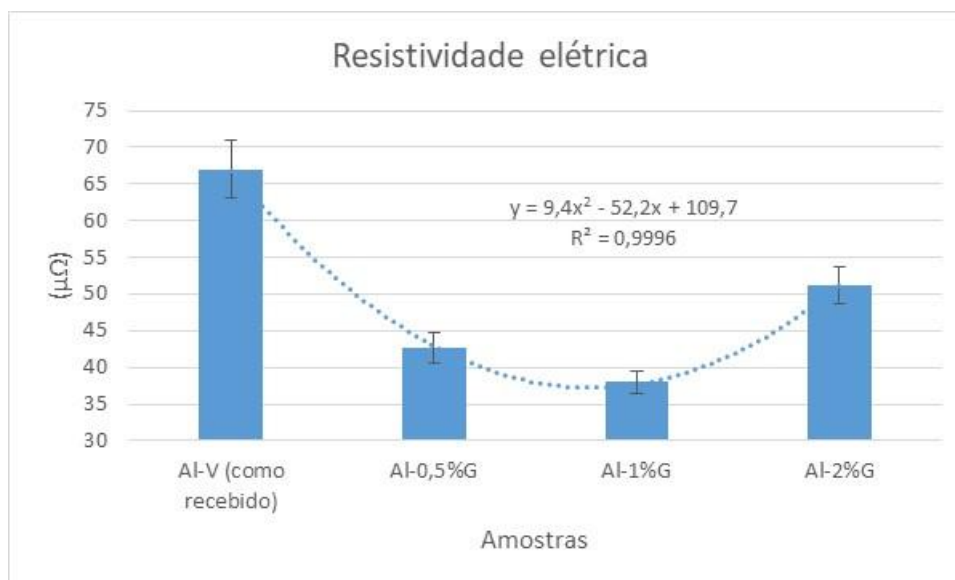
Tabela 11 – Valores de resistência elétrica dos nanocompósitos.

Amostra	Resistividade elétrica ($\mu\Omega$)
Al-V (como recebido)	$67,0 \pm 3,9$
Al-0,5%G	$42,6 \pm 2,1$
Al-1%G	$38,0 \pm 1,6$
Al-2%G	$51,2 \pm 2,6$

Fonte: Próprio autor (2021).

Pode-se observar no gráfico da Figura 51 os respectivos valores de resistividade elétrica ($\mu\Omega$) medidos para as amostras.

Figura 51 – Resultado do ensaio resistividade elétrica ($\mu\Omega$) dos nanocompósitos.



Fonte: Próprio autor (2021).

Nota-se uma tendência a redução da resistência elétrica dos materiais processados com reforço, quando se comparado com o alumínio puro. Para a amostra

com 0,5% m/m de grafeno, houve uma redução de 36,4% no valor médio de resistência elétrica, enquanto as amostras de 1% m/m e 2% m/m obtiveram um valor médio de 43,3% e 23,6% de redução da mesma propriedade, respectivamente. Um decréscimo na resistência elétrica, significa um aumento da condutividade elétrica, uma vez que as propriedades possuem relações diretas.

Promover uma melhora na condutividade elétrica máxima dos materiais ainda é um grande desafio, pois depende da mobilidade e densidade dos portadores de carga. O aprimoramento da condutividade elétrica em um compósito com reforço grafênico, pode ser atribuído a uma combinação de propriedades elétricas do grafeno e mudanças microestruturais na matriz. A contribuição do grafeno na eficiência do aumento da condutividade elétrica, pode depender da fração de volume do reforço e da sua capacidade e eficiência na microestrutura (CAO et al., 2019).

5.6 Difusividade térmica

O valor médio da difusividade térmica pode ser observado na tabela 12, que foi obtido sob condições de repetitividade, e para cada liga com reforço de diferentes proporções processada, foram retiradas duas amostras. A máxima incerteza relativa da difusividade térmica foi estimada em 7,5% para uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95% ($k=2$). Antes do início dos ensaios foi utilizada uma amostra de referência de alumínio puro (Goodfellow) para verificar a exatidão dos resultados. O máximo desvio do valor de referência foi de 3%.

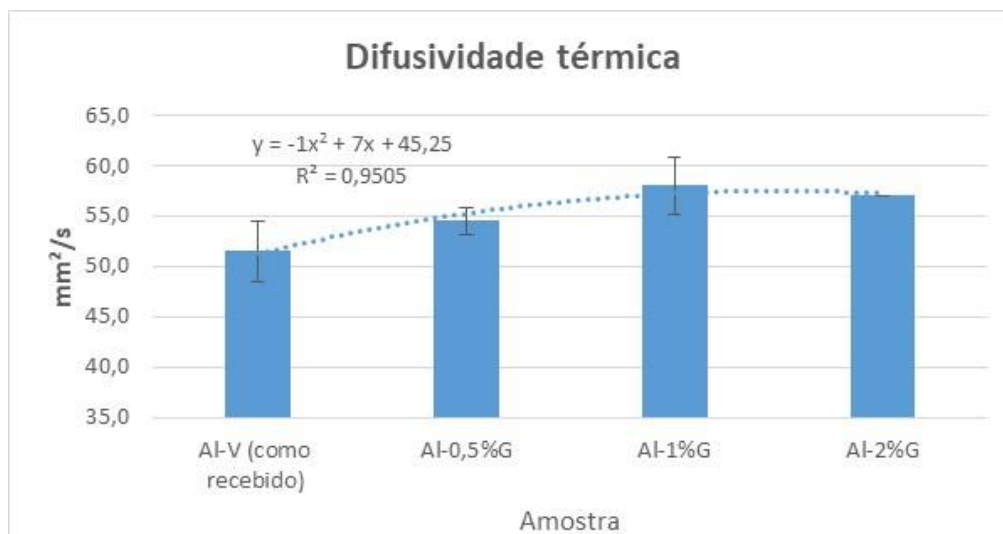
Tabela 12 – Valores de difusividade térmica dos nanocompósitos.

Amostra	Número de medições	Difusividade térmica (T=25°C) (mm²/s)	Média e Desvio (mm²/s)
Al-V - 1	5	50	51,5 ± 3,0
Al-V - 2	4	53	
Al-0,5%G - 1	5	54	54,5 ± 1,4
Al-0,5%G - 2	5	55	
Al-1%G - 1	4	57	58,0 ± 2,8
Al-1%G - 2	4	59	
Al-2%G - 1	5	57	57,0 ± 0,0
Al-2%G - 2	6	57	

Fonte: Próprio autor (2021).

O gráfico com os valores médio e do desvio da difusividade térmica pelo método quadruplo térmico medidos para as amostras, pode ser observado na figura 52. As propriedades térmicas dos nanocompósitos de alumínio-grafeno com o aumento da concentração de grafeno na matriz podem ser comparadas com a liga de Al sem grafeno.

Figura 52 – Resultado do ensaio de difusividade térmica dos nanocompósitos.



Fonte: Próprio autor (2021).

De forma semelhante a condutividade elétrica, é possível observar de maneira qualitativa, uma tendência ao aumento da difusividade térmica nas amostras após a adição das frações de reforço. O ensaio realizado, aponta uma melhora significativa no desempenho da difusividade térmica dos compósitos até a concentração de reforço de 1% m/m, que se comporta de maneira contínua com o aumento da fração de reforço, chegando a 12,6% de aumento na difusividade térmica. No entanto, a propriedade diminui para o compósito com reforço de 2% m/m de grafeno.

Segundo Wang et al. (2015) a condutividade térmica depende não apenas do comportamento térmico, mas também da densidade das amostras. Em contraste, a difusividade térmica é derivada da espessura da amostra e do tempo de difusão do calor, bem como da temperatura, que é independente da densidade das amostras.

A principal melhoria da difusividade térmica nos compósitos com uma fração de baixo peso de reforço, pode ser causada pela sua maior capacidade de dispersão. Consequentemente, a agregação de reforço leva a uma degradação do desempenho de condução térmica dos compósitos contendo alta fração de peso de grafeno. As

razões para isso estão relacionadas com o carbono, que pode induzir alguns poros a interfaces com a matriz. Estes poros podem levar a barreiras térmicas extras, assim, a difusividade térmica dos compósitos é reduzida. A redução da difusividade térmica com aumento de reforço, pode se dar ainda, devido aos clusters de reforço reduzirem o efeito de limpeza envolvido na microestrutura, enfraquecendo o efeito de descarga térmica (WANG et al., 2019).

6. CONCLUSÃO

Os nanocompósitos de matriz de liga de alumínio SAE 323 com reforço de grafeno com concentrações de 0,5%, 1% e 2%, foram produzidos pela técnica de fundição com atmosfera inerte com aparente repetibilidade e reprodutividade das propriedades mecânica, elétrica e térmica. O processo de fusão gera perdas que aparentemente não são lineares, mas poderão ser corrigidas com um incremento na adição de grafeno utilizando-se a curva de perda ajustada devido a pirolise, a dificuldade em se vencer a tensão superficial entre os materiais, a baixa molhabilidade do grafeno no banho, bem como a enorme diferença de densidade entre a liga de alumínio e o grafeno, o que dificultam sua incorporação na matriz metálica. A concentração de carbono decresce com o aumento do incremento de grafeno em torno de 1%.

As concentrações de carbono aumentaram nas amostras reforçadas com grafeno segundo o ensaio de determinação da porcentagem de carbono por combustão direta por infravermelho, também confirmado pelo ensaio de espectroscopia por energia dispersiva (MEV/EDS), que aponta regiões com alta concentração de reforço. Isso indica que houve provavelmente a formação de uma solução sólida com presença de carbono intersticial na rede cristalina do alumínio (fase alfa).

As morfologias das micrografias analisadas por microscopia eletrônica por varredura (MEV), apresentam regiões com precipitados e clusters ricos em carbono, derivados do reforço em grafeno. É possível visualizar também, outras morfologias típicas de materiais fundidos, microrrechupes e inclusões de óxidos, estes prejudiciais as propriedades mecânicas dos nanocompósitos.

Para os resultados dos ensaios de dureza Brinell e microdureza Vickers, não foi possível observar alterações significativas nas propriedades mecânicas, que não houve aumentos significativos nos valores medidos como esperado. Isto se deu provavelmente pela grande dificuldade de se distribuir o reforço uniformemente na matriz e, conseqüentemente, nem todo reforço está incorporado na região ou direção adequada do esforço aplicado. O ensaio Brinell não foi conclusivo, no entanto foi aplicado, pois industrialmente é o mais usual nas condições de contorno de fundições convencionais.

Foi verificado nos nanocompósitos com 1,0% m/m uma tendência de redução de resistividade elétrica da ordem de 43,3%, se comparada com a liga SAE 323 como

recebida. A redução da resistividade elétrica ou aumento da condutividade elétrica também foi observado para as frações de reforço entre 0,5% m/m e 2% m/m (36,4% e 23,6% respectivamente). A melhoria na condução dos nanocompósitos aparentemente passa por um máximo em torno de 1% m/m de grafeno, porém para a concentração de reforço de 2% m/m, foi observado uma diminuição expressiva na taxa de aumento.

De maneira análoga as propriedades térmicas também apresentam o mesmo comportamento das demais propriedades aqui estudadas. A difusividade térmica dos compósitos aumenta com um aumento na fração de peso de grafeno, apresentando um possível máximo local com 1% m/m, com um incremento de aproximadamente de 13% na difusividade térmica desses nanocompósitos. No entanto, este incremento na taxa de crescimento provavelmente diminuiu para os nanocompósitos com 2% m/m de grafeno.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Investigar o processamento das amostras de alumínio com grafeno em um forno a indução eletromagnética (correntes parasitas induzidas), de forma a proporcionar um meio propício para a dissipação do reforço na matriz de Al.
2. Avaliar a influência da refusão das amostras com diferentes concentrações de reforço, na matriz de alumínio líquida, para que a difusão seja mais eficiente e fácil, uma vez que a molhabilidade e a tensão superficial entre os materiais podem apresentar um melhor desempenho.
3. Estudar a influência do acréscimo de elementos modificadores da liga durante o processamento, como titânio e estrôncio.
4. Avaliar a influência do tratamento térmico nas matrizes de alumínio reforçadas com grafeno, bem como sua influência microestrutural.
5. Realizar avaliação da propriedade mecânica através do ensaio de tração, através da confecção de amostras com tamanhos compatíveis para realização.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **Ciência e engenharia dos materiais**. 3 ed. norte-americana. São Paulo: Cengage Learning, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E1019**: standard test methods for determination of carbon, sulfur, nitrogen, and oxygen in steel, iron, nickel, and cobalt alloys by various combustions and inert gas fusion techniques, 2011.

BARTOLUCCI, S. F. et al. Graphene-aluminum nanocomposites. **Journal Materials Science and Engineering A**. v 258, p. 7933-7937, 2011. Disponível em <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509311008227?via%3DiDih>>. Acesso em: nov. 2021.

BEATY, H. W.; FINK D. G. **Standard handbook for electrical engineers**. 16 ed. McGraw Hill, 2012, p. 145-154.

BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. Um estudo sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, a. 23, 2007, v. 3.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8 ed., Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora, 2015.

CAMARGOS, J. S. F.; SEMMER A. O.; SILVA S. N. Características e aplicações do grafeno e do óxido de grafeno e as principais rotas para síntese. **The Journal of Engineering and Exact Sciences – JCEC**, v. 03, n. 08, p. 1118-1130, 2017.

CAO, M.; XIONG, D. B.; YANG, L. et al. Ultrahigh electrical conductivity of graphene embedded in metals. **Advanced Science News**. 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/adfm.201806792>. Acesso em: nov. 2021.

CORDEIRO, G. L. Síntese química e caracterização de grafeno. **In: 59º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA**, 2015, Barra dos Cerqueiros – SE, p. 2324-2332.

COSTA, F. R. T. Microscopia eletrônica de varredura: potencialidades e aplicações. **UFMA. Química Industrial**, 2016.

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

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras**: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

DEGIOVANNI, A.; MAILLET, D.; ANDRÉ, S.; BATSALE, J. C.; MOYNE, C. Thermal Quadrupoles: Solving the Heat Equation Through Integral Transforms. **Wiley**, London, 2000.

DEGIOVANNI, A.; REMY, B.; ANDRÉ, S. Transient Radiation-Conductive Heat transfer Problems: The Quadrupole Method. **Journal of Thermal Science**, v. 11, n. issue 4, p. 359-371, 2002.

DIMIEV, A. M.; EIGLER, S. Graphene oxide: fundamentals and applications. **John Wiley & Sons**. ISBN-13: 978-1119069409, 2017.

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

EVERHART, T. E.; THORNLEY, R. F. M. Wide band detector for micro-microampere low-energy electron currents. **J Sci Instrum**. v. 37, p. 246-248, 1960.

FERNANDES, P. **Metalografica**: o que é e para que serve. Histórico. São Paulo: IFSP, 2011.

GAO, W. et al. New insights into the structure and reduction of graphite oxide. **Nature Chemistry**, v. 1, n. 5, p. 403–408, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1038/nchem.281>>. Acesso em: jan. 2021.

GAO, X. et al. Preparation and tensile properties of homogenously dispersed graphene reinforced aluminum matrix composites. **Journal Materials and Design**. p. 54-60, 2016. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.01.034>>. Acesso em: out. 2021.

GULER, O.; BAGCI, N. A short review on mechanical properties of graphene reinforced metal matrix composites. **Journal of Materials Research and Technology**. 2020. Disponível em:< <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.01.077> >.Acesso em: maio 2021.

HARPER, C. A.; PETRIE, E. M., **Plastics materials in processes**: a concise encyclopedia. Nova Jersey, EUA, John Wiley & Sons. ISBN: 978-0-471-45921-7, 2003.

HASHIM, J.; LOONEY, L.; HASHMI, M. S. J. Metal matrix composites: production by the stir casting method. **Journal of Materials Processing Technology**, p. 92-93, 1999.

HUMMERS, W. S.; OFFEMAN, R. E. Preparation of graphic oxide, **J. Am. Chemi Soc.** **80**, p. 1339, 1958.

IRWIN, J. D.; NELMS, R. M. **Basic engineering circuit analysis**. 10 ed., Nova Jersey, EUA, John Wiley & Sons, 2005, p. 74-75.

KUSMARTSEV, F. V.; WU, W. M.; PIERPOINT, M. P.; YUNG, K. C. Application of graphene within optoelectronic devices and transistors. In: Progress in optical science and photonics. **Applied Spectroscopy and the Science of Nanomaterials**. Springer Singapore, v. 2, p. 199-221. 2015.

LI M.; GAO H.; LIANG J. et al. Microstructure evolution and properties of graphene nanoplatelets reinforced aluminum matrix composites. Journals Elsevier, **Materials Characterization** **140**, p.172-178, 2018.

LIU G.; ZHAO N.; SHI C. et al. In-situ synthesis of graphene decorated with nickel nanoparticles for fabricating reinforced 6061 Al matrix composites. Journals Elsevier, **Materials Science e Engineering A**, v. 699, p. 185-193, 2017.

MCALLISTER, M. J. Single sheet functionalized graphene by oxidation and thermal expansion of graphite. **Chemistry of Materials**, v. 19, p. 4396-4404, 2007.

MEHL, H.; MATOS, C. F.; NEIVA, E. C.; DOMINGUES, S. H.; ZARBIN, A. J. Efeito da variação de parâmetros reacionais na preparação de grafeno via oxidação e redução do grafite. **Química Nova**, v. 37, n. 10, p. 1639-1645, 2014.

NEVOSELEV, K. S.; GEIM, A. K. Electric field effect in atomically thin carbon films. **Science**, v. 306, p 666-669, 2004.

NAGATANI, T.; SAITO, S.; SATO, M.; YAMADA, M. Development of an ultra-high resolution scanning electron microscope by means of a field emission source and in-lens system. **Scanning Microscopy**, v 11, p. 901-909, 1987.

POH, H. L.; ŠANĚK, F.; AMBROSI, A.; ZHAO, G.; SOFER, Z.; PUMERA, M. Graphenes prepared by Staudenmaier, Hofmann and Hummers methods with consequent thermal exfoliation exhibit very different electrochemical properties. **Nanoscale**, v. 4, p.3515, 2012.

SHAO P.; YANG W.; ZHANG Q. et al. Microstructure and tensile properties of 5083Al matrix composites reinforced with graphene oxide and graphene nanoplates prepared by pressure infiltration method. Journals Elsevier, **Composites Part A 109: Applied Science and Manufacturing**, p.151-162, 2018.

SKIBO, D.M.; SCHUSTER, D.M.; JOLLA, L. **Process for preparation of composite materials containing nonmetallic particles in a metallic matrix, and composite materials made by**, US Patent No. 4 786 467,1988.

SOUZA, S. A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos**. 5 ed., 1982. São Paulo. Editora Edgard Blucher.

STANDART AMERICAN SOCIETY - **SAE J452**: general information – chemical compositions, mechanical and physical properties of SAE aluminum casting alloys. 2018, p. 10.

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

VENKATESAN, S.; XAVIOR, M. A.; Tensile behavior of aluminum alloy (AA7050) metal matrix composite reinforced with graphene fabricated by stir and squeeze cast processes. **Science and Technology of Materials**. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.stmat.2018.02.005> >. Acesso em: nov. 2021.

VIEIRA, M. A.; FRASSON, C. M. R.; COSTA, T. L. G. et al. Estudo através da RMN de C no estado sólido sobre síntese de óxido de grafite utilizando diferentes precursores grafíticos. **Laboratório de Materiais Carbonosos e Cerâmicos UFES**. 2017, ISSN 1678-7064.

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.

WANG, F. C.; ZHANG, Z. H.; SUN, Y. J. et al. Rapid and low temperature spark plasma sintering synthesis of novel carbon nanotube reinforced titanium matrix composites. **International journal Carbon**. 2015, DOI: 10.1016/j.carbon.2015.08.061.

WHITENER, JR., K.; SHEEHAN, P. E. **Graphene synthesis**. *Diamond Relat. Mater.*, v. 46, p.25-34, 2014.

WICK, P. Classification framework for graphene-based materials. **Angewandte Chemie**, Switzerland, v. 53, 2014, p. 7714-7718.

WU, Y. et al. Graphene oxide/Al composites with enhanced mechanical properties fabricated by simple eletrostatic interation and power metallurgy. **Journal of Alloys and Compounds**, p.233-240, 2019.

YOLSHINA, L. A. et al. Novel aluminum-graphene and aluminum-graphite metallic composite materials: synthesis and properties. **Journal of Alloys and Compounds**. 2016.

ZARBIN, A. J. G.; OLIVEIRA, M. M. Nanoestruturas de carbono (nanotubos, grafeno). **Química Nova**, v. 36, n. 10, p. 1533-1539, 2013.

ANEXO I – DATA SHEET GRAPHEN



R&D Laboratory

TECHNICAL DATA SHEETCode: *Standard Graphene Nanoplatelets***PRODUCT DATA**

CAS No.	7782-42-5
ChemicalNameChemical	Graphene nanoplatelets are unique nanoparticles consisting of short stacks of graphene sheets having a platelet shape
Formula Molecular	Carbonium
General description	Fine black Powder with multi graphene nanoplatelet with average platelet size of 10µm layer. The unique manufacturing processes are non-oxidizing so that material has a pristine graphitic surface of sp ² carbon molecules that makes it especially suitable for applications requiring high electrical or thermal conductivity. The unique size and platelet morphology of <u>Standard Graphene Nanoplatelets</u> makes these particles especially effective at providing barrier mechanical properties while their pure graphitic composition makes them excellent electrical and thermal conductors. The <u>Standard Graphene Nanoplatelets</u> can improve mechanical properties such as stiffness, strength, and surface hardness of the matrix material.

CHEMICAL SPECIFICATION

C (%m/m)	99.420
O (%m/m)	<0.05
Others: K, Al, S, Ni, Cl, Si, Mg, Fe, Cr (%m/m)	0.576
Surface Area – BET (m ² /g)- average	64.6
pH	6.5 – 7.5
Number of layers	30 – 50

CONTAINERS

Standard Packaging	5g (powder)
Bags (kg)	For customer order
Storage	Store in a clean, dry warehouse in the original unopened containers. Under these conditions the shelflife is 5 years.
Use	❖ Structural reinforcement in additive polymerization. ❖ Additives for paint Industry ❖ Stabilizer of physical properties (mechanical, electrical, optical and thermal) in various chemical processes. ❖ Polymer filler to improve thermal, electrical and mechanical properties. ❖ Barrier material for packaging. ❖ Additive for super-strong concrete or for high performance asphalt.

 Analytical Laboratory:
 Phosither Tecnologia – Santa Luzia - BR

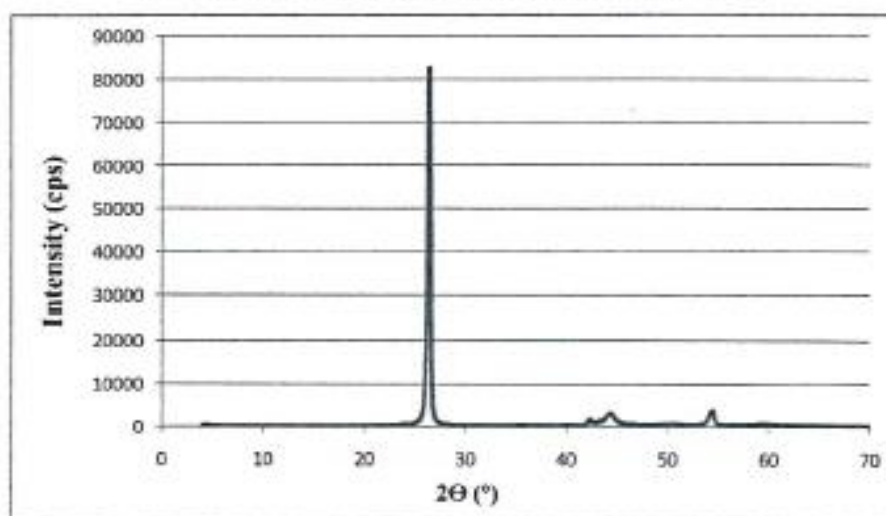
 Technical Responsible:
 Lúcio Tordão de Oliveira
 CRQ-MG 02.300.000

R&D Laboratory

	❖ Additive for metal-matrix composites. ❖ Ultra-capacitor electrodes. ❖ Anode materials for lithium-ion batteries or for acid lead batteries. ❖ Conductive additive for battery electrodes. ❖ Electrically conductive inks. ❖ Thermally conductive films and coatings. ❖ Additive for lightweight composites. ❖ Films or coatings for EMI shielding. ❖ Substrate for chemical and biochemical sensors. ❖ Stabilizer for suspension polymerization of styrene (EPS). ❖ Color indices. ❖ Lubricants.
--	---

1) Analysis by X-ray Diffraction

Figure 1: XRD result of the Standard Graphene Nanoplatelets



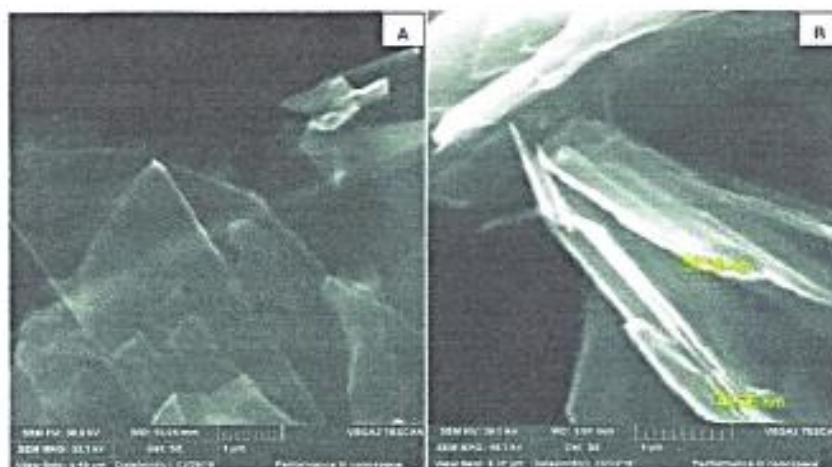
Analytical Laboratory:
Phosther Tecnologia – Santa Luzia - BR

Technical Responsible:
Lupércio Tarciso de Oliveira
CRQ-MG 02.300.568

R&D Laboratory

2) Scanning Electron Microscope (SEM)

Figure 2: SEM micrographs of the Standard Graphene Nanoplatelets



3) Surface Area – BET

The analysis indicates that the Standard Graphene Nanoplatelets showed a surface area of $64.6 \text{ m}^2/\text{g}$.

Analytical Laboratory:
Phosther Tecnologia – Santa Luzia - BR

Technical Responsible:
Lupércio Tarcísio de Oliveira
CRQ-MG 02.300.008