

# CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DE MICRO CILINDROS MACIÇOS DE FIBRA DE CARBONO NA FAIXA DE MICRO-ONDAS

# RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA (PIBIC/INPE/CNPq)

Roberto Camargo Portes (ETEP – Faculdades, Bolsista PIBIC/CNPq) E-mail: robertocportes@gmail.com

> Sandro Fonseca Quirino (CTE/LAS/INPE, Orientador) E-mail: sandro10quirino@gmail.com

# COLABORADORES

Dr. Mauricio Ribeiro Baldan (CTE/LAS/INPE)

INPE São José dos Campos 2018

#### RESUMO

Materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE) na faixa de frequência das microondas tem atraído grande atenção nas aplicações militares e civis, devido ao grande aumento de interferência eletromagnética que veem causando sérios problemas como o mau funcionamento de dispositivos eletrônicos e os efeitos prejudiciais que podem ser causados à saúde devido a exposição à radiação eletromagnética. Com o objetivo de contribuir para o desenvolvimento da tecnologia de MARE no ambiente aeronáutico e aeroespacial, este trabalho tem produzido e caracterizado amostras de compósito polimérico de borracha de silicone e grafite natural em flocos. Foram avaliados diferentes tamanhos de particulados em função da variação de concentração, espessura e geometria das amostras. A caracterização morfológica e estrutural dos particulados de grafite foram realizadas através das técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difratometria de Raios-X (DR-X) e Espectroscopia RAMAN. A caracterização do potencial de atenuação eletromagnética dos compósitos produzidos, foram avaliados através do Analisador Vetorial de Redes (VNA) na faixa de frequência referente à Banda-X (8,2 – 12,4 GHz). Os resultados indicam que as amostras com 2 mm de espessura, contendo 10% em peso de grafite, exibiram valores de permissividade e permeabilidade promissores para agir como um atenuador de radiação eletromagnética.

Palavras-chave: Banda – X. Grafite Natural. Interferência Eletromagnética. Materiais absorvedores de radiação eletromagnética.

# LISTA DE FIGURAS

# <u>Pág</u>.

Figura 3.1 – Estrutura da Grafite 4
Figura 3.2 – Esquematização dos sinais emitidos por um Analisador de Rede
Vetorial
Figura 3.3 – Esquematização das medições pelos métodos (A) – NRW (B) –
Placa metálica
Figura 3.4 – Geometrias e classificação dos elementos de ressonancia
Figura 4.1 – Esquematização das amostras produzidas para análise 11
Figura 4.2 – Fluxograma das amostras produzidas para análise 12
Figura 5.1 - MEV dos particulados de grafite natural, com aproximação de 100x
e 10.000x respectivamente, (A) Particulado>300µm, (B)
250μm>Particulado>106μm, (C) 150μm>Particulado>45μm
Figura 5.2 - Difratograma de raios X dos particulados de grafite natural 14
Figura 5.3 – Espectroscopia RAMAN dos particulados de grafite natural 15
Figura 5.4 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração
em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura 16
Figura 5.5 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração
em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 4,0 mm de espessura 17
Figura 5.6 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração
em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de espessura 18
Figura 5.7 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração
em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 4,0 mm de espessura 19
Figura 5.8 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração
em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 1,5 mm de espessura 20
Figura 5.9 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração
em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura 21
Figura 5.10 – Permissividade elétrica complexa das amostras com
concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 1,5 mm de
espessura

Figura 5.11 – Permissividade elétrica complexa das amostras com	
concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de	
espessura	23
Figura 5.12 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com	
concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de	
espessura	24
Figura 5.13 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com	
concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 4,0 mm de	
espessura	25
Figura 5.14 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com	
concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de	
espessura	26
Figura 5.15 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com	
concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 4,0 mm de	
espessura	27
Figura 5.16 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com	
concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 1,5 mm de	
espessura	28
Figura 5.17 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com	
concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de	
espessura	29
Figura 5.18 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com	
concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 1,5 mm de	
espessura	30
Figura 5.19 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com	
concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de	
espessura	31
Figura 5.20 – Refletividade das amostras com concentração em peso de	95%
Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura	32
Figura 5.21 – Refletividade das amostras com concentração em peso de	95%
Silicone – 5,0% Grafite, com 4,0 mm de espessura	32

Figura 5.22 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 90%
Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de espessura 33
Figura 5.23 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 90%
Silicone – 10% Grafite, com 4,0 mm de espessura 33
Figura 5.24 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 95%
Silicone – 5,0% Grafite, com 1,5 mm de espessura
Figura 5.25 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 95%
Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura 34
Figura 5.26 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 90%
Silicone – 10% Grafite, com 1,5 mm de espessura 35
Figura 5.27 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 90%
Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de espessura

# LISTA DE TABELAS

# <u>Pág</u>.

Tabela 3.1 – Relação entre atenuação por reflexão e energia absorvida	6
Tabela 4.1 – Informações técnicas da Grafite Natural Cristalino	9
Tabela 4.2 – Metodologia utilizada na produção das amostras	10

# LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

- INPE INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS
- MARE MATERIAIS ATENUADORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA
- IE INTERFERÊNCIA ELETROMAGNÉTICA
- VNA VECTOR NETWORK ANALYZER
- NRW NICOLSON ROSS WEIR
- FSS FREQUENCY SELECTIVE SURFACES
- MEV MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA
- DR-X DIFRATOMETRIA DE RAIO-X

# LISTA DE SÍMBOLOS

- <u>E</u>' PERMISSIVIDADE ELÉTRICA EFEITO CAPACITIVO
- <u>E</u>" PERMISSIVIDADE ELÉTRICA EFEITO DISSIPATIVO
- μ' PERMEABILIDADE MAGNÉTICA– EFEITO CAPACITIVO
- μ" PERMEABILIDADE MAGNÉTICA– EFEITO DISSIPATIVO

# SUMÁRIO

1	INT	RODUÇÃO1			
2	obje	etivos do trabalho2			
2.1	OB.	JETIVOS ESPECÍFICOS2			
3	Fundamentação teórica3				
3.1	Car	bono e Grafite			
3.2	Car	acterização Eletromagnética4			
3.3	Sup	erfície Seletora de Frequência – FSS7			
4	Mat	eriais e métodos8			
5	aná	lises e resultados 12			
5.1.	1	Microscopia Eletrônica de Varredura 12			
5.1.	2	Difratometria de Raio – X 14			
5.1.	3	Espectroscopia RAMAN 14			
5.2	Car	acterização Eletromagnética15			
5.2.	1	Permissividade elétrica complexa & e & 15			
5.2.	1.1	Amostras com espessuras de 2,0mm e 4,0mm 16			
5.2.	1.2	Amostras com espessuras de 1,5mm e 2,0mm, com estrutura FSS 19			
5.2.	2	Permeabilidade magnética complexa $\mu$ e $\mu$ "			
5.2.	2.1	Amostras com espessuras de 2,0mm e 4,0mm23			
5.2.	2.2	Amostras com espessuras de 1,5mm e 2,0mm, com estrutura FSS27			
5.2.	3	Refletividade			
5.2.	3.1	Amostras com espessuras de 2,0mm e 4,0mm 31			
5.2.	3.2	Amostras com espessuras de 1,5mm e 2,0mm, com estrutura FSS 33			
6	CO	NCLUSÃO			
RE	FER	ÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS			

<u>Pág</u>.

xiv

#### 1 INTRODUÇÃO

Materiais atenuadores de radiação eletromagnética (MARE) da faixa de frequência das micro-ondas têm atraído grande atenção nas aplicações militares e civis. Devido ao aumento da interferência eletromagnética (IE), que provoca graves problemas como mau funcionamento de aparelhos eletrônicos e efeitos nocivos aos humanos expostos a esta radiação [1].

Há muitos anos pesquisas estão sendo feitas sobre MARE com a intenção de minimizar os problemas que a IE pode causar em muitas áreas de tecnologia, com o intuito de aprimorar técnicas já existentes e também desenvolver novas técnicas nessa área. No entanto, os avanços nessas técnicas ainda enfrentam grandes desafios quanto a caracterizar um material eficiente e aplicável para estes fins. Muitos estudos indicam que os dois tipos de elementos fundamentais necessários para desenvolver um MARE são os materiais dielétrico que tem a capacidade de absorver um campo eletromagnético enquanto que dissipando mínima energia na forma de calor e um material que seja um bom condutor de energia eletromagnética. Estes dois elementos combinados devem ter boas propriedades de permissividade elétrica e permeabilidade magnética, como também boas características de absorção e ou reflexão de banda larga, peso leve, fina espessura, alta estabilidade mecânica e térmica [2-3].

De acordo com as características que um MARE necessita, materiais carbonosos tendem a fornecer as condições necessárias para atuar de maneira eficiente como um atenuador de radiação eletromagnética, devido as suas boas propriedades elétricas, mecânicas e térmicas, baixas densidade, uma preparação simples e baixo custo. Uma grande variedade de materiais a base de carbono está sendo usado para desenvolver MARE, como fibra de carbono, nano fibras de carbono, fibra de carbono ativado, grafite, grafeno e etc. Carbono é encontrado livre na natureza em diferentes formas alotrópicas como o carbono amorfo, grafite e diamante. Uma outra forma de carbono o buckminster-fullerence C60 (fulereno), foi recentemente descoberto [4].

Grafite natural reúne todas as condições necessárias para atuar como um bom MARE, e é amplamente encontrado na natureza na sua forma mais comum de grafite microcristalino em flocos, formados em ambientes geológicos metamórficos ou ígneos [4]. No Brasil, há grandes depósitos de mineração e comercialização de grafite em flocos.

Uma vez que se é possível combinar materiais dielétricos com materiais condutores e caracterizando-se então em um composto polimérico capaz de atuar como um filtro eletromagnético com a função de atenuação da radiação eletromagnética incidente, pelos fenômenos de blindagem por reflexão e blindagem por absorção [5-6]. Neste trabalho serão produzidas e caracterizadas amostras de borracha de silicone com grafite natural em flocos e estudar a dependência da variação de composição, geometria, espessuras e tamanho de particulados das cargas condutoras com as propriedades de MARE.

#### 2 OBJETIVOS DO TRABALHO

De forma geral, este projeto tem seu foco no desenvolvimento de materiais atenuadores de radiação eletromagnética para serem utilizados em ambiente aeronáutico e aeroespacial.

Especificamente, será estudada a relação entre a impedância e os micros furos, em função das dimensões dos particulados e da distância entre eles. Objetiva-se também verificar, de forma experimental e quantitativa, a presença de efeitos de ressonância entre as micro-ondas e as amostras, bem como a relação entre os micros furos e a blindagem eletromagnética.

## 2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

 Caracterizar morfológica e estruturalmente os particulados de grafite natural em flocos, através das técnicas de Difração de Raio-X, espectroscopia RAMAN, Microscopia Eletrônica de Varredura com Emissão de Campo.

- Produzir amostras de compósito polimérico a base de grafite natural em flocos com diferentes tamanhos de particulados dispersos em diferentes concentrações na matriz dielétrica de silicone.
- Caracterizar a permissividade elétrica e a permeabilidade magnética das amostras do compósito polimérico analisando a influência das variações de tamanhos de particulados, concentração, geometria e espessuras das amostras no padrão de comportamento eletromagnético em função da frequência.
- Caracterizar a refletividade das amostras na faixa de frequência referente a banda X, analisando a potencial aplicabilidade destes compósitos como blindagem eletromagnética no setor aeroespacial.

## 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 Carbono e Grafite

Carbono é um dos elementos mais comuns do universo e um dos mais úteis conhecido pelo homem, é criado facilmente nas estrelas, pode ser encontrado em abundância em cometas e na atmosfera dos planetas do sistema solar. O sexto elemento na tabela periódica, possui quatro elétrons em sua camada de valência com configuração de 1s<sup>2</sup> 2s<sup>2</sup> 2p<sup>2</sup>. Um elemento muito versátil, cada átomo de carbono pode fazer ligação com até outros quatro átomos e até mesmo se conectar a outros átomos de diferentes elementos criando complicadas configurações de cadeias ou anéis compostos e possibilitando então criar diferentes formas com diferentes propriedades. Tal característica é conhecida como alotropia, capacidade de um elemento existir em dois ou mais arranjos tridimensionais, as formas alotrópicas mais conhecidas do carbono são o carbono amorfo, grafite e diamante, com uma outra forma conhecida recentemente como o buckminster-fullerence C60 (fulerenos) [4].

O carbono é o elemento básico do Grafite, com propriedades bem características como um bom condutor elétrico, com resistência mecânica e térmica. Sua estrutura consiste em uma sucessão de lamelas paralelamente

arranjadas a um plano hexagonal ligados aos átomos de carbono. Como segue na Figura 3.1 abaixo.

Figura 3.1 – Estrutura da Grafite

# Carbon atoms Van der Waals bonds

# Graphite structure

Fonte: [online]

http://www.substech.com/dokuwiki/lib/exe/detail.php?id=graphite&cache= cache&media=graphite\_structure.png

## 3.2 Caracterização Eletromagnética

Para a caracterização eletromagnética das amostras foi utilizado o Analisador de Rede Vetorial (*Vector Network Analyzer – VNA*) modelo N5232A, no qual se possibilita mensurar, através de métodos numéricos, os comportamentos referentes às propriedades elétrica e magnética do material de estudo (amostras). O VNA emite um pulso eletromagnético na faixa de 8,2 GHz a 12,4GHz, onde através de um guia de onda esse pulso atinge o material de

teste (amostras) e então através de seus detectores de diodo (receptores) captam o sinal que volta e realizam as medidas de magnitude e fase do sinal, informando quais são os parâmetros-S da análise possibilitando assim a leitura da reflexão e transmissão do sinal emitido. A Figura 3.2 demonstra os sinais emitidos pela porta 1 (a<sub>1</sub>) e pela porta 2 (a<sub>2</sub>), e os sinais de repostas (b<sub>1</sub> e b<sub>2</sub>).

Figura 3.2 – Esquematização dos sinais emitidos por um Analisador de Rede Vetorial.



Fonte: O autor.

O sinal gerado pelo sistema de medição é denominado parâmetro S, e a identificação do sinal interpretado em cada porta é denotado por índices i e j subscritos no parâmetro S, com segue S<sub>ij</sub>. Sendo que o índice subscrito i é referente a porta em que o sinal é analisado, e o índice subscrito j é referente a porta em que o sinal foi emitido, figura 3.3a.

O comportamento da permissividade elétrica complexa ( $\mathcal{E}'$  – efeito capacitivo,  $\mathcal{E}''$  – efeito dissipativo) e à permeabilidade magnética complexa ( $\mu'$  – efeito capacitivo,  $\mu''$  – efeito dissipativo) do material é estimado através do método Nicolson Ross Weir (NRW) também conhecido como Método de Transmissão e Reflexão, em materiais homogêneo e isotrópico. Este método consiste em calcular a permissividade elétrica complexa e a permeabilidade magnética complexa através do parâmetro S medido em um guia de onda. Primeiramente calcula-se o coeficiente de reflexão e transmissão a partir do parâmetro S, e em seguida obtêm-se a permissividade e permeabilidade [7].

Outro método utilizado neste trabalho é o método da refletividade, na qual se é utilizado um material condutor denominado placa metálica para anular a transmissão de uma porta para outra, figura 3.3b. Este material irá interagir com a radiação eletromagnética e fazer com que tal radiação retorne pela mesma porta em que o sinal foi emitido (S<sub>11</sub>). Desta forma não ocorre o fenômeno de transmissão para porta 2, e define-se que a onda eletromagnética

é dividida em apenas duas parcelas, a parcela refletida pela superfície e a absorvida pelo meio material. A parcela refletida pode ser detectada na porta 1 através do sinal refletido pela placa metálica, e a parcela absorvida pelo meio material é calculada pela diferença entre a energia que foi emitida e a energia refletida, pois não ocorre a transmissão através do guia de onda. A reflexão  $R = |S_{11}|^2 = |S_{22}|^2$ , a transmissão como  $T = |S_{21}|^2 = |S_{12}|^2$ , e a parcela da absorção como A = 1- (T + R) [7].

A relação entre a taxa de reflexão e absorção das amostras se dá a partir da Equação 3.1, onde E<sub>r</sub> representa a energia refletida e E<sub>i</sub> representa a energia incidente.

Atenuação (dB) = 10 × log
$$\left(\frac{E_r}{E_i}\right)$$
 (3.1)

A Tabela 3.1 a seguir representa a relação entre a reflexão e a porcentagem de energia absorvida.

Atenuação da Reflexão (dB)	% de energia absorvida
0	0 %
-3	50 %
-10	90 %
-15	96,9 %
-20	99 %
-30	99,9 %
-40	99,99 %

Tabela 3.1 – Relação entre atenuação por reflexão e energia absorvida

Figura 3.3 – Esquematização das medições pelos métodos (A) – NRW, (B) – Placa metálica.



## 3.3 Superfície Seletora de Frequência – FSS

Superfície Seletora de Frequência, ou o termo mais conhecido do inglês "FSS – Frequency Selective Surfaces", são dispositivos que atuam como um filtro eletromagnético refletindo ou transmitindo a energia eletromagnética em bandas específicas de frequência, podendo ser classificadas em três grupos: passa-faixa e passa ou rejeita bandas. Permitindo o controle da propagação da energia eletromagnética de forma seletiva na extensão do espectro eletromagnético das micro-ondas até o infravermelho. Onde, com um material homogêneo e isotrópico o coeficiente de transmissão tende-se a ser o mesmo independentemente do lado de incidência da onda eletromagnética, ou seja, (S<sub>11</sub> = S<sub>22</sub>) e (S<sub>12</sub> = S<sub>21</sub>). Na literatura são conhecidas diversas formas de geometrias de FSS que estão sendo aplicadas em várias áreas da tecnologia e transmissão de sinais, figura 3.4. Para este trabalho foi escolhido a geometria do Grupo3, figura 3.4, tipo patch circular, que são elementos que apresentam comportamentos do tipo passa-baixa e passa-alta [8].



Figura 3.4 – Geometrias e classificação dos elementos de ressonância.

Fonte: BARRERA, M. A. R. (2015)

#### 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para este estudo, foi-se avaliado na literatura possíveis materiais com potencial de atuar como um MARE. No qual foi identificado dois tipos de materiais promissores para tal função. A borracha de silicone branca que atua como um material dielétrico com a capacidade de absorver um campo eletromagnético enquanto que dissipando mínima energia na forma de calor e a grafite natural cristalina como um material condutor dessa energia eletromagnética [1]. A borracha de silicone está disponível comercialmente pela empresa ABCOL e a grafite em formato de flocos e em três diferentes grupos de granulometria (Particulados>300µm;250µm>Particulados>106µm; 50µm>Particulados>45µm) pela NACIONAL DE GRAFITE LTDA.

GRAFLAKE 99550	GRAFLAKE 996140	<b>GRAFINE 996100</b>			
Granulometria					
Part>300 <i>µm</i>	250µm>Part>106µm	150µm>Part>45µm			
Densidade					
0,48g/cm <sup>3</sup>	0,48g/cm <sup>3</sup>	0,40g/cm <sup>3</sup>			
Composição					
Carbono contido: 99,88% Cinzas: 0,12%	Carbono contido: 99,74% Cinzas: 0,26%	Carbono contido: 99,69% Cinzas: 0,31%			
	Fonte: produção do autor.				

Tabela 4.1 – Informações técnicas da Grafite Natural Cristalino.

Neste trabalho foi realizado a caracterização morfológica e estrutural dos particulados de grafite natural em flocos, por meio das técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difratometria de Raio-X (DR-X) e Espectroscopia Raman. E a caracterização eletromagnética por meio do Analisador de Rede Vetorial (*Vector Network Analyzer – VNA*).

Para a caracterização eletromagnética, foram produzidas amostras de compósito polimérico a base de silicone e grafite, variando as suas concentrações em peso, os tamanhos de particulados de grafite, as espessuras das amostras e na utilização da técnica de FSS com a adição de dois furos circulares passantes e centralizados ao longo do eixo y da superfície das amostras, com diâmetro de 5,5 mm e com variação da distância entre eles ao longo do eixo x. Todas as amostras produzidas seguem as medidas de 22,8 mm de comprimento por 10,20 mm de largura, que são pré-estabelecidas pelo tamanho do guia de onda utilizado no Kit WR-90 X11644A para o VNA modelo N5232A. As amostras foram divididas em dois grupos para análise como segue na Tabela 4.2 abaixo.

Amostras	Espessuras (mm)	Tamanhos de Particulados	Concentração em peso		Estrutura "FSS" distância dx entre os furos (mm)	
Grupo1 Sem "FSS"	2,0		% Silicone	% Grafite		
	Sem "FSS"	4,0	Particulados>300µm 250µm>Particulados>106µm	95,0	5,0	
Grupo2 Com "FSS"	1,5	150µm>Particulados>45µm	150µm>Particulados>45µm	00.0	10.0	9,0
	2,0		90,0	10,0	11,0 13,0	

Tabela 4.2 – Metodologia utilizada na produção das amostras.

Fonte: Produção do autor.

A solução foi preparada num recipiente de vidro utilizando uma balança de pesagem de alta precisão nas suas devidas composições de peso e misturada manualmente até a solução ficar homogênea, a solução foi então colocada num molde com as dimensões correspondentes a cada grupo de amostras e seca à temperatura ambiente, figura 4.1.



Figura 4.1 – Esquematização das amostras produzidas para análise. Grupo1 Grupo2

Fonte: O autor.

A figura 4.2 é uma representação esquemática do procedimento utilizado neste trabalho. O fluxograma representa a sequência e as medições presentes no processo.



Figura 4.2 – Fluxograma das amostras produzidas para análise.



## **5 ANÁLISES E RESULTADOS**

No primeiro tópico deste capítulo é apresentado os resultados referentes as caracterizações morfológica e estrutural realizadas no grafite natural em flocos. O segundo tópico é referente a caracterização eletromagnética feita através do VNA, na faixa de frequência da Banda X (8,2 a 12,4 GHz). O terceiro tópico consiste na análise do método de refletividade realizados nas amostras.

## 5.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

A Figura 5.1 apresenta as imagens do MEV do grafite na forma de flocos com superfície rugosa e evidencia a diferença entre os tamanhos dos particulados. Cada grupo de granulometria pode apresentar comportamentos distintos na interação com a radiação eletromagnética, dependendo da frequência da radiação incidente. Os compósitos que contêm tamanhos de particulados maiores podem refletir uma porção maior da radiação eletromagnética incidente quando comparados com as partículas menores, uma vez que você tenha uma área de superfície maior para a onda eletromagnética incidente

atingir. Por outro lado, com os compósitos contendo tamanhos de particulados menores, os fenômenos de absorção podem se tornar mais evidentes, enquanto que devido à redução da área de superfície das partículas, a onda eletromagnética pode ser transmitida mais facilmente pelo meio material e criar então um caminho para a onda eletromagnética refletir entre muitas partículas. Segundo o estudo de Wei Xie et al. [1], uma vez que uma onda eletromagnética reflete muitas vezes na grafite em flocos, pode ser absorvida várias vezes pelo compósito polimérico.

Figura 5.1 - MEV dos particulados de grafite natural, com aproximação de 100x e 10.000x respectivamente, (A) Particulado>300µm, (B) 250µm>Particulado>106µm, (C) 150µm>Particulado>45µm.



(continua)

13



(Conclusão)

#### 5.1.2 Difratometria de Raio – X

Os padrões de difração de raios-X mostram que todas as amostras analisadas obtiveram os três picos mais relevantes da estrutura cristalina do carbono, sem a presença de outras características de pico de impurezas. Os planos 002, 004 e 110 a 26 °, 55 ° e 87 °, respectivamente, seguem os valores característicos do grafite. O pico do plano (002), de maior intensidade, representa o plano c-axial, perpendicular aos planos hexagonais da grafite [9-10].



Figura 5.2 - Difratograma de raios X dos particulados de grafite natural.



#### 5.1.3 Espectroscopia RAMAN

A Figura 5.3 a seguir mostra a região dos principais picos característicos dos espectros Raman para materiais carbonosos, os chamados picos G e D, em

aproximadamente 1560 cm<sup>-1</sup> e 1360 cm<sup>-1</sup>, respectivamente. Os espectros observados estão de acordo com os esperados para a estrutura cristalina do grafite, com o pico G a 1580 cm<sup>-1</sup> e o pico D a 1360 cm<sup>-1</sup>, e também a estrutura de dupleto do pico 2D 2700 cm<sup>-1</sup> é claro [10-11].





#### 5.2 Caracterização Eletromagnética

Nessa parte do trabalho foi estudado os comportamentos referente à permissividade elétrica complexa  $\mathcal{E}$ ' e  $\mathcal{E}$ " e à permeabilidade magnética complexa  $\mu$ ' e  $\mu$ " dos compósitos poliméricos produzidos com o intuito de agir como um material atenuador de radiação eletromagnética. Onde através das medidas realizadas pelo VNA e por meio do método de NRW, foi estudado a dependência das composições do material, das suas espessuras, da sua forma geométrica com a técnica de FSS e das variações dos tamanhos de particulados de grafite com relação às suas propriedades de atenuação da radiação eletromagnética, por meio dos fenômenos de refletividade e absorção da radiação incidente. A fim de comparar o efeito dos materiais condutores (grafite) com o material dielétrico (silicone), foi feita uma análise com amostras compostas apenas por silicone e classificadas como silicone puro.

#### 5.2.1 Permissividade elétrica complexa & e & "

Neste tópico do capítulo serão demonstrados os resultados relativos a permissividade elétrica das amostras produzidas. O estudo deste tópico baseia-se na análise das variações da permissividade elétrica complexa em função das componentes,  $\mathcal{E}'$  – efeito capacitivo e  $\mathcal{E}$ " – efeito dissipativo.

#### 5.2.1.1 Amostras com espessuras de 2,0mm e 4,0mm

Nas Figuras 5.4 – 5.5 – 5.6 – 5.7 a seguir, é possível analisar a permissividade elétrica de cada amostra em função da variação de espessuras, concentração de material e tamanhos de particulados.

Na Figura 5.4 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 5,0% grafite e 2,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}'$  – Efeito capacitivo são de ~ 2,0 para amostra de Silicone puro e ~ 6,5, ~ 7,5 e ~ 10,0 respectivamente para as amostras de menor tamanho de particulados para as de maior tamanho. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}$ " são de ~ 0,05 para a amostra de Silicone puro e ~ 0,2 para as amostras com grafite, sendo que para a amostra de maior tamanho de particulado, foi identificado dois picos de ressonância em ~ 9,0 GHz e 11,0 GHz.

Figura 5.4 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura.



Fonte: O autor.

Na Figura 5.5 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 5,0% grafite e 4,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}$ ' são de ~ 3,0 para amostra de Silicone puro e ~ 6,0 para Particulados maiores que 300 µm na frequência de 8,2 GHz e 3,8 para particulados maiores que 45 µm na frequência de 12,4 GHz. Observa-se também que o aumento no tamanho dos particulados segue-se com uma dependência com o inverso da frequência para a intensidade da permissividade, ou seja, seu valor diminui à medida que a frequência aumenta. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}$ " são de ~ 0,05 para a amostra de Silicone puro e ~ 0,1 para as amostras com grafite, sendo que para a amostra de maior tamanho de particulado, foi identificado uma queda acentuada com o aumento da frequência.





Fonte: O autor.

Na Figura 5.6 identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 10,0% grafite e 2,0 mm de espessura em função da variação

dos tamanhos de particulados. Os valores da parcela do E' são de ~ 3,0 para amostra de Silicone puro. Os particulados maiores que 300 µm apresentam os maiores níveis de permissividade relativa, variando entre 14,0 em 8,2 GHz e 11,0 em 12,4 GHz, desta forma mostrando-se inversamente proporcional a frequência. Os particulados menores apresentaram permissividade relativa nos mesmos níveis entre si, sendo constante ao longo de todo intervalo da banda trabalhada. A permissividade relativa E" para o silicone puro manteve-se no entorno de 0,5 em todo intervalo considerado. Destaca-se que, para todos os particulados, se observa picos de ressonância, porém sendo mais pronunciado para particulados maiores que 300 µm, posicionado em 9,6 GHz.



Figura 5.6 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração em

Fonte: O autor.

Na Figura 5.7 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 10,0% grafite e 4,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados. Os valores para permissividade relativa E' para silicone puro mantiveram em 3,0. Os particulados maiores que 300 µm apresentaram maiores níveis de permissividade capacitiva até 10,8 GHz. A partir desta frequência, independente da dimensão dos particulados, os valores da permissividade convergem para ~ 3,0 na frequência de 12,2 GHz.

Destaca-se a queda acentuada na permissividade relativa &" após 10,6 GHz.





Fonte: O autor.

#### 5.2.1.2 Amostras com espessuras de 1,5mm e 2,0mm, com estrutura FSS

Nas Figuras 5.8 – 5.9 – 5.10 – 5.11 a seguir, é possível analisar as propriedades de permissividade elétrica de cada amostra em função da variação de espessuras, concentração de material, tamanhos de particulados e estrutura FSS.

Na Figura 5.8 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 5,0% grafite e 1,5 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados e estrutura FSS. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}$ ' – Efeito capacitivo são de ~ 9,0 para amostra com maior particulado e dx

de 13,0 mm, ~ 7,0 para as amostras com dx 9,0 e 11,0 mm e particulados maiores, para as demais amostras o  $\mathcal{E}$ ' se encontra entre ~ 5,0 e 6,0. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}$ " – Efeito dissipativo são próximos de ~ 0 para todas as amostras, sendo identificado picos de ressonância para as amostras de maior particulado em ~ 12,0 GHz.



Figura 5.8 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 1,5 mm de espessura.

Fonte: O autor.

Na Figura 5.9 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 5,0% grafite e 2,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados e estrutura FSS. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}'$  – Efeito capacitivo estão entre ~ 6,0 e 7,0 para as amostras com maior particulado e entre ~ 4,0 e 5,0 para as amostras de menores particulados. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}'$  – Efeito dissipativo são próximos de ~ 0 para todas as amostras, sendo identificado um pico de ressonância para as amostras de maior particulado e dx 9,0 mm em ~ 12,0 GHz.



Figura 5.9 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração em peso de 95% Silicone - 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura.

Na Figura 5.10 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 10,0% grafite e 1,5 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados e estrutura FSS. Os valores da parcela do E' - Efeito capacitivo estão entre ~ 14,0 e 20,0 para as amostras com maior particulado e entre ~ 7,0 e 10,0 para as amostras de menores particulados. Os valores da parcela do E" – Efeito dissipativo são próximos de ~ 0 para todas as amostras, sendo identificado picos de ressonância para as amostras de maior particulado em resposta a queda dos valores do E'.





Na Figura 5.11 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 10,0% grafite e 2,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados e estrutura FSS. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}'$  – Efeito capacitivo estão entre ~ 12,0 e 15,0 para as amostras com maior particulado e entre ~ 6,0 e 10,0 para as amostras de menores particulados. Os valores da parcela do  $\mathcal{E}'$  – Efeito dissipativo são próximos de ~ 0 para todas as amostras, sendo identificado picos de ressonância para as amostras de maior particulado em resposta a queda dos valores do  $\mathcal{E}'$ .



Figura 5.11 – Permissividade elétrica complexa das amostras com concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de espessura.

#### 5.2.2 Permeabilidade magnética complexa µ' e µ"

Neste tópico do capítulo serão demonstrados os resultados relativos a permeabilidade magnética das amostras produzidas. O estudo deste tópico baseia-se na análise das variações da permeabilidade magnética complexa em função das componentes,  $\mu'$  – Efeito capacitivo e  $\mu$ " – Efeito dissipativo.

#### 5.2.2.1 Amostras com espessuras de 2,0mm e 4,0mm

Nas Figuras 5.12 – 5.13 – 5.14 – 5.15 a seguir, é possível analisar as propriedades de permeabilidade magnética de cada amostra em função da variação de espessuras, concentração de material e tamanhos de particulados.

Na Figura 5.12 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 5,0% grafite e 2,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados. Os valores da parcela do  $\mu$ ' – Efeito

capacitivo são de ~ 1,05 para amostra de Silicone puro e ~ 1,1 para as amostras com grafite, sendo identificado um aumento nos seus valores conforme o aumento da frequência. Os valores da parcela do  $\mu$ " – Efeito dissipativo são bem próximos de 0,02 para todas as amostras.





Fonte: O autor.

Na Figura 5.13 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 5,0% grafite e 4,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados. Os valores da parcela do  $\mu'$  – Efeito capacitivo são de ~ 1,05 para amostra de Silicone puro e ~ 1,2, ~ 1,0 e ~ 1,1 respectivamente das amostras de menor tamanho de particulados para as de maior tamanho, sendo identificado um aumento nos seus valores conforme o aumento da frequência. Os valores da parcela do  $\mu$ " – Efeito dissipativo são bem próximos de 0,05 com um princípio de ressonância para a mostra de maior tamanho de particulado em ~ 12,4 GHz.



Figura 5.13 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 4,0 mm de espessura.

Na Figura 5.14 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 10,0% grafite e 2,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados. Os valores da parcela do µ' - Efeito capacitivo são de ~ 1,05 para amostra de Silicone puro e ~ 1,1 para as amostras com grafite, sendo identificado um aumento nos seus valores conforme o aumento da frequência. Os valores da parcela do µ" – Efeito dissipativo são bem próximos de ~ 0 para amostra de silicone puro e ~ 0,05 para as amostras com grafite.



Figura 5.14 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 90% Silicone - 10% Grafite, com 2,0 mm de espessura.

Na Figura 5.15 abaixo, identifica-se a variação da permissividade elétrica das amostras com aditivo de 10,0% grafite e 4,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados. Os valores da parcela do µ' – Efeito capacitivo são de ~ 1,05 para a amostra de Silicone puro e ~ 1,5 com pico de ressonância em ~ 10,8 GHz, ~ 1,2 com pico de ressonância em ~ 12,2 GHz e ~ 1,2 com pico de ressonância em ~ 11,0 GHz respectivamente das amostras de menor tamanho de particulados para as de maior tamanho. Os valores da parcela do µ" – Efeito dissipativo são bem próximos de 0, com um pico de ressonância de intensidade ~ 3,0 em ~ 11,0 GHz para o particulado de menor tamanho e um pico de intensidade ~ 2,0 em 11,2 GHz para o particulado de maior tamanho.



Figura 5.15 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 90% Silicone - 10% Grafite, com 4,0 mm de espessura.

#### 5.2.2.2 Amostras com espessuras de 1,5mm e 2,0mm, com estrutura FSS

Nas Figuras 5.16 - 5.17 - 5.18 - 5.19 a seguir, é possível analisar as propriedades de permeabilidade magnética de cada amostra em função da variação de espessuras, concentração de material, tamanhos de particulados e estrutura FSS.

Na Figura 5.16 abaixo, identifica-se a variação da permeabilidade magnética das amostras com aditivo de 5,0% grafite e 1,5 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados e estrutura FSS. Os valores da parcela do µ' – Efeito capacitivo são entre ~ 1,07 e 1,15 para todas as amostras. Os valores da parcela do µ" – Efeito dissipativo são próximos de ~ 0,02 para todas as amostras, sendo identificado um pico de ressonância para a amostra de dx 11,0 mm e particulado de tamanho médio.



Figura 5.16 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 1,5 mm de espessura.

Na Figura 5.17 abaixo, identifica-se a variação da permeabilidade magnética das amostras com aditivo de 5,0% grafite e 2,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados e estrutura FSS. Os valores da parcela do  $\mu'$  – Efeito capacitivo são entre ~ 1,0 e 1,1 para todas as amostras. Os valores da parcela do µ" – Efeito dissipativo são próximos de ~ 0,02 para todas as amostras, sendo identificado alguns picos de ressonância entre ~ 10,0 e 12,0 GHz.



Figura 5.17 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura.

Na Figura 5.18 abaixo, identifica-se a variação da permeabilidade magnética das amostras com aditivo de 10,0% grafite e 1,5 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados e estrutura FSS. Os valores da parcela do  $\mu'$  – Efeito capacitivo são entre ~ 1,0 e 1,2 para todas as amostras. Os valores da parcela do  $\mu$ " – Efeito dissipativo são próximos de ~ 0,02 para todas as amostras, sendo identificado um pico de ressonância para a amostra de dx 13,0 mm e particulado de maior tamanho.



Figura 5.18 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 1,5 mm de espessura.

Na Figura 5.19 abaixo, identifica-se a variação da permeabilidade magnética das amostras com aditivo de 10,0% grafite e 2,0 mm de espessura em função da variação dos tamanhos de particulados e estrutura FSS. Os valores da parcela do  $\mu'$  – Efeito capacitivo são entre ~ 1,0 e 1,2 para todas as amostras. Os valores da parcela do µ" – Efeito dissipativo são próximos de ~ 0,05 para todas as amostras, sendo identificado picos de ressonância para as amostras de maior tamanho particulado em resposta ao  $\mu$ '.



Figura 5.19 – Permeabilidade magnética complexa das amostras com concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de espessura.

Fonte: O autor.

#### 5.2.3 Refletividade

Neste tópico do capítulo serão demonstrados os resultados relativos a refletividade das amostras produzidas. A relação entre a taxa de reflexão e absorção das amostras se dá a partir da Equação 3.1 e a relação da porcentagem de energia absorvida com a atenuação pela Tabela 3.1.

#### 5.2.3.1 Amostras com espessuras de 2,0mm e 4,0mm

Nas Figuras 5.20 - 5.21 - 5.22 - 5.23 a seguir, é possível analisar taxa de atenuação por absorção de cada amostra em função da variação de espessuras, concentração de material e tamanhos de particulados. Para as amostras de silicone puro a taxa de refletividade se manteve constante com seu valor próximo de 0. Para as amostras com aditivo de 5,0% grafite a taxa de refletividade se deu entre ~ -1,0 e -2,0 dB.

Figura 5.20 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura.



Fonte: O autor.





Fonte: O autor.

Para as amostras com aditivo de 10,0% grafite a taxa de refletividade ficou entre ~ -2,0 dB, sendo que para a amostra de 2,0 mm e menor tamanho de particulado obteve-se um pico de -8,0 dB em ~ 10,0 GHz, representando uma taxa de ~ 85,0% de energia absorvida.

Figura 5.22 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de espessura.



Fonte: O autor.





#### 5.2.3.2 Amostras com espessuras de 1,5mm e 2,0mm, com estrutura FSS

Nas Figuras 5.24 – 5.25 – 5.26 – 5.27 a seguir, é possível analisar taxa de atenuação por absorção de cada amostra em função da variação de espessuras, concentração de material, tamanhos de particulados e estrutura FSS. Para as amostras com aditivo de 5,0% grafite a taxa de refletividade se deu entre ~ -0,2 e -1,0 dB, com o aumento da atenuação de acordo com o aumento da frequência.

Figura 5.24 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 95% Silicone – 5,0% Grafite, com 1,5 mm de espessura.



Fonte: O autor.

Figura 5.25 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 95% Silicone - 5,0% Grafite, com 2,0 mm de espessura.



Fonte: O autor.

Para as amostras com aditivo de 10,0% grafite a taxa de refletividade se deu entre ~ -0,2 e -1,0 dB para as amostras com 1,5 mm espessura, sendo que para as amostras de maior tamanho de particulado obteve-se um pico de ressonância de ~ -3,5 em 9,0 GHz para amostra com dx de 9,0 mm e em 11,0 GHz para as amostras com dx de 11,0 e 13,0 mm.

Figura 5.26 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 1,5 mm de espessura.



Fonte: O autor.

Figura 5.27 – Refletividade das amostras com concentração em peso de 90% Silicone – 10% Grafite, com 2,0 mm de espessura.



Fonte: O autor.

#### 6 CONCLUSÃO

O compósito polimérico à base de silicone e grafite natural em flocos apresentou desempenho interessante quanto a análise de suas propriedades de permissividade elétrica complexa e permeabilidade magnética complexa. Para todas as amostras produzidas foi-se identificado que com a redução da espessura se obteve melhores resultados de permissividade e permeabilidade. Em conjunto com o aumento da concentração e do tamanho de particulado também foi notado um amento em tais propriedades, aumento este interpretado como melhora no comportamento do compósito. Esta melhora refere-se a capacidade do compósito em absorver energia (E') e converter em calor (E''). Com a modificação na geometria das amostras através da técnica de FSS foi notado um aumento nos parâmetros de permissividade, permeabilidade e atenuação por reflexão quando comparado com as amostras sem essa estrutura, o que evidência a influência da geometria nas propriedades elétricas e magnéticas dos compósitos. De forma geral, os resultados mostraram que a alteração no geometria da superfície do compósito proporciona efeito positivo no que se refere a capacidade do meio material em interagir com a onda, sendo interpretado como um resultado muito promissor para desenvolver Material atenuador de radiação eletromagnética combinando técnica de FSS e material a base de carbono, especificamente o grafite na faixa das microondas, relativa a banda-X.

#### **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- [1] Wei Xie; Xukun Zhu; Shihe Yi; Jiacai Kuang; Haifeng Cheng; Wei Tang; Yingjun Deng; Electromagnetic absorption properties of natural microcrystalline graphite, Elsevier Ltd, v. 90, p.38-46, 2015.
- [2] M. Gonzalez; J. Pozuelo; J. Baselga; Electromagnetic Shielding Materials in GHz Range; THE CHEMICAL RECORD, v.18, p.1-11, 2018.
- [3] J. P. Gogoi; N. S. Bhattacharyya; K.C. James Raju; Synthesis and microwave characterization of expanded graphite/novolac phenolic resin composite for microwave absorber applications; Elsevier Ltd, v. B 42, p.1291-1297, 2011.
- [4] Poco Graphite INC. Properties and characteristics of graphite. 2015.
  Disponível em: http://poco.com/Portals/0/Literature/Semiconductor/IND-109441-0115.pdf. Acesso em: 19/07 de 2018.
- [5] TURER, I.; AYDIN, K.; Electromagnetic Shielding Properties of Satellites. IEEE, v. 15, p. 401 – 404, 2015.
- [6] JI, X.; LU, M.; YE, F.; ZHOU, Q; Electromagnetic Wave Absorption Properties of Coatings with Carbonyl-iron Particles coated by Silicon dioxide Nano-powders. APAC, v. 1, p. 111-115, 2013.
- [7] Amaral A. A. Jr; Obtenção e caracterização de compósitos a base de fibra de carbono e fibra de carbono ativada aplicados a materiais absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de frequência de 8,2 à 12,4 GHz (Banda-X); thesis; INPE-SJC, 2018.
- [8] BARRERA, M. A. R. MODELO DE PERMISSIVIDADE EFETIVA DO DIELÉTRICO PARA O MÉTODO DO CIRCUITO EQUIVALENTE EM SUPERFÍCIES SELETIVAS EM FREQUÊNCIA DO TIPO LOOP QUADRADO. 2015. 215 p. Tese (Doutorado em Engenharia Elétrica) -UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA CENTRO TECNOLÓGICO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA, Florianópolis/SC, 2015.

- [9] Iwashita N, Park CR, Fujimoto H, Shiraishi M, Inagaki M. Specification for a standard procedure of X-ray diffraction measurements on carbon materials.
   V. 42, p.701-714, 2004.
- [10] Heinrich Badenhorst; Microstructure of natural graphite flakes revealed by oxidation: Limitations of XRD and Raman techniques for crystallinity estimates, Elsevier Ltd, v. 66, p.674-690, 2014.
- [11] Andrea C. Ferrari; Raman spectroscopy of graphene and graphite: Disorder, electron-phonon coupling, doping and nonadiabatic effects, Elsevier Ltd, v.143, p.47-57, 2007.