

UNIVERSIDADE DO ESTADO DO AMAZONAS
ESCOLA SUPERIOR DE TECNOLOGIA
BACHARELADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

GABRIEL FABRICIO ROCHA DE CARVALHO PÁDUA

IMPACTO DA ADIÇÃO DE GRAFENO NOS COMPOSTOS
INTERMETÁLICOS (IMC) E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA SN-BI
SUBMETIDAS À CICLAGEM TÉRMICA

MANAUS - AM
2025

GABRIEL FABRICIO ROCHA DE CARVALHO PÁDUA

**IMPACTO DA ADIÇÃO DE GRAFENO NOS COMPOSTOS
INTERMETÁLICOS (IMC) E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA SN-BI
SUBMETIDAS À CICLAGEM TÉRMICA**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado ao Curso de bacharelado em Engenharia de Materiais, da Escola Superior de Tecnologia, da Universidade do Estado do Amazonas, como requisito parcial à obtenção de Título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. José Costa de Macêdo Neto

**MANAUS - AM
2025**

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Sistema Integrado de Bibliotecas da Universidade do Estado do Amazonas.

R672i

Rocha de Carvalho Pádua, Gabriel Fabricio

Impacto da adição de grafeno nos compostos intermetálicos (IMC) e propriedades mecânicas da liga Sn-Bi submetidas à ciclagem térmica / Gabriel Fabricio Rocha de Carvalho Pádua. Manaus : [s.n], 2025.
34 f.: il.; 21.0 cm.

TCC - Graduação em Engenharia de Materiais- Universidade do Estado do Amazonas, Manaus, 2025.

Orientador: José Costa de Macêdo Neto.

1. Grafeno. 2. Ligas Sn-Bi. 3. Compostos intermetálicos. 4. Microestrutura. 5. Ciclagem térmica. I. José Costa de Macêdo Neto (Orient.) II. Universidade do Estado do Amazonas. III. Título

CDU(1997)66.03


**UNIVERSIDADE DO ESTADO DO AMAZONAS
ESCOLA SUPERIOR DE TECNOLOGIA
BACHARELADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS
TERMO DE APROVAÇÃO**

GABRIEL FABRICIO ROCHA DE CARVALHO PÁDUA


**IMPACTO DA ADIÇÃO DE GRAFENO NOS COMPOSTOS
INTERMETÁLICOS (IMC) E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA SN-BI
SUBMETIDAS À CICLAGEM TÉRMICA**

Trabalho de Conclusão de Curso aprovado como requisito parcial para a obtenção do
Título de Bacharel em Engenharia de Materiais, Escola Superior de Tecnologia,
Universidade do Estado do Amazonas, pela seguinte banca examinadora:


BANCA EXAMINADORA

Documento assinado digitalmente
 **JOSE COSTA DE MACEDO NETO**
Data: 09/12/2025 20:29:44-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. José Costa de Macêdo Neto – Orientador

Documento assinado digitalmente
 **ROGER HOEL BELLO**
Data: 10/12/2025 12:13:32-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Roger Hoel Bello – Membro da banca

Documento assinado digitalmente
 **ANTONIO DE LIMA MESQUITA**
Data: 09/12/2025 12:21:42-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Antônio de Lima Mesquita – Membro da banca

Manaus, 24 de Novembro de 2025

Impacto da adição de grafeno nos compostos intermetálicos (IMC) e propriedades mecânicas da liga Sn-Bi submetidas à ciclagem térmica

Gabriel Fabricio Rocha de Carvalho Pádua¹

Prof. Dr. José Costa de Macêdo Neto¹

¹*Universidade do Estado do Amazonas, Departamento de Engenharia de Materiais, Manaus, Amazonas, Brazil.*

RESUMO

A adição de nanofolhas de grafeno (GNSs) em ligas Sn–Bi tem sido explorada para aumentar o desempenho e confiabilidade de juntas de solda sob condições térmicas severas. Neste estudo, ligas Sn-Bi–xGNSs variando de 0,0 à 0,5% em peso foram preparadas e aplicadas sobre substratos de cobre, submetidas a processo de refusão e ciclos térmicos. As microestruturas e camadas intermetálicas (IMCs) foram avaliadas por microscopia óptica e microseccionamento, e as propriedades mecânicas, por nanoindentação. Todas as ligas compostas de GNSs na microestrutura após refusão tiveram refinamento da fase β -Sn primária em relação a liga pura de 0,0%, já após ciclagem térmica com 0,05% teve a melhor condição de refinamento da fase β -Sn, enquanto teores >0,03% resultaram em aglomeração de GNSs e perda de eficiência. Após refusão e ciclagem térmica, a amostra com 0,05% em peso apresentou redução superior a 40% e 34% na espessura da camada de IMC respectivamente. Na amostra pós refusão com 0,1% teve aumento de 16% no módulo de elasticidade e após ciclagem térmica com 50% de aumento no módulo de elasticidade. A pesquisa destaca a influência do GNSs no refinamento microestrutural, controle do crescimento de IMCs e estabilidade mecânica sob ciclagem térmica.

Palavras-chave: Grafeno; Ligas Sn-Bi; Compostos intermetálicos; Microestrutura; Ciclagem térmica.

ABSTRACT

The addition of graphene nanosheets (GNSs) to Sn–Bi alloys has been explored to increase the performance and reliability of solder joints under severe thermal conditions. In this study, Sn-Bi–xGNSs alloys ranging from 0.0 to 0.5% by weight were prepared and applied to copper substrates, subjected to remelting and thermal cycling. The microstructures and intermetallic layers (IMCs) were evaluated by optical microscopy and microsection, and the mechanical properties by nanoindentation. All alloys composed of GNSs in the microstructure after remelting had refinement of the primary β -Sn phase in relation to the pure alloy of 0.0%, while after thermal cycling with 0.05% had the best refinement condition of the β -Sn phase, while contents >0.03% resulted in agglomeration of GNSs and loss of efficiency. After remelting and thermal cycling, the sample with 0.05% by weight showed a reduction of more than 40% and 34% in the thickness of the IMC layer, respectively. In the post-remelting sample with 0.1%, there was a 16% increase in the modulus of elasticity and, after thermal cycling, a 50% increase in the modulus of elasticity. The research highlights the influence of GNSs on microstructural refinement, control of IMC growth, and mechanical stability under thermal cycling.

Keywords: Graphene; Sn-Bi alloys; Intermetallic compounds; Microstructure; Thermal cycling.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus por tudo que ele tem me proporcionado, e por me permitir chegar até aqui. Toda honra e toda glória são para ti senhor.

A toda minha família e namorada Gabrielly Barbosa por sempre me apoiar e principalmente meus pais Fabricio Pádua e Geize Pádua por terem me proporcionado condições e me incentivar na busca pelo conhecimento.

A meu orientador Prof. Dr. José Costa, que me ofereceu a oportunidade de trabalhar em projetos valorosos no início da graduação, que tiveram papel vital na formação que tenho hoje. Ele é fonte de inspiração e motivação no propósito de unir a indústria e a pesquisa.

A todo o departamento de Engenharia de Materiais, os docentes do curso sem exceção, que contribuíram com enorme conhecimento na minha formação até aqui, aos meus amigos mais experientes que compartilharam experiências do distrito e em especial ao Luís Felipe, Gabriela Rocha e Nalanda Said, meus amigos e grupo de pesquisas que compartilharam os desafios desta etapa juntos comigo até aqui.

A toda a estrutura da Escola Superior de Tecnologia da Universidade do Estado do Amazonas em especial os Laboratórios de Materiais (LABMAT) e Pesquisa e Desenvolvimento (LABP&D), que foram os primeiros laboratórios onde pude trabalhar e desenvolver meus trabalhos.

Aos meus líderes da organização em que trabalho, Sr. Evangel Garcia, Dr. Isomar Lima, e em especial o Sr. Roberto Augusto que não poupou esforços para me ensinar e compartilhar todos seus conhecimentos e por me dar a oportunidade de trabalhar na minha área de atuação e receber minha primeira remuneração. Aos meus colegas no trabalho que compartilharam técnicas e suporte na prática do dia a dia na rotina das análises.

Ao Conectus Instituto de Tecnologia e Biotecnologia do Amazonas e Projeto Grafeno pela oportunidade de aprendizado constante e pelo suporte durante o período em que desenvolvi este trabalho. Toda a estrutura de ponta e vivência no instituto contribuiu significativamente para o crescimento profissional e acadêmico, proporcionando experiências essenciais para a consolidação dos conhecimentos aplicados nessa pesquisa.

SUMÁRIO

Lista de figuras	7
Lista de tabelas	8
1. Introdução	9
1.2 Objetivos	11
1.2.1 Objetivo Geral	11
1.2.2 Objetivos Específicos	11
2. Materiais e Métodos	12
2.1 Materiais	12
2.2 Síntese das Misturas	12
2.3 Caracterização dos Materiais	13
2.4 Soldagem por Refusão	13
2.5 Ciclagem Térmica	14
2.6 Microsection	15
2.7 Microscopia	15
2.8 Medições de Tamanho de Grão e Camada Intermetálica	15
2.9 Nanoindentação	16
3. Resultados e Discussão	16
3.1 Caracterização da Matriz (Sn-Bi) e Nanocarga (Grafeno)	16
3.2 Espectroscopia Raman do Grafeno	17
3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura do Grafeno	17
3.4 Microestrutura Pós-Refusão	18
3.5 Microestrutura Pós-Ciclagem Térmica	20
3.6 Compostos Intermetálicos Pós-Refusão	23
3.7 Compostos Intermetálicos Pós-Ciclagem Térmica	26
3.8 Nanoindentação	28
4. Conclusão	30
5. Referências	32

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema térmico do forno de refusão	13
Figura 2 – Perfil térmico do processo de refusão	14
Figura 3 – Perfil de ciclagem térmica	14
Figura 4 – Espectro Raman do grafeno comercial (UCSGRAPHENE)	17
Figura 5 – Microscopia eletrônica de varredura do grafeno comercial em diferentes ampliações: (a) 2.000× e (b) 30.000×	18
Figura 6 – Microestrutura pós-refusão das ligas de solda Sn–Bi–xGNSs: x = (a) 0,0%; (b) 0,05%; (c) 0,1%; (d) 0,3%; (e) 0,5% em peso	20
Figura 7 – Microestrutura pós-ciclagem térmica das ligas de solda Sn–Bi–xGNSs: x = (a) 0,0%; (b) 0,05%; (c) 0,1%; (d) 0,3%; (e) 0,5% em peso	22
Figura 8 – Tamanho médio dos grãos de β -Sn na junta de solda Sn–Bi–xGNSs pós-refusão e pós-ciclagem térmica	23
Figura 9 – Cross-section da camada de IMC pós-refusão das ligas de soldas Sn–Bi–xGNSs: x = (a) 0,0%; (b) 0,05%; (c) 0,1%; (d) 0,3%; (e) 0,5% em peso	25
Figura 10 – Cross-section da camada de IMC pós-ciclagem térmica das ligas de soldas Sn–Bi–xGNSs: x = (a) 0,0%; (b) 0,05%; (c) 0,1%; (d) 0,3%; (e) 0,5% em peso	27
Figura 11 – Espessura média da camada IMC na junta de solda Sn–Bi–xGNSs pós-refusão e pós-ciclagem térmica	28
Figura 12 – Microdureza Vickers e módulo de elasticidade na junta de solda Sn–Bi–xGNSs: (a) pós-refusão e (b) pós-ciclagem térmica	29

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Pesagens realizadas para cada proporção de nanopartículas	11
Tabela 2 – Resultados da FRX da liga Sn–Bi	15

1. INTRODUÇÃO

A demanda por tecnologias de montagem em superfície (SMT) na indústria de eletrônicos, especialmente no Polo Industrial de Manaus no Brasil, impulsiona o desenvolvimento de soldas confiáveis e sustentáveis. O processo envolve deposição de pasta, refusão e interconexão de dispositivos eletrônicos miniaturizados (SMD), em placas de circuito impresso (PCIs) (BANDEIRA; REIS, 2023; SUFRAMA, 2024). Neste contexto, as ligas lead-free à base de estanho-bismuto (Sn–Bi) têm sido amplamente estudadas como alternativas de baixo ponto de fusão para substituição das tradicionais ligas Sn–Pb (LI et al., 2023; WU et al., 2024). Estudos mostram que a incorporação de nanofolhas de grafeno (GNSs) pode melhorar a resistência mecânica como nanodureza e resistência ao cisalhamento e retardar o crescimento dos compostos intermetálicos (IMCs), especialmente em ligas lead-free a base de Sn (LIU; GUO; WU, 2022). Ainda há pouco conhecimento sobre o comportamento de ligas Sn–Bi reforçadas com GNSs em ciclos térmicos prolongados e seu efeito no crescimento de IMCs. Compreender esse fenômeno é essencial para otimizar juntas soldadas e aumentar a confiabilidade de sistemas eletrônicos miniaturizados (BANDEIRA; REIS, 2023; LIU; GUO; WU, 2022; YANG et al., 2023).

As ligas de solda livres de chumbo (lead-free) tornaram-se indispensáveis na indústria eletrônica moderna, principalmente após a implementação de regulamentações ambientais como a RoHS, que restringem o uso de substâncias perigosas em equipamentos eletrônicos (T.T. DELE-AFOLABI et al., 2023). Entre as alternativas, ligas à base de estanho, como SnAg, SAC, SnZn e SnBi, têm sido amplamente estudadas pela aplicabilidade em soldagem a baixa temperatura. O baixo ponto de fusão das ligas SnBi permite unir componentes micrométricos sem alterar sua estrutura interna por temperaturas elevadas (T.T. DELE-AFOLABI et al., 2023; LIU et al., 2024; QU et al., 2024).

A liga Sn58Bi eutética (com temperatura eutética $T_e \sim 139$ °C) combina baixo ponto de fusão, boa resistência mecânica e elevada resistência à fluência, o que a torna atrativa para aplicações aeroespaciais e dispositivos eletrônicos (LIU; GUO; WU, 2022; LIANG et al., 2025). O elevado teor de bismuto gera frações volumétricas da fase rica em Bi, que apresentam natureza frágil. Durante a ciclagem térmica, essa fase cristalina se torna instável, promovendo trincas e reduzindo a confiabilidade das juntas de solda em condições de serviço.

Durante o processo de soldagem eletrônica, formam-se os IMCs na interface entre a liga de solda e o Printed Area Design (PAD) de cobre que é a área metálica da placa de circuito impresso destinada à fixação e soldagem de componentes eletrônicos. Os IMCs, que são fases químicas definidas por proporções fixas de átomos como o η -Cu₆Sn₅ (estanídeo pentacuprídico, cuprato de estanho) que surge próximo à solda, já o ϵ -Cu₃Sn (estanídeo tricuprídico, cuprato de estanho) se forma abaixo, em contato direto com o cobre do substrato e diferem de ligas comuns por sua estrutura cristalina ordenada e estequiometria bem definida (MOHD et al., 2022; JAYESH SHANTHI BHAVAN et al., 2024). A formação destes IMCs ocorre quando o estanho da solda fundida reage com metais dos pads (como cobre ou níquel), consumindo energia térmica e originando uma camada inicialmente fina, contínua e benéfica, que garante a ligação metalúrgica necessária à união (MOHD et al., 2022; YANG; HUANG, 2023) Contudo, essa camada é intrinsecamente quebradiça devido à baixa ductilidade dos IMCs, o que, se crescer excessivamente (acima de $\sim 1-3 \mu\text{m}$), pode se tornar um local preferencial para iniciação de trincas e falhas nos dispositivos (MOHD et al., 2022; MOURATIDIS, 2023). Por isso, a espessura, morfologia e distribuição dos IMCs são fatores críticos na confiabilidade das juntas, controlados por parâmetros como composição da liga, tipo de acabamento superficial, tempo e temperatura de envelhecimento térmico (JAYESH SHANTHI BHAVAN et al., 2024; MARIA ABU BAKAR et al., 2022).

Estudos recentes também apontam que a modificação da interface dos IMCs, por meio de enchimentos como grafeno ou nanopartículas cerâmicas como Al₂O₃, TiO₂, SiC e ZrO₂, pode contribuir para retardar seu crescimento, aumentar a resistência mecânica das juntas e prolongar a vida útil sob condições severas como ciclagem térmica e eletromigração (YANG; HUANG, 2023; ZHANG et al., 2022). Para superar essas limitações, a adição de nanomateriais tem sido proposta como abordagem eficaz. Além do efeito de reforço mecânico, estudos mostram ganhos em molhabilidade, controle do crescimento de IMCs e maior confiabilidade das juntas sob ciclos térmicos severos (MOHD et al., 2022). Entre eles, GNSs destacam-se por suas excepcionais propriedades mecânicas, térmicas e de barreira de difusão (LIU; GUO; WU, 2022; LIANG et al., 2025; RAD et al., 2024). Estudos demonstram que a incorporação de GNSs na matriz de ligas de base de Sn promove o refinamento da microestrutura, melhora a resistência mecânica com aumento de até 49% em ductilidade e 14% em resistência à tração e reduz a formação e o crescimento de IMCs, fatores críticos para a confiabilidade das juntas (LIU; GUO; WU, 2022; RAD et al., 2024; RAMANI MAYAPPAN; AMIRAH SALLEH, 2021).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral

O objetivo deste estudo foi avaliar a adição de GNSs como nanocarga na liga de solda Sn-Bi como matriz e seu efeito no crescimento da camada de IMC e microestrutura, sob efeito de ciclagem térmica. Esses resultados indicarão como as GNSs influenciaram o desempenho em juntas eletrônicas que necessitam de alta confiabilidade.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Preparar ligas compósitas Sn-Bi-xGNSs com diferentes teores de nanofolhas de grafeno (0,0; 0,05; 0,1; 0,3 e 0,5 % em peso) por mistura direta em pasta de solda comercial, garantindo homogeneidade das dispersões.
- Caracterizar o grafeno e a liga Sn-Bi por técnicas de espectroscopia Raman, FRX e MEV, visando confirmar a estrutura, morfologia e composição química dos materiais utilizados.
- Realizar o processo de refusão e ciclagem térmica das amostras conforme a norma IPC-9701A, avaliando os efeitos do estresse térmico sobre a microestrutura e a integridade da junta de solda.
- Analisar as microestruturas e camadas intermetálicas (IMCs) por microscopia óptica digital e microsection, determinando a espessura média da camada de IMC e as variações na morfologia da fase β -Sn primária.
- Quantificar o tamanho médio de grão e o refinamento microestrutural, correlacionando os resultados com a dispersão das GNSs e os mecanismos de nucleação heterogênea.
- Avaliar as propriedades mecânicas das juntas de solda, obtendo microdureza Vickers (HV) e módulo de elasticidade (E) por nanoindentação, para relacionar o efeito do teor de GNSs com o desempenho sob condições térmicas severas.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Neste estudo, foi utilizada uma liga de solda lead-free comercial (ALPHA® OM-550 HRL1) em formato de pasta composta com fluxo e nanofolhas de grafeno (GNSs) fornecidas pela empresa UCSGRAPHENE, disponibilizadas na forma de pó seco obtido por esfoliação em fase líquida (LPE – *liquid phase exfoliation*).

2.2 Síntese das misturas

Para a realização da mistura, as partículas de nanofolhas de grafeno foram pesadas utilizando balança de precisão (AUW220D, Marte Científica) nas proporções de 0,0%, 0,05%, 0,1%, 0,3%, e 0,5% em peso em relação a liga de solda comercial. A Tabela 1 apresenta os valores correspondentes de massa utilizados para cada formulação. A mistura foi realizada manualmente em béquer de vidro de 50 mL com auxílio de espátula de pequena dimensão, até obtenção de formulação homogênea durante 30 min.

Tabela 1. Pesagens realizadas para cada proporção de nanopartículas.

GNSs (%p)	Liga de Solda (g)	GNSs (g)	Total (g)
0,00	5,000	0,000	5,000
0,05	4,9975	0,0025	5,000
0,10	4,9950	0,0050	5,000
0,30	4,9850	0,0150	5,000
0,50	4,9750	0,0250	5,000

Fonte: Próprio Autor

2.3 Caracterização dos materiais

A composição elementar da liga de solda base foi avaliada por fluorescência de raios-X (XRF), utilizando o equipamento (EDX-7000, Shimadzu). As nanofolhas de grafeno foram caracterizadas morfologicamente por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (JSM-IT500HR, JEOL). A estrutura do grafeno foi caracterizada por espectroscopia Raman (HR Evolution, HORIBA Scientific) utilizando comprimento de onda do laser de 514 nm, faixa de varredura entre 1000 e 3300 cm^{-1} , e tempo de radiação de 120 s.

2.4 Soldagem por refusão

A Figura 1 mostra o diagrama esquemático de parâmetros do processo de refusão. O processo de soldagem das ligas compósitas foi realizado em forno de refusão (ZBRF530, Wenzhou Zhengbang).

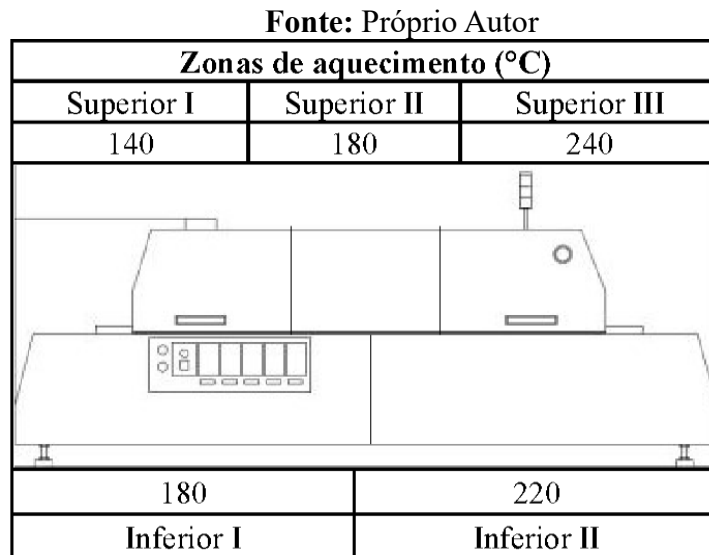


Figura 1. Esquema térmico do forno de refusão.

A Figura 2 mostra o perfil de temperatura monitorado do forno. O monitoramento do perfil térmico foi conduzido com termopar acoplado a um osciloscópio digital de armazenamento (DS-8608A, IWATSU).

Fonte: Próprio Autor

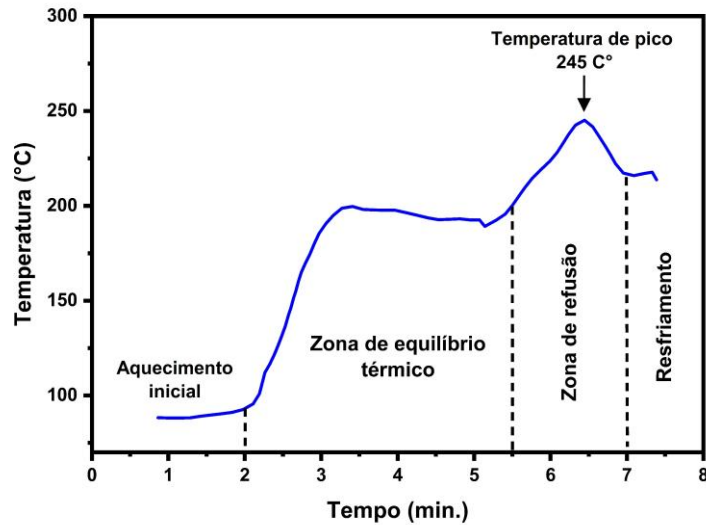


Figura 2. Perfil térmico do processo de refusão

2.5 Ciclagem térmica

As juntas soldadas foram submetidas a ciclagem térmica em câmara (EGNX28-15NW, ESPEC), de acordo com a norma IPC-9701A (“Performance Test Methods and Qualification Requirements for Surface Mount Solder Attachments”). O protocolo da norma sugere a variação entre $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $85\text{ }^{\circ}\text{C}$, com tempo de patamar de 15 min em cada extremidade, resultando em ciclos de 30 min de acordo com o perfil de temperatura do forno apresentado na Figura 3. As amostras foram submetidas a um total de 1000 ciclos, correspondendo a 500 h de ensaio.

Fonte: Próprio Autor

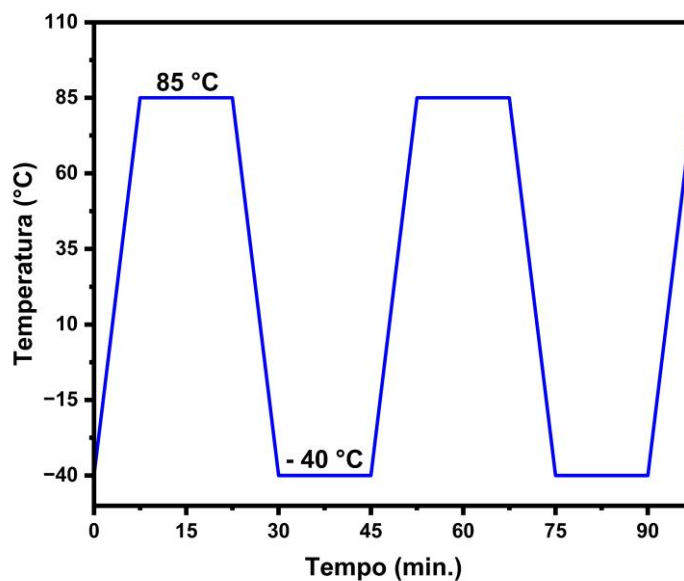


Figura 3. Perfil de ciclagem térmica

2.6 Microsection

Para estudos comparativos das microestruturas das amostras obtidas entre o processo de refusão e ciclagem térmica, foi realizado o microsection conforme norma IPC-TM-650, número: 2.1.1. Foram preparadas 10 amostras soldadas para análise metalográfica. Cada amostra foi seccionada na região transversal do PAD de cobre, incluindo a interface solda/substrato. As amostras foram embutidas em molde cilíndrico com resina epóxi de cura a frio (Struers Epofix). Após o embutimento, as superfícies foram lixadas sequencialmente com lixas #120, #600, #1200, #1500 e #2500 (Buehler) e polidas com sílica coloidal de 0,01 μm (Fortel) em lixadeira/politriz automática (Qpol 300 A2-Eco+, QATM). O ataque químico foi realizado com reagente nital 10% (Neon) por 8 s para revelar as microestruturas interfaciais.

2.7 Microscopia

A microestrutura e a espessura dos compostos intermetálicos (IMCs) foram avaliadas por microscopia óptica digital (DSX1000, Olympus). O sistema possui ampliação total de até 5000x, objetiva telecêntrica de alta resolução e platina XY motorizada com rotação e inclinação de $\pm 90^\circ$. A óptica avançada permite observações em múltiplos modos (campo claro, escuro, polarização e contraste de interferência diferencial), com registro de imagens 2D/3D em tempo real. Essas capacidades garantem medições precisas, alta reprodutibilidade e visualização detalhada da interface solda/substrato.

2.8 Medições de tamanho de grão e camada intermetálica

Foi usado a inteligência artificial (OpenAI, versão GPT-5 pro) para quantificação microestrutural realizada em micrografias ópticas. A calibração da imagem foi estabelecida em 0,189 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ usando a barra de 50 μm . O processamento digital envolveu a conversão para tons de cinza e a segmentação da fase $\beta\text{-Sn}$ por limiarização binária (threshold \approx 180). As dendritas segmentadas foram individualmente identificadas por rotulagem de partículas. Para cada feição, o Diâmetro Equivalente (Deq) foi calculado a partir de sua área (A), utilizando a fórmula $\text{Deq} = \sqrt{2A/\pi}$. A análise considerou apenas partículas com área $>50\text{px}^2$. Os 469 valores de Deq foram convertidos para μm , resultando em um Diâmetro Médio (Dm) de 3,44 μm ($\pm 2,49 \mu\text{m}$). O procedimento segue

os princípios das normas ASTM E1382-97 e ASTM E112-13, garantindo reprodutibilidade para análise comparativa do refino microestrutural.

As espessuras das camadas de IMC foram medidas utilizando o software PreciView do microscópio Olympus DSX. As imagens obtidas foram analisadas diretamente no software, aplicando a ferramenta de medição linear para determinar a espessura média das regiões selecionadas.

2.9 Nanoindentação

A dureza foi medida por nanoindentação no equipamento (HM2000, FISCHERSCOPE®), utilizando penetrador Vickers com carga de 2000 mN aplicada por 20 s. Foram realizadas três medições por amostra, em conformidade com a norma ASTM E2546.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização da matriz (Sn-Bi) e nanocarga (grafeno)

A Tabela 2 mostra o resultado da composição química da liga Sn-Bi (matriz) obtida da caracterização por FRX. As composições obtidas apresentaram presença relevante de $\cong 53\%$ de Sn e $\cong 44\%$ de Bi, bem como traços de $\cong 0.9\%$ de Cu e $\cong 0.8\%$ Ag em peso. Os baixos teores de Ag atuam como afinador de grão e reforço estrutural, melhorando a ductilidade e resistência à fadiga térmica, já o Cu atua na interface metal-substrato, aumentando a adesão e confiabilidade da junta, e pode ser incorporado parcialmente na matriz como intermetálicos estabilizadores (ZHANG et al., 2022), possivelmente advindos de contaminação ou dos aditivos/metais de liga usados. A composição eutética da liga Sn-Bi apresenta 57% em peso de bismuto, já a composição obtida foi de $\cong 44\%$ em peso de bismuto.

Tabela 2. Resultados da FRX da liga Sn-Bi.

Elementos	Resultados (%)	3σ
Sn	53,330	0,600
Bi	44,277	0,245
Cu	0,929	0,025
Ag	0,842	0,042

Fonte: Próprio Autor

Este resultado mostra que a liga estudada apresenta composição hipoeutética, o que pode influenciar a microestrutura resultante e o comportamento dos compostos intermetálicos especialmente em relação à sua morfologia, taxa de crescimento e tendência à fragilização sob ciclos térmicos. Em ligas Sn–Bi hipoeutéticas, a solidificação ocorre com a formação de fase α -primária rica em estanho, seguida pela nucleação da fase eutética Sn–Bi. Essa morfologia descontínua pode reduzir a coesão interfacial e as propriedades mecânicas quando comparada à liga eutética Sn-58Bi, cuja microestrutura é mais homogênea e refinada (LI et al., 2023).

3.2 Espectroscopia Raman do Grafeno

A Figura (4) ilustra o espectro Raman do grafeno comercial obtido a partir da esfoliação em fase líquida (linha azul). O espectro apresenta as bandas características do grafeno, a banda D em ($\sim 1356 \text{ cm}^{-1}$) associada a defeitos estruturais e bordas, a banda G em ($\sim 1580 \text{ cm}^{-1}$) correspondente ao modo vibracional E_{2g} da rede hexagonal de carbono e a banda 2D em ($\sim 2720 \text{ cm}^{-1}$) relacionada ao processo de espalhamento de segunda ordem. (WU et al., 2024)

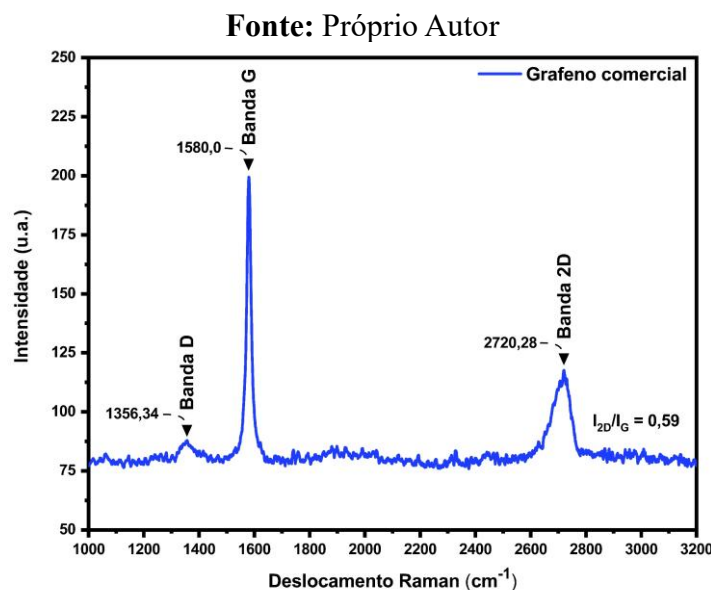


Figura 4. Espectro Raman do grafeno comercial (UCSGRAPHENE).

O grafeno multicamadas se apresenta com mais de 10 camadas, em que a banda 2D é assimétrica e a razão de intensidade entre as bandas 2D e G é < 1 . A razão de intensidades entre as bandas 2D e G (I_{2D}/I_G) da nanocarga foi de 0,59, valor típico para grafeno multicamadas, uma vez que valores inferiores a 1 indicam a presença de mais de dez camadas empilhadas (WANG et al., 2013).

3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura do Grafeno

A Figura 5 (a) revela a morfologia das folhas de GNSs, com estruturas lamelares e planas. As folhas de grafeno são irregulares, com bordas irregulares e variadas geometrias. Essas morfologias são compatíveis com a dispersão obtida por LPE, método no qual forças mecânicas superam as forças de empilhamento de van der Waals entre camadas de grafite, promovendo a separação em folhas finas como few-layers ou multicamadas (XU et al., 2018).

Essa tendência é mais evidente nas imagens da Figura 5 (b), onde a presença de folhas mais unidas e individualizadas é mais pronunciada, indicando uma eficiente esfoliação e dispersão das nanopartículas de grafeno (NASTRAN et al., 2025).

Fonte: Próprio Autor

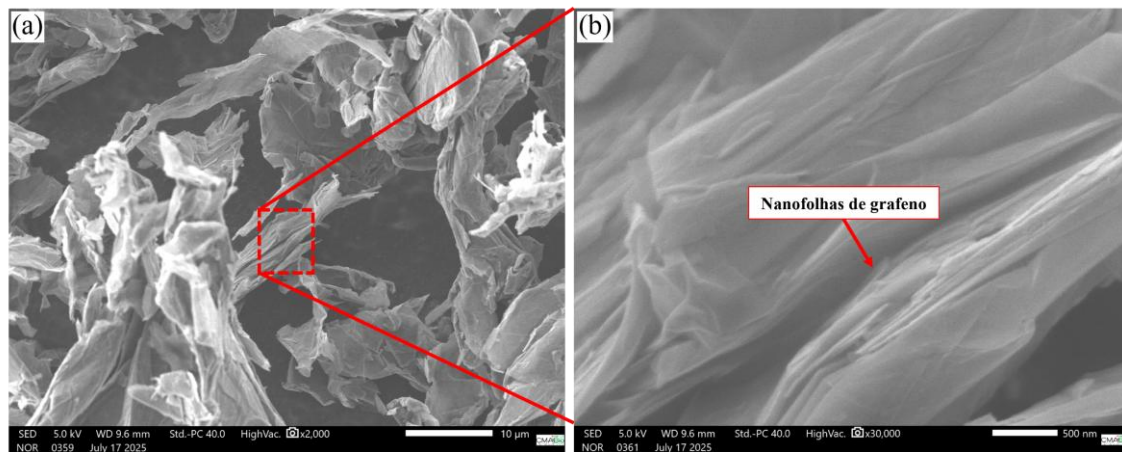


Figura 5. Microscopia Eletrônica de Varredura do grafeno comercial em diferentes ampliações: (a) 2.000× e (b) 30.000×.

3.4 Microestrutura Pós-Refusão

A Figura 6(a–e) apresenta as microestruturas das ligas Sn–Bi–xGNSs após o processo de refusão, com teores de GNSs de (a) 0,0%, (b) 0,05%, (c) 0,1%, (d) 0,3% e (e) 0,5% em peso. Na Figura 6(a) liga pura comercial, com tamanho médio de grão de β -Sn de 16,5 μm , observa-se a morfologia típica de ligas hipoeutéticas, composta pela fase β -Sn primária (regiões escuras ricas em Sn) com morfologia dendrítica, e por uma estrutura eutética formada por lamelas alternadas de β -Sn-eutético + Bi (regiões claras ricas em Bi).

A adição de GNSs nas quantidades de 0,05% e 0,1% em peso Figuras 6(b-c), o tamanho médio de grãos de β -Sn reduziu para 15,1 e 15,2 μm , respectivamente, conforme

indicado na Figura 8. Observa-se maior refinamento da fase β -Sn primária, evidenciado pela formação de dendritas mais finas e com crescimento direcionado. Esse comportamento indica que as GNSs bem dispersas atuam como agentes de nucleação heterogênea, promovendo a formação de núcleos de β -Sn durante a solidificação. A presença das GNSs aumenta a taxa de nucleação, resultando em maior número de dendritas β -Sn-primárias com dimensões reduzidas (JAYESH SHANTHI BHAVAN et al., 2024; CHEN et al., 2020; ZHANG et al., 2023). Essa ação está relacionada à redução da energia livre de Gibbs necessária para a nucleação e à compatibilidade cristalográfica entre o grafeno e a matriz de estanho, que favorece o surgimento de múltiplos sítios de nucleação e o consequente refinamento das dendritas (LIU; GUO; WU, 2022; YANG et al., 2023; ZHANG et al., 2022).

Nas amostras com teores de 0,3% e 0,5% em peso Figuras 6(d–e), os tamanhos médios de grão foram de 15,8 e 15,8 μm , respectivamente conforme mostrado na Figura 8. Observa-se a perda de eficiência das GNSs no refino das dendritas de β -Sn primário e o aumento da fração de fase eutética, ainda assim todas as composições com a adição de GNSs obtiveram bons resultados. O efeito positivo da nucleação heterogênea é limitado quando a dispersão das GNSs é inadequada. A aglomeração de nanopartículas durante o estado líquido reduz a uniformidade dos sítios de nucleação, comprometendo o refinamento da microestrutura e favorecendo a formação de microvazios intergranulares (LI et al., 2023; YANG et al., 2023; JAYESH SHANTHI BHAVAN et al., 2024).

Fonte: Próprio Autor

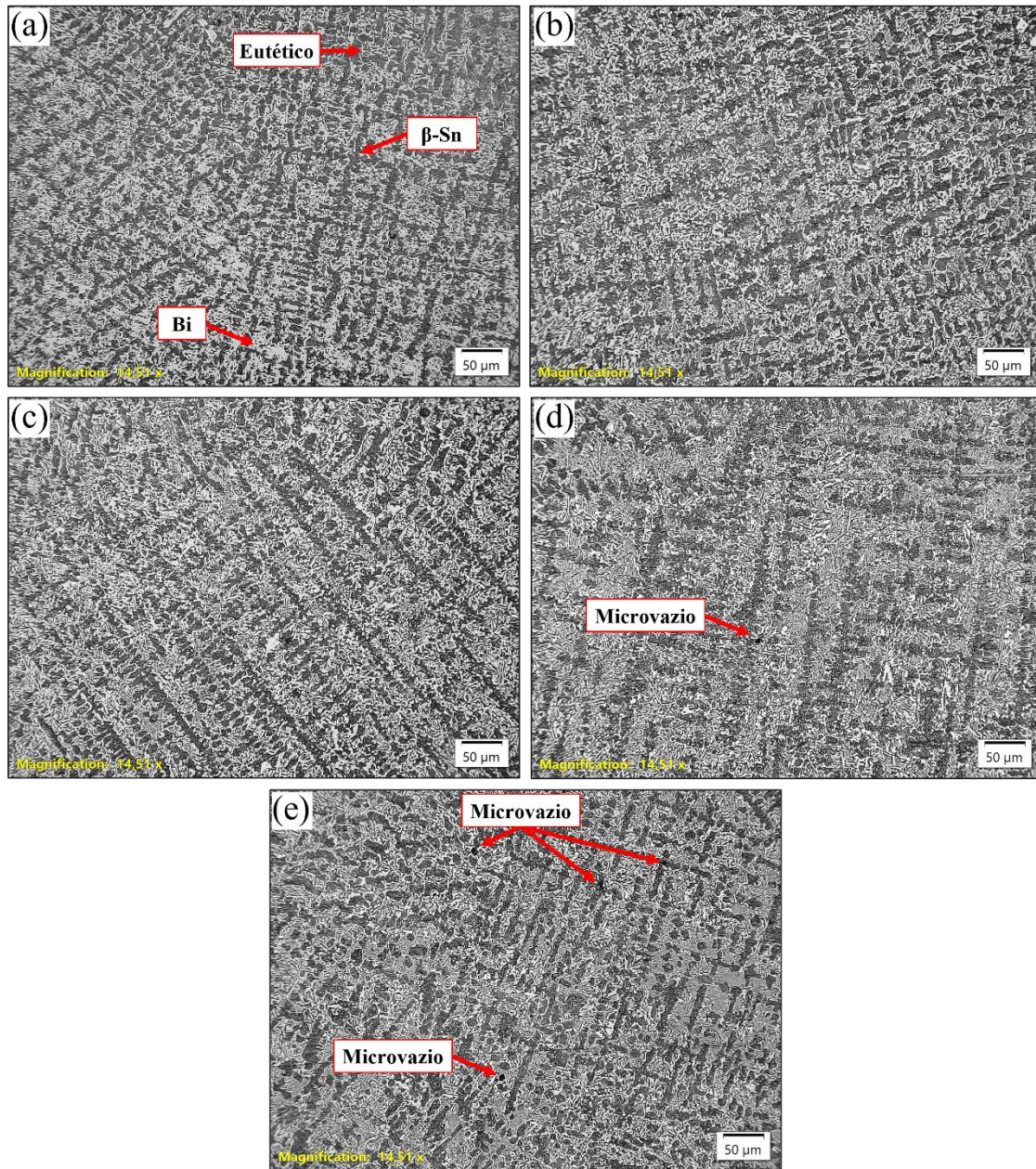


Figura 6. Microestrutura pós-refusão das ligas de soldas Sn-Bi-xGNSs: x = (a) 0.0%, (b) 0.05%, (c) 0.1%, (d) 0.3% e (e) 0.5% em peso.

3.5 Microestrutura Pós-Ciclagem Térmica

A Figura 7 (a–e) apresenta as microestruturas das ligas Sn–Bi–xGNSs após o ensaio de ciclagem térmica, correspondentes aos teores de (a) 0,0%, (b) 0,05%, (c) 0,1%, (d) 0,3% e (e) 0,5% em peso de GNSs. Na Figura 7(a) liga pura comercial, com tamanho médio de grãos de β -Sn de 17,5 μ m mostrado na Figura 8, observa-se o engrossamento geral das fases β -Sn primária e eutética (β -Sn + Bi), quando comparadas às microestruturas pós-refusão.

Durante a ciclagem térmica, as ligas reforçadas com GNSs apresentaram engrossamento das dendritas de β -Sn primária e da fase eutética, embora em menor intensidade que a liga sem reforço. Esse comportamento pode ser atribuído à combinação de: (i) ativação da difusão atômica sob tensões térmicas cíclicas e (ii) redução local da eficiência do grafeno como barreira de difusão (YU; ZHAO; WANG, 2004; LIU et al., 2021).

Nas Figuras 7(b-c), correspondentes às amostras com 0,05% e 0,1% em peso tamanho médio de grão de β -Sn de 15,8 e 17,2 μm , respectivamente (Figura 8), observa-se microestrutura mais homogênea, com dendritas β -Sn primárias refinadas e fase eutética uniformemente distribuída. Essa estabilidade decorre da ação sinérgica do grafeno como barreira à difusão atômica. Durante os ciclos térmicos, as diferenças de coeficiente de expansão térmica entre Sn, Bi e GNSs geram tensões internas. Contudo, a estrutura hexagonal compacta e a alta condutividade térmica do grafeno favorecem a dissipação de calor e restringem a mobilidade atômica nas interfaces metal-grafeno (YANG et al., 2023; ZHANG et al., 2023; CHAN; NEATON; COHEN, 2008). Assim, as GNSs atuam efetivamente como barreiras à difusão, reduzindo a coalescência e o crescimento da fase β -Sn durante os ciclos térmicos.

Por outro lado, nas figuras 7(d-e) para concentrações elevadas de 0,3% e 0,5% em peso com tamanhos médios de grão de β -Sn de 17,5 e 18,8 μm , respectivamente (Figura 8), observam-se regiões com aglomeração de GNSs e possíveis delaminações. Esses locais comprometem a continuidade da barreira de difusão, originando áreas fragilizadas e não reforçadas, o que permite o engrossamento local das dendritas β -Sn. Dessa forma, a competição entre o engrossamento térmico e o efeito de controle microestrutural promovido pelo grafeno resulta no crescimento das dendritas β -Sn e no aumento da fração eutética observados nas microestruturas pós-ciclagem (ZHANG et al., 2023; RANJAN; BAJPAI, 2021; GHODRATI; GHOMASHCHI, 2019).

De modo geral, pequenas adições de GNSs (<0,1%) promovem melhor homogeneidade microestrutural durante a ciclagem térmica, enquanto concentrações superiores (>0,3%) tendem a gerar heterogeneidade e perda do efeito de refinamento.

Fonte: Próprio Autor

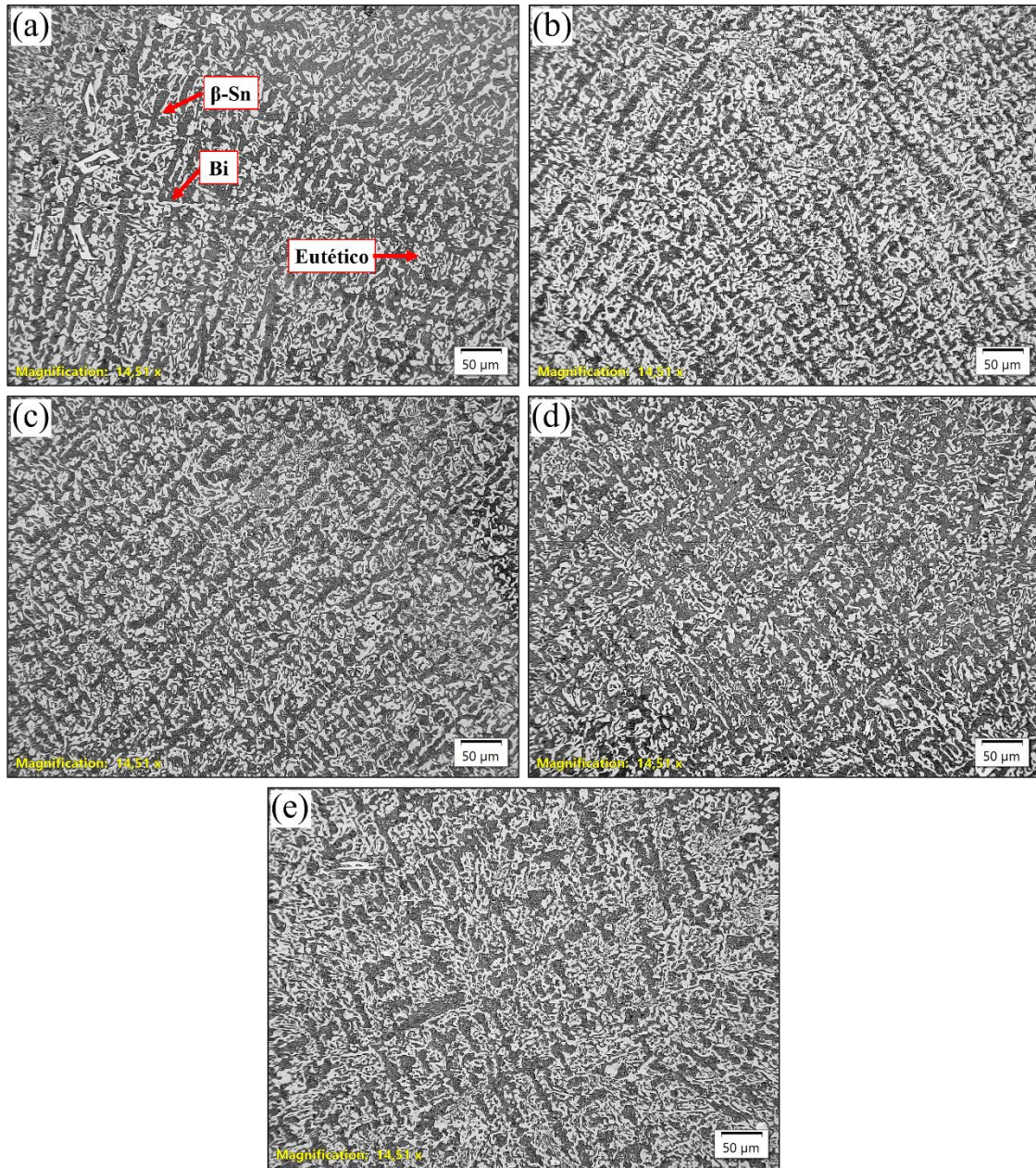


Figura 7. Microestrutura pós-ciclagem térmica das ligas de soldas Sn-Bi-xGNSs: x = (a) 0.0%, (b) 0.05%, (c) 0.1%, (d) 0.3% e (e) 0.5% em peso.

Fonte: Próprio Autor

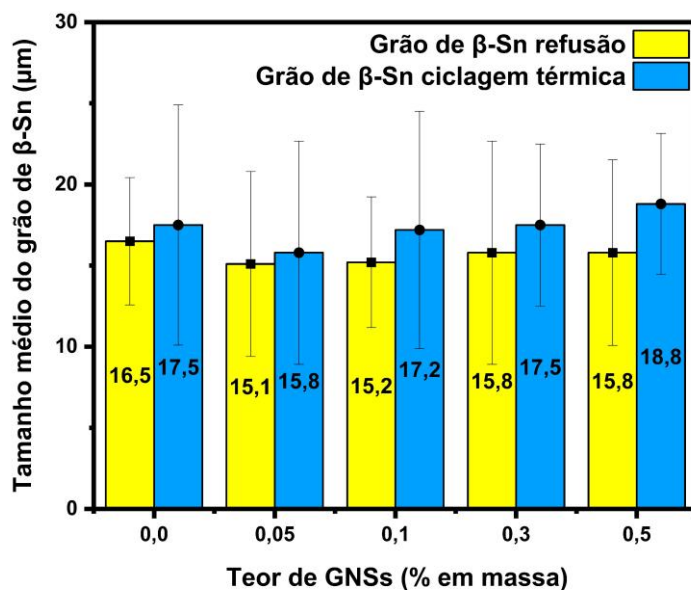


Figura 8. Tamanho médio dos grãos de β-Sn na junta de solda Sn-Bi-xGNSs pós-refusão e pós-ciclagem térmica.

3.6 Compostos Intermetálicos Pós-Refusão

A Figura 9(a–e) apresenta as micrografias do microsection das juntas de solda Sn-Bi-xGNSs formadas após o processo de refusão, correspondentes aos teores de (a) 0,0%, (b) 0,05%, (c) 0,1%, (d) 0,3% e (e) 0,5% em peso de GNSs. Observa-se, em todas as amostras, a formação de uma camada intermetálica contínua e rugosa na interface entre a solda e o substrato de cobre, identificada principalmente como Cu_6Sn_5 na forma de fase η (fase escura adjacente ao Cu).

Na amostra de referência Figura 9(a), sem adição de GNSs, a IMC apresenta morfologia irregular e rugosa, típica da difusão livre de Sn em direção ao Cu durante o refusão, resultando em espessura média de 1,85 μm , conforme mostrado na Figura 11. Essa morfologia decorre da alta cinética de difusão do estanho, associada à sua baixa energia de ativação, o que intensifica o transporte de massa e favorece o crescimento da camada Cu_6Sn_5 (LIU et al., 2021; KANG; KIM; SHIN, 2019; XU et al., 2015).

Com a introdução de pequenas quantidades de GNSs Figura 9(b), observa-se redução acentuada na espessura média da IMC, atingindo aproximadamente 1,1 μm em 0,05% em peso (Figura 11). A incorporação de nanofolhas de grafeno atua como barreira efetiva à difusão interatômica entre Sn e Cu durante o refusão, devido à estrutura covalente compacta e ao baixo espaçamento interatômico da rede de carbono, inferior ao

diâmetro atômico dos metais constituintes da junta. Essa característica, aliada à alta área superficial e estabilidade térmica do grafeno, aumenta o caminho difusional efetivo e reduz o fluxo de massa metálica, retardando o crescimento da camada Cu_6Sn_5 (KANG; KIM; SHIN, 2019; SHEN et al., 2021; HONG et al., 2014).

Em teores mais elevados Figuras 9(c–e), a espessura média da IMC apresenta valores de aproximadamente 1,68 μm em 0,1%, 1,49 μm em 0,3% e 1,56 μm em 0,5%, conforme indicado na Figura 11. Observa-se um leve incremento na espessura intermetálica associado à aglomeração das GNSs, que gera regiões descontínuas na interface e facilita o transporte localizado de átomos de Sn e Cu, reduzindo a eficiência do bloqueio difusional (LI et al., 2023; YANG et al., 2023; YANG et al., 2020).

De modo geral, os resultados indicam que a adição ótima de GNSs situa-se abaixo de 0,1% em peso, condição em que ocorre a redução mais significativa da camada intermetálica e melhor integridade interfacial, sem perda de coesão da solda.

Fonte: Próprio Autor

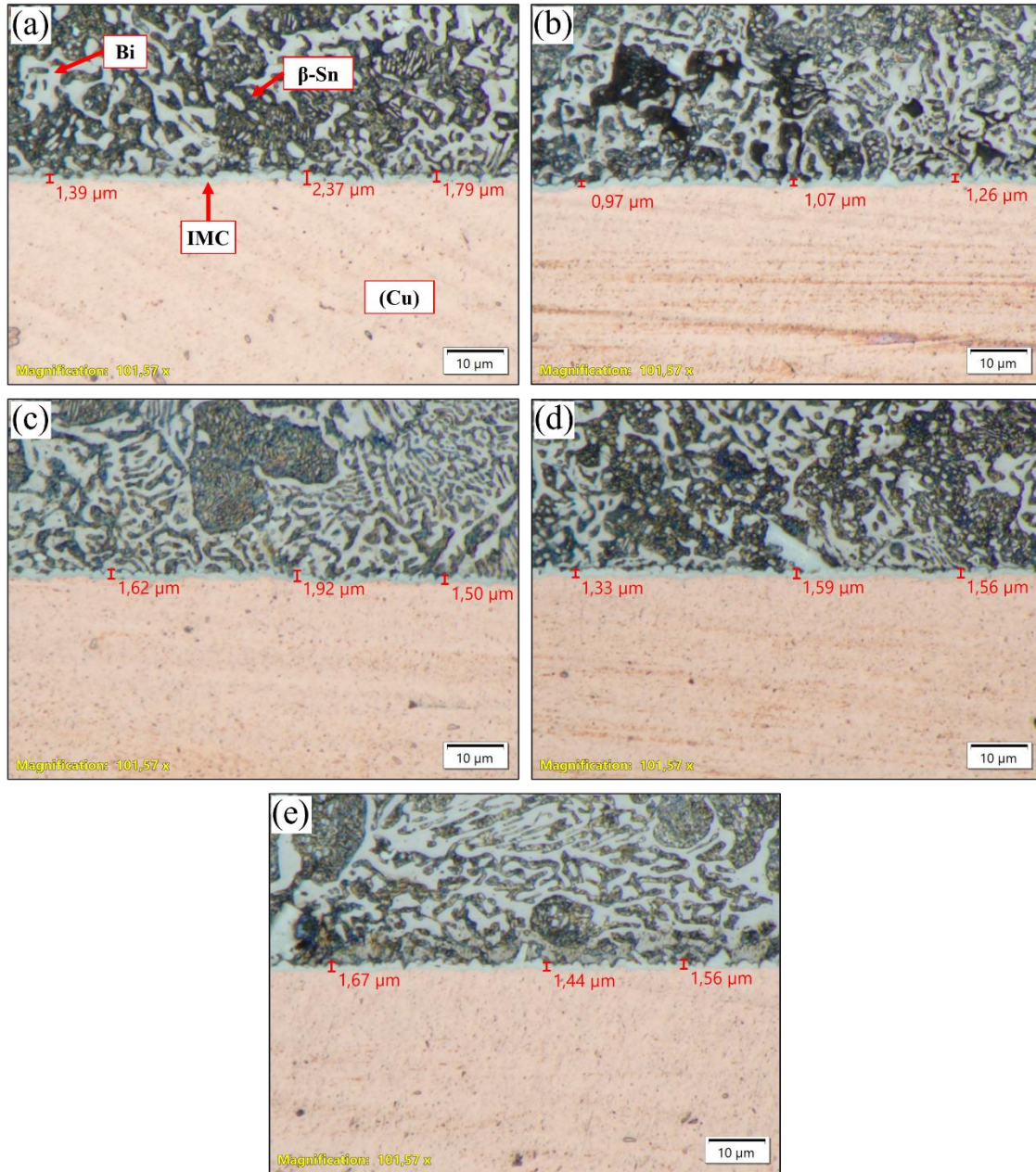


Figura 9. Cross-section da camada de IMC pós-refusão das ligas de soldas Sn-Bi-xGNSs: x = (a) 0.0%, (b) 0.05%, (c) 0.1%, (d) 0.3% e (e) 0.5% em peso.

3.7 Compostos Intermetálicos Pós-Ciclagem Térmica

A Figura 10(a–e) apresenta as micrografias em corte transversal das juntas de solda Sn–Bi–xGNSs após o ensaio de ciclagem térmica, com teores de (a) 0,0%, (b) 0,05%, (c) 0,1%, (d) 0,3% e (e) 0,5% em peso de GNSs. Em todas as amostras, identifica-se a formação de uma camada intermetálica (IMC) contínua e rugosa na interface entre a solda e o substrato de cobre, composta predominantemente pela fase Cu_6Sn_5 (η).

Na amostra sem adição de GNSs Figura 10(a), a camada intermetálica apresenta espessura média de aproximadamente $2,02 \mu\text{m}$ (Figura 11), valor superior ao observado após o processo de refusão. Essa variação indica que a ciclagem térmica intensificou a difusão bidirecional de Cu e Sn, favorecendo o crescimento da fase Cu_6Sn_5 . Durante os ciclos, as sucessivas expansões e contrações térmicas induzem tensões internas e geração de vacâncias, que facilitam o transporte de massa através dos contornos de grão e das interfaces. Esse comportamento está associado à difusão termicamente ativada entre Sn e Cu, cuja taxa pode ser descrita pela equação de Arrhenius (KANG; KIM; SHIN, 2019;). Durante os intervalos de aquecimento, o coeficiente de difusão aumenta temporariamente, e as variações cíclicas de temperatura promovem a formação e migração de vacâncias, acelerando o crescimento interfacial da camada Cu_6Sn_5 (CHAN; NEATON; COHEN, 2008; KANG; KIM; SHIN, 2019; WANG; YAO; KEER, 2020).

Na amostra com 0,05% em peso de GNSs Figura 10(b), a camada intermetálica apresenta menor espessura, em torno de $1,33 \mu\text{m}$ (Figura 11), indicando que as GNSs mantêm ação efetiva como barreira à difusão, mesmo após múltiplos ciclos térmicos. Essa eficiência é atribuída à alta estabilidade térmica do grafeno, que preserva sua integridade estrutural durante os ciclos de aquecimento e resfriamento e mantém energia de ativação suficiente para restringir o transporte de átomos metálicos (KANG; KIM; SHIN, 2019; SHEN et al., 2021; HONG et al., 2014).

Em teores mais elevados Figuras 10(c–e), observa-se aumento gradual da espessura média da IMC, com valores de aproximadamente $1,95 \mu\text{m}$ em 0,1%, $1,65 \mu\text{m}$ em 0,3% e $1,83 \mu\text{m}$ em 0,5% (Figura 11). Esse comportamento indica redução da eficiência do bloqueio difusional, atribuída à aglomeração das GNSs, também observada nas amostras pós-refusão. A presença dessas aglomerações cria caminhos preferenciais de difusão, que favorecem o transporte localizado de Sn e Cu. Ainda assim, todas as amostras contendo GNSs apresentaram camadas intermetálicas mais finas em

comparação à liga sem reforço, confirmando a ação de barreira do grafeno mesmo em maiores concentrações (LI et al., 2023; YANG et al., 2020).

De modo geral, as micrografias evidenciam que a ciclagem térmica promove crescimento adicional da camada Cu_6Sn_5 , porém o efeito de contenção promovido pelas GNSs é mantido até cerca de 0,5% em peso, condição em que a interface permanece menos espessa. O controle desse crescimento é resultado do efeito combinado de barreira à difusão, elevada estabilidade térmica e energia de ativação do grafeno, que limitam o transporte atômico e retardam o espessamento do IMC.

Fonte: Próprio Autor

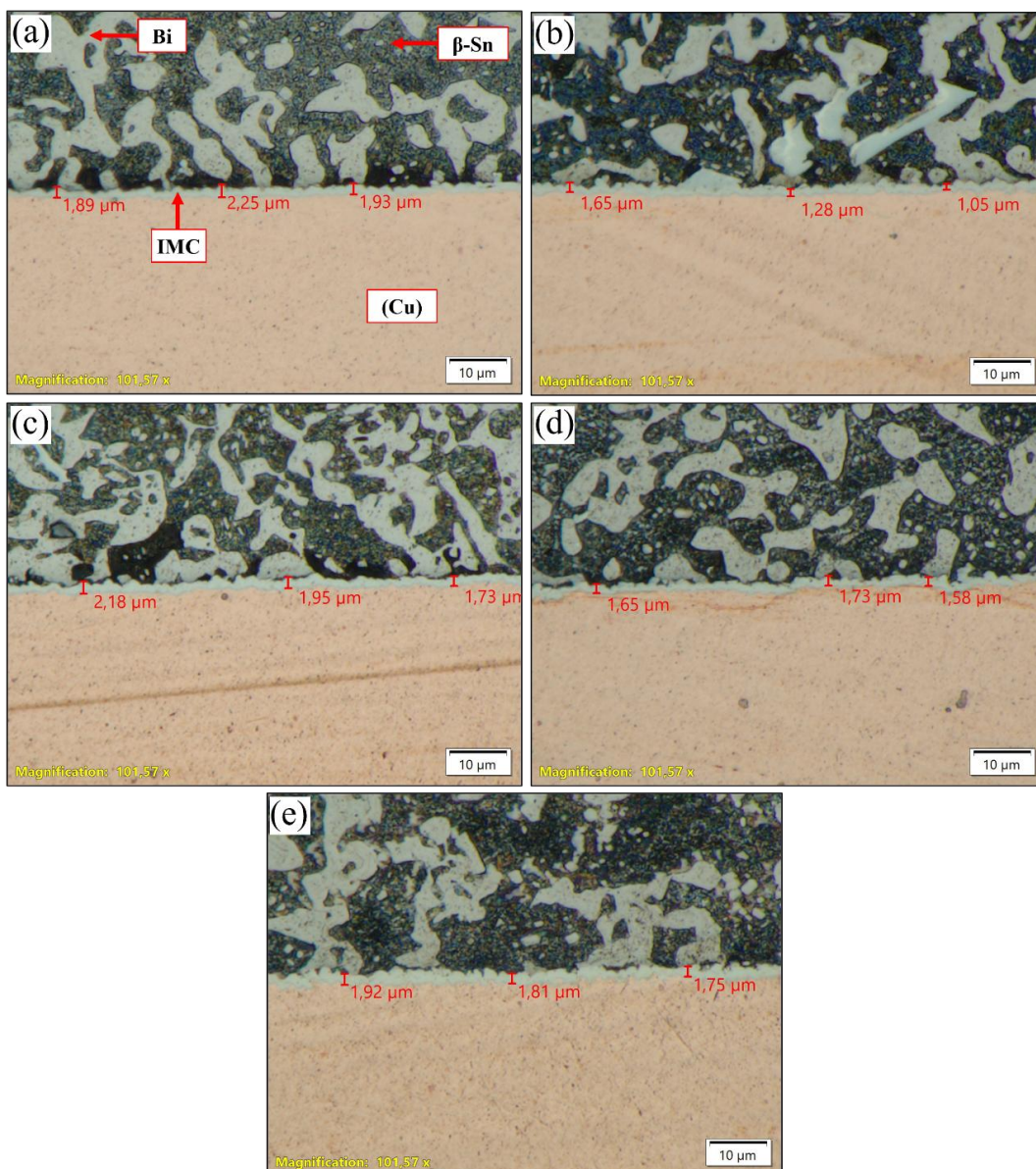


Figura 10. Cross-section da camada de IMC pós-ciclagem térmica das ligas de soldas Sn-Bi-xGNSs: x = (a) 0.0%, (b) 0.05%, (c) 0.1%, (d) 0.3% e (e) 0.5% em peso.

Fonte: Próprio Autor

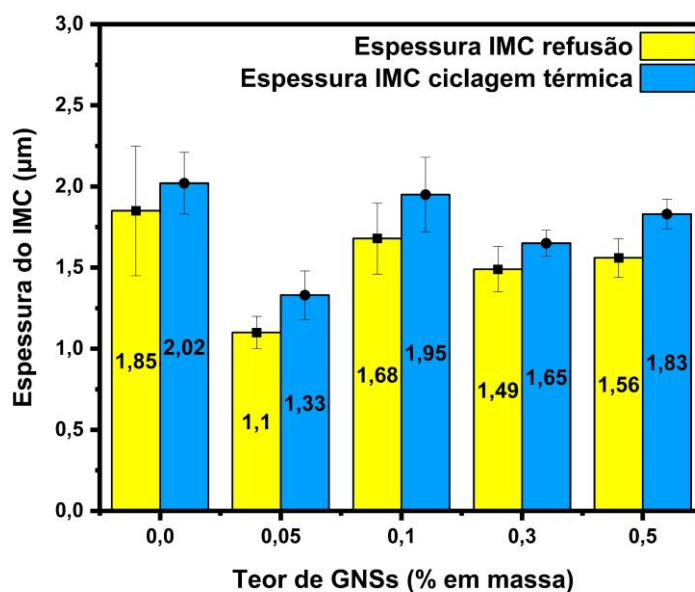


Figura 11. Espessuras média da camada IMC na junta de solda Sn-Bi-xGNSs refusão e ciclagem térmica.

3.8 Nanoindentação

A Figura 12 (a–b) apresenta os valores médios de microdureza Vickers (HV) e módulo de elasticidade (E) das ligas Sn–Bi–xGNSs, obtidos por nanoindentação nas condições de refusão e de ciclagem térmica.

Durante o refusão Figura 12(a), observa-se que a liga pura comercial com 0,0% apresentou microdureza média de 26,33 HV e módulo de elasticidade de 32,73 GPa. Com a incorporação de até 0,1% em peso de GNSs, ocorreu um aumento de 16% no módulo de elasticidade, atingindo 37,80 GPa, enquanto a microdureza manteve-se em torno de 26,33 HV. Esse incremento no módulo é atribuído à alta rigidez intrínseca das GNSs, ao refinamento da fase β -Sn primária e à maior homogeneidade da fase eutética, associadas à formação de interfaces Sn–GNSs bem aderidas, que atuam como zonas de restrição à deformação plástica (LI et al., 2023; RAD et al., 2024, MA et al., 2017), conforme discutido na Figura 6.

Para teores acima de 0,3% em peso, a microdureza e o módulo apresentaram tendência de queda, alcançando 25,17 HV e 31,30 GPa em 0,5% Figura 12(a). Essa redução é atribuída à aglomeração local das GNSs, observada nas microestruturas correspondentes, que gera heterogeneidade microestrutural e reduz a eficiência de transferência de carga entre as nanofolhas e a matriz metálica, conforme discutido na

Figura 6. Esses aglomerados comprometem o efeito de ancoragem das GNSs nas interfaces Sn/Bi, resultando em resposta mecânica menos uniforme (LI et al., 2023; RAD et al., 2024; YANG et al., 2020).

A Figura 12 (b) mostra o comportamento após a ciclagem térmica. Observa-se um leve declínio geral das propriedades mecânicas em comparação à condição de refusão: a microdureza da liga pura sem reforço reduziu-se de 26,33 para 26,07 HV, e o módulo de 32,73 para 20,89 GPa, indicando amaciamento térmico associado ao engrossamento das fases β -Sn e eutética (Sn + Bi), conforme discutido na Figura 7.

Nas amostras com 0,05 a 0,3% em peso de GNSs (Figura 12b), o módulo de elasticidade aumentou entre 37% e 53% em relação à liga sem reforço, sugerindo que as GNSs ainda atuam como estabilizadores microestruturais, preservando parcialmente a rigidez da matriz mesmo sob variações térmicas. Esse efeito é explicado pelo fato de que as GNSs, dispersas nas regiões interdendríticas, transferem carga mecânica e aumentam a densidade de discordâncias, resultando em melhoria do módulo e da microdureza (MA et al., 2017).

Já para 0,5% em peso, observa-se uma queda de aproximadamente 5%, indicando perda de eficiência do reforço devido à provável aglomeração das GNSs (LI et al., 2023; YANG et al., 2020).

De modo geral, os resultados indicam que a faixa ideal de reforço situa-se entre 0,05 e 0,1% em peso de GNSs, onde ocorre a otimização simultânea da microdureza, do módulo de elasticidade e da estabilidade microestrutural. Em concentrações superiores a 0,3%, a ineficiência de dispersão anula parcialmente o efeito de reforço.

Fonte: Próprio Autor

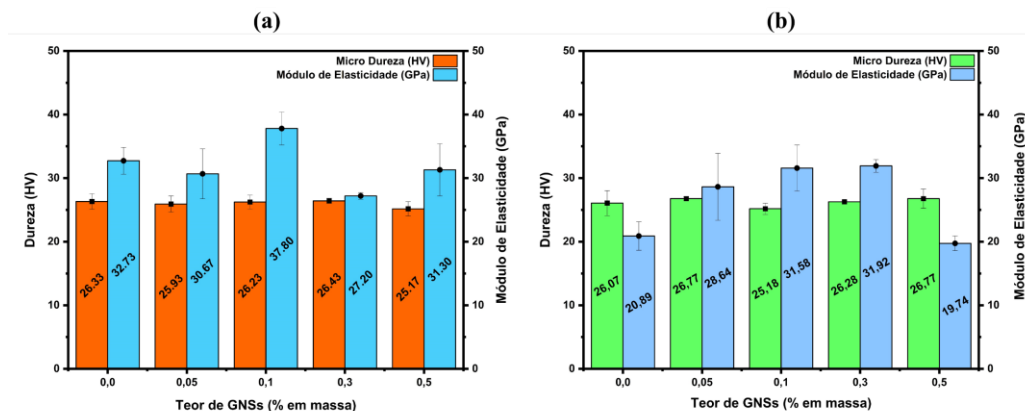


Figura 12. Microdureza Vickers e módulo de elasticidade na junta de solda Sn-Bi-xGNSs (a) pós-refusão e (b) pós-ciclagem térmica.

4. CONCLUSÃO

Esta pesquisa teve como objetivo geral avaliar a adição de GNSs na liga de solda Sn-Bi e seu efeito no crescimento da camada de IMC e microestrutura, sob efeito de ciclagem térmica. Com base nos resultados encontrados no desenvolvimento da pesquisa, pode-se indicar que o objetivo proposto foi alcançado.

Em relação aos principais resultados, tem-se que as análises microestruturais pós-refusão revelaram que todas as condições tiveram efeito de refinamento da microestrutura, a condição de 0,05% de GNSs, promovendo cerca de 8% de refinamento da fase β -Sn primária em relação a liga pura de 0,0% e melhor distribuição da fase eutética, os demais teores também promoveram refinamento em menor proporção.

Durante as análises microestruturais pós-ciclagem térmica, a composição 0,05% mantiveram maior homogeneidade microestrutural da fase β -Sn primária, com 9,7% de refinamento em relação a liga pura de 0,0%, com as GNSs atuando como barreiras à difusão e estabilizadores microestruturais da matriz Sn-Bi, já em teores superiores >0,3% houve a perda desse comportamento.

Na análise da camada de IMC pós refusão a composição de 0,05% de GNSs reduziu em mais de 40% a espessura da camada de IMC em relação à liga pura 0,0%, evidenciando o efeito barreira do grafeno à difusão da solda ao substrato da placa.

Na análise da camada de IMC pós-ciclagem térmica o comportamento foi o mesmo, com a composição de 0,05% sendo a melhor condição com 34% de redução da espessura da camada de IMC em relação à liga pura 0,0%. Os demais teores também promoveram redução do crescimento da camada de IMC.

Nos ensaios mecânicos, observou-se pós-refusão o comportamento constante da microdureza Vickers e o aumento do módulo de elasticidade em até 16% na composição com 0,1% em peso de GNSs, indicando a ação reforçante e estabilizadora das GNSs. Já pós-ciclagem térmica, observou-se também a estabilidade da microdureza Vickers sem muita variação, mas o módulo de elasticidade com aumento acima de 50% na composição com 0,3% em peso de GNSs.

Referentes às contribuições teóricas a pesquisa oferece evidências experimentais inéditas sobre a influência da nanocarga no refinamento microestrutural, controle do crescimento de compostos intermetálicos (IMCs) e estabilidade mecânica sob ciclagem térmica. A pesquisa amplia a compreensão dos mecanismos de nucleação heterogênea e barreira à difusão promovidos pelo grafeno, consolidando fundamentos teóricos que

apoiam a modelagem e otimização de ligas compósitas para aplicações eletrônicas avançadas, contribuindo com dados quantitativos e interpretações microestruturais que podem subsidiar futuras pesquisas nessa área.

5. REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E112-13: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshohocken: ASTM International, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E1382-97: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis. West Conshohocken: ASTM International, 1997.

CHAN, K. T.; NEATON, J. B.; COHEN, M. L. First-principles study of metal adatom adsorption on graphene. *Physical Review B*, v. 77, n. 23, 20 jun. 2008.

CHEN, W. et al. Advances in graphene reinforced metal matrix nanocomposites: Mechanisms, processing, modelling, properties and applications. *Nanotechnology and Precision Engineering*, v. 3, n. 4, p. 189–210, dez. 2020.

DELE-AFOLABI, T. T. et al. Recent advances in Sn-based lead-free solder interconnects for microelectronics packaging: Materials and technologies. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 25, p. 4231–4263, 1 jul. 2023.

GHODRATI, H.; GHOMASHCHI, R. Effect of graphene dispersion and interfacial bonding on the mechanical properties of metal matrix composites: An overview. *FlatChem*, v. 16, p. 100113, jul. 2019.

HONG, J. et al. Graphene as an atomically thin barrier to Cu diffusion into Si. *Nanoscale*, v. 6, n. 13, p. 7503–7511, 2014.

IPC-9701A: Performance Test Methods and Qualification Requirements for Surface Mount Solder Attachments. Bannockburn: IPC, 2006.

IPC-TM-650 Test Methods Manual, Method 2.1.1: Microsectioning, Manual. Bannockburn: IPC, 2010.

JAYESH SHANTHI BHAVAN, et al. EBSD Characterization of Graphene Nano Sheet reinforced Sn-Ag solder alloy composites. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 30, p. 2768–2780, 1 maio 2024.

KANG, M.-S.; KIM, D.-S.; SHIN, Y.-E. Suppression of the Growth of Intermetallic Compound Layers with the Addition of Graphene Nano-Sheets to an Epoxy Sn–Ag–Cu Solder on a Cu Substrate. *Materials*, v. 12, n. 6, p. 936–936, 21 mar. 2019.

LI, Y. et al. A Review on the Development of Adding Graphene to Sn-Based Lead-Free Solder. *Metals*, v. 13, n. 7, p. 1209–1209, 29 jun. 2023.

- LIANG, K. et al. Advances in micro/nanoparticle-enhanced Sn-based composite solders. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, v. 32, n. 9, p. 2043–2064, set. 2025.
- LIU, L. et al. Study on the Reliability of Sn–Bi Composite Solder Pastes with Thermosetting Epoxy under Thermal Cycling and Humidity Treatment. *Crystals*, v. 11, n. 7, p. 733–733, 24 jun. 2021.
- LIU, P.; GUO, W.; WU, P. Effects of GNSs addition on the electromigration of Sn58Bi and Cu-core Sn58Bi joint. *Journal of Materials Science*, v. 57, n. 32, p. 15598–15611, 1 ago. 2022.
- LIU, V. et al. Solder joint reliability performance study and shear characterization of low-Ag SAC lead-free solders for handheld application. *Materials Science in Semiconductor Processing*, v. 179, p. 108489–108489, 10 maio 2024.
- LOPES BANDEIRA, B.; REIS, D. L. Application of the SMED methodology for reducing setup time in the assembly of electronic components on printed circuit boards. *Revista e-TECH: Tecnologias para Competitividade Industrial*, v. 16, n. 1, 28 dez. 2023.
- MA, Y. et al. Effects of graphene nanosheets addition on microstructure and mechanical properties of SnBi solder alloys during solid-state aging. *Materials Science and Engineering: A*, v. 696, p. 437–444, jun. 2017.
- MA, Y. et al. Reinforcement of graphene nanosheets on the microstructure and properties of Sn58Bi lead-free solder. *Materials & Design*, v. 113, p. 264–272, jan. 2017.
- MARIA ABU BAKAR, et al. Significance of Intermetallic Compound (IMC) Layer to the Reliability of a Solder Joint, Methods of IMC Layer Thickness Measurements. *Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering*, p. 239–263, 1 jan. 2022.
- MOHD, et al. Formation and Growth of Intermetallic Compounds in Lead-Free Solder Joints: A Review. *Materials*, v. 15, n. 4, p. 1451–1451, 15 fev. 2022.
- MORROW, W. K.; PEARTON, S. J.; REN, F. Review of Graphene as a Solid State Diffusion Barrier. *Small*, v. 12, n. 1, p. 120–134, 2 nov. 2015.
- MOURATIDIS, T. The Effect of Joint Thickness on Intermetallic Growth in the In52Sn48(Liquid)/Cu(Solid) Diffusion Couple. *Journal of Electronic Materials*, v. 53, n. 1, p. 418–431, 8 nov. 2023.
- NASTRAN, M. et al. Liquid phase exfoliation of graphene using ammonia as an easy-to-remove additive in low-boiling organic-water co-solvent suspensions. *Communications Chemistry*, v. 8, n. 1, p. 161–161, 23 maio 2025.

QU, S. et al. Effects of soldering temperature and preheating temperature on the properties of Sn–Zn solder alloys using wave soldering. *Soldering and Surface Mount Technology*, 2 jul. 2024.

RAD, S. A. et al. Microstructure and mechanical behavior of Graphene NanoSheets enhanced lead-free Sn–0.3Ag–0.7Cu solder. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, v. 35, n. 20, 1 jul. 2024.

RAMANI MAYAPPAN; AMIRAH SALLEH. Intermetallic growth activation energy improvement in graphene doped Sn-3.5Ag solder. *Materials Letters*, v. 310, p. 131480–131480, 13 dez. 2021.

RANJAN, R.; BAJPAI, V. Graphene-based metal matrix nanocomposites: Recent development and challenges. *Journal of Composite Materials*, v. 55, n. 17, p. 2369–2413, 21 jan. 2021.

SHEN, Y.-A. et al. Graphene as a diffusion barrier at the interface of liquid–state low-melting Sn–58Bi alloy and copper foil. *Applied Surface Science*, v. 578, p. 152108–152108, 3 dez. 2021.

SUPERINTENDÊNCIA DA ZONA FRANCA DE MANAUS (SUFRAMA). Indicadores do Polo Industrial de Manaus – Relatório 2023. Manaus: SUFRAMA, 2024. Disponível em: <https://www.gov.br/suframa>

WANG, Y.; YAO, Y.; KEER, L. An analytical model to predict diffusion induced intermetallic compounds growth in Cu-Sn-Cu sandwich structures. *Theoretical and Applied Mechanics Letters*, v. 10, n. 1, p. 33–37, 1 jan. 2020.

WANG, Z. S. et al. Raman spectroscopy of few-layer graphene prepared by C₂–C₆ cluster ion implantation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, v. 307, p. 40–42, 23 mar. 2013.

WU, J. et al. Unravelling the synergistic enhancement effect of Ag₃Sn phase and graphene nanosheets addition on the thermal cycling reliability of Sn–xAg–0.7Cu solder joint. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, v. 35, n. 15, 1 maio 2024.

WU, W. et al. Recent advances on Raman spectroscopy of graphene: Towards biosensing applications. *Materials Chemistry and Physics*, v. 318, p. 129281–129281, 2 abr. 2024.

XU, L. et al. Effects of graphene nanosheets on interfacial reaction of Sn–Ag–Cu solder joints. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 650, p. 475–481, 25 nov. 2015.

XU, Y. et al. Liquid-phase exfoliation of graphene: An overview on exfoliation media, techniques, and challenges. *Nanomaterials*, v. 8, n. 11, p. 942, 15 nov. 2018.

YANG, D.; HUANG, Y. Interfacial intermetallic compound modification to extend the electromigration lifetime of copper pillar joints. *Frontiers in Materials*, v. 9, 4 jan. 2023.

YANG, W. et al. Effect of graphene nanosheets on the microstructure and mechanical properties of Sn-20Bi solder. *Materials*, v. 16, n. 4, p. 1550, 13 fev. 2023.

YANG, W. et al. Effect of graphene nanosheet addition on the wettability and mechanical properties of Sn-20Bi-xGNS/Cu solder joints. *Materials*, v. 13, n. 18, p. 3968, 8 set. 2020.

YU, D. Q.; ZHAO, J.; WANG, L. Improvement on the microstructure stability, mechanical and wetting properties of Sn–Ag–Cu lead-free solder with the addition of rare earth elements. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 376, n. 1–2, p. 170–175, ago. 2004.

ZHANG, C. et al. Study on Ni-GNSs enhanced Sn_{2.5}Ag_{0.7}Cu_{0.1}RE/Cu solder joints β -Sn grain orientation and interfacial IMC growth kinetics under constant temperature thermomigration. *Materials Characterization*, v. 205, p. 113263, nov. 2023.

ZHANG, H. et al. Effects of Ni-decorated reduced graphene oxide nanosheets on the microstructural evolution and mechanical properties of Sn-3.0Ag-0.5Cu composite solders. *Intermetallics*, v. 150, p. 107683–107683, 1 nov. 2022.