

**MEMORANDO DE OFERTA TECNOLÓGICA**

Nº PEDIDO INPI PI 1102980-3 A2

DEPÓSITO EM 07.06.2011

**TUBOS, DUTOS OU RISERS DE AÇO À  
BASE DE GRAFENO, MÉTODO DE  
FABRICAÇÃO DOS MESMOS E SUA  
UTILIZAÇÃO PARA O TRANSPORTE DE  
PETRÓLEO, GÁS E BIOCOMBUSTÍVEIS****INVENTORES****Nadia Khaled Zurba e André Luis Moreira de Carvalho****REQUERENTE****Universidade Estadual de Ponta Grossa****DEPARTAMENTO****Engenharia de Materiais (DEMA)****RESUMO**

Reporta-se o desenvolvimento de novos tubos, dutos ou risers de aço à base de grafeno, cujos produtos podem ser obtidos por um método de fabricação que consiste na adição de nanofolhas de grafeno, tratamento térmico, conformação da geometria tubular e jateamento superficial. Os referidos produtos foram criados para serem utilizados no transporte de petróleo, gás natural e biocombustíveis, em sistemas risers submarinos de águas profundas (>1500 m), com aplicação na indústria do petróleo.

**DESCRIÇÃO E CARACTERÍSTICAS PRINCIPAIS**

Os novos tubos, dutos ou risers de aço à base de grafeno são caracterizados por apresentarem uma exclusiva **composição química à base de grafeno** (FIGURA 1), com teores de carbono que variam entre 0.01 e 21.0%, composta por nanofolhas funcionalizadas. Tais produtos podem apresentar a espessura da parede, diâmetro e geometria variáveis. Estas características permitem obter tubos leves com paredes ultrafinas, por exemplo, para a passagem de fibras ópticas, variando a tubos com parede grossa, de elevada resistência, por exemplo, para o transporte de petróleo, com características muito superiores às obtidas por outros métodos. No presente método de fabricação, se aceita que diferentes parâmetros sejam ajustados ao longo do processo siderúrgico e metalúrgico, tendo por referência as normas técnicas vigentes e as respectivas utilizações de tais estruturas.

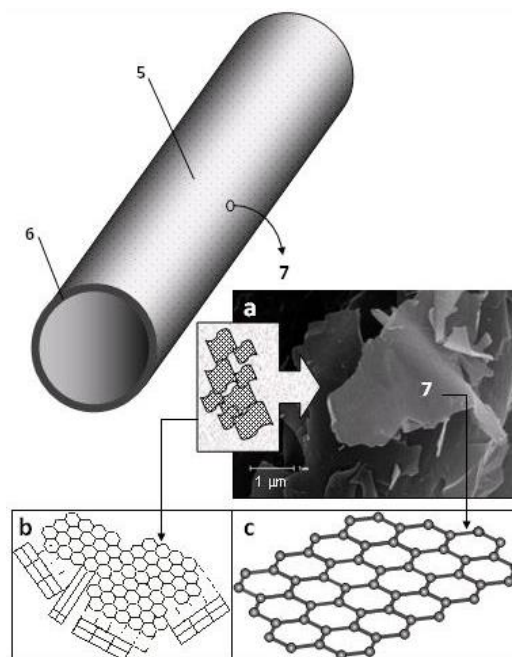


FIGURA 1. Tubo de aço à base de grafeno.

Tais parâmetros podem ser modificados, desde que satisfaçam à obtenção dos tubos, dutos ou risers à base de grafeno com as exclusivas características relativas dos produtos obtidos pela invenção, compreendidas por:

- (i) composição química e microestrutura;
- (ii) geometria tubular;
- (iii) propriedades mecânicas;
- (iv) acabamento superficial.

Nesta invenção, o exclusivo método de fabricação de tubos, dutos ou risers de aço à base de grafeno cumpre as seguintes etapas principais:

- a) Efetuar a mistura de pós com **adição de nanofolhas de grafeno, minérios de ferro e de elementos de liga**, para preparação da composição química do aço à base de grafeno; ou adicionar o grafeno no aço em estado líquido;
- b) Efetuar o **tratamento térmico** de sinterização da referida mistura à base de grafeno, quando o aço à base de grafeno é obtido, ou vertido na forma de lingotes;
- c) Efetuar a **conformação da geometria tubular**, com padrões exclusivos de espessura da parede e diâmetro do tubo;
- d) Efetuar o **acabamento superficial** dos tubos, dutos ou risers obtidos, por **jateamento** com granalhas de grafeno e obtenção de uma camada de **recobrimento multifuncional**.

No caso de conformação de peças tubulares por processo de fundição por centrifugação, a etapa (c) precede a etapa de sinterização (b).

## ASPECTOS INOVADORES

### **Obtenção de novos aços à base de grafeno, nomeadamente para aplicação em tubos, dutos ou risers.**

Refira-se que o grafeno é, por definição, um nanomaterial bi-dimensional (2D) que consiste em uma camada atômica de átomos de carbono (C) ligada quimicamente por ligações C—C do tipo  $sp^2$ . No grafeno, os átomos de C estão densamente embalados em um retículo planar composto por anéis aromáticos C6 formando uma “nanofolha”.

O grafeno foi sintetizado, experimentalmente, em laboratório, somente em 2004: os primeiros cientistas que conseguiram produzi-lo sinteticamente foram galardoados com o Prêmio Nobel de Física em 2010. O grafeno apresenta excepcionais propriedades físicas e eletrônicas.

Nesta patente, as propriedades projetadas de resistência mecânica, compreendida por valores teóricos na ordem de 2000 MPa (e que podem vir a atingir 50 GPa), e da sua apreciável resistência à corrosão, tornam os novos tubos, dutos ou *risers* de aço à base de grafeno fabricados pelo presente método uma vantagem competitiva para o segmento industrial metalúrgico. O exclusivo método permite obter tais estruturas com valores diferenciados de geometria, mais esbeltos, ou necessariamente muito mais robustos, dos que os produtos usualmente praticados no estado da técnica.

Os referidos tubos, dutos ou *risers* de aço à base de grafeno são caracterizados por apresentarem um recobrimento superficial que atribui propriedades diferenciadas, ao serem dotados, por exemplo, de:

- i) uma **camada resistente à corrosão, a ataques químicos, e/ou isolante térmica;**
- ii) e/ou uma **camada luminescente;**
- iii) e/ou uma **camada antibacteriana.**

Tais estruturas tubulares, luminescentes, possuem a capacidade de absorver a energia luminosa na claridade e emitir luz no escuro, de curta ou longa duração, e podem ser úteis como “**geo-marcadores**” de profundidade em sistemas submarinos, durante inspeções periódicas, utilizados de forma intercalada.

#### VANTAGENS COMPETITIVAS

**Método de fabricação em larga escala e de baixo custo.** Os novos tubos, dutos ou *risers* de aço à base de grafeno apresentam ampla aplicação na indústria do petróleo, gás e biocombustíveis, em sistemas *risers* terrestres *onshore* e dutos submarinos *offshore* de águas profundas (>1500 m), por exemplo, na exploração do pré-sal brasileiro. A exclusiva camada de recobrimento multifuncional luminescente confere a vantagem de serem utilizados com maior segurança no transporte de energia, por exemplo, no escuro, em sistemas subterrâneos, aceitando a aplicação de adesivos indicativos de gases perigosos ou produtos inflamáveis sobre a camada de recobrimento, o que lhes confere uma completa

auto-funcionalidade de sinalização luminescente, seja em ambientes marítimos, aéreos ou terrestres. Os novos produtos de aço à base de grafeno podem ser úteis em aplicações estruturais, automotivas, aeroespaciais ou transporte de energia. A sua utilização poderá contribuir para a preservação e sustentabilidade ambiental.

#### GRAU DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA

**Resultados laboratoriais.** Com vistas ao desenvolvimento dos referidos produtos, o trabalho experimental consistiu na preparação de **novos aços à base de grafeno (GBS)**, i.e. GBS-X70, GBS-X65 e GBS-X60, primariamente produzidos em ambiente laboratorial (LabMU-UEPG). Os novos aços foram preparados por metalurgia do pó, mediante a adição de nanofolhas funcionalizadas de grafeno, acrescentando 0.1% C (em peso) sobre os teores padrões dos aços microligados API 5L X70, X65 e X60, seguida de tratamento térmico. As amostras obtidas foram caracterizadas pelas técnicas de difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura acoplada à análise de energia dispersiva de raios-X (MEV-EDX), microscopia de força atômica e magnética (AFM-MFM), espectroscopia Raman e de luminescência. Os resultados indicam que as ligas GBS (basicamente de estrutura ferrítica) mostraram-se quimicamente estáveis a condições ambientais, para além de apresentarem evidências de propriedades magnéticas e de luminescência.

**Referência:** ZURBA NK, CARVALHO ALM, Graphene based steel alloy with nanosheet driven morphology (2012) *Elsevier – Submitted*

## INFRAESTRUTURA DISPONÍVEL – UEPG

A Universidade Estadual de Ponta Grossa dispõe de um Complexo de Laboratórios Multiusuário (CLABMU) composto por vários laboratórios que abrigam equipamentos científicos de médio e grande porte, dos quais se destacam:

- Microscópio de força atômica SHIMADZU;
- Espectrofotômetro de espalhamento Raman;
- Espectrofotômetro de absorção atômica VARIAN (modos de chama e forno de grafite);
- Espectrofotômetro UV/VIS;
- Espectrofotômetro de infravermelho;
- Difratorômetro de raios X;
- Sistema de liquefação de nitrogênio;
- Ultrafreezer;
- Ultracentrífuga refrigerada;
- Liofilizador;

## APARATO EXPERIMENTAL

Para além do CLABMU, as atividades são suportadas pelo seguinte aparato experimental:

### Caracterização Físico-Química

- Analisador de área superficial QUANTACHROME;
- Granulômetro a laser CILAS 920;
- Equipamento de análise térmica diferencial e gravimétrica NETZSCH STA 409;
- Dilatômetro NETZSCH 402;
- Fotômetro de chama MICRONAL;
- Porosímetro de mercúrio MICROMERITCS;
- Picnômetro de hélio ULTRACHROME, para medida de densidade real de sólidos;
- Difratorômetro de raios X SHIMADZU XRD 6000;
- Espectrofotômetro de fluorescência de raios X SHIMADZU EDX-700X;
- Espectrofotômetro de infravermelho NICOLET NEXUS 470;
- Analisador termomecânico TA 2940;
- Equipamento de calorimetria diferencial de varredura (DSC) SHIMADZU TA 60;
- Câmara de envelhecimento de polímeros;
- Espectrofotômetro UV-VIS.

### Caracterização Elétrica e Térmica

- Impedancímetro SOLARTRON;
- Fonte de tensão estabilizada;
- Fonte de alta tensão KEITHLEY;
- Equipamento para determinação de condutividade térmica por Laser Flash.

### Caracterização microestrutural

- Microscópio óptico metalográfico OLYMPUS;
- Microscópio óptico de reflexão e transmissão OLYMPUS com câmara CCD;
- Microscópio estereoscópio LEICA (150X);
- Microscópio eletrônico de varredura SHIMADZU SS 550, com sistema EDS acoplado.

### Caracterização Mecânica

- Máquina universal SHIMADZU AUTOGRAPH AGS (10 kN);
- Máquina universal SHIMADZU AUTOGRAPH AGS (250 kN);
- Máquina de ensaio mecânico NANNETI;
- Abrasímetro SERVITECH;
- Microdurômetro SHIMADZU HVM2;
- Microdurômetro LEICA;
- Durômetro Vickers e Brinell;
- Durômetro Shore;
- Máquina de ensaio Charpy;
- Máquina de fluência.

### Processamento de Materiais

- Equipamento para processamento de materiais compósitos por "*squeeze casting*";
- Fornos para sinterização JUNG e EDG (1200°C);
- Fornos para sinterização JUNG (1400 °C);
- Forno tubular LINDBERG (1100 e 1700 °C);
- Fornos tipo box LINDBERG (1700 °C);
- Forno para queima rápida;
- Forno para sinterização de metais;
- Equipamento para fabricação de filmes poliméricos por "*dip coating*";
- Prensa hidráulica NANNETI (30 t);
- Prensa isostática SCHULZ;
- Prensas (10 e 15 t);
- Moinho tipo martelo;
- Moinho excêntrico;
- Moinhos de bolas;
- Mini *Spray Drier*;
- Maromba de laboratório;
- Viscosímetro (cinemática com banho térmico);
- Injetora de termoplásticos BOY-55T;
- Extrusora de rosca simples;
- Viscosímetro BROOKFIELD;
- Laminador de metais;
- Moinho de alta energia SPEX 8000;
- Moinho com acessórios ATTRITOR;
- Moinho planetário FRISTCH;
- Câmara para micro espumação.

### Corrosão em Materiais

- Potenciostato/galvanostato e impedancímetro AUTOLAB.

#### DADOS DOS INVENTORES

**Dr. André Luis Moreira de Carvalho.** Possui graduação em Engenharia Mecânica pela Universidade de Taubaté (1992), mestrado em Engenharia Mecânica pela Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (1999), doutorado em Engenharia de Materiais pela Escola de Engenharia de Lorena, EEL-USP, (2004) e pós-doutorado pela Escola de Engenharia de São Carlos, EESC-USP (2006). Atualmente é Professor Adjunto (UEPG-DEMA). Tem experiência na área de Engenharia Mecânica e Materiais, com ênfase em Propriedades Mecânicas e Metalurgia Física, atuando nos seguintes temas: Fadiga, Tenacidade à Fratura, Tensões Residuais e Caracterização Microestrutural dos Metais.

**Dr<sup>a</sup> Nadia Khaled Zurba.** Possui doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade de Aveiro, Portugal (2006-2010). É (co)inventora de 12 patentes, autora de 25 marcas comerciais e diversas publicações, incluindo nas revistas *Nanotechnology* (IOP) e *Journal of Nanoengineering and Nanomanufacturing* (ASBP). Foi galardoada com 3 Prêmios de Mérito Científico, no Brasil e exterior. Tem experiência em Microscopia de Força Atômica (AFM) e Microscopia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (HR-TEM). Trabalha na síntese de nanotubos e nanoarames luminescentes. É Investigadora de Pós-Doutorado (UEPG-DEMA), onde desenvolve novos aços à base de grafeno para aplicação no transporte de Petróleo, Gás e Biocombustíveis. ■

#### TIPO DE COLABORAÇÃO SOLICITADA

**Licenciamento da patente.** Produção experimental em escala semi-industrial. Industrialização.

#### ESTADO DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL E INTELECTUAL

**Relatório Preliminar favorável à concessão do pedido de patente internacional PCT,** emitido pelo órgão competente da OMPI, em Genebra, Suíça.

#### FONTE DE FINANCIAMENTO PARA O DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA

**Nacional.** A invenção compreende os resultados das atividades desenvolvidas, no âmbito de investigação científica de Pós-Doutorado do Programa de Pós-Graduação de Engenharia e Ciências de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, sob financiamento com recursos próprios da Universidade e do Governo Brasileiro (MEC/MCT/PNP/DCPR/CAPES). ■

#### UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA & AGÊNCIA DE INOVAÇÃO E PROPRIEDADE INTELECTUAL – AGIPI

Avenida General Carlos Cavalcanti, N° 4748  
84.030-900 Uvaranas, Ponta Grossa – Paraná, BR  
Telefone: (42) 3220-3263; E-mail: [agipi@uepg.br](mailto:agipi@uepg.br)

#### Local e Data:

IPATINGA, 28 DE MAIO DE 2012.

O conteúdo deste documento não pode ser duplicado, usado ou publicado, no total ou em sua parte, para qualquer outro propósito que não de avaliação do potencial comercial da patente.

Este documento não tem valor legal, sendo meramente informativo. Em caso de conflito entre este documento e os contratos assinados pelo cliente com a UEPG, o contrato anula o que está contido neste documento.