



International Conference for
Academia and Industry Co-operation

20/11/2023 – 24/11/2023

São Luis - Maranhão - Brasil



International Meeting in Materials
Science and Engineering of Maranhão

**ESTUDO DE UM MATERIAL COMPÓSITO NANOESTRUTURADO,
CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E RESISTÊNCIA MECÂNICA DE
MICRODUREZA**

**STUDY OF A NANOSTRUCTURED COMPOSITE MATERIAL AND
MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION AND MECHANICAL
MICROHARDNESS RESISTANCE**

Luiz Gabriel da Silva Nascimento¹, Mário Vinicius Machado da Silva², Lourival Alves de Souza Neto³, Sandra Maria Santos de Oliveira Araujo⁴

1- Professor de engenharia de Materiais Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Para (IFPA) Doutor em. Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia, Universidade Federal do Para (UFPA). Belém, PA, Brasil

2 - Graduandos de Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Para (IFPA), Belém, PA, Brasil.

3- Professora de engenharia de Materiais Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Para (IFPA) Doutora em Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). São Paulo - SP, Brasil

autor¹:luiz.nascimento@ifpa.edu.br

RESUMO

Há milhares de materiais no mundo, muitos criados para alguma aplicação e solução de problemas na engenharia. Os materiais nanomateriais tem sido muito estudado pela diversidade de aplicação e suas vastas propriedades. Adicionando nanotubos de carbono em Matriz a base de alumínio, por meio de laminação, neste trabalho foi possível caracterizar a microestrutura de um material composto nanoestrutural. Para cada camada da Matriz metálica de Al-4,5% Cu, havia também uma camada de nanotubo. Os NTCs, são fixados na matriz porque a força imposta a eles no processo de laminação faz com que os mesmos, que possuem alta resistência mecânica, se agreguem pela tensão de laminação. A dureza do composto é maior do que a da Matriz. Análise de microscopia eletrônica de varredura mostra tubos agregados em várias direções. Visto na espectroscopia Raman que a intensidade do pico da Banda D é semelhante ao pico da banda G, e há um deslocamento da frequência devido às tensões impostas sobre os NTC'S.

Palavras-chave: *Nanotubo de carbono, Matriz metálica, caracterização estrutural e mecânica.*

ABSTRACT

There are thousands of materials in the world, many created for some application and solving problems in engineering. Nanomaterials have been widely studied due to their diversity of applications and their vast properties. By adding carbon nanotubes to an aluminum-based matrix, through lamination, in this work it was possible to characterize the microstructure of a nanostructural composite material. For each layer of the Al-4.5% Cu metallic Matrix, there

was also a nanotube layer. The NTCs are fixed in the matrix because the force imposed on them in the lamination process causes them, which have high mechanical resistance, to aggregate due to the lamination tension. The hardness of the compound is greater than that of the Matrix. Scanning electron microscopy analysis shows tubes aggregated in multiple directions. It is seen in Raman spectroscopy that the intensity of the D Band peak is similar to the G band peak, and there is a frequency shift due to the voltages imposed on the CNTs.

Keywords: Carbon nanotube, Metallic matrix, structural and mechanical characterization

INTRODUÇÃO

A investigação de ligas de alumínio tem um alto grau de importância, principalmente, quando é considerada a intensa procura pelas indústrias automobilística e aeroespacial, por produtos baseados em ligas leves, principalmente ligas de alto desempenho. Na atualidade, além das ligas metálicas, outros materiais que vem sendo muito estudado, compósitos de matriz metálica, inclusive com matriz de alumínio com reforço de fibras carbono [1] e reforçado com NTC, que apresentam excelente resistência mecânica [2]; [3] e [4]. Nanotubos de carbono são nanoestruturas únicas com propriedades mecânicas notáveis [5]. Essas novas moléculas, identificadas pela primeira vez por Iijima [6], são as mais rígidas, flexíveis e resistentes a tensões que já foram produzidas. A nanotecnologia vem despertando muito interesse nas comunidades científicas, e principalmente ao longo das últimas décadas muitos esforços foram feitos no sentido de atingir o tão desejado controle em nível atômico e molecular sobre os processos industriais. Com o surgimento dos materiais nanométricos, e em função deles, novas técnicas de caracterização foram projetadas e implementadas [6]; [7] e [8]. A diversidade das aplicações, reais ou potenciais, dos NTC's, assim como a necessidade de controlar as morfologias apropriadas para sua utilização, fazem da pesquisa nesta área do conhecimento um trabalho de característica eminentemente multidisciplinar, envolvendo fatores que definem o sucesso de suas aplicações. Desde sua descoberta, os nanotubos de carbono têm despertado grande interesse em pesquisas, o que aumentou exponencialmente o número de publicações científicas anuais. Atualmente, estudos sobre os nanotubos atravessam as fronteiras da Física, da Química, da Ciência de Materiais e até mesmo da Biologia, desenvolvendo-se em ampla diversidade de aplicações [9] e [10].

MATERIAIS E MÉTODOS

Nesse estudo, foram utilizados 475g de Alumínio e 25g de Cobre, para gerar a matriz metálica, e dois tipos de Nanotubos de Carbono, Paredes Múltiplas (MWCNT).

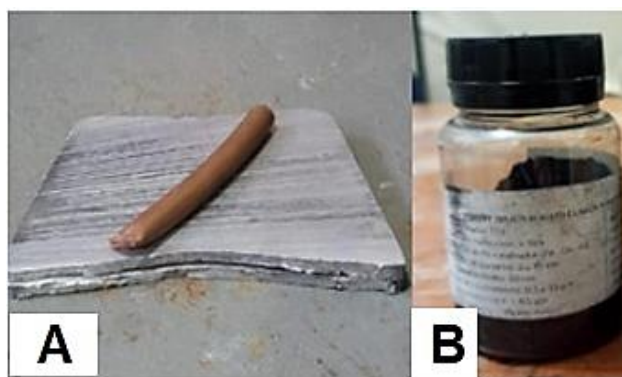


Figura 1: (A) Alumínio e Cobre cortados (B) Nanotubos de Carbono paredes múltiplas

A matriz foi fundida após os cálculos de massa (Figura 2A), após a solidificação, a liga matriz foi cortada em máquina serra fita (2B), posteriormente seguiu para a laminadora para a fabricação de uma pequena folha (Figura 2C), foram depositados NTC em toda a superfície dessa folha e ela foi enrolada tendo geometria cilíndrico-espiralada (Figura 2D), e novamente laminada para a obtenção do nanocompósito, onde os nanotubos ficaram presos entre as paredes da folha (Figura 2E). E por fim, foi novamente ao forno por 30 minutos à temperatura de 450 °C para recristalização dos grãos. Tais processamentos geraram duas amostras de nanocompósito com os NTCs de Paredes Múltiplas.

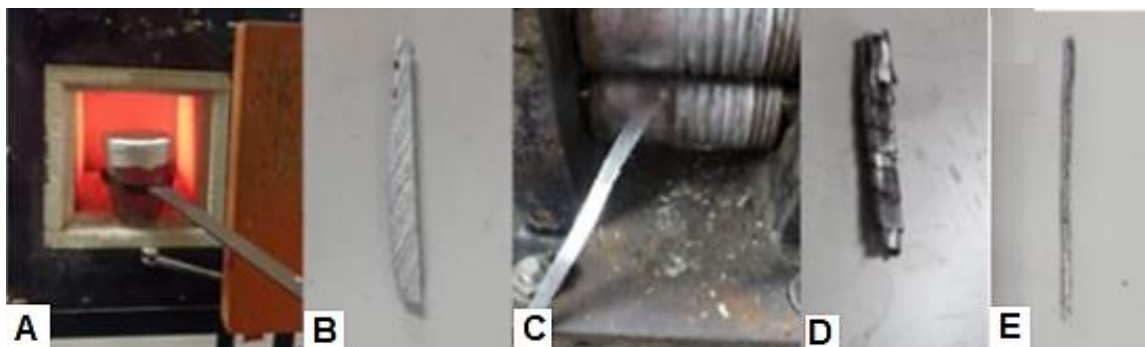


Figura 2: Fundição da Matriz (A); Matriz Cortada (B); Laminação (C); Folha já enrolada com NTCs (D); Nanocompósito Finalizado (E).

A preparação do nanocompósitos consistiu em embutimento, lixamento, polimento e ataque químico para a revelação da microestrutura com keller 2%. Depois da confecção dos Nanocompósitos, os corpos de prova foram preparados para análises de Microscópio Óptico (Figura 3A), Microscópio Eletrônico de Varredura (Figura 3B) .

Para verificação da existência de NTC na matriz Al-Cu foi utilizada a técnica de espectroscopia Raman. Esta técnica se aplica sobre o nanocompósitos onde se baseia na luz monocromática e de determinada frequência, que se espalha ao incidir sobre o material estudado. A análise foi feita no laboratório de Espectroscopia vibracional e altas Pressões da UFPA.

A máquina usada foi espectrômetro Jobin Y T64000 (Figura 3C), acoplado a um microscópio, através de geometria de retroespalhamento com resolução de 2 cm⁻¹. E para análise de dureza foi utilizado o microdurometro do Laboratório de caracterização dos materiais (LCAM - UFPA).



Figura 3 – A) Microscópio óptico, B) MEV, C) Espectrômetro Raman

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As imagens da (Figura 4 A, B e C), foram feitas por microscopia eletrônica de varredura, e revelam a estrutura dos pós de nanotubos. Foram medidos os diâmetros de alguns destes e a mensuração dos mesmos. Podemos observar que esses diâmetros variam de 4 a 10 nanômetros. Pode ver que os comprimentos desses tubos são bem maiores que seu diâmetro.

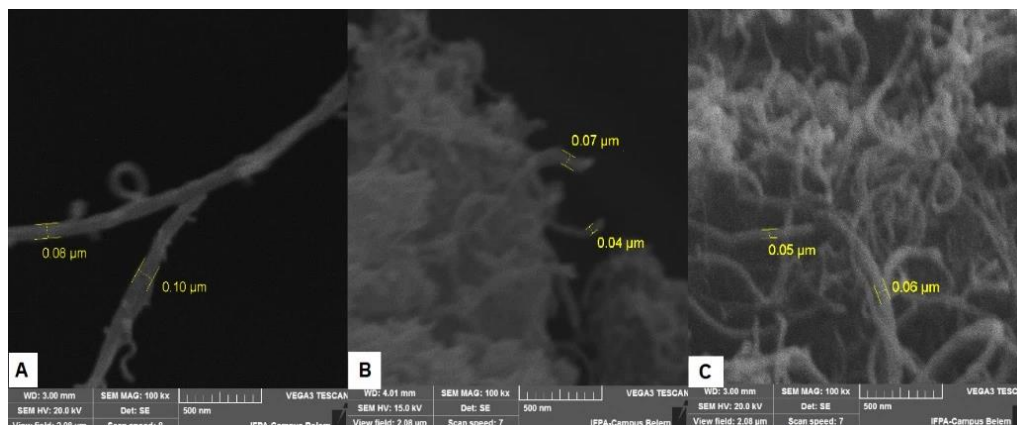


Figura 4 A, B e C: Imagens dos nanotubos vistas por meio do MEV

A imagem da figura 5, trata-se da micrografia do compósito na perspectiva de um corte transversal ao corpo de prova laminado. Observamos um composto tipo sanduíche, com duas Faces externas. Onde as linhas dessas faces não são retas devido a ação do laminador que foi unindo as faces e deixando estas de formas curvas e entre elas estão os tubos de NTC espalhados. As três setas da figura 5B, apontam para as faces em que se encontram os nanotubos de carbono reforçando a matriz do material.

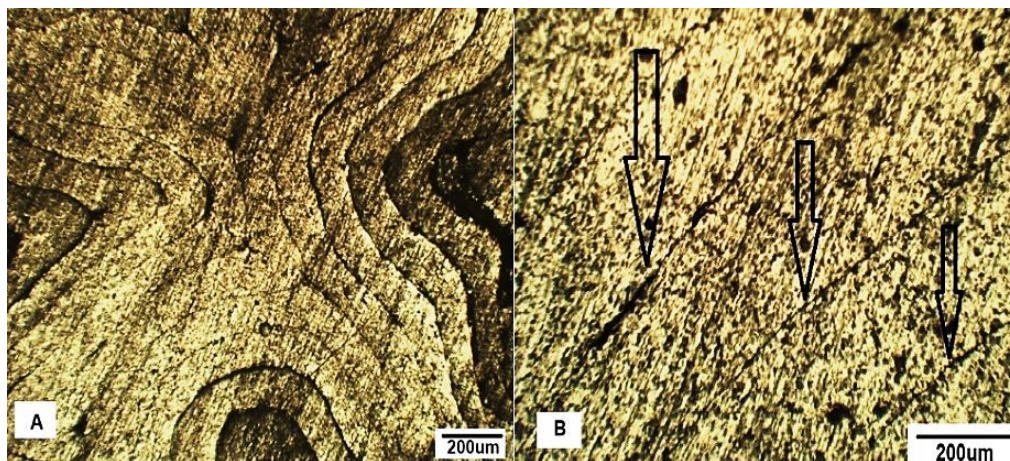


Figura 5: A) Micrografia do corte transversal do nanocompósitos, B) faces em que se encontram os NTCs reforçando a matriz do material

Para alívio de tensão em virtude da laminação sofrida o compósito foi levado ao forno a uma temperatura de aproximadamente 400 graus Celsius. Uma temperatura acima da temperatura de transformação. É possível enxergar na figura duas estruturas, uma estrutura mais externa do composto. Não conseguimos nessa parte mais externa enxergar as linhas da interface onde estavam os nanotubos. Essas linhas ainda são presentes na parte mais interna do compósito, talvez porque o tempo não foi suficiente para trazer mudança de estrutura.

Possivelmente os nanotubos das camadas exteriores impediram a transferência de calor para o

centro do composto (Figura 6). A adição de não todos não impediam a difusão de átomos de alumínio entre as interfaces externas

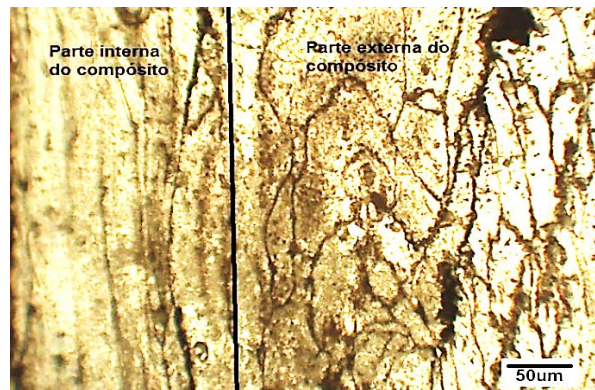


Figura 6: Diferença entre face interna e externa do compósito

Embora o processo de recristalização do material, as interfaces aparentemente foram camufladas, com ajuda de microscopia eletrônica de varredura espectroscopia de energia dispersiva, através de mapeamento, foi possível encontrar regiões ricas nanotubos. As paredes nanotubos tendem a se fragmentar quando expostas a temperatura próximas a 500 °C, no entanto as medidas do diâmetro dos tubos mostram um aumento significativo nesse parâmetro. Isso pode estar ligado a uma possível difusão de átomos de cobre ou de alumínio para estrutura dos NTCs durante o processo de recristalização e pela proteção dos tubos, pois não estão expostos sim dentro das faces (Figura 7 A e B).

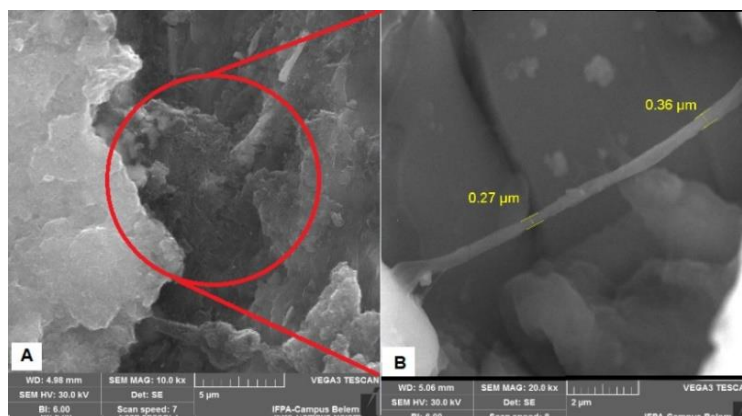


Figura 7 – A e B) Recristalização do material

A (figura 8A) traz a espectroscopia Raman, dos nanotubos utilizados para esse trabalho. Observa-se que a banda D é menor que a banda G, que a relação entre as intensidades é menor que 1. A Perda de parede pode transformar um NTC em carbono amorfo. A característica da espectroscopia Raman de um carbono amorfo, tem a sua intensidade de banda de com valores muito próximos ao da banda G. No entanto nem sempre esse comportamento para a espectroscopia quer dizer que houve perda nas paredes dos tubos. O que podemos observar é que os NTCs se encontram íntegros, então esse comportamento traduzido pela (Figura 8B), foi influenciado pela tensão que o laminador aplicou sobre o material deformado sua estrutura, ocasionando também deslocamento na frequência.

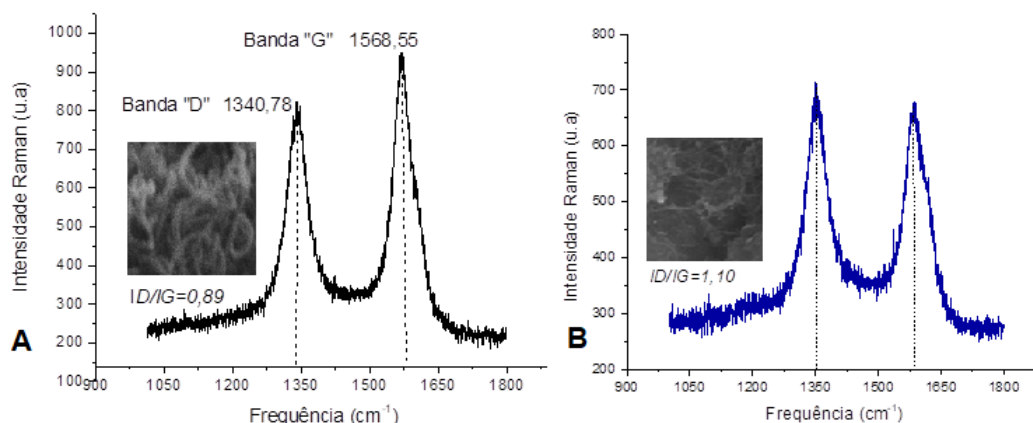


Figura 8 – A) Análise Raman do nanocompósitos sem laminação, B) Análise Raman do nanocompósitos depois da laminação a quente.

O gráfico de microdureza mostra a evolução na resistência após a recristalização do nano composto. O rearranjo estrutural proporcionou ao material existir melhor as solicitações mecânicas impostas. Como Matriz é de Al-Cu, os intermediários que existem na formação da estrutura tendem a se solubilizar aumentando a existência da Matriz. Além disso em cooperação os nanotubos também reagem a esforços externos entregando a matriz porções de sua propriedade. A resistência aumentou em 50% em relação ao composto que apenas foi laminado (Figura 9).

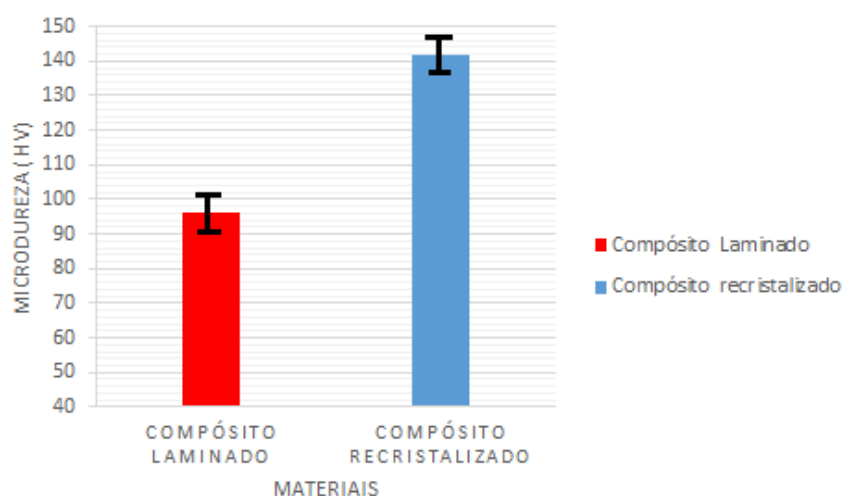


Figura 9 – Análise do ensaio de microdureza do nanocompósitos

CONCLUSÕES

O nanocompósito fabricado apresentou após a recristalização uma estrutura em que as faces onde se encontravam os nanotubos foram camufladas pelo surgimento dos novos grãos. As imagens de MEV revelam que houve um aumento dos diâmetros dos tubos, possivelmente pela difusão de átomos para dentro da estrutura. Além disso espectroscopia Raman, mostrou que a banda de defeito tem mesma intensidade aproximadamente igual a banda de qualidade dos NTCs, tal

fator se dá pela tensão que foi imposta pela laminação ao material, causando mudança estrutural dos tubos. Essa atenção aplicada causa um deslocamento nas bandas em relação à frequência. O material recristalizado apresentou um aumento de resistência aproximadamente 50% em relação ao que apenas foi laminado.

AGRADECIMENTOS

A Diretoria de Pós-graduação, Pesquisa e Inovação DPI, PIBICTI, PROPPG, IFPA, CNPq e ao laboratório de Espectroscopia vibracional e altas Pressões, Curso de Física- UFPA.

REFERÊNCIAS

- [1] LALET G, KURITA H, MIYAZAKI T, KAWASAKI A, SILVAIN J-F. Microstructure of a carbon fiber-reinforced aluminum matrix composite fabricated by spark plasma sintering in various pulse conditions. **J Mater Sci** 2014; 49:3268–75.
- [2] SIMÕES, SÓNIA ; VIANA, FILOMENA ; REIS, MARCOS A.L. ; VIEIRA, MANUEL F. , Improved dispersion of carbon nanotubes in aluminum nanocomposites. **Composite Structures** , v. 108, p. 992-1000, 2014.
- [3] Ajayan PM, Tour JM. Materials science: nanotube composites. **Nature** 2007;447(7148):1066–8.
- [4] KWON H, LEPAROUX M. Hot extruded carbon nanotube reinforced aluminum matrix composite materials. **Nanotechnology** 2012;23(41):415701 (10pp)
- [5] LOBO, A. O. ; ANTUNES, E. F. ; MARTIN, A.A. ; CORAT, E. J. . ESTUDO DE NANOTUBOS DE CARBONO (MWNTs) UTILIZANDO ESPECTROSCOPIA RAMAN DISPERSIVA E FT-RAMAN. In: Encontro Latino Americano de Iniciação Científica, 2004, São José dos Campos. LIVRO DE RESUMOS. São José dos Campos: UNIVAP, 2004. v. único. p. 298-301.
- [6] IJIMA, S.; Growth of carbon nanotubes, **Materials Science Engineering B.**, v.19, 172-80, 1993.
- [7] HERBST, M. H.; MACEDO, M. I. F.; ROCCO, A. M. Tecnologia dos nanotubos de carbono: tendências e perspectivas de uma área multidisciplinar, **Química Nova**, v. 27, n. 6, p. 986-992, 2004.
- [8] PIMENTA, M. A.; MARUCCI, A.; BROWN, S. D. M.; MATHEWS, M. J.; RAO, A. M.; EKLUND, P. C.; SMALEY, R. E.; DRESSELHAUS, G.; DRESSELHAUS, M. S.; Resonant Raman effect in single-wall carbon nanotubes, **Journal of Materials Research**, v.13, p. 2396-2404, 1998.
- [9] A.H.Javadi , Sh.Mirdamadi , M.A.Faghisani , S.Shakhesi. Investigation of New Method to Achieve Well Dispersed Multiwall Carbon Nanotubes Reinforced Al Matrix Composites. **World Academy of Science, Engineering and Technology** 59 2011
- [10] DOS REIS, MARCOS A. L. ; SARAIVA, A. C. F. ; VIEIRA, M. F. G. ; Del Nero, JORDAN . Study of Ink Paper Sensor Based on Aluminum/Carbon Nanotubes Agglomerated Nanocomposites. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology** , v. 12, p. 6955-6960, 2012.