

ESTUDO EXPERIMENTAL DE LUBRIFICANTE SINTÉTICO ADITIVADO COM NANOTUBOS DE CARBONO E AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS

Cleiton Rubens Formiga Barbosa Júnior ⁽¹⁾ (cleitonformiga@gmail.com), Cleiton Rubens Formiga Barbosa ⁽¹⁾ (crfb2019@gmail.com), Thiago da Silva André ⁽²⁾ (thiagoandreengmec@hotmail.com), Wertson da Silva Resende ⁽¹⁾ (wertson.resende.012@ufrn.edu.br), Edilson Marinho da Silva Júnior ⁽²⁾ (edilson.marinho01@gmail.com)

⁽¹⁾ Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN); Departamento de Engenharia Mecânica

⁽²⁾ Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN)

RESUMO: No mundo atual, com o crescente aumento da importância da preservação do meio ambiente, tem-se cada vez mais intensificado os esforços por melhores eficiências energéticas das máquinas. A redução do atrito é uma técnica bastante utilizada para atingir tal objetivo. Neste contexto, o uso de nanomateriais aditivados aos óleos lubrificantes convencionais tem despertado grande interesse da comunidade científica para minimizar o atrito em componentes de máquinas (refrigeradores, motores, compressores, bombas etc). Na presente pesquisa propõe-se investigar os efeitos no coeficiente de atrito e desgaste de componentes decorrentes da adição de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs) a um óleo lubrificante de poliéster (POE), originalmente desenvolvido para aplicação em compressores de refrigeração. Os (MWCNTs) foram dispersos em óleo POE nas concentrações de 0,10 g/L, 0,25 g/L, 0,50 g/L e 1,00 g/L. Em testes de lubricidade HFRR sob mesmas condições, o nanolubrificante (MWCNTs/POE) de 1,00 g/L teve o melhor desempenho tribológico entre todas as amostras de nanolubrificantes testadas, com área de cicatriz de desgaste da esfera de aço (WSD) 3,04% maior quando comparada àquela obtida com o óleo POE.

PALAVRAS-CHAVE: nanolubrificante, nanotubos de carbono, coeficiente de atrito, desgaste, lubricidade.

EXPERIMENTAL STUDY OF SYNTHETIC LUBRICANT ADDITED WITH CARBON NANOTUBES AND EVALUATION OF TRIBOLOGICAL PROPERTIES

ABSTRACT: In today's world, with the increasing importance of preserving the environment, efforts to improve the energy efficiency of machines have increasingly intensified. Friction reduction is a technique widely used to achieve this objective. In this context, the use of nanomaterials added to conventional lubricating oils has aroused great interest in the scientific community to minimize friction in machine components (refrigerators, engines, compressors, pumps, etc.). In the present research, it is proposed to investigate the effects on the coefficient of friction and wear of components resulting from the addition of multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) to a polyester lubricating oil (POE), originally developed for application in refrigeration compressors. The (MWCNTs) were dispersed in POE oil at concentrations of 0.10 g/L, 0.25 g/L, 0.50 g/L and 1.00 g/L. In HFRR lubricity tests under the same conditions, the 1.00 g/L nanolubricant (MWCNTs/POE) had the best tribological performance among all nanolubricant samples tested, with steel ball wear scar area (WSD) 3.04% higher when compared to that obtained with POE oil.

KEYWORDS: nanolubricant, carbon nanotubes, coefficient of friction, wear, lubricity.

1. INTRODUÇÃO

O atrito é uma das principais causas de perda de eficiência energética em sistemas mecânicos. Normalmente, os elementos da máquina falham em razão do desgaste excessivo. Portanto, uma lubrificação mais eficiente é essencial para aumentar a eficiência do uso de energia e a confiabilidade dos sistemas mecânicos.

Neste contexto, a adição de nanomateriais aos óleos lubrificantes comerciais pode melhorar a qualidade das suas propriedades tribológicas, reduzindo o atrito e o desgaste e aumentando a vida útil de componentes mecânicos. A literatura especializada tem relatado numerosos exemplos de características antifricção e antidesgaste melhoradas de uma variedade de nanomateriais usados como aditivos lubrificantes, incluindo metais, óxidos metálicos, não metais e assim por diante.

A maioria dos estudos mostra que a adição de nanopartículas aos lubrificantes pode melhorar significativamente o desempenho da lubrificação, reduzindo tanto o atrito como o desgaste, permitindo assim uma maior capacidade de carga.

Mecanismos incluindo adsorção de superfície, penetração em asperezas e reação triboquímica para reduzir o desgaste, bem como efeito de tamanho, efeito coloidal, esfoliação, película protetora e efeito de terceiro corpo para reduzir o atrito, têm sido propostos para explicar o desempenho superior de lubrificantes aditivados com nanopartículas.

Bonu *et al.* (2016) relatam que a lubrificação com nanolubrificantes é uma nova abordagem para melhorar a eficiência energética de interfaces deslizantes, o que é útil para reduzir o atrito e o desgaste dos elementos da máquina. Eles estudaram a adição de óleo POE com nanopartículas de óxido de 25nm (SnO_2) e concentração de 0,03 mg/ml, que mostraram redução significativa no coeficiente de atrito e desgaste de até 38% e 42%, respectivamente, em comparação com óleo sintético puro. Esses pesquisadores ainda são categóricos ao afirmar que a eficiência da lubrificação depende do tamanho dos NPs, da estabilidade da dispersão e da concentração das nanopartículas em suspensão no óleo lubrificante.

Vakis *et al.* (2018) publicaram uma revisão com recentes desenvolvimentos no campo da tribologia envolvendo vários fenômenos físicos, químicos e mecânicos em diferentes escalas. Eles investigaram a natureza multifísica das interações no tribo-sistema onde os seguintes tipos de fenômenos podem ocorrer na interface tribológica ou em sua vizinhança imediata: mecânicos (sólidos e fluidos), térmicos, eletromagnéticos, metalúrgicos, quânticos e outros.

Alves *et al.* (2018) em pesquisa experimental com óleo PAO aditivado com nanopartículas de óxido de cobre (CuO) mostraram que é possível reduzir o coeficiente de atrito ou desgaste utilizando esses nanomateriais.

Atualmente existem diferentes métodos para determinar a lubricidade de um óleo lubrificante disponíveis no mercado. O método de avaliação da lubricidade por meio de sonda de deslocamento alternado de alta frequência (método HFRR) é um dos mais utilizados pelos pesquisadores.

Farias *et al.* (2011) relatam que lubricidade é um termo qualitativo que descreve a capacidade de um fluido afetar o atrito entre superfícies sob carga e com movimento relativo, bem como o desgaste nessas superfícies.

O método de lubricidade HFRR (High Frequency Reciprocating Rig) simula o regime de lubrificação limítrofe da curva de *Stribeck* para avaliar a capacidade do óleo lubrificante de reduzir o atrito e o desgaste do par tribológico resultante da substituição do contato seco pelo contato fluido, entre duas superfícies sólidas em movimento relativo.

1.1 Objetivos

A presente pesquisa experimental teve como objetivos a síntese de lubrificante aditivado com diferentes concentrações de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs) e a determinação da sua lubricidade em tribômetro HFRR.

1.2 Justificativas

Muitos pesquisadores têm destacado a maior capacidade de nanolubrificantes com relação à redução e desgaste de pares tribológicos contribuindo para melhoria da eficiência energética e aumento da vida útil de máquina e equipamentos nos segmentos comercial e industrial, em comparação com lubrificantes convencionais (BONU *et al.*, 2016).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais do nanolubrificante

A Figura 1 mostra o óleo lubrificante sintético poliéster (POE 160PZ) utilizado como fluido base na formulação de amostras de nanolubrificante, objeto desta pesquisa, sendo produzido pela *Danfoss* e tem sua principal aplicação na lubrificação de compressores de refrigeração sendo compatível com vários fluidos refrigerantes (R134a R404a. R507, R508b, R407c e R410a) (BARBOSA JÚNIOR, 2018), (ALMEIDA, 2015).

FIGURA 1. Características e especificações do óleo sintético POE 160PZ

Property	Specification	Test method
Viscosity at 40 °C	30 – 33 cSt	ASTM D 445
Viscosity at 100 °C	5.5 cSt	ASTM D 445
Density at 15.6 °C	0.989 g/ml	ASTM D 4052
Colour	200	ASTM D 1209
Pour point	-54 °C	ASTM D 97
Flash point	244 °C	ASTM D 93
Dielectric strength at 25 °C	46kV (min)	ASTM D 1816
Acid value (Tan)	0.12 mgKOH/g (max)	ASTM D 974

Fonte: Barbosa Júnior (2018)

De acordo com a literatura especializada, os nanomateriais mais utilizados na formulação de nanofluidos são nanotubos de carbono de parede simples ou múltipla (MWCNTs, SWCNTs), óxidos de alumina ou alumínio (Al_2O_3) e óxidos de titânio (TiO_2), por apresentarem excelente propriedades termofísicas.

A Figura 2 apresenta as principais características dos nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs) que foram utilizados na formulação das amostras de nanolubrificantes desta pesquisa, sendo fabricados pela *Nanostructured & Amorphous Materials* na forma de nanomateriais seco, com emprego da técnica de deposição química de vapor (CVD) (BARBOSA JÚNIOR, 2018), (HOLANDA, 2018), (AZEVEDO *et al.*, 2017).

FIGURA 2. Características e especificações de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs)

Characteristics	MWCNTs
Purity (%)	97
Color	Preta
Molecular mass (g/cm^3)	101.96
Average particle diameter (nm)	20-40
Tube length (μm)	50
Density (Kg/m^3)	2,10
Thermal conductivity ($\text{W}/\text{m.K}$)	4000
Specific heat ($\text{J}/\text{Kg.K}$)	773
Specific surface área (cm^2/g)	223

Fonte: Barbosa Júnior (2018)

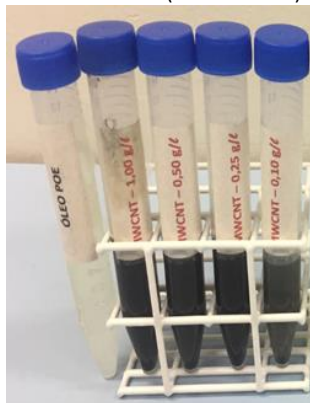
2.2 Síntese do nanolubrificante

Para obtenção das amostras de nanolubrificante aditivado com nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs/POE), objeto desta pesquisa, foi empregado um método simples e de baixo custo realizado em duas etapas. (BARBOSA JÚNIOR *et al.*, 2022).

A primeira etapa de obtenção do nanolubrificante proposto compreende o processo de produção do nanomaterial sólido, isto é, a fabricação dos nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs).

A segunda etapa consiste a formulação das amostras de nanolubrificante (MWCNTs/POE) da Figura 3 com diferentes concentrações de nanomateriais, a partir de seus constituintes (nanotubos de carbono de paredes múltiplas + fluido base) que foram adquiridos no comércio e possui a seguinte sequência de execução:

FIGURA 3, Amostras de nanolubrificantes (MWCNTs/POE) com diferentes concentrações de (MWCNTs) e amostra de fluido base (Óleo POE)



Fonte: Barbosa Júnior (2018)

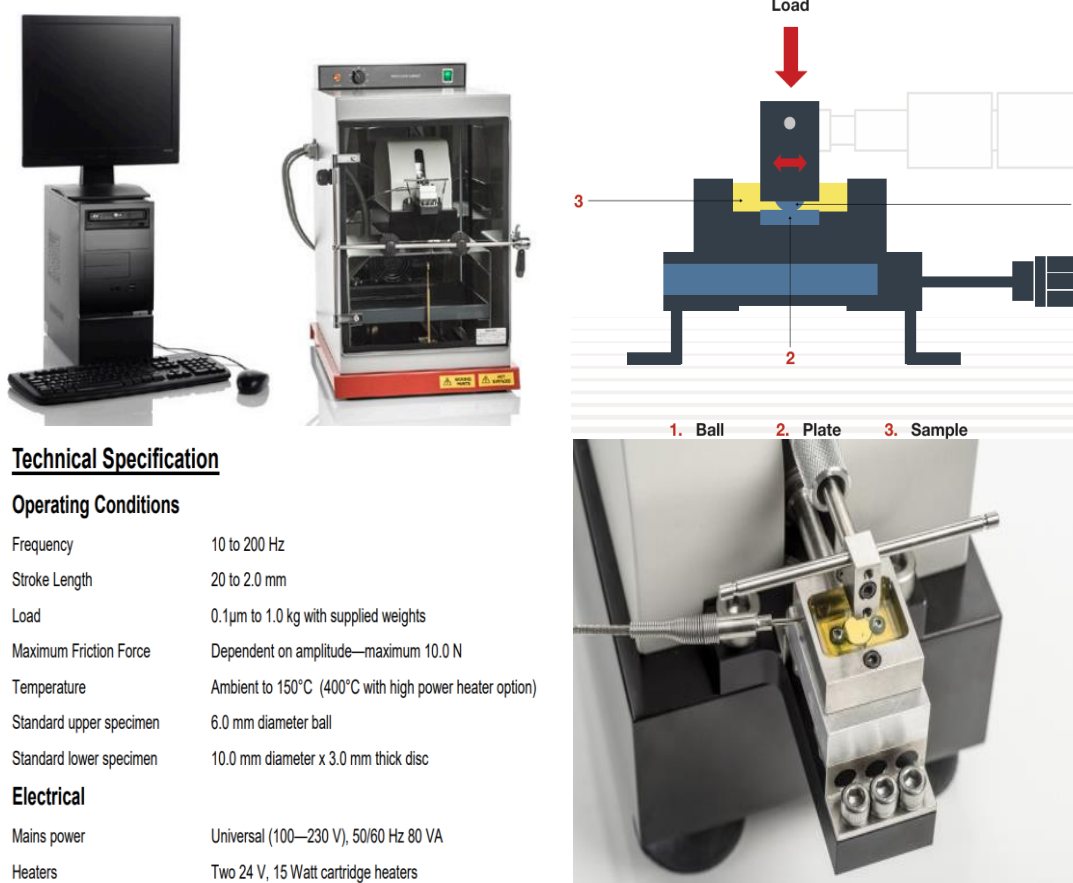
1. Medição da massa dos nanopós: a massa de nanotubos de carbono (MWCNTs), correspondente à concentração em (g/L) das amostras de nanolubrificantes, foi medida em balança digital com resolução de 0,0001g;
2. Medição do volume do fluido base: a medição do volume de 100 ml do fluido base (óleo POE 160PZ) foi realizada com micropipeta e becker graduado;
3. Mistura dos nanotubos de carbono ao fluido base: após a inserção dos nanotubos no fluido base, os nanotubos (MWCNTs) são misturadas ao óleo POE 160PZ com o auxílio de um bastão de vidro;
4. Desfragmentação de nanomateriais: para atenuar as aglomerações e melhorar a estabilidade das amostras, todas as amostras de nanolubrificantes foram submetidas a ultrassom de imersão com amplitude de vibração de 10%, com duração de 1 hora;
5. Dispersão das nanomateriais no fluido base: a etapa final da síntese dos nanolubrificantes foi a dispersão dos nanotubos de carbono no meio líquido (fluido base) por meio de agitador magnético rotativo, com rotação de 450 rpm e duração de 24 horas.

2.3 Teste de lubricidade HFRR

Com base nas normas ASTM D6079-99 e ISO 12156-1:1997 são estabelecidas as especificações e as características geométricas, dimensionais e os materiais do par tribológico (esfera/placa) para realização dos testes de lubricidade HFRR das amostras dos nanolubrificantes.

A esfera e a placa (par tribológico) de aço são inseridas, respectivamente, nos suportes superior e inferior do tribômetro HFRR da Figura 4. A amostra de nanolubrificante é adicionada na cuba do suporte inferior e aplicada a carga do teste. As demais condições do teste de lubricidade HFRR são definidas pelo usuário via software do tribômetro.

FIGURA 4. Tribômetro HFRR: (a) Foto do equipamento (b) Diagrama esquemático (c) Especificações (d) Par tribológico e suportes



Fonte: Barbosa Júnior (2018)

Durante um teste de lubricidade pelo método HFRR, a esfera de aço (corpo de prova) é friccionada contra a placa (contra corpo) e a força de atrito é mensurada usando um conversor de força piezoelétrico e registrada pelo software. Ao final do teste, a área da cicatriz de desgaste na esfera de aço é medida para determinação da lubricidade da amostra do nanolubrificante.

Durante o teste HFRR, a esfera de aço duro desliza contra o disco de aço macio com curso de 1,00 mm a uma frequência de 20 Hz e velocidade de deslizamento de 0,01 m/s durante 1 hora.

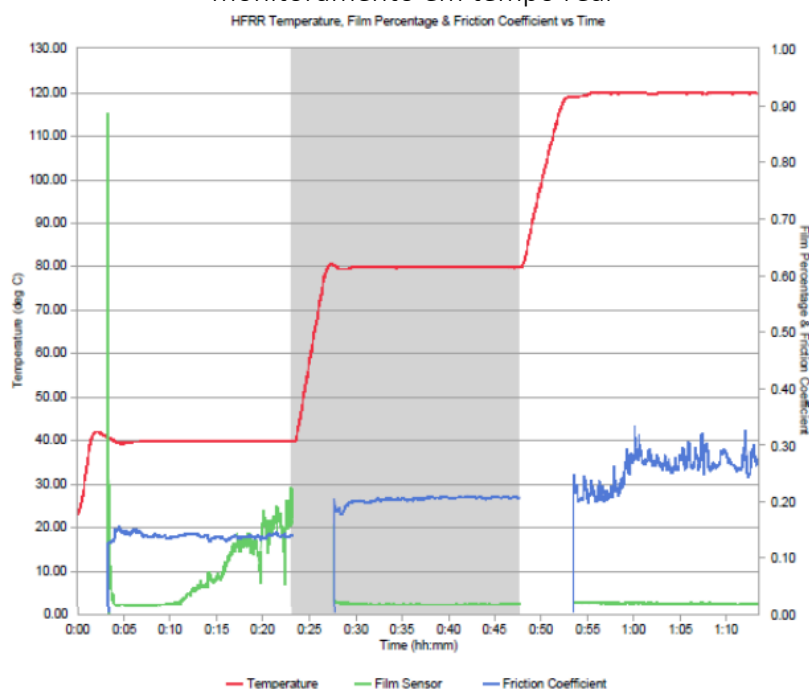
O par tribológico (esfera/placa) são totalmente submersos em 2,0 ml de amostra do nanolubrificante com carga normal de 2 N. A temperatura do nanolubrificante é mantida praticamente constante em 50 °C durante o teste de lubricidade HFRR.

A lubricidade de cada amostra de nanolubrificante testado foi analisada em função dos valores médios do coeficiente de atrito e da área da cicatriz de desgaste da esfera de aço (WSD).

As superfícies de contato do par tribológico (esfera/disco) foram imersas integralmente na amostra de fluido de teste (nanolubrificante ou óleo POE).

O teste de lubricidade se desenvolve de forma totalmente automática e os parâmetros de desempenho (coeficiente de atrito, espessura do filme do nanolubrificante de teste, temperatura de contato etc.) são exibidos na tela do PC do tribômetro HFRR para monitoramento, em tempo real, das variáveis de interesse, conforme apresentado na Figura 5.

FIGURA 5. Parâmetros do teste de lubricidade HFRR com monitoramento em tempo real



Fonte: Barbosa Júnior (2018)

O coeficiente de atrito e a espessura do filme foram coletados a uma taxa de 1 segundo através do sistema de aquisição de dados do tribômetro e a cicatriz de desgaste da esfera (WSD) medida após o término do teste de lubricidade HFRR.

Para tanto, a esfera de aço é removida e limpa após o término do teste HFRR para mensuração da área da cicatriz de desgaste (WSD) com auxílio de um microscópio óptico com ampliação de 100X, com base na média dos diâmetros da cicatriz de desgaste nas direções dos eixos X e Y.

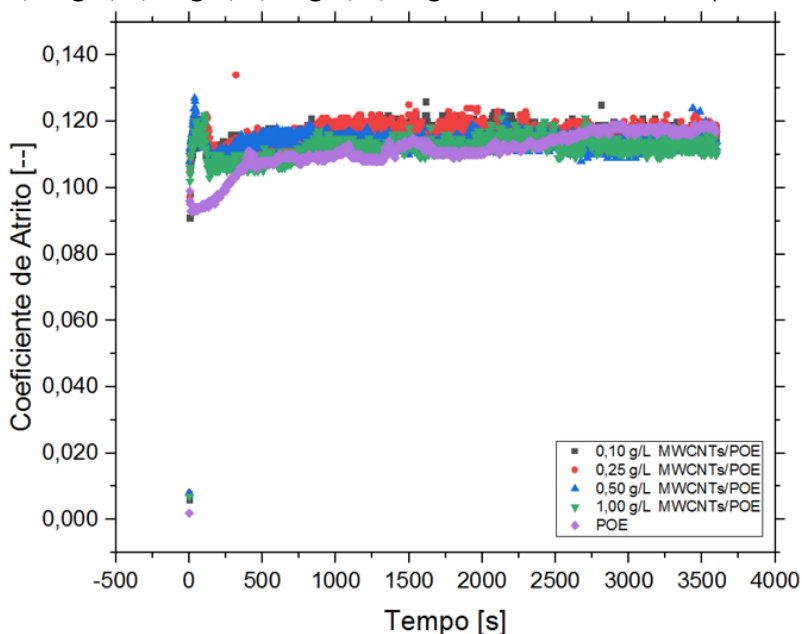
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O coeficiente de atrito e o WSD foram os parâmetros utilizados para avaliar a lubricidade do fluido base (óleo POE) e das amostras do nanolubrificantes com diferentes concentrações de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs).

A automação do teste de lubricidade HFRR possibilitou a reprodução do teste igualmente para todas as amostras de nanolubrificantes, sem interferência do operador, permitindo aumentar o nível de confiabilidade e reprodutibilidade dos resultados obtidos.

A Figura 6 mostra que o gráfico do coeficiente de atrito dos nanolubrificantes e óleo POE *versus* tempo assume a forma de uma “nuvem” de pontos. Este aspecto de nuvem é causado pela grande densidade de pontos representados no gráfico para cada nanolubrificante testado.

FIGURA 6. Gráfico do Coeficiente de atrito dos nanolubrificantes (MWCNTs/POE) com concentração de 0,10 g/L, 0,25 g/L, 0,50 g/L, 1,00 g/L e do fluido base (óleo POE) *versus* tempo.



Fonte: Barbosa Júnior (2018)

Foram obtidas 3.600 leituras do coeficiente de atrito para cada amostra de nanolubrificante em 01 hora de teste. Na Figura 6 é observado que em todos os testes de lubricidade do HFRR, o coeficiente de atrito dos nanofluidos apresentou tendência de crescimento suave com o tempo.

Analisando a Figura 6, observa-se claramente nos instantes iniciais do ensaio de lubricidade HFRR uma maior instabilidade (dispersão) dos valores do coeficiente de atrito para todas as amostras de nanolubrificante inclusive do fluido base. Esta instabilidade é muito comum de ocorrer pois durante a fase de “running” apresenta elevado grau de transição.

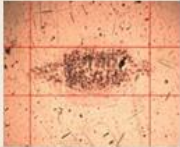
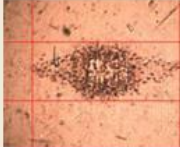
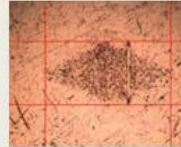
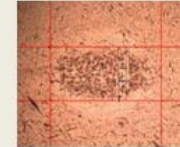
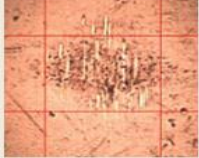
A partir do instante de tempo de 500 seg., verifica-se maior estabilidade nos valores do coeficiente de atrito de todos os nanolubrificantes, e uma leve tendência de crescimento dos valores do coeficiente de atrito na medida em que o tempo de teste avança.

Comparando os valores do coeficiente de atrito dos nanolubrificantes e do óleo POE, no gráfico da Figura 6, pode-se observar também que praticamente até o instante de tempo 2500 seg., o óleo POE apresenta menores coeficientes de atrito comparativamente aos nanolubrificantes testados.

Mas a partir do instante de tempo 2500 seg., os valores do coeficiente de atrito dos nanolubrificantes com concentração de 0,50g/L e 1,00 g/L são ligeiramente menores em relação ao óleo POE, indicando uma provável tendência de melhoria das condições de lubrificação do par tribológico em decorrentes da adição dos nanotubos de carbono ao óleo POE.

A Figura 7 mostra imagens das menores cicatrizes de desgastes (WSD) das esferas de aço obtidas em microscópio óptico do tribômetro HFRR com ampliação de 100X, durante os testes dos nanolubrificantes de (MWCNTs/POE)) de diferentes concentrações e do fluido base (óleo POE).

FIGURA 7. Imagens das áreas das cicatrizes de desgaste (WSD) da esfera de aço dos testes de lubricidade HFRR de amostras dos nanolubrificantes (MWCNTs/POE) e do óleo POE.

	0,10	0,25	0,50	1,00
MWCNTs/POE				
	205µm 83µm WSD 144µm	230µm 92µm WSD 161µm	194µm 98µm WSD 146µm	177µm 86µm WSD 132µm
ÓLEO POE				
	155µm 100µm WSD 128µm			

Fonte: Barbosa Júnior (2018)

O nanolubrificante com concentração de 1,00 g/L apresentou a menor cicatriz de desgaste na superfície da esfera com WSD de 132 µm . O óleo POE apresentou cicatriz de desgaste da esfera

de aço com WSD de 128 μm , sendo este o menor WSD obtido comparativamente aos demais nanolubrificantes testados nas mesmas condições.

No teste HFRR, o óleo POE apresentou a menor cicatriz de desgaste da esfera de aço e até 2500 segundos obteve também os menores coeficientes de atrito comparativamente aos nanolubrificantes testados.

4. CONCLUSÕES

Ao final deste estudo experimental sobre lubrificante (óleo POE) de compressores de refrigeração aditivado com nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs) em diferentes concentrações e determinação da lubricidade pelo método HFRR, foi possível estabelecer as seguintes conclusões:

- I. A preparação das amostras de nanolubrificantes propostos pelo método de "duas etapas" utilizando técnicas de sonicação ultrassônica de imersão e agitação magnética de partículas suspensas proporcionou boas características de estabilidade, retardando a aglomeração e reduzindo a sedimentação das nanopartículas no fluido base;
- II. A automação do teste de lubricidade HFRR assegura a repetição dos testes sob mesmas condições para todas as amostras de nanolubrificante, sem interferência do operador, garantindo dessa forma maior nível de confiabilidade e reprodutibilidade dos resultados obtidos;
- III. Após 2500 segundos do teste de lubricidade HFRR, os nanolubrificantes com concentração de 1,0 g/L e 0,5 g/L apresentaram menores coeficientes de atrito em comparação ao fluido base (óleo POE);
- IV. Em ensaios HFRR sob mesmas condições, o nanolubrificante com concentração de 1,0 g/L obteve o melhor desempenho tribológico entre todas as amostras de nanolubrificantes testadas, uma vez que apresentou menores coeficientes de atrito e menores áreas de cicatriz de desgaste (WSD) na superfície da esfera de aço;
- V. Finalmente, nos testes HFRR sob condições idênticas, o fluido base (óleo POE) registrou menores cicatrizes de desgaste (WSD) na superfície da esfera de aço do que aqueles obtidos com os nanolubrificantes.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, I.M.G., (2015). Análise tribo-termodinâmica da aplicação de nanopartículas de Al_2O_3 como aditivo lubrificante em compressor hermético de refrigeração. Tese de doutorado. Programa

de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 178p.

ALVES, SALETE; MELLO, VALDICLEIDE; FARIA, EDÁLIA; CAMARGO, A.P.P. (2016). Nanolubricants developed from tiny CuO nanoparticles. *Tribology International*. 100. 10.1016/j.triboint.2016.01.050.

AZEVEDO, V. F.; ALMEIDA, I. M. G.; SOUSA, E. H. V.; FONTES, F. DE A. O.; BARBOSA, C. R. F. (2017). Caracterização de nanofluidos para utilização em compressores de refrigeração: determinação da viscosidade dinâmica, condutividade térmica e estabilidade. *HOLOS*, 8, 36–46. <https://doi.org/10.15628/holos.2016.3802>

BARBOSA JÚNIOR, C.R.F., (2018). Estudo experimental de nanofluido híbrido Al₂O₃-MWCNTs/POE. Dissertação de mestrado. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 95p.

BARBOSA JÚNIOR, C.R.F et al. (2022). Experimental investigation of thermal conductivity of hybrid nanofluid MWCNTs-AL₂O₃/POE. In: MERCOFRIO – 130 Congresso Internacional de Ar-Condicionado, Refrigeração, Aquecimento e Ventilação, Porto Alegre.

BONU, VENKATARAMANA; DAS, ARINDAM; SITARAM, DASH; TYAGI, ASHOK KUMAR. (2016). Enhanced Lubricity of SnO₂ Nanoparticles Dispersed Polyolester Nanofluid. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 55. 10.1021/acs.iecr.5b03506.

FARIAS, A. M., SANTANA, J. S., OLIVEIRA FILHO, M. F., SANTANA, J. S., BARBOSA, C. R. F., MEDEIROS, J. T. N. (2011). Os combustíveis verdes do brasil - avaliação da lubricidade do biodiesel b5 e óleos de mamona e coco. *HOLOS*, 3, 3–17. <https://doi.org/10.15628/holos.2011.453>.

HOLANDA, R.A., (2018). Avaliação experimental de nanolubrificante híbrido composto de Al₂O₃ e grafite. Tese de doutorado. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 130p.

VAKIS, ANTONIS et al. (2018). Modeling and simulation in tribology across scales: An overview. *Tribology International*. 125. 10.1016/j.triboint.2018.02.005.

AGRADECIMENTOS

Os autores expressam agradecimentos ao PPGEM/UFRN, DEM/UFRN, IFRN e a CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pelo apoio a esta pesquisa.

DECLARAÇÃO DE RESPONSABILIDADE

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste artigo.