

ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE NANOCOMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DE ALUMÍNIO REFORÇADA COM 2% DE NTC

Fábio Saldanha Dias (F.S.Dias)
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará- IFPA
Rodovia Augusto Monte Negro, nº 311- Belém- Pará, fsaldanhadias@gmail.com
Carlos Rômulo Lavareda (C.R. Lavareda)
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará- IFPA
Luiz Fernando Mendes (L.F. Mendes)
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará- IFPA
Jennyson Luz Queiroz (Queiroz, J)
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará- IFPA

RESUMO

O estudo de materiais a base de alumínio tem um alto grau de importância, principalmente, quando é considerada a intensa procura pelas indústrias automobilística e aeroespacial, por produtos baseados em materiais leves, principalmente de alto desempenho. O alumínio apresenta um baixo peso específico e tem a facilidade de se unir a outros materiais podendo fornecer varias aplicações. Componentes à base de alumínio constituem bons exemplos para os quais o desenvolvimento de microestruturas otimizadas durante o processo de fabricação pode ser fundamental no desempenho das propriedades mecânicas. Em virtude disso, esse trabalho vem analisar a microestrutura de nanocompósitos com matriz metálica de alumínio reforçada com 2% de Nanotubos de Carbono de Paredes Múltiplas fabricado por cavacos de alumínio misturados a NTC.

Palavras chave: Nano compósitos, nanotubos, alumínio, microestrutura.

1 INTRODUÇÃO

Desde sua descoberta por IJIMA em 1991⁽¹⁾, os nanotubos tem 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 A diversidade das aplicações, reais ou potenciais, dos NTC, 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⁽²⁾. Estudos de materiais ligados a alumínio tornam-se importante, principalmente quando se considera a procura pelas indústrias automobilística e aeroespacial, por produtos baseados em materiais leves e resistentes de alto desempenho. Um dos aspectos que tornam esses materiais a base de alumínio tão atraentes como materiais de construção mecânica é o fato de o alumínio possuir baixo peso específico e poder combinar-se com a maioria dos materiais de engenharia, seja como ligas ou compósitos de matriz metálica.

Com essas associações, é possível obter características tecnológicas ajustadas de acordo com a aplicação do produto final. Estudos mostram que a introdução de nanotubos de Carbono em matriz de diversos materiais aumenta sua resistência⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾, esses estudos revelam também tendências significativas para a aplicação desse novo material, pelo fato dele possuir alta propriedade mecânica⁽⁶⁾ e conferirem ao alumínio significativa resistência que pode substituir elementos de ligas atualmente utilizados, uma vez que os nanotubos atuarão absorvendo parte do esforço mecânico aplicado sobre a matriz.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Preparação do nanocompósito

Foi utilizada uma barra de alumínio, a análise química do alumínio foi realizada em um espectrômetro de massa, disponibilizado pela empresa Alubar Cabos S.A. localizada no município de Barcarena no Pará. A composição Tab. 1 mostra os valores de alguns elementos constituintes.

Tabela 1. Composição química dos materiais alumínio e níquel

Composição em peso %						
Metais	S	Fe	O	Ni	Al	Outros
Alumínio	-	0,175	-	0,0197	99,73	0,06196

Os Nanotubos de Carbono foram cedidos pelo Laboratório de Nanomateriais do Departamento de Física da Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG. Eles apresentam as seguintes características descritas na Tab. 2, que mostra informações químicas e estruturais.

Tabela 2. Características dos Nanotubos de Carbono.

Pureza de Nanotubos	93%
Outras estruturas de carbono	2%
Contaminantes	< 5% de Pó catalisador (Al ₂ O ₃ – Co – Fe).
Diâmetro Externo	Entre 08 nm e 25 nm. 99% dos Tubos
Comprimento dos Tubos Estimados	Entre 5µm e 30 µm.
Produção	Técnica de deposição química a vapor

A barra de alumínio passou por um processo de usinagem em torno mecânico IMOR 1000X420mm modelo MIN 10, e pequenos cavacos foram colhidos para que fossem misturados ao pó de nanotubos Fig.1. Logo após por cálculos estequiométricos foi estabelecida a concentração correta para todos os elementos, sendo 2% de peso em NTC.



Figura 1. Cavacos de alumínio usados para fabricar o nanocompósito

. A partir daí essa mistura foi adicionada a um molde, que posteriormente foi levado a um forno mufla até atingir uma temperatura acima da temperatura de fusão. Para a fabricação do material foi necessário projetar um molde em aço com base em perfil “U” e um tubo articulado bipartido, um pino de fechamento e um pino calibrado usado para compactar as estilhas de alumínio dentro do molde. Na Fig. 2, é mostrado o molde utilizado, confeccionado a partir de uma chapa de ferro como base e uma secção de tubo também metálico com dobradiças, a figura mostra também a vista expandida do molde para melhor compreensão de seu funcionamento.

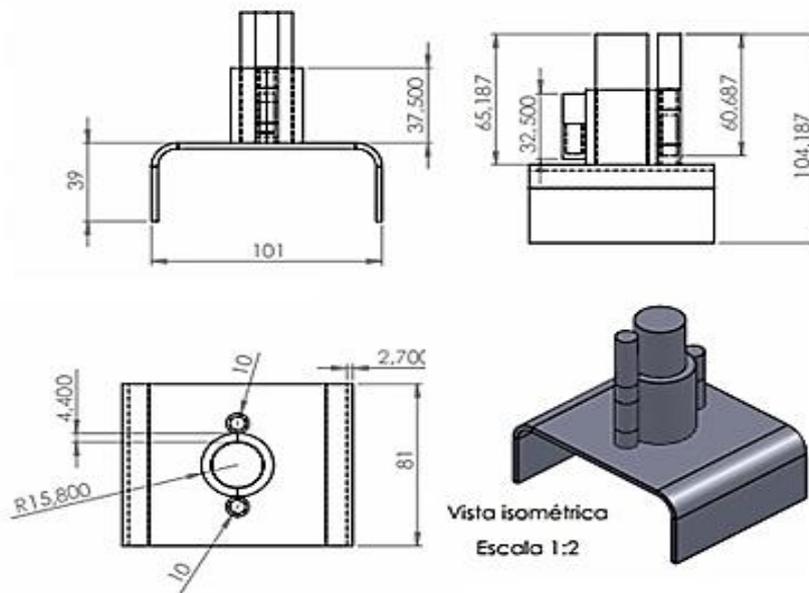


Figura 2. Desenho Mecânico do molde usado para a fabricação do material

Em seguida o molde foi coberto em sua superfície interna por uma solução de alumina para impedir a difusão dos átomos do molde para o material a ser fabricado. Após o revestimento interno do molde com alumina, a mistura Al-NTC acomodada dentro do molde e para melhor acomodação foi submetido a esforços compressivos verticais com o auxílio de uma barra cilíndrica de ferro fundido. A peça foi levada a um forno tipo mufla marca JUNG Modelo LF 4213, Fig. 3, a uma temperatura de 670°C, em um período de 15 minutos dentro da mufla com pequenas intercalações extraindo a peça de 5 em 5 para que fosse feita novas compressões com intuito de fabricar um material mais homogêneo. O molde foi removido do forno e resfriado ao ar livre em seguida a peça foi retirada do molde.

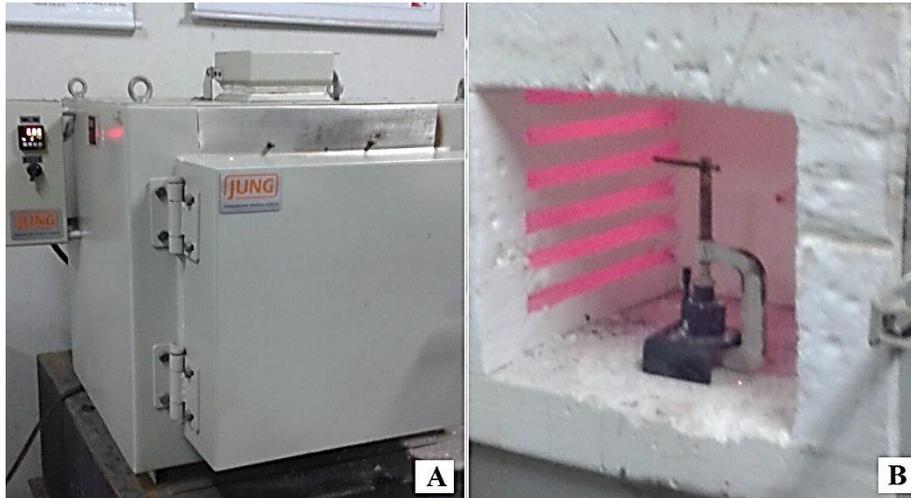


Figura 3. Forno tipo mufla de marca Jung B) Conjunto molde-grampo em aquecimento

2.2 Procedimentos para a revelação da microestrutura

A revelação da microestrutura após polimento, ocorreu com a passagem de solução aquosa do composto químico Keller (10ml de HF, 15ml de HCl, 25ml, de HNO₃ e 50ml de água destilada), que atual sobre a superfície da peça durante um intervalo de tempo de aproximadamente 20 segundos. Em seguida, foram realizadas análises microscópicas com auxílio do sistema de processamento de imagens.

A técnica utilizada para verificar a existência dos nanotubos de carbono na matriz metálica foi espectroscopia Raman e Microscopia Eletrônica de Varredura, umas das técnicas mais aplicadas na caracterização de NTC⁽²⁾. Os espectros Raman foram registrados utilizando um espectrômetro Jobin Y T64000, acoplado a um microscópio, através de geometria de retroespalhamento com resolução de 2 cm⁻¹. Pela Espectroscopia Raman é possível determinar as bandas “D” e “G” e analisar a ação do processo de fabricação sobre elas. Além da análise na peça de Al-2%Ni-2%NTC, também foram feitos procedimentos de espectroscopia nas amostras em pós de NTC's, que foram usados como reforço, e em pós que sofreram pressão antes de serem analisados pelo espectrômetro, para avaliar o comportamento do espectro quando esses nanotubos passam por forte estresse mecânico. Entre duas chapas metálicas foram colocados os nanotubos e as mesmas passaram

por um processo de compressão manual por um dispositivo de pressão, depois desse procedimento os nanotubos foram sujeitos a análise Raman.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A micrografia da estrutura revela a formação dos grãos e contornos escuros que são regiões vazias e ricas em nanotubos de carbono, oriundas da falta de interação atômica entre os átomos dos cavacos adjacentes de alumínio, são defeitos originados de uma pressão não homogênea no material, e que não forçou os nanotubos se juntar a matriz. Nessas regiões os NTC's, não confere resistência ao material. Fig.4(a). A imagem de microscopia eletrônica de varredura, feita dentro desses defeitos, mostra nanotubos fora da matriz metálica, os mesmos estão apenas apoiados na interface dos cavacos, Fig. 4 (b).

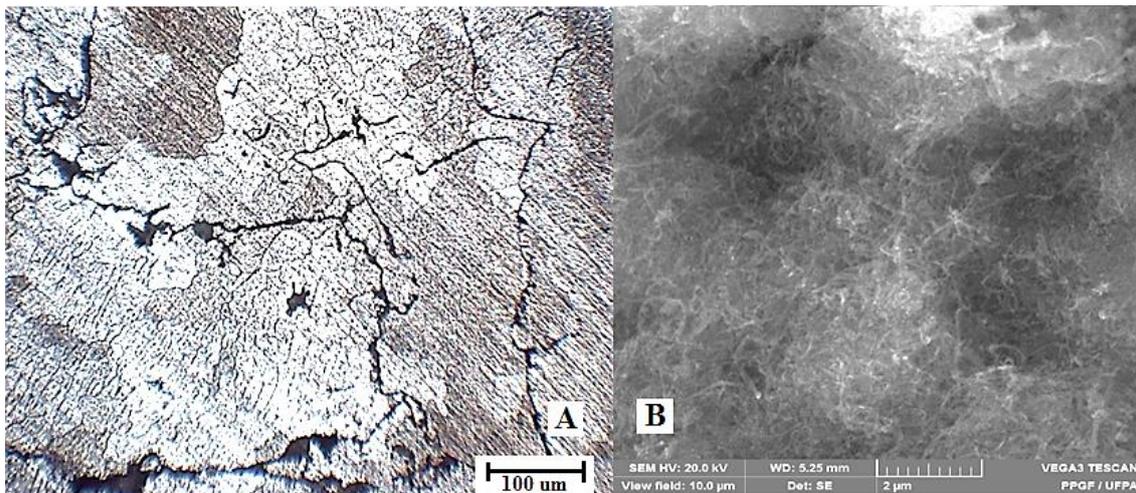


Figura 4. Microestrutura revela defeitos ocasionados no material por falta de pressão adequada.

A Fig.5 (a) é uma região de análise, onde se encontrou nanotubos de carbono na matriz, por mapeamento em Espectroscopia dispersiva de raio-x (EDS). A Fig. 5(b), é o aumento da região onde foram achados NTC's. Uma estrutura em que os nanotubos estão comportados dentro da matriz de alumínio compara-se semelhante estrutura de um compósito de matriz epóxi reforçada com fibras de vidro, mas em uma escala manométrica. Eles encontram-se emaranhados na matriz, as setas indicam sua localização mais

visível, essa região deve ter alta resistência mecânica, pois nela os nanotubos dividem esforços com a matriz.

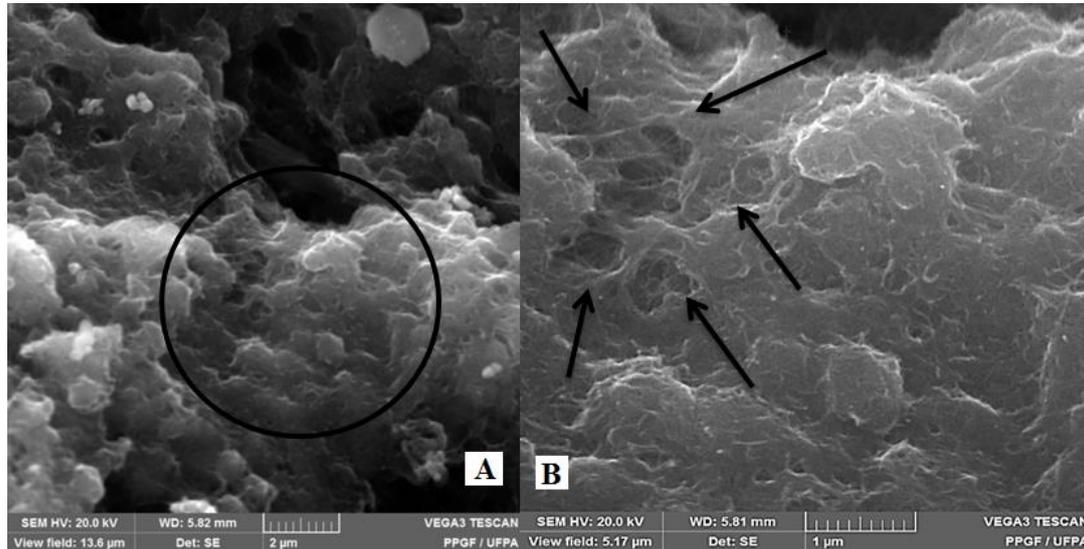
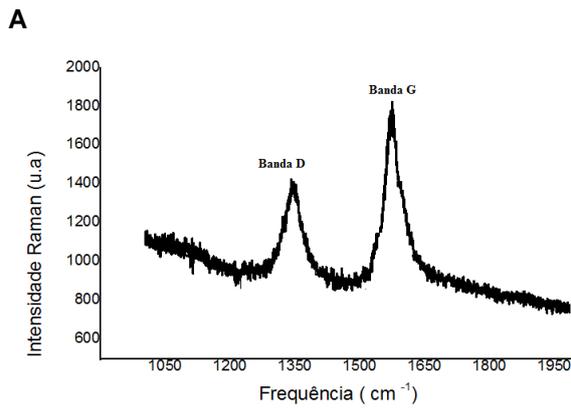


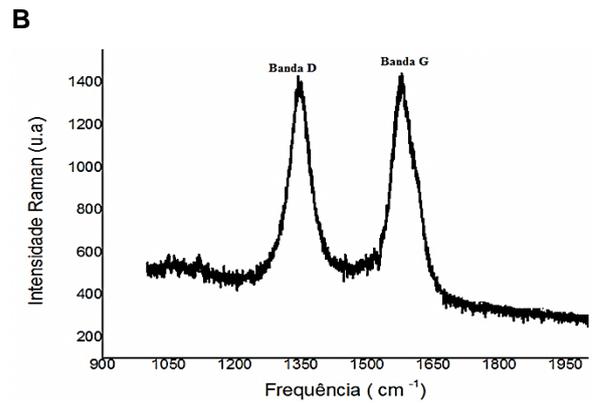
Figura 5. Microestrutura revela defeitos ocasionados no material por falta de pressão adequada.

A razão entre picos das bandas de vibração tangencial, intensidade Raman na banda “D” pela intensidade Raman na banda “G” (I_D/I_G), representa a densidade de defeitos e estruturas desordenadas^{(2),(7)}. Os NTC’s utilizados no trabalho, de acordo com o fabricante, não são totalmente puros e isentos defeitos em sua estrutura com apenas 93% de pureza, a Fig. 3 (a), revela para a amostra de nanotubos uma banda de defeito consideravelmente acentuada, possivelmente pelo fato do feixe de luz do aparelho Raman ter varrido uma linha de acentuada quantidade de NTC defeituosos, ou até mesmo de outras estruturas como carbono amorfo e estruturas grafitizadas. Essa banda em todas as amostra analisadas (NTC, NTC prensado e Al-NTC), é visualizada por volta de 1350 cm^{-1} , e a banda “G”, próxima de 1575 cm^{-1} , concordando com a literatura^{(8),(9)}. No entanto, para as amostras que sofreram pressão, Fig.3(b) e (c), verifica-se, que a intensidade Raman de suas bandas “D” e “G” são aparentemente iguais. Ouve um acréscimo na banda de defeito ocasionado pela tensão mecânica que sofreu o material.

Espectro Raman do NTC puro (I_D/I_G)= 0,78



Espectro Raman do NTC prensado (I_D/I_G)= 1



Espectro Raman de Al-NTC prensado (I_D/I_G)= 0,86

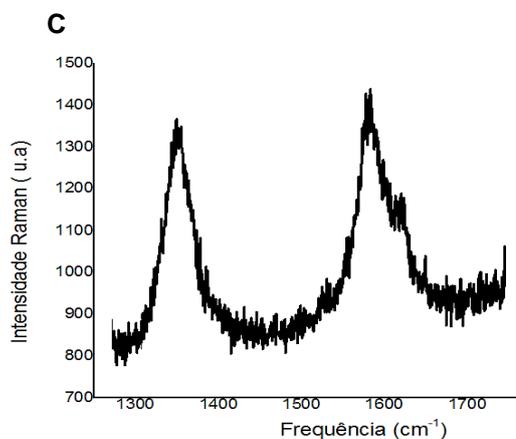


Figura 6. (a), (b) e (c) Espectros Raman mostrando a influencia da tensão sobre os NTC's

AGRADECIMENTOS

Ao instituto Federal de Educação, Ciência e tecnologia do Estado do Pará, Laboratório de Nanomateriais do Departamento de Física da Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG e ao Laboratório Física-Pesquisa/ UFPA

4 CONCLUSÕES

O material processado nesse trabalho apresentou em sua estrutura locais defeituosos, com concentração de nanotubos não ligados a matriz, pela falta de pressão adequada no processo. No entanto há regiões onde os NTC's estão bem unidos ao alumínio, podendo essa região possuir ótima resistência

mecânica. As análises de Espectroscopia Raman, mostram que a tensão aplicada aos nanotubos puros e aos que estão dentro do material, influenciam na intensidade Raman das bandas de defeitos, tornando sua amplitude semelhante a das bandas de nanotubos perfeitos.

5 REFERÊNCIAS

- (1) IJIMA, S.; Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, v. 354, p. 56-58, 1991.
- (2) 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.
- (3) 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.
- (4) LOOS, R; COELHO, L. A. F; PEZZIN, S. H ; AMICO, S. C. Effect of carbon nanotubes addition on the mechanical and thermal properties of epoxy matrices. *Mat. Res.*, 2008, vol.11, n.3, pp. 347-352.
- (5) KWON H, LEPAROUX M. Hot extruded carbon nanotube reinforced aluminum matrix composite materials. *Nanotechnology* 2012;23(41):415701 (10pp)
- (6) TREACY, M.; EBBESEN, T. W.; GIBSON, J. M.; Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes, *Nature*, v. 381, p. 678-680, 1996.
- (7) DRESSELHAUS; M. S.; DRESSELHAUS; G.; SAITO; R.; JORIO; A.; Raman spectroscopy of carbon nanotubes *Physics Reports*, V. 409, P. 47- 99, 2005.

(8) PIMENTA, M. A.; MARUCCI, A.; EMPEDOCLES, S.; BAWENDI, M.; HANLON, E. B.; Raman modes of metallic carbon nanotubes, *PHYSICAL REVIEW B*, V. 58, P.16016-19, 1998.

(9) RAO, A. M.; RICHTER, E.; BANDOW, S.; CHASE, B.; EKLUND, P. C.; Diameter-Selective Raman Scattering from Vibrational Modes in Carbon Nanotubes, *SCIENCE*, V. 275, P. 187-91, 1997.

MICRO STRUCTURAL ANALYSIS OF NANO COMPOSITE OF METALLIC MATRIX OF ALUMINUM REINFORCED BY 2% OF NTC.

ABSTRACT

The study of based on aluminum materials has a high importance level, mainly when is intense wanted in automobile and aerospace industry to transform in light and high perform parts. Aluminum has low specific weight and easiness to join with other materials and these qualities can supply excellent properties and lots of technological applications.

Components based on aluminum represents good examples to develop optimized micro structures during the fabrication process that can be basic on properties mechanical performance as a result this work analyses the micro structure's composites with metallic matrix reinforced by 2% of Multi-Walled Carbon Nanotubes manufactured by aluminum splinters mixed to NTC.

Key-words: nano composites, nanotubes, aluminum, micro structure