

## DESENVOLVIMENTO DE LIGAS DE ALUMÍNIO NANOESTRUTURADAS PARA A UTILIZAÇÃO EM CABOS ELÉTRICOS

## **EMERSON RODRIGUES PRAZERES**

Orientador: Prof. Dr. Eduardo de Magalhães Braga. Co-orientador: Prof. Dr. José Antônio da Silva Souza.

Belém 2023

# DESENVOLVIMENTO DE LIGAS DE ALUMÍNIO NANOESTRUTURADAS PARA A UTILIZAÇÃO EM CABOS ELÉTRICOS

## **Emerson Rodrigues Prazeres**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia do Instituto de Tecnologia da Universidade Federal do Pará, como requisito necessário à obtenção do título de Doutor em Engenharia de Recursos Naturais.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo de Magalhães Braga. Co-orientador: Prof. Dr. José Antônio da Silva Souza.

Belém 2023







## "DESENVOLVIMENTO DE LIGAS DE ALUMÍNIO NANOESTRUTURADAS PARA A UTILIZAÇÃO EM CABOS ELÉTRICOS" Emerson Rodrigues Prazeres

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE RECURSOS NATURAIS DA AMAZÔNIA - PRODERNA/ITEC/UFPA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM ENGENHARIA DE RECURSOS NATURAIS.

Aprovada por:

Eduardo Braga

Prof. Dr. Eduardo Magalhães Braga (Orientador – PRODERNA/UFPA)

Prof. Dr. José Antônio da Silva Souza (Coorientador – PRODERNA/UFPA)

Prof. Dr. Marcos Allan Leite dos Reis (Membro Interno – PRODERNA/UFPA)

Prot. Dr. Jaércio Gouvéa Gomes (Membro Externo à Instituição – IFPA)

Prof. Dr. Rodinei Monteiro Gomes (Membro Externo à Instituição - UFPB)

> Belém, PA - Brasil Março de 2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

 P895d Prazeres, Emerson Rodrigues. DESENVOLVIMENTO DE LIGAS DE ALUMÍNIO NANOESTRUTURADAS PARA A UTILIZAÇÃO EM CABOS ELÉTRICOS / Emerson Rodrigues Prazeres. — 2023. 95 f. : il. color.

> Orientador(a): Prof. Dr. Eduardo de Magalhães Braga Coorientador(a): Prof. Dr. José Antônio da Silva Souza Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais na Amazônia, Belém, 2023.

1. Fundição. 2. Nanotubo de carbono. 3. Nanocompósito. 4. Cabos elétricos. 5. Compostos nanoestruturados. I. Título.

CDD 620.1

Nós somos o que fazemos repetidamente. Excelência, portanto, não é um ato, mas um hábito.

Aristóteles.

#### AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais e a minha família pelo amor, carinho e a todo suporte que me deram para concluir esta etapa da minha vida.

Agradeço a minha namorada Edielen de Jesus Costa por ser minha parceira na vida.

A UFPA, a FEM, a PPGEM e o PRODERNA que me proporcionaram toda formação intelectual que possuo referente à Engenharia e que também me proporcionaram um grande crescimento pessoal.

Aos Professores Eduardo Magalhães Braga e José Antônio da Silva Souza pela orientação durante a realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma pela orientação durante minha formação acadêmica. E a todos os professores que contribuíram para a minha formação.

Ao Grupo de Pesquisa em Engenharia de Materiais (GPEMAT) da UFPA. Em especial aos discentes que me ajudaram durante o desenvolvimento dessa pesquisa: Victor Melo, Vinicius Reis, Beatriz Seabra, Andrey Neves, Eric Espindola, Gregory Miranda, Juliana Araújo, Eloany Palheta, Hanathanya Silva, Yan Galucio, Luane Marques, Rosielem Magalhães, Julianne Lalor, entre outros. Agradeço também a professora Amanda Lucena por toda a parceria e amizade.

A todos os meus amigos que conheci na UFPA e a todos que possam de alguma forma ter contribuído para o meu desenvolvimento profissional e humano.

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha família e em especial aos meus pais que me proporcionaram a possibilidade de me dedicar aos meus estudos.

#### **RESUMO**

Nanocompósitos de alumínio demonstram capacidade de melhorias nas propriedades mecânicas, condutividade térmica e elétrica. Para o alumínio, a incorporação de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTCPM) usando métodos de fusão convencionais é um problema antigo, devido a desintegração das paredes dos nanotubos de carbono quando submetidos a altas temperaturas. Neste estudo, nanocompósitos de alumínio foram fabricados pelo método de fundição convencional, usando pó de aço inoxidável (304LSS), silício e níquel nanoestruturados. Os nanotubos de carbono foram tratados com peróxido de hidrogênio, permitindo adesão por interação polar com as partículas dos pós-metálicos. Os compostos nanoestruturados foram adicionados a matriz de alumínio por meio de fundição convencional. Após a obtenção do material como fundido, ele passou pelo processo de usinagem para o diâmetro de 18,5 mm e em seguida pelo processo de trabalho a frio até ser obtido o diâmetro de 3,0 mm. As ligas foram caracterizadas mecanicamente através de ensaio de tração e de microdureza, eletricamente através do ensaio de resistência elétrica, por ponte kelvin de 2 pontas, e estruturalmente através das análises de macroestrutura e microestrutura. O pó 304LSS adicionou elementos de liga, refinou os grãos e o NTC proporcionou melhor desempenho do condutor elétrico, com ganhos de condutividade elétrica na faixa de 10%. Os compostos nanoestruturados com Si não contribuíram para ganhos significativos de condutividade elétrica das ligas quando associados aos nanotubos de carbono, mas evitaram perdas significativas dessa característica e causaram ganhos de até 40% no LRT. Já as ligas com Ni e nanotubos de carbono contribuíram para ganhos significativos de condutividade elétrica e LRT, com a liga com 2% de níquel e 0,1% de NTC apresentando ganhos de aproximadamente 8% nas propriedades elétricas e mecânicas. As ligas nanoestruturadas também se mostraram superiores em termos de propriedades elétricas e mecânicas que ligas comerciais.

Palavras-chave: Nanocompósito. Fundição. Nanotubo de carbono. Compostos nanoestruturados. Cabos elétricos.

#### ABSTRACT

Aluminum nanocomposites demonstrate the ability to improve mechanical properties, thermal and electrical conductivity. For aluminum, the incorporation of multi-walled carbon nanotubes (NTCPM) using conventional melting methods is an old problem, due to disintegration of the walls of carbon nanotubes when subjected to high temperatures. In this study, aluminum nanocomposites were manufactured by the conventional casting method, using stainless steel powder (304LSS), nanostructured silicon and nickel. The carbon nanotubes were treated with hydrogen peroxide, allowing adhesion by polar interaction with the particles of the metallic powders. The nanostructured compounds were added to the aluminum matrix by means of conventional casting. After obtaining the material as a melt, it went through the machining process to a diameter of 18.5 mm and then through the cold working process until a diameter of 3.0 mm was obtained. The alloys were characterized mechanically through tensile and microhardness tests, electrically through electrical resistance tests, using a 2-point kelvin bridge, and structurally through macrostructure and microstructure analyses. The 304LSS powder added alloying elements, refined the grains and the NTC improved electrical conductor performance, with electrical conductivity gains in the range of 10%. Associates associated with carbon-associated components not linked to chains of protein chains are compounds of carbon, associated with proteins, aggregates, associated with carbon, associated with proteins, associated with significant proteins in the LRT. The alloys with Ni and carbon nanotubes contributed to significant gains in electrical conductivity and LRT, with the alloy with 2% nickel and 0.1% NTC showing gains of approximately 8% in electrical and mechanical properties. Nanostructured alloys were also superior in terms of electrical and mechanical properties than commercial alloys.

Keywords: Nanocomposite. Casting. Carbon nanotube. Nanostructured compounds. Electric cables.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Influência dos elementos de liga sobre a condutividade elétrica do alumínio. Fonte: HORIKOSHI et al. 2006 19
Figura 2 - Representação dos orbitais s e p e suas respectivas hibridizações a) sp, b) sp <sup>2</sup> e c) sp <sup>3</sup> . Fonte: Ferreira (2018)
Figura 3 - Formas alotrópicas do carbono: a) grafite, b) diamante, c) fulereno e d) nanotubos de carbono. Fonte: Fonseca, Trindade (2011)
Figura 4 - Microscopia eletrônica dos NTC observados por Iijima. Fonte: Iijima, 1991 24
Figura 5 - Representação de Nanotubos de parede simples e de paredes múltiplas. Fonte: Tjong (2009)
Figura 6 – a) Diagrama esquemático mostrando uma folha de grafeno e as formas com que a folha pode ser enrolada através dos diferentes pontos no retículo, resultando em NTCs com diferentes quiralidades. b) Diagrama esquemático do vetor quiral e do ângulo quiral. Fonte: Gogotsi (2006) e Boumia et al., (2014)
Figura 7 - Diagrama esquemático mostrando uma folha de grafeno e as formas com que a folha pode ser enrolada através dos diferentes pontos no retículo, resultando em NTCs com diferentes quiralidades. Fonte: GOGOTSI (2006)
Figura 8 - Número acumulado de publicações sobre compostos contendo diferentes tipos de reforços fibrosos (dados compilados usando o Scopus). Fonte: Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017)
Figura 9 - O número de artigos de periódicos publicados em compósitos da NTC com diferentes tipos de matrizes desde 1997 (dados compilados usando o Scopus). Fonte: Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017)28
Figura 10 - O número de artigos de periódicos publicados em vários compósitos de matriz de metal da NTC desde 1998 (dados compilados usando o Scopus). Não houve publicação em compósitos de metal-NTC em 1997. Fonte: Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017)
Figura 11 - Gráfico de pizza mostrando o número total de publicações até 2008 em vários compósitos de matriz metálica reforçados com NTCs (dados compilados usando Scopus). Fonte: Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017)
Figura 12 - Gráfico indicando o número de artigos ano a ano de pesquisas com nanotubos de carbono e compósitos de matriz metálica de 2004 a 2019. Fonte: Rubel et al. (2022) 29
Figura 13 - Matrizes usadas na pesquisa de NTCs-CMMs. Fonte: Rubel et al. (2022) 30
Figura 14 - Esquema mostrando as mudanças de condutividade elétrica devido a diferentes microestruturas. Fonte: Liu et al. (2014)
Figura 15 - Análise do LRT com base nas literaturas recentes. Fonte: Autoria própria, 2021

Figura 16 - Representação esquemática do mecanismo de Espalhamento Raman. Fonte: Silva (2021)
Figura 17 - Espectros obtidos a partir da técnica de espalhamento Raman: Espectro Raman Padrão de Silício (a), Espectro Raman de Grafite (b), Espectro Raman de Material carbonoso (c). (d) Espectros Raman da superfície externa e região fraturada do fio CNTs@AA-6101 em comparação com NTCs purificados. Fonte: (a) Ribeiro (2009). (b) Wesling (2020). (c) Adaptado de Fonseca et al. (2020). (d) Rodrigues et.al. (2017)
Figura 18 - Fluxograma detalhando das operações metalúrgicas e de caracterização para as ligas desenvolvidas. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 19 - Fluxograma das operações de funcionalização da mistura de pó metálico com NTC. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 20 - Coquilha metálica em formato cilíndrico. Fonte: Autoria própria, 2023 41
Figura 21 Representação das amostras e indentações realizadas no ensaio de microdureza. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 22 - Espectroscopia Raman dos NTCs com as deconvulações mostrando a banda D e banda G e suas sub-bandas DL, DR, DLO, Dmiddle, D´, GBWF, Ginner e Gouter. Fonte: Autoria Própria, 2023
Figura 23 - Espectroscopia Raman do Inox - NTCs com as deconvulações mostrando a banda D e banda G e suas sub-bandas DL, DR, DLO, Dmiddle, D´, GBWF, Ginner e Gouter. Fonte: Autoria Própria, 2023
Figura 24 - Espectroscopia Raman do Si - NTCs com as deconvulações mostrando a banda D e banda G e suas sub-bandas DL, DR, DLO, Dmiddle, D´, GBWF, Ginner e Gouter. Fonte: Autoria Própria, 2023
Figura 25 - Espectroscopia Raman do Ni - NTCs com as deconvulações mostrando a banda D e banda G e suas sub-bandas DL, DR, DLO, Dmiddle, D´, GBWF, Ginner e Gouter. Fonte: Autoria Própria, 2023
Figura 26 - DRX de (a) como nanotubos de carbono de paredes múltiplas recebidos, (b) partículas de aço inoxidável 304L, (c) pó nanoestruturado 304LSS-NTC. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 27 - Micrografias MEV indicando o pó nanoestruturado usando o modo BSE (a, b, c) e o modo SE (d, e, f). Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 28 - Micrografias TEM exibiram NTCPM como recebido (a, b, c) e tratado quimicamente (d, e, f). Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 29 – Nanotubo de carbono exposto na matriz de alumínio. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 30 - (a) Esquema do pó nanoestruturado de 304LSS-5% em peso NTC, mostrando os nanotubos de carbono e as partículas de aço inoxidável com sua composição química. (b) A fundição esquemática para a liga de alumínio com 0,05% em peso de NTC (AlNTC), (c) 2% em peso de 304LSS -0,1% em peso de NTC (Al2AINTC), e (d) 1% em peso de

304LSS -0,05% em peso NTC (Al1AINTC), conforme observado os vários mecanismos de adição de nanotubos envolvidos em cada um. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 31 - Micrografias SEM (parte superior) e mapeamento EDS (parte inferior) da liga do elemento de ferro (Fe) para as várias amostras. (a, f) Al puro [AlPuro], (b, g) Al-0,05% em peso NTC [AlNTC], (c, h) Al-1% em peso 304LSS [Al1AI], (d, i) Al- 1% em peso 304LSS -0,05% em peso NTC [Al1AINTC] e (e, j) Al-2% em peso - 0,1% em peso NTC [Al2AINTC]. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 32 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo I e gráfico de razão do dimples. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 33 - (a) Al-EC, (b) 0,05% em peso de NTCPM, (c) 1% em peso de pó de 304LSS, (d) 1% em peso de pó de 304LSS -0,05% em peso de NTCPM, (e) 2% em peso de NTCPM. % 304LSS em pó-0,1% em peso NTCPM. Fonte: Autoria própria, 202357
Figura 34 - Microdureza, condutividade elétrica, LRT e macrografias das ligas do Grupo V em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 35 – Gráfico de tamanho de grãos das amostras do Grupo I. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 36 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras do Grupo I, indicando a liga de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 37 – Esquema do processo de solidificação do alumínio com o pó metálico de Si e NTC, mostrando os nanotubos de carbono e as partículas de silício dispersas na matriz após a solidificação. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 38 - Condutividade elétrica, microdureza, LRT e macrografias das ligas do Grupo II em relação ao Al-puro e AINTC. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 39 – Gráfico de tamanho de grãos das amostras do Grupo II. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 40 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo II em relação ao Al-puro e AlNTC. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 41 - Gráfico de razão do dimples para as ligas do Grupo II. Fonte: Autoria Própria, 2023
Figura 42 – Imagens das fraturas e histograma das amostras (a) Al1Si, (b) Al1SiNTC, (c) Al2Si, (d) Al2SiNTC. Fonte: Autoria própria, 202367
Figura 43 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras do Grupo II, indicando a liga de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 44 – Esquema do processo de solidificação do alumínio com o pó metálico de Ni e NTC, mostrando os nanotubos de carbono e as partículas de níquel dispersas na matriz após a solidificação. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 45 - Condutividade elétrica, Microdureza, LRT e macrografias das ligas do Grupo III em relação ao Al-puro e AlNTC. Fonte: Autoria própria, 202371

Figura 46 – Gráfico de tamanho de grãos das amostras do Grupo III. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 47 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo III em relação ao Al-puro e AlNTC. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 48 - Gráfico de razão do dimples para as ligas do Grupo III. Fonte: Autoria Própria, 2023
Figura 49 - Imagens das fraturas e histograma das amostras (a) Al1Ni, (b) Al1NiNTC, (c) Al2Ni, (d) Al2NiNTC. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 50 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras do Grupo III, indicando a liga de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 51 - Microdureza, condutividade elétrica e LRT das ligas Al1AINTC, Al2SiNTC eAl2NiNTC em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 52 - Curva Tensão x Deformação das ligas Al1AINTC, Al2SiNTC eAl2NiNTC em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 53 - Condutividade elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo IV em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 54 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo IV em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 55 - Gráfico de razão do dimples para as ligas do Grupo IV. Fonte: Autoria Própria, 2023
Figura 56 - Condutividade elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo V em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 57 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo V em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 58 - Gráfico de razão do dimples para as ligas do Grupo V com as imagens das microcavidades para a liga AlCFM1SiNTC. Fonte: Autoria Própria, 2023
Figura 59 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras dos Grupos I, II e III, indicando a tendencia de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 60 - Comparação das ligas de cada composto nanoestruturado com a liga comercial A11350-EC. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 61 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras dos Grupos IV e V, indicando a tendencia de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023
Figura 62 - Comparação das ligas da série 6XXX nanoestruturadas em relação a liga comercial Al Liga 6201. Fonte: Autoria própria, 2023

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Ligas propostas e suas identificações
Tabela 2 - Posição central (X <sub>0</sub> ), largura total na metade do máximo (FWHM), área (A) e altura (H)
Tabela 3 - Grau de carbono amorfo (ACD), $I_D / I_G$ , $I_D / I_{Ginner}$ e taxas de $I_D / I_{Gouter}$ para o NTCPM e o pó nanoestruturado 304LSS-NTC
Tabela 4 - Condutividade elétrica, microdureza e LRT das ligas do Grupo I em relação ao Al-puro e Al-NTC
Tabela 5 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo I 58
Tabela 6 – Tamanho de grãos das amostras do Grupo I59
Tabela 7 - Condutividade elétrica, microdureza e LRT das ligas do Grupo II e Al-puro e Al-NTC
Tabela 8 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo II 62
Tabela 9 – Tamanho de grãos das amostras do Grupo II63
Tabela 10 - Condutividade elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo III em relação ao Al-puro e AlNTC70
Tabela 11 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo III70
Tabela 12 – Tamanho de grãos das amostras do Grupo III
Tabela 13 - Condutividade elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo IV em relação as ligas de referência
Tabela 14 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo IV 78
Tabela 15 – Cond. elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo V em relação as ligas de referência
Tabela 16 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo V 81

## SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	15
1 INTRODUÇÃO	15
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS	15
1.2 IMPORTÂNCIA	16
1.3 OBJETIVOS	17
1.3.1 Objetivo Geral	17
1.3.2 Objetivos específicos	18
1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO	18
CAPÍTULO 2	19
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS	19
2.1.1 Efeito do ferro sobre as ligas de alumínio	20
2.1.2 Efeitos do Silício em Ligas de Alumínio	20
2.1.3 Efeito do magnésio sobre as ligas de alumínio	20
2.1.4 Efeitos do Níquel em Ligas de Alumínio	21
2.2 NANOTUBOS DE CARBONO	21
2.3 NANOCOMPOSITOS DE MATRIZ METÁLICA	26
2.4 LIGAS DE AL-NTC	30
2.5 ESPECTROSCOPIA RAMAN	34
CAPÍTULO 3	37
3 METODOLOGIA	37
3.1 MATERIAIS	37
3.2 FUNCIONALIZAÇÃO DOS NTC'S COM O PÓ METÁLICO	38
3.3 CARACTERIZAÇÃO DO PÓ METÁLICO E DO NTC	39
3.3.1 Difração de Raio X (DRX)	39
3.3.2 Espectroscopia Raman	39
3.4 FUNDIÇÃO E SOLIDIFICAÇÃO	40
3.5 LIGAS PROPOSTAS	41
3.6 USINAGEM E LAMINAÇÃO	42
3.7 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DA LIGA	43
3.8 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	44
3.8.1 Ensaios de Tração	44

3.8.2 Ensaios de Microdureza (HV)
3.9 MÉTODO DE MEDIÇÃO DO TAMANHO DOS GRÃOS - INTERCEPTAÇÕES
LINEARES
3.10 MÉTODOS DE MEDIÇÃO DOS DIMPLES 45
CAPÍTULO 4 47
4 RESULTADOS
4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS NTCs E PÓ NANOESTRUTURADO 47
4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO I 53
4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO II (SI + NTC) 61
4.4 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO III (Ni + NTC) 69
4.5 COMPARAÇÃO ENTRE OS GRUPOS I, II E III
4.6 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO IV (SÉRIE 6XXX – SEM MG) 77
4.7 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO V (SÉRIE 6XXX – NTC) 81
4.8 COMPARAÇÃO COM LIGAS COMERCIAIS 85
CAPÍTULO 5
5 CONCLUSÕES
5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS
6 REFERENCIAS

### **CAPÍTULO 1**

#### 1 INTRODUÇÃO

#### 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Com o avanço da tecnologia e a globalização, a demanda por energia elétrica tem aumentado cada vez mais no mundo. Com isso, torna-se necessário o desenvolvimento de tecnologias que melhorem a transmissão desta energia para suprir tal demanda. Neste contexto, tem-se buscado por materiais mais eficientes e menos onerosos a serem utilizados nesta aplicação.

Atualmente, O alumínio, por sua elevada condutibilidade elétrica e leveza, reúne as características ideais para uma aplicação confiável na transmissão de energia, com uma das menores taxas de desperdício de eletricidade ao longo das redes de transmissão (ABAL, 2018). Considerando que a região amazônica tem grandes reservas de minério de alumínio, a sua utilização na produção de cabos elétricos é algo natural. Entretanto, o Al comercialmente puro não possui uma resistência mecânica elevada quando comparado a cabos com alma de aço, que são muito utilizados atualmente, por isso, tem-se buscado maneiras de melhorar as características mecânicas deste material. A inserção de elementos de ligas na matriz de alumínio tem sido uma das maneiras mais usuais de resolver este problema. No entanto, mesmo que se tenha um ganho significativo na resistência mecânica do alumínio, utilizando este método, consequentemente, se tem uma perda de propriedades elétricas do material. Considerando o custo para a recapacitação das linhas de transmissão, esta opção não se torna viável comercialmente para sua utilização grande escala, em apesar desta recapacitação estar ocorrendo progressivamente.

Contudo, com o avanço da nanotecnologia, é possível buscar uma solução para o problema da falta de resistência mecânica do alumínio comercialmente puro e ainda aumentar a sua condutividade elétrica. Uma forma de fazer isso, por meio da nanotecnologia, é com a utilização dos nanotubos de carbono (NTC) para reforçar a matriz metálica, criando assim, um compósito de matriz metálica reforçado com nanotubo de carbono.

Os compósitos de matriz metálica reforçados com nanotubos de carbono têm gerado, nos últimos anos, grande interesse na comunidade científica (LEPAROUX et al., 2018), devido às propriedades mecânicas e físicas exclusivas do NTC, como alta rigidez, alta resistência e alta condutividade térmica, que, combinada com seu baixo peso, os tornam um material de reforço ideal (BAUGHMAN et al., 2002 apud SIMÕES et al., 2014).

O aumento das propriedades mecânicas do Al pelo reforço de nanotubos de carbono é muito promissor, mas a implementação destes compósitos em escala industrial só é possível se forem produzidos de maneira simples e econômica, se possível, utilizando procedimentos convencionais (SIMÕES et al., 2014). No momento, é possível desenvolver estes compósitos de matriz metálica, reforçados com o NTC, com altas propriedades quando comparado ao material da matriz puro, entretanto, o desenvolvimento desses materiais envolve uma alta complexidade nos processos e alto custo na sua produção. Por isso, este estudo como objetivo desenvolver os nanocompósitos de matriz metálica de maneira usual e simples, por meio do processo de fundição convencional utilizado na indústria, visando um menor custo de implementação para a aplicação industrial e aumentando tanto as propriedades mecânicas quanto a condutividade elétrica.

#### 1.2 IMPORTÂNCIA

O alumínio puro tinha uma ótima condutividade elétrica (~ 61% IACS), no entanto, sua resistência à tração final é baixa (~ 170 MPa), motivou o reforço usando um cabo de aço, processo impraticável, caro e de longa duração. Elementos de liga incrementam as propriedades mecânicas, mas enfraquecem a condutividade elétrica, tornando-a inviável.

A nanotecnologia pode fornecer soluções para esse problema, e. g., nanotubos de carbono (NTC) têm excelentes propriedades mecânicas e físicas como baixa densidade, resistência à tração (~ 110 GPa), módulo de rendimento (0,6-5,5 TPa), térmico (6000 W m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> – NTCPS - e 3000 W m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> – NTCPM) e condutor elétrico (107 a 109 A cm<sup>-2</sup>) (JAGANNATHAM. et al., 2020). Mas a produção em grande escala já é restritiva devido ao alto preço, segundo Douglas (2018) os nanotubos de carbono mais baratos do mercado custam cerca de US\$ 100-200 por quilo. Estima-se que esse preço caia nos próximos

anos, viabilizando o uso do NTC em substituição aos materiais convencionais (TIWARE, 2016).

Atualmente, são utilizados como reforço de nanocompósitos com matrizes metálicas como Níquel (SUAREZ et al, 2014), Cobre (YA el al., 2022), Ferro (LOAYZA, et al., 2017 e BORGES, et al, 2020) e, principalmente, Alumínio (SIMÕES et al., 2014 e 2016, LEE et al., 2020), devido às suas características de uma nanofibra ideal (AJAYAN 2007 e LIN et al., 2015). No entanto, a dificuldade em obter uma distribuição uniforme e as aglomerações (clusters) dos NTCs na matriz, causadas pelas forças de Van der Waals, são problemas de longa data na fabricação de compósitos metálicos (LOAYZA et al., 2017 e REIS et al., 2018).

Os nanocompósitos de alumínio (NCA) são muito promissores, muitas técnicas e pesquisas envolvem a inclusão do NTC na matriz metálica de alumínio (MM), e. g., metalurgia do pó (ESAWI, 2007 e BAKSHI, LAHIRI e AGARWAL, 2010), faísca plasma sinterizada (ASHWAN, 2020), faísca quente (AGARWAL, BAKSHI e LAHIRI, 2011), liga mecânica (CHEN et al, 2015 e BRAGA et al, 2018), e fundição por agitação, mas quase todos os processos são muito caros e complexos. Além disso, não evita aglomeração nem alcance de integridade estrutural, nem boa aderência com o MM (ZHANG et al., 2016).

O agitador de fundição é bastante difundido dada a possibilidade de maior dispersão uniforme do material de reforço na matriz, bem como menor temperatura de trabalho, o que limita o descontrole reações químicas e aparecimento de carbonetos devido a altas temperaturas, como observado por Rodrigues (2017), mas o processo é prolongado e mais caro do que a fundição por agitação (HANIZAM et al., 2019 e ZENG et al., 2010). É necessário incorporar o NTC de parede múltipla (NTCPM) com a fundição convencional (REIS et al, 2015), embora altas temperaturas possam destruir a integridade da superfície dos NTCs.

#### **1.3 OBJETIVOS**

#### 1.3.1 Objetivo Geral

Desenvolver ligas de alumínio nanoestruturadas pelo método de fundição convencional.

#### 1.3.2 Objetivos específicos

- Obter partículas metálicas nanoestruturadas e caracterizá-las por meio de espectroscopia Raman, difração de raio-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET).
- Desenvolver ligas de alumínio reforçadas com nanotubos de carbono e analisar a macro e microestrutura.
- Medir a condutividade elétrica, a microdureza e a resistência a tração das ligas produzidas e selecionar as que apresentarem o melhor desempenho.
- Comparar as ligas de melhor desempenho com ligas comerciais.
- Elaborar o mapa da relação da condutividade elétrica pelo LRT das ligas e comparar com as ligas comerciais.

#### 1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

O trabalho está organizado em 5 capitulos.

No capítulo 1 foi apresentado a introdução.

No capítulo 2, será apresentada uma revisão bibliográfica e Estado da arte abordando brevemente assuntos que são importantes para o entendimento de pontos que serão levantados ao longo do trabalho.

No capítulo 3, serão apresentados os materiais e será descrita a metodologia empregada neste trabalho.

No capítulo 4, os resultados obtidos são apresentados e discutidos.

No capítulo 5, serão apresentadas as conclusões sobre a análise dos resultados obtidos.

## **CAPÍTULO 2**

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

A busca por aprimoramentos de propriedades dos materiais metálicos culminou no desenvolvimento de inúmeras ligas com as mais diversas combinações de elementos ligantes. A Figura 1 mostra a influência dos elementos de liga na condutividade elétrica do alumínio.



Figura 1 - Influência dos elementos de liga sobre a condutividade elétrica do alumínio. Fonte: HORIKOSHI et al. 2006.

Os elementos quando adicionados como elementos de liga na matriz tendem a diminuir a condutividade elétrica do alumínio. Onde pode-se destacar o Si e o Mg que quando adicionados a matriz de alumínio com o teor de 0,5% tendem a causar a diminuição da condutividade elétrica do alumínio de aproximadamente 65% IACS para

valores abaixo de 60% de IACS provocando uma perda de quase 10% nas propriedades elétricas do alumínio.

#### 2.1.1 Efeito do ferro sobre as ligas de alumínio

Por causa da limitada solubilidade, o ferro é usado em condutores elétricos com o objetivo de aumentar a resistência mecânica da liga e melhorar moderadamente suas características de fluência a altas temperaturas. (ASM INTERNATIONAL, 1998).

O ferro reage com o alumínio formando uma série de fases intermetálicas, das quais as mais comuns são: FeAl<sub>3</sub>, FeMnAl<sub>6</sub> e  $\alpha$ -AlFeSi. Estas fases essencialmente insolúveis são responsáveis por melhorias na resistência da liga, especialmente a temperaturas elevadas. (KAUFMAN; ROOY, 2004).

#### 2.1.2 Efeitos do Silício em Ligas de Alumínio

O silício – elemento mais usado comercialmente nas ligas de fundição – além de oferecer excelentes características para a fundição, tem densidade de apenas 2,3 g/cm<sup>3</sup> e compõe com o alumínio um dos seus principais sistemas binário, apresentando características excelentes de fundição, principalmente de alta fluidez e de baixa contração (GOMES; BRESCIANI, 1976).

De acordo com Fernandez (2011), o teor de 0,7%Si apresenta resultados mais satisfatórios no que diz respeito ao limite de resistência à tração (LRT), boa suscetibilidade ao encruamento e à trabalhabilidade da liga.

#### 2.1.3 Efeito do magnésio sobre as ligas de alumínio

O magnésio é um dos poucos elementos com alta solubilidade sólida em alumínio, sendo seu equilíbrio em torno de 15% a 450 °C, embora esta solubilidade aproxime-se de zero a 20 °C. O equilíbrio de fases do binário Al-Mg oferece bom potencial para endurecimento por precipitação, contudo o efeito de tais precipitados é pequeno.

Consequentemente o efeito primário resultante das adições de magnésio no alumínio será o endurecimento por solução sólida (metaestável) (KAUFMAN; ROOY, 2004).

A presença de magnésio reduz sensivelmente a densidade da liga (2,65 g/cm<sup>3</sup>) e reduz a energia de falha de empilhamento no alumínio, o que causa um aumento da temperatura de recuperação dinâmica, permitindo à liga reter as propriedades do trabalho a frio a temperaturas mais elevadas antes da recuperação e recristalização ocorrerem (KAUFMAN; ROOY, 2004).

#### 2.1.4 Efeitos do Níquel em Ligas de Alumínio

De acordo com Souza (2013) a adição de Ni, na presença de tratamento térmico de envelhecimento, faz com que a liga de alumínio tenha boa resistência mecânica sem uma perda considerável de suas propriedades elétricas, o que sugere que este material pode ter potencial uso na indústria.

A adição de Ni em até 2% em peso resulta em um aumento de resistência da liga, contudo, reduz sua ductilidade. Segundo Canté (2009), dentre os estudos apresentados na literatura, são raros os que utilizam ligas Al-Ni com baixo teor de Ni. E neste caso particular, dentro da faixa de composições hipoeutéticas, a microestrutura de solidificação consiste de uma matriz dendrítica de fase  $\alpha$  rica em alumínio, com uma mistura eutética na região interdendrítica formada por  $\alpha$ , e o composto intermetálico Al3Ni. Ainda, o arranjo interdendrítico das partículas duras Al3Ni, que são estáveis em temperaturas abaixo de 500 °C, proporciona um reforço para a matriz dendrítica, conferindo consequentemente uma maior resistência mecânica ao material.

#### 2.2 NANOTUBOS DE CARBONO

O carbono é um dos elementos mais antigos e abundantes no mundo. Pertencente do grupo dos não metais da tabela periódica, o carbono faz quatro ligações em sua camada de valência (tetravalente). Além disso, Nascimento (2015), explica que para gerar compostos com estruturas e propriedades diferentes, basta que ocorra ligações de átomos de carbono entre si, o que irá depender da natureza da ligação entre os dois átomos



Figura 2 - Representação dos orbitais s e p e suas respectivas hibridizações a) sp, b) sp<sup>2</sup> e c) sp<sup>3</sup>. Fonte: Ferreira (2018).

Essas hibridizações geram outras formas de carbonos conhecidos como alótropos de carbonos, e entre eles estão o diamante, o grafite, o fullereno e os nanotubos de carbono (NTCs), ilustrado na Figura 3. Martín (2011), diz que os fullerenos emergem de um nanotubo de carbono, semelhante a um casulo em um caule; ainda explicam que a partir deste alótropo surgem os grafenos, sendo estes uma folha monoatômica de grafite, materiais esses que estão recebendo grande atenção da comunidade científica internacional.



Figura 3 - Formas alotrópicas do carbono: a) grafite, b) diamante, c) fulereno e d) nanotubos de carbono. Fonte: Fonseca, Trindade (2011).

A descoberta dos nanotubos de carbono costuma ser atribuída a IIJIMA (1991), apesar dos NTC aparecerem em estudos anteriores (LIEBERMAN; HILLS; MIGLIONICO, 1971; DRESSELHAUS; DRESSELHAUS; AVOURIS, 2000). Em 1991, o físico Sumio Iijima estudava a produção de fulerenos através da evaporação do grafite por arco voltaico. Ao analisar o conteúdo depositado no cilindro do catodo, percebeu um novo tipo de estrutura finita de carbono, sintetizada através da pirólise de grafite em plasma, sob atmosfera controlada de hélio, a qual chamou de nanotubos, devido à sua morfologia tubular com dimensões nanométricas (IIJIMA, 1991).

O artigo de Iijima gerou um interesse sobre nanoestruturas de carbono e sobre o campo da nanotecnologia. Em seu artigo, ele retrata a descoberta fazendo referência a este nanomaterial como uma estrutura semelhante aos fulerenos, utilizando um método de síntese semelhante. Sua comparação com o grafeno também é evidente, comumente se definem os nanotubos de carbono como folhas de carbono com hibridação sp<sup>2</sup> enroladas, formando estruturas cilíndricas concêntricas. A Figura 4 apresenta os nanotubos de carbono observados por Iijima por meio de microscopia eletrônica.



Figura 4 - Microscopia eletrônica dos NTC observados por Iijima. Fonte: Iijima, 1991.

Segundo Mazzoni (1999) os Nanotubos de Carbono podem ser tão duros quanto o diamante. Além disso, os NTCs são estruturas únicas com propriedades mecânicas eletrônicas notáveis – são as moléculas mais rígidas, flexíveis e resistentes a tensões já produzidas. Mecanicamente, eles apresentam um alto módulo de Young (aproximadamente 1 TPa) e são potencialmente de 30 a 100 vezes mais fortes que o aço (KRISHNAN et al., 1998; GAO et al., 1998). Possuem a maior resistência a ruptura sob tração conhecida, na ordem de 200 GPa, 100 vezes superior ao mais resistente aço com apenas 1/6 de sua densidade.

Os nanotubos de carbono, são geralmente classificados em nanotubos de carbono paredes múltiplas (NTCPM) e nanotubos de carbono de parede simples (NTCSPs), como mostrado na Figura 5.



Figura 5 - Representação de Nanotubos de parede simples e de paredes múltiplas. Fonte: Tjong (2009).

De acordo com (GROBERT, 2007; ARGAWAL; BAKSHI; LAHIRI, 2011) a diferença entre NTCPSs e NTCPMs não se limita apenas ao número de folhas de grafeno que os compõe, possuindo forte influência suas propriedades fundamentais. Nanotubos de paredes múltiplas tem módulo de Young máximo na casa de 1 TPa, enquanto nanotubos de paredes simples podem superar esse valor dependendo do método de síntese, pureza e cristalinidade. Os de parede simples têm condutividade térmica de 6600 W/m.K e elétrica de 104 Siemens/cm, enquanto parede múltipla tem condutividade térmica de 3000 W/m.K e elétrica de 1850 Siemens/cm, respectivamente.

As propriedades físicas dos NTCs, podem mudar drasticamente, pois a estrutura eletrônica é muito sensível a direção de enrolamento, o chamado vetor quiral.

Quando o vetor quiral tem ângulo  $\theta$  igual 0° e igual a 30°, SWNTs são chamados de Zig-Zag e Armchair (Figura 6), respectivamente, e ambos são considerados metálicos devido sua facilidade de transporte de cargas. Já nanotubos quirais, cujo ângulo do vetor quiral é 0° <  $\theta$  < 30°, são semicondutores. Em se tratando de nanotubos de multiparedes são sempre metálicos (THOSTENSON; REN; CHOU, 2001). Isto proporciona uma rica gama de fenômenos físicos, porém até à data, nem o crescimento dirigido e nem a seleção controlada de NTCPSs com um vetor quiral bem definido foi realizada com sucesso. (ROTKIN e SUBRAMONEY, 2005).



Figura 6 – a) Diagrama esquemático mostrando uma folha de grafeno e as formas com que a folha pode ser enrolada através dos diferentes pontos no retículo, resultando em NTCs com diferentes quiralidades. b) Diagrama esquemático do vetor quiral e do ângulo quiral. Fonte: Gogotsi (2006) e Boumia et al.,



Figura 7 - Diagrama esquemático mostrando uma folha de grafeno e as formas com que a folha pode ser enrolada através dos diferentes pontos no retículo, resultando em NTCs com diferentes quiralidades. Fonte: GOGOTSI (2006).

#### 2.3 NANOCOMPOSITOS DE MATRIZ METÁLICA

Devido às suas propriedades extraordinárias, seja experimentalmente medido ou teoricamente computado, os nanotubos de carbono chamaram a atenção de pesquisadores e o trabalho no desenvolvimento de compositos reforçados com NTC começou em um tremendo ritmo, como mostrado na Figura 8.

A Figura 8 mostra o número de publicações ao ano sobre compósitos reforçados com metal, cerâmica e polímeros da NTC. Observa-se que a maior parte da pesquisa é realizada no desenvolvimento de compósitos de matriz polimérica (CMPs) reforçados com NTC. A ideia era substituir a fibra de grafite por NTCs, porque a quantidade de NTCs necessária seria menor para alcançar os mesmos níveis de fortalecimento. De fato, uma das primeiras aplicações foi a substituição de linhas de transmissão de combustível automotivo condutoras, para as quais originalmente era empregado o negro de fumo.

A principal razão para a maioria do foco de pesquisa no PMC pode ser atribuída à facilidade do processamento de polímeros, que pode ser realizado em pequenas tensões e baixas temperaturas em comparação com as matrizes de metal e cerâmica. O processamento de compósitos com matriz de metal requer altas temperaturas e pressões (AGARWAL, BAKSHI E LAHIRI, 2017).



Figura 8 - Número acumulado de publicações sobre compostos contendo diferentes tipos de reforços fibrosos (dados compilados usando o Scopus). Fonte: Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017).

Segundo Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017) existem requisitos rigorosos para o isolamento do metal da atmosfera para evitar a oxidação. Portanto, isso pode exigir equipamentos especialmente projetados. Os nanotubos de carbono podem reagir com metais para formar carbonetos e, portanto, serem destruídos. Alguns desses aspectos restringiram o interesse em compósitos com matriz de metal (MMCs) reforçados com NTC.

Na Figura 9, percebe-se que o interesse em MMCs reforçados pela NTC vem aumentando gradualmente nos últimos cinco anos. Com a demonstração de extraordinário aumento na força e no módulo elástico (CHA et al., 2005), vários grupos iniciaram pesquisas em várias matrizes metálicas.



Figura 9 - O número de artigos de periódicos publicados em compósitos da NTC com diferentes tipos de matrizes desde 1997 (dados compilados usando o Scopus). Fonte: Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017).

A Figura 10 mostra o gráfico do número de publicações ao longo do ano para as principais matrizes de metal que foram reforçadas com NTCs. Observa-se que, em geral, o interesse em todas as matrizes vem aumentando.



Figura 10 - O número de artigos de periódicos publicados em vários compósitos de matriz de metal da NTC desde 1998 (dados compilados usando o Scopus). Não houve publicação em compósitos de metal-NTC em 1997. Fonte: Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017).



Figura 11 - Gráfico de pizza mostrando o número total de publicações até 2008 em vários compósitos de matriz metálica reforçados com NTCs (dados compilados usando Scopus). Fonte: Agarwal, Bakshi e Lahiri (2017)

A Figura 12 apresenta o número de artigos ano a ano de pesquisas com nanotubos de carbono e compósitos de matriz metálica (RUBEL et al., 2022). O número de artigos nos últimos anos tem uma tendência crescente de 2004 a 2019. Isso significa que a demanda e as pesquisas dos NTCs-CMMs estão aumentando nos últimos anos.



Figura 12 - Gráfico indicando o número de artigos ano a ano de pesquisas com nanotubos de carbono e compósitos de matriz metálica de 2004 a 2019. Fonte: Rubel et al. (2022).

De acordo com o estudo de Rubel et al. (2022) a matriz metálica utilizada para reforços de NTCs é principalmente uma matriz metálica pura de liga metálica (Figura 13). A matriz metálica de Alumínio (Al) puro tem a maior presença nas pesquisas de NTCs-CMM em torno de 25%. No entanto, uma grande variedade de ligas de Al tem sido usada para a formação de matrizes como Al356, Al6061, Al2124, AlSi4, Al2O3, Al2024, Al2009, AA5083, etc.

Os compósitos Al-NTCs têm aplicação potencial nas indústrias automobilística e aeroespacial para a fabricação de sapatas de freio, camisas de cilindro e trens de pouso de aeronaves devido à alta resistência, baixa densidade e boa resistência ao desgaste [SINGLA; AMULYA; MURTAZA, 2015].



Figura 13 - Matrizes usadas na pesquisa de NTCs-CMMs. Fonte: Rubel et al. (2022).

#### 2.4 LIGAS DE AL-NTC

O trabalho de Ujah *et al.* (2019), demostrou aumento da condutividade elétrica com aumento no teor de nanotubo de carbono na matriz, quando o material fabricado pelo processo de sinterização de plasma de centelha.

Segundo Liu *et al.* (2014) o processo de incorporação dos NTC na matriz de alumínio, culminou com aumento nas propriedades mecânicas. Ademais, essa mesma literatura apresenta que em ligas 6061, a adição do nanotubo de carbono condicionou melhoras na condutividade elétrica, enquanto na matriz Al-NTC ocorreu diminuição nas propriedades elétricas, visto que para liga da

série 6XXX combinação do tratamento térmico, característico dessa série e o NTC, tem-se uma formação de zonas livres de precipitação em torno do contorno de grão das ligas de Al, redução da concentração de Si e Mg, e também um melhor arranjo de elétrons. Comportamento mostrado na Figura 14.



Figura 14 - Esquema mostrando as mudanças de condutividade elétrica devido a diferentes microestruturas. Fonte: Liu et al. (2014)

A literatura Anas *et al.* (2017) a liga Al-4,4%Cu-0,5Mg com a adição de NTC, compósito este fabricado pela técnica de moagem de bolas a alta energia e forjamento combinado à extrusão, apresentou uma relação diretamente proporcional, no que tange ao aumento da concentração de NTC (0,5-2,0%) quando relacionada com o limite de resistência à tração e a microdureza.

Ujah *et al.* (2020) o compósito fabricado a partir da liga de alumínio da série 1000 e nanotubo de carbono, em concentrações de 1%, 4% e 8%, apresentou que para a combinação Al-4%NTC ocorreu ganhos mais significativos de propriedade mecânica, visto o maior refinamento dos grãos e melhor distribuição do arranjo estrutural formado.

Uriza-Veja *et al.* (2019) os compósitos de alumínio (liga Al7075) reforçados com NTCs de parede dupla fabricados por meio de sinterização, apresentaram aumento de limite de resistência à tração e de escoamento e a microdureza, porém apresentando redução na ductilidade, em algumas adições trabalhadas (0,5% e 2,0%) em massa, essas mudanças nas propriedades mecânicas foram diretamente proporcionais ao aumento da concentração de NTC.

Elshalakany *et al.* (2014) produziu ligas de alumínio A356 reforçadas com NTC de multicamadas, por meio do processo de *reocast* e *squeeze*. A presente literatura demostrou que para faixa trabalhada (0,5-2,5%p) de NTC houve a obtenção de melhores propriedades mecânicas, isto é, LRT, alongamento percentual e escoamento, para a liga modificada com 1,5%NTC, o autor

descreve que o ganho para esse caso ocorreu devido a maior uniformidade da dispersão dos reforços na matriz de alumínio. Além disso, o trabalho apresenta que quando há análise de microdureza o aumento na concentração de NTC atuou no recrudescimento dessa propriedade.

Na literatura Akbarpour e Pouresmaeil (2018) apresentam a investigação do monocompósito de Al-NTC, o qual foi fabricado pelo método da metalurgia em flocos que permitiu uma melhor distribuição dos NTC na matriz do alumínio, condicionando diminuição no tamanho de grão conforme o aumento do volume adicionado desse reforço. O aumento na concentração de nanotubo de carbono gerou melhorias nas propriedades mecânicas, em especial limite de resistência à tração.

Simões *et al.* (2014) e Simões *et al.* (2018), apresentaram que o teor de 0,75% de NTC de múltiplas camadas apresentou melhor distribuição na matriz de Al, condicionando melhores propriedades mecânicas. Carvalho *et al.* (2016) apresentaram que quanto maior o teor de NTC na matriz Al-Si, maior a ocorrência de aglomerados, consequentemente mente são gerados efeitos as propriedades mecânicas.

Hassan *et al.* (2014) utiliza o NTC como reforço de matrizes de Al, em que se quantifica a influência dos danos sobre os nanotubo de carbono durante os processos de fabricação dos compósitos. A literatura conclui que apesar dos danos há ganhos sobre as propriedades mecânicas, porém esses ganhos são maiores naquelas com menor taxa de modificação. Ademais, o trabalho relaciona o aumento do fortalecimento da matriz de alumínio devido às interações de Orowan (YOO, HAN, KIM, 2013).

Kondoh *et al.* (2014) apresenta a influência da adição de NTC e do tratamento térmico T6 em ligas de Al da série 6XXX. O trabalho demonstrou que para as ligas 6063 reforçadas com o nanotubo de carbono há um incremento nas propriedades mecânicas de LRT e de microdureza. O efeito do tratamento térmico é positivo para ambas as ligas sem e com modificação; o aumento nas propriedades mecânicas é maior para sem o reforço, os autores relacionam isso que essa menor eficácia, ocorre que com o aumento da adição de NTC na matriz há menor precipitação de Mg<sub>2</sub>Si, visto que o Mg tendeu a formar Al<sub>2</sub>MgC<sub>2</sub>.

Nascimento (2015) sugere que o aumento da concentração de nanotubos aumenta a dureza dos materiais estudados. Além disso, o autor também afirma que houve aumento da Resistência à Tração, Limite de Escoamento e Módulo de Elasticidades da liga Al-2%Ni com o acréscimo de Nanotubos à matriz, e concentrações maiores de Nantubos resultaram em melhores propriedades mecânicas. O arranjo interdendrítico das partículas duras de Al3Ni, proporcionam um reforço para a matriz dendrítica, conferindo maior resistência mecânica ao material.

Billah e Chen (2019) realizaram estudos de em compósitos de Al-NTC-Ni, por meio de metalurgia do pó a partir de Al e de NTC encapsulado em Ni. O material produzido gerou excelentes ganhos em LRT e dureza, sobretudo em condutividade elétrica. A Figura 15 representa o levantamento de literaturas que trabalham com compósitos de Al-NTC, é possível observar uma diversidade de resultados referentes a propriedade mecânica, isto é, o limite de resistência à tração.



Figura 15 - Análise do LRT com base nas literaturas recentes. Fonte: Autoria própria, 2021.

Rodrigues et al. (2022) utilizou fios da liga de alumínio 6101 (AA-6101) utilizados nos cabos de energia. Os fios foram recobertos por nanotubos de carbono (NTCs) e pós de grafite, e em seguida foram submetidos ao tratamento térmico de solubilização a uma temperatura de 550 °C e envelhecidos a 180 °C. Os resultados mostram que os NTCs foram incorporados com sucesso na superfície dos fios de alumínio; a resistência à tração dos CNTs@AA-6101 foi de 259 MPa e a resistividade elétrica diminuiu 13,7% menos que o fio convencional. Esses resultados representam uma melhoria significativa no campo de fios ACCR baseados em CNTs e incentivam o desenvolvimento de cabos nanoestruturados para linhas aéreas de transmissão de energia.

#### 2.5 ESPECTROSCOPIA RAMAN

A Espectroscopia Raman é uma das técnicas mais utilizadas em materiais para a identificação de substâncias desconhecidas, uma das grandes vantagens dessa técnica é a possibilidade de as amostras serem estudadas em qualquer estado físico. Haack (2015) mostra em seu trabalho estudos com líquidos, soluções, pastas, pós, fibras, gases e superfícies e aplicadas às mais diversas áreas, a exemplo da mineralogia, semicondutores, corrosão e análise de formas de estruturas alotrópicas do carbono, como os Nanotubos de Carbono, por exemplo.

Santos, et al (2019) diz que isso ocorre, através de deslocamentos de frequência, que ocorre devido a uma perturbação das moléculas de forma vibracional do material, quando incididos com uma radiação monocromática na superfície, originando o fenômeno de Espalhamento Raman (Espalhamento Inelástico), que se divide em três momentos: Frequência da radiação igual à da incidente, na zona elástica (Espalhamento Rayleigh), frequência com deslocamentos menores que a radiação incidente, na zona inelástica (Espalhamento Stokes) e frequência com deslocamentos maiores à radiação incidente (Espalhamento Anti-Stokes), como ilustrado na Figura 16.



Figura 16 - Representação esquemática do mecanismo de Espalhamento Raman. Fonte: Silva (2021).

Nos Espalhamentos Stokes e Anti-Stokes é possível observar a diferença entre as energias de radiação incidente e espalhada, que Wiley (2002, apud SILVA, 2021) afirma estarem relacionadas às diversas propriedades vibracionais de cada material. Isso acontece, quando a energia do fóton incide no elétron no seu estado fundamental (Stokes), na parte me Vermelho da Ilustração e depois atinge a molécula já em um nível excitado (Anti-Stokes), parte em Azul. Os gráficos da Figura 17 mostram alguns espectros obtidos a partir da técnica de espalhamento Raman.


Figura 17 - Espectros obtidos a partir da técnica de espalhamento Raman: Espectro Raman Padrão de Silício (a), Espectro Raman de Grafite (b), Espectro Raman de Material carbonoso (c). (d) Espectros Raman da superfície externa e região fraturada do fio CNTs@AA-6101 em comparação com NTCs purificados. Fonte: (a) Ribeiro (2009). (b) Wesling (2020). (c) Adaptado de Fonseca et al. (2020). (d) Rodrigues et.al. (2017)

Os Espectros da Figura 17 podem mostrar comportamentos específicos de cada material através da interpretação de suas bandas e picos. A Figura 17a exibe um espectro típico de Silício cristalino, onde se observam as ligações de Si-Si com um pico centrado de 519 cm<sup>-1</sup>, e para a banda ao lado de filme de Silício amorfo notam-se as ligações Si-Si dispersas na rede amorfa com deslocamento centrado em 480 cm<sup>-1</sup>.

Já em espectros Raman envolvendo Carbono, como nas Figuras 17b e 17c, é através da correlação entre as bandas D que representa o grau de desordem/defeitos estruturais e G que representa o ordenamento estrutural da rede que é possível se identificar as formas alotrópicas do carbono e se o carbono presente irá conceder ao material característica amorfa ou cristalina. Materiais amorfos são considerados metaestáveis, ou seja, não há formação da estrutura cristalina, caracterizando uma estrutura atômica sem ordenamento, além disso, esse tipo de estrutura pode oferecer ao material propriedades como: elevada resistência mecânica e alta resiliência, com elevado módulo de elasticidade e dureza.

Jorio et al. (2003) diz que para carbonos cristalinos a largura das bandas deve estar entre 30-60 cm<sup>-1</sup>, e para carbonos amorfos superiores a 100 cm<sup>-1</sup>.

Essa largura é determinada a partir da equação da ''largura a meia altura'', simplificada pelas siglas FWHM, originada do inglês *full width at half maximum*, a qual pode ser obtida através do software Origin. Outro parâmetro importante é a relação das intensidades através da razão de ID/IG, que quanto maior for o valor, maior será o grau de desordem presente na estrutura da amostra. Nas Figuras 17b e 17c, se comparadas é perceptível um comportamento mais amorfo da parte do material carbonoso e uma cristalinidade maior na amostra de grafite.

A Figura 17 (d) mostra onde a razão ID/IG de 0,6 foi obtida do NTCPM puro, enquanto a superfície externa do fio CNTs@AA-6101 apresenta um ID /IG de 0,9, ou seja, a temperatura de solubilização de 550 °C danificou as estruturas grafíticas dos NTCs. Além disso, a posição da banda G foi deslocada de 1578 para 1589 cm<sup>-1</sup> porque o estresse nos NTCs pode reduzir a distância carbono-carbono, ou seja, o deslocamento da posição da banda G é atribuído ao aumento do alongamento das ligações carbono, por outro lado, a amplitude Raman foi aumentada em mais de 10x.

De acordo com Rodrigues et al. (2017), o pico centrado em torno de 850 cm<sup>-1</sup> corresponde à formação de carboneto de alumínio (Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>), que aumenta a resistividade elétrica do compósito de matriz metálica reforçado com nanotubos de carbono, como sugere Woo et al. (2014), mas no processo realizado no referido estudo, a formação de Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> foi inibida com sucesso.

# **CAPÍTULO 3**

#### **3 METODOLOGIA**

As ligas desenvolvidas para esse estudo têm por objetivo a fabricação de fios e cabos para transmissão e distribuição de energia elétrica. No desenvolvimento deste trabalho foram utilizados diversos métodos de ensaio, os quais são descritos nesta seção, como mostra a Figura 18.



Figura 18 - Fluxograma detalhando das operações metalúrgicas e de caracterização para as ligas desenvolvidas. Fonte: Autoria própria, 2023.

No fluxograma são apresentados os procedimentos experimentais que vão desde a solidificação até as caracterizações da liga.

### **3.1 MATERIAIS**

O alumínio foi doado pela empresa ALUBAR METAIS E CABOS S.A., um fabricante de referência no setor de condutores elétricos de alumínio. Os materiais utilizados foram lingotes no nível de pureza comercial.

Os NTCs utilizados no presente trabalho são de paredes múltiplas (NTCPMs), produzidos pelo método da deposição de química de vapor (CVD) pela CTNanotubos/UFMG (Universidade Federal de Minas Gerais). O pó de aço inoxidável utilizado foi o AISI 304 L (304LSS), com granulometria de 44 µm, é fornecido pela empresa BRATS. Esse pó foi peneirado utilizando uma peneira de 300 mesh. O Silício utilizado foi obtido foi cedido pelo laboratório de metalografia e tratamento térmico da UFPA, onde foi transformado em pó por meio de moagem manual e em seguida passou pelo moinho de bolas de aço inox para a diminuição de sua granulometria. Esse pó foi peneirado utilizando uma peneira de 300 mesh. O pó de Ni utilizado possui concentração de 99,8% e a granulometria é de 200 mesh, foi fornecido pela empresa Cienlab Equipamentos Científicos Ltda. Esse pó foi peneirado utilizando uma peneira de 300 mesh.

# 3.2 FUNCIONALIZAÇÃO DOS NTC'S COM O PÓ METÁLICO

A Figura 19 apresenta o fluxograma detalhando as etapas da funcionalização. Foram utilizados 3 (três) tipos de pós-metálicos no estudo, são eles o pó de aço Inox (304LSS), o pó de Si e o pó de Ni, cada um deles foi peneirado até 400 mesh. Os NTCPMs aglomerados foram misturados aos pós-metálicos em uma proporção de 5% m/m. À mistura é acrescido álcool isopropílico em proporção de 1:16,3 m/v, procedendo-se em seguida a ultrassonicação da mistura a uma frequência de 40 KHz por 30 minutos, agitando o frasco manualmente a cada 5 minutos. Após esta etapa foi realizado o tratamento com peróxido de hidrogênio. Para isso, o reagente foi acrescido a mistura de NTCPMs, pós-metálicos e álcool (9% v/v) recém sonicada em condições de temperatura controladas em banho termostatizado. As amostras foram agitadas manualmente durante toda a etapa de tratamento com peróxido, no intuito de as partículas de aço (que tendem a ficar no fundo do recipiente devido sua elevada massa específica) possam interagir com os nanotubos de carbono. Em seguida, as amostras foram despejadas sobre um recipiente refratário mantido a 130 °C em uma estufa. A exposição do peróxido de hidrogênio a temperatura elevada degrada-o, e a reação é finalizada. O processo de secagem consistiu em deixar o recipiente com amostra na estufa a 130 °C, sendo aberta a cada 5 minutos para que os vapores fossem exauridos do equipamento. Após a secagem completa as amostras foram removidas do recipiente por raspagem com uma espátula metálica.



Figura 19 - Fluxograma das operações de funcionalização da mistura de pó metálico com NTC. Fonte: Autoria própria, 2023.

# 3.3 CARACTERIZAÇÃO DO PÓ METÁLICO E DO NTC

## 3.3.1 Difração de Raio X (DRX)

A análise por DRX foi utilizada para verificar se há mudança na cristalografia do pó de aço inoxidável, pó de Si e pó de Ni ou na estrutura dos nanotubos de carbono após a funcionalização. As análises foram realizadas pelo método do pó em equipamento de Difração D8 Advance da Bruker com geometria Bragg-Brentano e detector LynxEye, usando radiação de Cu (K $\alpha$ 1= 1,540598 Å), localizado no Laboratório de Física da UFPA. As análises foram feitas no modo 2Theta-Theta, nas condições de 40 kV, 40 mA, fenda divergente de 0,6 mm e fenda Soller de 2,5° e varredura dos ângulos de 5° a 75°. As coletas dos difratogramas foram realizadas com passo angular de 0,02° e o tempo por passo 0,2s com tempo total da análise 714.4s para cada amostra. A identificação de fases foram realizadas pelo software HighScore Plus.

#### 3.3.2 Espectroscopia Raman

A técnica de espectroscopia Raman foi utilizada para analisar o comportamento vibracional das amostras. O espectrômetro Raman utilizado foi o T64000, marca Jobin Ivon. Os parâmetros de análise foram potência de entrada em torno de 100 mW (saída média de 7,18 mW), comprimento de onda do laser de 514 nm (verde), tempo de uma acumulação

igual a 100 segundos, sendo 4 acumulações para cada espectro obtido sendo superpostos no próprio programa computacional do equipamento. Os espectros e os gráficos foram obtidos e tratados no software Origin.

A relação entre áreas da sub-banda  $D_{middle}$  e da banda G (Amorphous Carbon Degree - ACD), dada pela Equação (1), indica a quantidade de carbono amorfo na amostra (REIS et al., 2018; SAFO et al., 2018).

## $ACD = AD_{middle} / (AG_{inner} + AG_{outter})$ (1)

Onde:

AD<sub>middle</sub> - Área da sub-banda D<sub>middle</sub>; AG<sub>inner</sub> - Área da sub-banda Ginner; AG<sub>outter</sub> - Área da sub-banda Go.

# 3.4 FUNDIÇÃO E SOLIDIFICAÇÃO

No processo de fundição das ligas, a liga da série 6XXX foi adicionada ao cadinho e levada a um forno tipo mufla da marca BRASIMET, a uma temperatura de 900 °C por 4 h, temperatura e tempo que garantem a fusão completa de todos os elementos. Para que houvesse homogeneização dos elementos no metal líquido, antes do vazamento foram realizadas duas agitações com espátula de aço. Esta espátula foi anteriormente lixada e revestida com uma solução de caulim para evitar que ela contaminasse a liga.

O sistema operacional adotado para a solidificação das ligas foi o molde em coquilha metálica em formato cilíndrico vazado (Figura 20) de modo a se obter uma peça em formato cilíndrico com 25 mm de diâmetro interno. Antes do vazamento a coquilha é lixada e revestida com solução de caulim. Momentos antes ao vazamento o molde é aquecido à temperatura de 250 °C, procedimento este realizado visando a remoção de umidade interna e para que houvesse preenchimento total do molde pelo metal líquido.



Figura 20 - Coquilha metálica em formato cilíndrico. Fonte: Autoria própria, 2023.

O material sai do forno no cadinho a temperatura de 900°C, após a retirada do cadinho é realizada a injeção de gás inerte (argônio) com vazão de 0,2 L/s continuamente. Em sequência o nanotubo funcionalizado com o pó metálico é inserido na liga na faixa de temperatura de 760 a 750 °C para em seguida ser realizado o vazamento na faixa de temperatura de 700 a 720 °C.

O metal líquido é vazado no molde de forma convencional e o preenchimento da cavidade se dá pela ação da gravidade. Depois que a peça solidifica é possível retirá-la do molde. A peça retirada tem o diâmetro de 25 mm e o comprimento de aproximadamente 180 mm.

## 3.5 LIGAS PROPOSTAS

A Tabela 1 apresenta a lista das ligas propostas com as porcentagens utilizadas e as identificações que serão usadas ao longo do trabalho para facilitar o entendimento.

	Ligas	Identificação	
Ligas de	Alumínio Eletrocondutor (Pureza 99,9%)	AlPuro	
referência	Al – 0,05% Nanotubo de Carbono	AINTC	
	Al – 1% pó de aço Inox (304LSS)	AlAI	
Grupo I	Al – 1% pó de aço Inox (304LSS) + 0,05% Nanotubo de Carbono	AllAINTC	
	Al - 2% pó de aço Inox (304LSS) + 0,1% Nanotubo de Carbono	Al2AINTC	
	Al – 1% pó de Silício	Al1Si	
Grupo II	Al - 2% pó de Silício	Al2Si	
	Al - 1% pó de Silício + 0,05% Nanotubo de Carbono	Al1SiNTC	
	Al - 2% pó de Silício + 0,1% Nanotubo de Carbono	Al2SiNTC	
	Al - 1% pó de Níquel	Al1Ni	
Grupo III	Al - 2% pó de Níquel	Al2Ni	
	Al - 1% pó Níquel + 0,05% Nanotubo de Carbono	Al1NiNTC	
	Al - 2% pó de Níquel + 0,1% Nanotubo de Carbono	Al2NiNTC	
	Al - 0.05%Cu + 0.3%Fe + 0.6%Si	AlCFS	
Grupo IV	Al - 0,05%Cu + 0,3%Fe + 0,6%Si + 1% pó de Níquel	AlCFS1Ni	
	Al - 0,05%Cu + 0,3%Fe + 0,6%Si + 1% pó de Níquel + 0,05%	AICESININTC	
	Nanotubo de Carbono		
	Al - 0,05%Cu + 0,3%Fe + 0,6%Mg + 0,7% pó de Silício	AlCFM0,7Si	
Grupo V	Al - $0,05\%$ Cu + $0,3\%$ Fe + $0,6\%$ Mg + $0,7\%$ pó de Silício + $0,035\%$	AICFM0.7SiNTC	
	Nanotubo de Carbono		

Tabela 1 - Ligas propostas e suas identificações.

Fonte: Autoria própria, 2023.

As ligas foram separadas em diferentes grupos para serem analisadas, como visto na Tabela 1. Onde tem-se as ligas de referência e os grupos de I a V.

## 3.6 USINAGEM E LAMINAÇÃO

Após a retirada das ligas já solidificadas inicia-se a etapa de laminação póstratamento térmico. Foram seccionadas duas amostras do lingote, cada uma com comprimento de 250,0 mm para serem em seguida usinadas do diâmetro de 25,0 mm para o diâmetro de 18,5 mm. A usinagem se faz necessária para melhorar o acabamento superficial das amostras, evitando o surgimento de defeitos na laminação. As caracterizações elétricas e mecânicas foram realizadas em corpos de prova deformados por laminação a frio, utilizando-se dois laminadores elétricos duo reversível. Esses laminadores possuem diferentes secções circulares em seus cilindros de laminação, sendo que neste estudo o diâmetro estudado foram os de 3,0 mm.

## 3.7 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DA LIGA

As amostras obtidas foram caracterizadas eletricamente com o auxílio de um multiohmímetro MEGABRÁS (ponte de kelvin), modelo MPK-2000.

As resistências elétricas dos fios foram medidas a uma temperatura superior a 10 °C e inferior a 30 °C e corrigida para a temperatura de 20 °C como a norma NBR 5118 recomenda.

Após a obtenção dos resultados a partir da leitura das resistências dos corpos de provas para o diâmetro de 3 mm, utilizou-se a equação fornecida pela norma NBR 6814 mostrada na Equação 2 abaixo.

$$R_{20} = R_t \left[ \frac{1}{1 + \alpha(t - 20)} \right]$$
(2)

onde:

t = temperatura na qual foi efetuada a medição, °C;

 $R_t$  = resistência a T °C, em  $\Omega$ ;

 $R_{20}$  = resistência corrigida a 20 °C, em  $\Omega$ ;

 $\alpha$  = coeficiente de variação da resistência com a temperatura 20 °C, especificado pela norma para liga de alumínio.

Com a resistência já corrigida a 20 °C pode-se obter a resistividade que é fornecida através da Equação 3, conforme a norma NBR 6815.

$$R_v = \rho_c.A \tag{3}$$

onde:

 $R_v$ = resistência elétrica do corpo de prova por unidade de comprimento a 20 °C, em  $\frac{\alpha}{m}$ ;

 $\rho_c$ = resistividade volumétrica do corpo de prova a 20 °C, em  $\frac{\Omega.mm^2}{m}$ ;

A =área da secção transversal do corpo de prova, em mm<sup>2</sup>.

Os resultados obtidos foram em seguida transformados em condutividade elétrica (IACS), "International Annealed Cooper Standard", padrão internacional de condutividade correspondente à apresentada por um fio de cobre com 1 m de comprimento, 1 mm<sup>2</sup> de seção transversal a 20 °C, através da equação 4:

$$\varphi = \frac{\rho_{Cu}}{\rho_{Al}} \tag{4}$$

onde:

 $\varphi$  = a condutividade elétrica do fio em IACS;

 $\rho_{\text{Cu}} = a \text{ resistividade elétrica do cobre em} \frac{\Omega.mm^2}{m};$   $\rho_{\text{Al}} = a \text{ resistividade elétrica do alumínio em} \frac{\Omega.mm^2}{m}.$ 

# 3.8 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

#### 3.8.1 Ensaios de Tração

Após a realização dos ensaios elétricos foi realizado o ensaio de tração nos corpos de prova por meio de uma máquina de ensaio de tração KRATOS modelo IKCL1 – USB, acoplada a um microcomputador com sistema de aquisição de dados que facilita a coleta das informações. Os testes de tração aplicados aos corpos de prova foram confeccionados nas dimensões especificadas pelo padrão normativo presente nas NBR 6810 e NBR ISO 6892, respeitando as distâncias entre garras de 150 mm. Os ensaios foram executados em seis amostras com 3 mm de diâmetro e 20 cm de comprimento obtidos após a laminação.

#### 3.8.2 Ensaios de Microdureza (HV)

A realização do ensaio de microdureza seguiu a norma ASTM E384 – 11 e foram efetuadas em um microdurômetro modelo HV – 1000B em amostras usinadas obtidas dos fios produzidos. A Figura 21 apresenta um esquema das amostras embutidas a frio em resina e a indicação das indentações realizadas no ensaio.



Figura 21 - - Representação das amostras e indentações realizadas no ensaio de microdureza. Fonte: Autoria própria, 2023.

Na realização dos ensaios, a carga utilizada para o indentador marcar a superfície da amostra foi de 100 gf durante 12 s. A carga e o tempo foram estipulados experimentalmente de forma a se obter a melhor leitura das diagonais.

Para o estudo foram realizadas 7 indentações por amostra.

# 3.9 MÉTODO DE MEDIÇÃO DO TAMANHO DOS GRÃOS - INTERCEPTAÇÕES LINEARES

O Método das Interceptações Lineares (MIL) é largamente empregado em artigos científicos internacionais, o método está de acordo com a norma ASTM E112 e consiste em traçar uma linha de tamanho conhecido em uma micrografia e contar a quantidade de grãos que são intersectados por essa linha. Se acaso a micrografia apresentar um sistema com microestrutura orientada e grãos não uniaxiais, é necessário traçar várias linhas em diferentes direções a fim de fazer a compensação devido a não uniformidade dos grãos individuais (GERBASI, 2012). A dimensão da linha dividida pelo número de grãos interceptados caracteriza o tamanho médio do grão presente naquela microestrutura. A fim de se garantir a melhor caracterização de tamanho de grão possível, em cada imagem traçou-se 5 linhas de interceptação.

# 3.10 MÉTODOS DE MEDIÇÃO DOS DIMPLES

Uma adaptação da norma ASTM E112-96 foi realizada a fim de se efetue a medição dos dimples. A medição foi realizada através do método da intersecção das linhas, onde se traçam duas linhas (d1 e d2) perpendiculares entre si e que tocam as bordas dos dimples. O

cálculo consiste em uma média aritmética simples a partir de d1 e d2, como pode ser observado na Equação 5.

$$\overline{\mathbf{x}} = \frac{\mathbf{d}_1 + \mathbf{d}_2}{2} \tag{5}$$

Onde:

 $\overline{\mathbf{x}}$ = valor médio das medidas.

Entretanto, estabelecendo-se um segundo procedimento para determinação das dimensões das microcavidades (9), e para este trabalho, o dimensionamento das microcavidades obedeceu à metodologia proposta para a obtenção da razão entre as leituras das dimensões das microcavidades utilizadas nos trabalhos de Narayanasamy et al. (NARAYANASAMY et al., 2008),: traçam-se duas linhas (L= comprimento e W= largura) perpendiculares entre si que tocam as bordas das microcavidades. Este método possibilita a determinação da razão [L/W] das dimensões das microcavidades, através da Equação 6, com a qual se avalia a forma das microcavidades, que podem ser esféricas, alongadas ou achatadas.

$$\vartheta = \frac{L}{W} \tag{6}$$

E para cada imagem adquirida foram realizadas trinta (30) medições e a partir destas foram realizados os cálculos da média e desvio padrão correspondentes a cada diâmetro.

# **CAPÍTULO 4**

#### **4 RESULTADOS**

## 4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS NTCs E PÓ NANOESTRUTURADO

Os resultados da deconvolução dos espectros obtidos na espectroscopia Raman para o intervalo D-G das amostras de NTC, Inox-NTC, Si-NTC e Ni-NTC estão apresentados na Tabela 2 e nas Figuras 22, 23, 24 e 25. Análises de espectroscopia Raman mostraram que o Grau de Carbono Amorfo (ACD) diminui com o tratamento químico (TQ) com peróxido de hidrogênio para a amostra de Inox-NTC, passando de 8% para o NTC recebido para 4%, resultado que não foi verificado nas amostras de Si-NTC e Ni-NTC, que mantiveram quantidades altas de carbono amorfo, na mesma proporção do NTC puro. A taxa I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub> variou de 0,95 a 0,66 para o Inox-NTC, 0,88 para o Si-NTC e 0,6 para o Ni-NTC, implicando em incremento da cristalinidade por efeito do tratamento. A razão de ID/IG = 0,95 dos NTCs mostrou um grau de desordem menor comparado ao trabalho de Fonseca et al. (2020), onde possui valor de ID/IG de 1,13 para o Material carbonoso; já o estudo de Wesling (2020) apresentou resultado da razão de ID/IG = 0,92 a partir materiais grafíticos, que foi próximo aos resultados deste trabalho.

Para o NTCPM as taxas de I<sub>D</sub>/I<sub>Gouter</sub> e I<sub>D</sub>/I<sub>Ginner</sub> foram 1,1 e 2,6, respectivamente, variando para 0,99 e 0,98 após a oxidação seletiva com Inox, 1,21 e 2,27 para Si-NTC e 0,85 e 3,03 para o Ni-NTC. Os altos valores da taxa de paredes internas (I<sub>D</sub>/I<sub>Gouter</sub>), para o NTCPM, Si-NTC e Ni-NTC, revelaram baixo cristalino, impurezas, camadas de defeitos e presença de carbono amorfo próximo à superfície, já as paredes externas apresentaram taxa baixa (I<sub>D</sub>/I<sub>Gouter</sub>), indicando influência do tratamento químico na diminuição de impurezas e possível carbono amorfo formado na superfície da parede externa.

Com o uso da TQ, as taxas de ambas as paredes foram semelhantes, próximas a um, sinalizando uma melhora no aspecto cristalino das paredes. Há um alto *redshift* para as paredes internas (11 cm<sup>-1</sup>) e externas (26 cm<sup>-1</sup>), indicado pela posição central de  $G_{inner}$  e  $G_{outer}$ . Esse *redshift* sugeriu uma tensão que pode ter gerado uma diminuição da interação energética dos fótons (n-doping), pois as paredes externas tiveram uma diferença maior sugerindo uma grande interação com a matriz metálica (MM), que produz uma ligação entre

as nanopartículas de carbono e as partículas de aço inoxidável. Este efeito foi confirmado pela  $\Delta G_{\text{position}}$  (G<sub>outer</sub>-G<sub>inner</sub>) passado de 23 cm<sup>-1</sup> (NTCPM) a 13 cm<sup>-1</sup> (304LSS-NTC), pois a baixa distância entre os picos indica um alto doping. Todas essas informações foram apoiadas pelas Figuras 22, 23, 24 e 25, Tabela 2 e Tabela 3.



Figura 22 - Espectroscopia Raman dos NTCs com as deconvulações mostrando a banda D e banda G e suas sub-bandas DL, DR, DLO, Dmiddle, D´, GBWF, Ginner e Gouter. Fonte: Autoria Própria, 2023.



Figura 23 - Espectroscopia Raman do Inox - NTCs com as deconvulações mostrando a banda D e banda G e suas sub-bandas DL, DR, DLO, Dmiddle, D', GBWF, Ginner e Gouter. Fonte: Autoria Própria, 2023.



Figura 24 - Espectroscopia Raman do Si - NTCs com as deconvulações mostrando a banda D e banda G e suas sub-bandas DL, DR, DLO, Dmiddle, D´, GBWF, Ginner e Gouter. Fonte: Autoria Própria, 2023.



Figura 25 - Espectroscopia Raman do Ni - NTCs com as deconvulações mostrando a banda D e banda G e suas sub-bandas DL, DR, DLO, Dmiddle, D´, GBWF, Ginner e Gouter. Fonte: Autoria Própria, 2023.

				NTCPM				
_	DL	DR	DLO	Dmiddle	GBWF	Gouter	Ginner	D´
$\mathbf{X}_{0}$	1317,8	1345	1371,7	1482,8	1566,6	1583,3	1606,9	1623,7
FWHM	34,2	38,5	46,9	36,1	41,5	30,2	23,7	22,3
Α	2194,7	13667,3	3885,5	1052,6	6487,7	9549,9	3350,7	1108,3
H	43,4	239,5	56,1	19,3	104,2	208,6	92,5	32,6
				304LSS-NTC	2			
	$\mathbf{D}_{\mathrm{L}}$	DR	DLO	Dmiddle	GBWF	Gouter	Ginner	D´
X <sub>0</sub>	1325,7	1348,4	1369,4	1467,1	1551,6	1571,6	1584,8	1612,5
FWHM	24,9	34,8	39,1	55,5	44,9	28,6	27,2	24,8
Α	1861,4	16968,3	5517,7	1161,4	3869,8	14055,4	13472,5	6170,4
Н	47,6	310,1	89,9	13,3	54,9	312,8	315,4	158,1
				Si-NTC				
	$\mathbf{D}_{\mathrm{L}}$	DR	DLO	Dmiddle	GBWF	Gouter	Ginner	D´
Xo	1328,27	1353,81	1380,22	1498,09	1568,25	1587,69	1615,87	-
FWHM	47,31	47,9	67,5	66,0	46,3	39,2	32,9	-
Α	3127,9	11541,4	3058,6	1249,4	2869,0	10030,6	4500,4	-
Н	42,1	153,4	28,9	12,1	39,5	163,1	87,2	-
				Ni-NTC				
	DL	DR	DLO	Dmiddle	GBWF	Gouter	Ginner	D´
X <sub>0</sub>	1328,6	1351,5	1376,9	1441,5	1564,7	1581,1	1610,9	-
FWHM	35,9	42,2	39,8	117,5	35,1	34,7	29,7	-
Α	1279,7	5735,8	534,2	1339,0	2898,1	7235,4	1723,6	-
Н	22,7	86,6	8,5	7,3	52,6	132,6	37,0	-

Tabela 2 - Posição central (X<sub>0</sub>), largura total na metade do máximo (FWHM), área (A) e altura (H).

Fonte: Autoria própria, 2023.

 $Tabela\ 3\ -\ Grau\ de\ carbono\ amorfo\ (ACD),\ I_D\ /\ I_G,\ I_D\ /\ I_{Ginner}\ e\ taxas\ de\ I_D\ /\ I_{Gouter}\ para\ o\ NTCPM\ e\ o\ pó\ nanoestruturado\ 304LSS-NTC.$ 

	NTCPM	304LSS-NTC	Si-NTC	Ni-NTC
ACD	8%	4%	8,6%	14,9%
ID/IG	0,95	0,66	0,88	0,6
ID/IGouter	1,1	0,99	1,21	0,85
I <sub>D</sub> /I <sub>Ginner</sub>	2,6	0,98	2,27	3,03

Fonte: Autoria própria, 2023.

A Figura 26 exibiu os padrões de DRX para os nanotubos de carbono, partículas de aço inoxidável e o pó nanoestruturado. Os picos de características para cada material foram observados para os nanotubos -C (002), C (100) e C (004) - e para o 304LSS - $\gamma$  (111),  $\alpha$  (110),  $\gamma$  (200) e  $\gamma$  (220) -. O pó nanoestruturado evidenciou redução na intensidade do plano austenítico (111), em parte pela superposição com o C (100) dos nanotubos de carbono, e pela alta capacidade de absorção de raios X destes últimos, enquanto o pico C (002) já está anotado no espectro. Todas essas provas permitiram que o pó nanoestruturado (304LSS-

NTC) fosse introduzido de forma eficiente na fusão de alumínio para fornecer elementos de liga como Fe, Cr, Ni e Mn das partículas de aço inoxidável, e nanotubos de carbono (NTCPM), para melhorar tanto as propriedades mecânicas como a condutividade elétrica.

O pó nanoestruturado é observado no Figura 27, à medida que o aglomerado de NTC está ligado às partículas 304LSS. As mudanças estruturais por efeito do tratamento químico (TQ) são exibidas nas micrografias do TEM da Figura 28, pois o carbono amorfo desapareceu após o TQ.



Figura 26 - DRX de (a) como nanotubos de carbono de paredes múltiplas recebidos, (b) partículas de aço inoxidável 304L, (c) pó nanoestruturado 304LSS-NTC. Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 27 - Micrografias MEV indicando o pó nanoestruturado usando o modo BSE (a, b, c) e o modo SE (d, e, f). Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 28 - Micrografias TEM exibiram NTCPM como recebido (a, b, c) e tratado quimicamente (d, e, f). Fonte: Autoria própria, 2023.

Na Figura 29 é possível ver o nanotubo de carbono, indicado pelas setas, como reforço da matriz de alumínio. Para expor os nanotubos de carbono a superfície foi desbastada utilizando a lixa 80. A imagem mostra que os NTCs suportaram o processo de fundição e podem ter funcionado como reforço do compósito de matriz metálica.



Figura 29 - Nanotubo de carbono exposto na matriz de alumínio. Fonte: Autoria própria, 2023.

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO I

A Figura 30 mostra o esquema do processo de fundição e solidificação no molde metálico cilíndrico. Para a liga AINTC, apenas nanotubos de carbono (0,05% em peso) foram inseridos no metal líquido e, em seguida, o molde foi vazado, onde se observa que a aglomeração de nanotubos de carbono deve ocorrer e como a densidade do NTC é menor do que o alumínio, eles tendem a se acumular no topo do metal líquido. Posteriormente, os NTCs foram depositados no molde junto com a primeira porção do alumínio fundido e como a solidificação ocorre rapidamente, sem tempo suficiente para o NTC se mover para cima no molde, pois a primeira parte do metal que foi depositada ao solidificar mantém os nanotubos na parte inferior do lingote produzido.

Já para a liga Al1AINTC (2% em peso 304LSS -0,1% em peso NTC) após o vazamento no molde, notou-se que parte da mistura se dispersa no metal líquido, no entanto, é esperado que o excesso de mistura gere aglomerados no fundo do cadinho, devido ao excesso de pó nanoestruturado que tem uma densidade maior que o alumínio líquido. Esse comportamento fez com que uma pequena quantidade da mistura de pó metálico e nanotubos ficasse dispersa no metal fundido, mas quase todos os elementos da liga ficassem no fundo do cadinho, reduzindo o efeito de reforço e deteriorando as propriedades da liga. Essa

decantação poderia ocorrer pelo limite de solubilidade dos elementos de liga, combinando com baixa temperatura e tempo de fusão deles.

Para a liga Al1AINTC (1% em peso 304LSS - 0,05% em peso), o reforço tende a se dispersar na matriz, ao realizar a fundição, tendendo a permanecer disperso no molde, gerando o melhor mecanismo de reforço com excelente desempenho.



Figura 30 - (a) Esquema do pó nanoestruturado de 304LSS-5% em peso NTC, mostrando os nanotubos de carbono e as partículas de aço inoxidável com sua composição química. (b) A fundição esquemática para a liga de alumínio com 0,05% em peso de NTC (AlNTC), (c) 2% em peso de 304LSS -0,1% em peso de NTC (Al2AINTC), e (d) 1% em peso de 304LSS -0,05% em peso NTC (Al1AINTC), conforme observado os vários mecanismos de adição de nanotubos envolvidos em cada um. Fonte: Autoria própria, 2023.

As ligas obtidas foram caracterizadas microestruturalmente em MEV com EDS, medida eletricamente a condutividade elétrica, e mecanicamente através dos ensaios de microdureza e resistência à tração.

A Figura 31 mostra as micrografias MEV e o mapeamento EDS do Fe para as várias ligas, já (a) mostra a microestrutura típica do alumínio puro com baixas impurezas de Fe (f). A adição de 0,05% em peso de NTC (b, g) modificou esta microestrutura, evitando a segregação do ferro para o contorno dos dendritos, porém quando 1% em peso de pó de aço 304LSS foi incorporado houve uma maior precipitação dos elementos de liga para o soluto.

A adição do pó nanoestruturado (304LSS- NTC) com 1% em peso 304LSS - 0,05% em peso de NTC (d, e) alterou as microestruturas das características de alumínio, criando grãos alongados, com baixa segregação do Fe e dos outros elementos no limite de dendrito. Este comportamento pode estar associado à combinação de uma diminuição do tamanho do grão por efeito das partículas de aço inoxidável e uma distribuição uniforme dos nanotubos de carbono no MM, que evitam um maior movimento dos átomos pelo efeito do pining com Cr e principalmente Ni, que tinha grande afinidade pelo carbono.

Quando a porcentagem de aço 304LSS aumenta para 2% em peso (e, j), junto com 0,1% em peso de NTC, a microestrutura se altera notavelmente, mas nenhuma segregação foi observada, pois a temperatura do alumínio líquido não foi suficiente para derreter todo o 304LSS particulado, o que produziu uma deterioração das propriedades desta amostra.



Figura 31 - Micrografias SEM (parte superior) e mapeamento EDS (parte inferior) da liga do elemento de ferro (Fe) para as várias amostras. (a, f) Al puro [AlPuro], (b, g) Al-0,05% em peso NTC [AlNTC], (c, h) Al-1% em peso 304LSS [Al1AI], (d, i) Al- 1% em peso 304LSS -0,05% em peso NTC [Al1AINTC] e (e, j) Al-2% em peso - 0,1% em peso NTC [Al2AINTC]. Fonte: Autoria própria, 2023.

As propriedades de tração são observadas na Figura 32, juntamente com o gráfico da razão dos dimples. A curva revela que o Al1AINTC teve os melhores resultados de resistência à tração, tenacidade e deformação, do que as outras ligas testadas. A liga AlNTC apresentou resultados inferiores às demais ligas, com relação as propriedades mecânicas, provavelmente, devido à aglomeração dos nanotubos e à baixa densidade do NTC fazendo com que estes os levem à superfície do metal fundido, conforme mostrado na Figura 28b.

Os aglomerados de NTC produziram um acúmulo de tensões pontuais, gerando regiões de falha e reduzindo as propriedades mecânicas. A razão dos dimples analisada, pelo método de Narayanasamy et al. (2008), quando a razão de dimples é distante de um o material é dúctil, já que a liga Al1AINTC apresentou resultados superiores, justificando a causa deste material apresentar melhor desempenho em suas propriedades mecânicas. Por outro lado, a liga Al2AINTC apresentou a taxa mais frágil pelas análises dos dimples, coincidindo com os resultados das análises de resistência à tração e microestrutural.



Figura 32 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo I e gráfico de razão do dimples. Fonte: Autoria própria, 2023.

A Figura 33 mostra as fraturas após o teste de tração juntamente com o tamanho das microcavidades. O baixo aumento (80x) apresentou a característica de estrangulamento dos materiais dúcteis, como é o caso das ligas de alumínio. Enquanto essas altas ampliações (1000x) exibem as ondulações, permitiu obter um diâmetro médio através de uma curva gaussiana.

O tamanho das microcavidades não variou ao comparar o AlEC com a amostra AlNTC, indicando que a incorporação de nanotubos de carbono não influenciou nas ondulações, mas quando as partículas de aço inoxidável foram adicionadas o tamanho diminuiu significativamente nas três amostras. Para amostras de 1% em peso de aço 304LSS, o tamanho das ondulações, em ambas as amostras, foi quase o mesmo (~ 5,6  $\mu$ m), enquanto com 2% em peso de 304LSS a redução foi mais notória (~ 4,7  $\mu$ m), com uma redução de 23% e 35 %, respectivamente. Esses resultados indicaram que o 304LSS teve um efeito maior sobre o tamanho das microcavidades que os nanotubos de carbono, o que foi confirmado pelo refinamento dos grãos observado nas macroestruturas da Figura 20.



Figura 33 - (a) Al-EC, (b) 0,05% em peso de NTCPM, (c) 1% em peso de pó de 304LSS, (d) 1% em peso de pó de 304LSS -0,05% em peso de NTCPM, (e) 2% em peso de NTCPM. % 304LSS em pó-0,1% em peso NTCPM. Fonte: Autoria própria, 2023.

A Tabela 4 e Figura 34 mostram o limite de resistência à tração (LRT), microdureza Vickers (HV), condutividade elétrica (CE) e macrografias das amostras, já a Tabela 5 apresenta o gráfico de perdas e ganhos das propriedades estudadas. A Tabela 6 e Figura 35 apresentam os dados de tamanho de grãos nas amostras. AIEC mostra grãos equiaxiais grossos, em AINTC começam a refinar os grãos centrais, sugerindo que a transferência de calor interna foi maior no meio de lingote, como sugere Zhang et al., (2006).

A adição de 1% de partículas de 304LSS refinam os grãos significativamente pela adição de elementos de liga. A adição de 0,05% em peso de NTCs refinam ainda mais, devido ao derivado de alta transferência de calor para a inserção de NTC, ao passo que 2% em peso de 304LSS e 0,1% em peso de NTC excedem o limite de absorção do alumínio nesta temperatura decorrente de um crescimento dos grãos e menores propriedades mecânicas, microestruturais e elétricas (HANIZAM et al., 2019 e KUZ'MIN, KUZ'MINA, KUZ'MINA, 2019).

Ligas	Cond. H	Elétrica	Micro	odureza	LRT		
Ligas	(% IACS)	Desv. P.	(HV)	Desv. P.	(MPa)	Desv. P.	
Al-puro	61,08	1,51	42,29	0,98	167,73	0,72	
AINTC	67,2	0,39	43,01	1,30	163,16	1,5	
Al-AI	59,08	1,49	44,03	0,62	171,34	2,37	
Al-AINTC	67,04	1,21	48,24	0,88	183,27	0,48	
Al-2AINTC	63,03	0,28	44,37	1,14	171,34	1,34	

Tabela 4 - Condutividade elétrica, microdureza e LRT das ligas do Grupo I em relação ao Al-puro e Al-NTC.

Fonte: Autoria própria, 2023.

Tabela 5 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo I.

Ligas	Cond. Elétrica	Microdureza	LRT
Ligus	Ganhos e Perdas (%)	Ganhos/ Perdas (%)	Ganhos/ Perdas (%)
Al-puro			
AINTC	+ 10,02	+ 1,71	- 2,72
Al-AI	- 3,27	+4,11	+2,15
Al-AINTC	+ 9,76	+ 14,08	+ 9,27
Al-2AINTC	+ 3,19	+ 4,91	+ 2,15

Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 34 - Microdureza, condutividade elétrica, LRT e macrografias das ligas do Grupo V em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023.

Ligas	Tamanho de grão (mm)	Desv. Padrão
Al-puro	2,47	0,6932
AINTC	0,71	0,0765
AlAI	0,31	0,0591
AlAI1NTC	0,30	0,0318
AIAI2NTC	1,36	0,3405

Tabela 6 – Tamanho de grãos das amostras do Grupo I.

Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 35 – Gráfico de tamanho de grãos das amostras do Grupo I. Fonte: Autoria própria, 2023.

O Al-puro tem o comportamento conhecido de todas as suas propriedades, que é apresentado na Figura 34, por isso é utilizado como liga base, enquanto a incorporação de 0,05% em peso de NTC diminui seu desempenho em LRT, associado aos aglomerados de NTC, atuando como concentrações de tensões, e reduzindo sua tenacidade. Pela baixa densidade do NTC, ele pode ter flutuado e subido à superfície principalmente, permanecendo apenas uma pequena quantidade na matriz. No entanto, a CE aumentou em torno de 10% quando comparado com o Al-puro, indicando mudanças nas propriedades da matriz de Al, como mostra Ujah et al. (2019) que demostrou aumento da condutividade elétrica com teores de nanotubo de carbono na matriz de alumínio.

Com 1% em peso de partículas de 304LSS em pó o LRT aumenta ligeiramente, devido às tensões residuais decorrentes dos elementos de liga para a matriz, reduzindo a deformação e a CE (~ 5%). A amostra Al1AINTC teve um melhor comportamento em todas as suas propriedades (LRT, deformação, tenacidade, microdureza e CE), quase 10% em cada uma. Com o tratamento químico os nanotubos de carbono mostraram boa sua capacidade de fixação com o pó do 304LSS, unindo de forma eficaz dentro da matriz de alumínio os elementos de liga do aço 304LSS, mantendo seu efeito de reforço.

Com maiores quantidades de 304LSS e nanotubos, o reforço fica comprometido, as propriedades diminuindo em comparação com a amostra Al1AINTC, mas já acima do AlEC. Altas quantidades de pó de partículas 304LSS podem não ter derretido no processo de fundição do alumínio, devido à baixa temperatura e baixo tempo a que o pó foi submetido.

É possível observar no gráfico da Figura 36 a relação das propriedades elétricas e mecânicas para assim selecionar a liga com melhor desempenho, considerando o melhor desempenho a liga que apresentar maiores propriedades elétricas e mecânicas. A seta indicando o melhor desempenho no gráfico das ligas que mais se distanciam das origens dos eixos de condutividade elétrica e LRT, ou seja, as ligas que se aproximarem mais da ponta da seta apresentam melhores desempenhos na relação das propriedades analisadas.



Figura 36 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras do Grupo I, indicando a liga de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023.

A liga Al1AINTC foi a que apresentou os melhores resultados em relação às propriedades avaliadas. Nesse sentido, quando comparada à literatura, a condutividade elétrica foi superior às ligas comerciais Al6201 antes e após o tratamento térmico T81 (48,9% IACS, 50,6% IACS), na condição de fio com 3,00 mm de diâmetro, mas o LRT foi inferior à obtida na literatura tanto na condição anterior quanto posterior ao T81 (261,7 MPa e 275,9 MPa) (KARABAY, 2006).

#### 4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO II (SI + NTC)

A Figura 37 mostra o esquema do processo de fundição e solidificação no molde metálico cilíndrico para as ligas com silício. Os NTCs foram depositados no molde quando estavam agregados ao pó metálico de Si, como descrito nas seções 3.2 e 3.4, ou seja, o material é depositado no molde junto com o alumínio fundido, como a solidificação ocorre de forma rápida, sem tempo suficiente para o NTC se mover para cima no molde, a primeira parte do metal que foi depositada ao solidificar mantém os nanotubos na parte inferior do lingote produzido. Da mesma forma que aconteceu com as ligas do Grupo I.



Figura 37 – Esquema do processo de solidificação do alumínio com o pó metálico de Si e NTC, mostrando os nanotubos de carbono e as partículas de silício dispersas na matriz após a solidificação. Fonte: Autoria própria, 2023.

Com relação a caracterização das ligas do Grupo II (ligas com silício + NTC) a Tabela 7 e Figura 38 mostram o limite de resistência à tração (LRT), microdureza Vickers (HV), condutividade elétrica (CE) e a Tabela 8 apresenta o gráfico de perdas e ganhos das propriedades analisadas em relação a liga Al-puro. A Figura 34 também apresenta as macrografias para as amostras das ligas de referência e ligas do Grupo II.

Após a aplicação do Método das Interceptações Lineares, utilizando-se da média entre 5 linhas por micrografia, foi caracterizado o tamanho de grão de cada amostra, resultados apresentados na Tabela 9 e Figura 39 para as amostras do Grupo II. Onde nota-se a ocorrência de refino de grãos, nas ligas com 1% de Si, principalmente ao adicionar-se nanotubos de carbono na sua estrutura. Ao adicionar 2% de Si observa-se que a estrutura das amostras é equiaxial, onde, assim como nas de 1% de Si, a liga com nanotubos de carbono apresentou maiores refinamentos de grãos em relação a liga Al2Si.

Ligas	Cond.	Elétrica	Micr	odureza	L	RT
Ligas	(% IACS)	Desv. P.	(HV)	Desv. P.	(MPa)	Desv. P.
Al-puro	61,08	1,51	42,29	0,98	167,73	0,72
AINTC	67,2	0,39	43,01	1,3	163,16	1,5
Al1Si	60,55	0,73	43,06	1,8	205,15	2,88
Al2Si	57,84	0,00349	44,49	2,70	228,74	5,84
Al1SiNTC	61,51	0,4	42,68	2,53	198,35	0,82
Al2SiNTC	61,05	0,004	47,93	2,37	235,05	1,95

Tabela 7 - Condutividade elétrica, microdureza e LRT das ligas do Grupo II e Al-puro e Al-NTC.

Fonte: Autoria própria, 2023.

Tabela 8 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo II.

Ligas	Cond. Elétrica	Microdureza	LRT
	Ganhos/ Perdas (%)	Ganhos/ Perdas (%)	Ganhos/ Perdas (%)
Al-puro			
AINTC	+ 10,02	+ 1,70	-2,72
Al1Si	-0,87	+ 1,82	+ 22,31
Al2Si	-5,30	+ 5,20	+ 36,37
<b>Al1SiNTC</b>	+0,70	+0,92	+ 18,26
Al2SiNTC	-0,05	+ 13,34	+40,14

Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 38 - Condutividade elétrica, microdureza, LRT e macrografias das ligas do Grupo II em relação ao Al-puro e AINTC. Fonte: Autoria própria, 2023.

Ligas	Tamanho de grão (mm)	Desv. Padrão
Al-puro	2,47	0,6932
AINTC	0,71	0,0765
Al1Si	0,48	0,0355
AllSiNTC	0,19	0,0349
Al2Si	1,77	0,2146
Al2SiNTC	1,205448	0,2299
<b>F</b> ( <b>A</b> ( <b>!</b>	/ . 0000	

Tabela 9 - Tamanho de grãos das amostras do Grupo II.

Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 39 – Gráfico de tamanho de grãos das amostras do Grupo II. Fonte: Autoria própria, 2023.

Em relação as propriedades elétricas e mecânicas, pelo gráfico da Figura 34 nota-se que em relação as ligas de referência ao se adicionar teores de Si ocorreram decréscimos nas propriedades elétricas com perdas de até 5% para a liga com 2% de silício, mas apenas 0,05% para a liga Al2SiNTC. Contudo, observou-se ganhos de propriedades mecânicas nas ligas com NTCs, tendo a liga Al2SiNTC ganhos que chegaram à faixa de 40% para o LRT. Ou seja, ao adicionar nanotubos de carbono a condutividade elétricas das ligas voltaram ao mesmo patamar do Al-puro com LRT na faixa das ligas de Al com Si.

Ao aumentar a quantidade de NTCs na liga ocorreu o aumento das propriedades mecânicas, de microdureza e LRT, que está de acordo com Carvalho et al. (2016) quando diz que quanto maior o teor de NTC na matriz Al-Si, maior a ocorrência de aglomerados, consequentemente mente são gerados efeitos as propriedades mecânicas. Como sugere Nascimento (2015) o aumento da concentração de nanotubos de carbono aumenta a dureza dos materiais estudados. Essa diferença de dureza não é observada na mesma proporção quando se trata de LRT ao comparar as ligas com e sem NTCs, isso pode ser devido a maiores durezas na superfície da liga quando utilizado nanotubos de carbono, esse comportamento foi observado por Nascimento (2015), onde notou-se que ocorre transporte de NTC para essas regiões mais afastadas que possibilita projetar ligas de alumínio por fusão e solidificação com superfícies superiores mais resistentes.

A Figura 40 apresenta o gráfico de tensão x deformação das ligas do Grupo II em relação as ligas Al-puro e Al-NTC, onde nota-se que em relação as características mecânicas

e inserção de Si e NTC nas ligas provocou mudanças significativas na curva tensão x deformação. Na Figura 41 é apresentado a razão dos *dimples* das ligas do Grupo II.



Figura 40 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo II em relação ao Al-puro e AINTC. Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 41 - Gráfico de razão do dimples para as ligas do Grupo II. Fonte: Autoria Própria, 2023.

De acordo com o gráfico da Figura 40 é possível notar que com a adição de 1% de silício as propriedades mecânicas da liga se elevaram, mas ocorreu uma diminuição na deformação da liga. Ao adicionar NTC a liga com 1% de Si nota-se ganho na deformação,

o que sugere que os NTCs aumentam a ductilidade das ligas, mantendo a tensão no mesmo patamar da liga Al1Si. Já nas ligas com 2% Si observa-se ganhos de mecânicas e de deformação, sendo a liga com nanotubos de carbono superior nos dois aspectos, o que sugere que no Grupo II a liga Al2SiNTC apresentou maior resistência mecânica e ductilidade desse conjunto de ligas. Essa maior ductilidade é comprovada pelo gráfico da razão dos *dimples* (Figura 41), onde a liga Al2SiNTC apresentou a maior razão dos *dimples* e consequentemente maior ductilidade. A Figura 41 comprova que a presença dos NTCs melhora a ductilidade das ligas, sendo que a razão dos *dimples* está na faixa de 1,4, resultado que está de acordo com a deformação real apresentada na Figura 36.

A Figura 42 apresenta as fraturas resultantes do ensaio de tração com os histogramas correspondentes para cada liga analisada do Grupo II.



Figura 42 – Imagens das fraturas e histograma das amostras (a) Al1Si, (b) Al1SiNTC, (c) Al2Si, (d) Al2SiNTC. Fonte: Autoria própria, 2023.

Na Figura 42 observa-se com base na curva gaussiana que o maior diâmetro médio das amostras analisadas no Grupo II é da liga Al2Si com 3,56 µm que está em concordância com a macroestrutura apresentada na Figura 34, já que as outras 3 amostras apresentaram macroestrutura mais refinada em relação a Al2Si.

Na Figura 34 é possível observar a relação das propriedades elétricas e mecânicas para assim selecionar a liga do Grupo II que apresentou melhor desempenho, considerando o melhor desempenho a liga que apresentar maiores propriedades elétricas e mecânicas. A seta indica a tendencia de melhor desempenho no gráfico, ou seja, as ligas que se aproximarem mais da ponta da seta apresentam melhores desempenhos na relação das propriedades analisadas.



Figura 43 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras do Grupo II, indicando a liga de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023.

As ligas com nanotubo de carbono apresentaram resultados que mais se aproximaram do melhor desempenho. Contudo, foi a liga Al2SiNTC que apresentou os melhores resultados em relação às propriedades avaliadas.

#### 4.4 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO III (Ni + NTC)

A Figura 44 mostra o esquema do processo de fundição e solidificação no molde metálico cilíndrico para as ligas utilizando pó metálico de Níquel funcionalizados com os nanotubos de carbono. Os NTCs foram depositados no molde quando estavam agregados ao pó metálico de Ni, como descrito nas seções 3.2 e 3.4, ou seja, o material é depositado no molde junto com o alumínio fundido, assim como descrito nas ligas do Grupo II, ou seja, como a solidificação ocorre de forma rápida, os NTCs não tem tempo suficiente para se moverem para cima no molde, com isso a primeira parte do metal que foi depositada ao solidificar mantém os nanotubos na parte inferior do lingote produzido permitindo assim uma dispersão desejada do reforço no compósito de matriz metálica.



Figura 44 – Esquema do processo de solidificação do alumínio com o pó metálico de Ni e NTC, mostrando os nanotubos de carbono e as partículas de níquel dispersas na matriz após a solidificação. Fonte: Autoria própria, 2023.

Já com relação a caracterização das ligas do Grupo III (níquel + NTC). A Tabela 10 e Figura 45 apresentam os resultados de condutividade elétrica, LRT e microdureza das ligas em comparação com Al-puro e Al-NTC, onde nota-se ganhos de propriedades mecânicas, principalmente, de LRT e ganhos de propriedades elétricas das ligas do Grupo III em relação ao Al-puro (Tabela 11). Que demonstra um grande potencial da utilização de Ni+NTC em ligas de alumínio. Além disso, a Figura 45 mostra as macroestruturas das ligas, onde podese, ver em relação ao Al-puro, a capacidade de refinamento provocado tanto pelo Ni como pelo NTC, com maior equixialidade nos centros das amostras. Na Tabela 12 e Figura 46 são apresentados os resultados da medição do tamanho de grãos para as amostras do Grupo III.

	Co	nd. Elét	trica	Ν	licrodu	reza		LRT	
Ligas	(% IACS)	Desv. P.	Ganhos/ Perdas (%)	(HV)	Desv. P.	Ganhos/ Perdas (%)	(MPa)	Desv. P.	Ganhos/ Perdas (%)
Al-puro	61,08	1,51		42,29	0,98		167,73	0,72	
AINTC	67,2	0,39	10,02	43,01	1,3	1,70	163,16	1,5	-2,73
Al1Ni	64,14	0,22	5,01	42,01	0,94	-0,66	172,15	4,47	2,64
Al2Ni	63,29	0,38	3,62	46,87	1,7	10,83	186,47	3,53	11,17
Al1NiNTC	65,68	1,63	7,53	42,1	0,54	-0,45	169,44	3,4	1,02
Al2NiNTC	66,26	0,42	8,48	46,4	0,45	9,72	182,16	2,14	8,6

Tabela 10 - Condutividade elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo III em relação ao Al-puro e AlNTC.

Fonte: Autoria própria, 2023.

Tabela 11 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo III.

Ligas	Cond. Elétrica	Microdureza	LRT
0	Ganhos/ Perdas (%)	Ganhos/ Perdas (%)	Ganhos/ Perdas (%)
Al-puro			
AINTC	+ 10,02	+ 1,70	-2,73
Al1Ni	+ 5,01	-0,66	+ 2,64
Al2Ni	+ 3,62	+ 10,83	+ 11,17
Al1NiNTC	+ 7,53	-0,45	+ 1,02
Al2NiNTC	+ 8,48	+ 9,72	+ 8,6

Fonte: Autoria própria, 2023.


Figura 45 - Condutividade elétrica, Microdureza, LRT e macrografias das ligas do Grupo III em relação ao Al-puro e AlNTC. Fonte: Autoria própria, 2023.

Ligas	Tamanho de grão (mm)	Desv. Padrão	
Al-puro	2,47	0,6932	
AINTC	0,71	0,0765	
Al1Ni	0,90	0,1019	
Al1NiNTC	0,22	0,0404	
Al2Ni	0,85	0,0751	
Al2NiNTC	0,80	0,2056	
<b>F</b> ( <b>A</b> ( <b>C</b> )	. 0000		

Tabela 12 - Tamanho de grãos das amostras do Grupo III.

Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 46 – Gráfico de tamanho de grãos das amostras do Grupo III. Fonte: Autoria própria, 2023.

Em relação a propriedade elétrica é possível observar o ganho dessa propriedade na faixa de 7 a 8% provocado pelo níquel e pelos nanotubos de carbono em relação ao Al-puro, onde foram obtidos os melhores resultados nas ligas com a presença de NTCs independente da presença ou quantidade de teores de Ni. Já em relação as propriedades mecânicas os resultados mais elevados foram obtidos com o maior teor de níquel utilizado, com ganhos de microdureza e LRT na faixa de 8 a 9 %. Isso pode ter ocorrido pois o arranjo que Ni e NTC associado a matriz de alumínio proporciona um reforço para a microestrutura, conferindo consequentemente uma maior resistência mecânica ao material como descreve Nascimento (2015). Com isso, pode-se concluir que assim como descrito por Billah e Chen (2019) o arranjo estrutural de Ni e NTC associados a matriz de Al gera excelentes ganhos em LRT, dureza e em condutividade elétrica.

A Figura 47 mostra o gráfico de tensão x deformação das ligas do Grupo III (Ni+NTC) em relação as ligas Al-puro e AlNTC, onde fica evidente os ganhos de propriedades mecânicas citados anteriormente. Entretanto, nesse caso, não foi observado diferença significativa nas deformações obtidas. Na Figura 48 são apresentadas as razões dos dimples das ligas do Grupo III, onde percebe-se que não ouve uma variação significativa da razão dos dimples das amostras analisadas com Ni, que corrobora o resultado da deformação observado na Figura 47.



Figura 47 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo III em relação ao Al-puro e AlNTC. Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 48 - Gráfico de razão do dimples para as ligas do Grupo III. Fonte: Autoria Própria, 2023.

A Figura 49 apresentada as fraturas da liga do grupo III juntamente com o histograma correspondente para cada amostra.



Figura 49 - Imagens das fraturas e histograma das amostras (a) Al1Ni, (b) Al1NiNTC, (c) Al2Ni, (d) Al2NiNTC. Fonte: Autoria própria, 2023.

Nas análises do tamanho dos dimples pelos histogramas apresentados as curvas gaussianas mostram que as ligas com nanotubos de carbono apresentaram menor tamanho das microcavidades, com 2,67 e 2,42 µm para as ligas Al1NiNTC e Al2NiNTC, respectivamente, indicando que a presença dos NTCs causou refinamento nas estruturas das ligas.

Na Figura 50 é possível observar a relação das propriedades elétricas e mecânicas para assim selecionar a liga do Grupo III que apresentou melhor desempenho, considerando o melhor desempenho a liga que apresentar maiores propriedades elétricas e mecânicas. A seta indica a tendencia de melhor desempenho no gráfico.



Figura 50 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras do Grupo III, indicando a liga de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023.

As ligas com nanotubo de carbono apresentaram resultados que mais se aproximaram do melhor desempenho. A liga mais otimizada foi a liga Al2NiNTC que apresentou os melhores resultados em relação às propriedades avaliadas.

#### 4.5 COMPARAÇÃO ENTRE OS GRUPOS I, II E III

Considerando as melhores ligas produzidas com cada Grupo foi possível montar um gráfico comparativo com relação a caracterização das ligas Al1AINTC, Al2SiNTC eAl2NiNTC. A Figura 51 apresenta os resultados de condutividade elétrica, LRT e microdureza das ligas em comparação com Al-puro e AlNTC, onde nota-se ganhos de propriedades mecânicas das ligas dos Grupos I, II e III, já comparando as ligas dos Grupos I, II e III, nota-se um ganho significativo na liga do Grupo II com Si e NTC. Com relação a condutividade elétrica os três compostos nanoestruturados causaram ganhos de mais de 10% nas ligas produzidas em relação a liga Al-puro, com exceção da liga com Si, que apesar dos ganhos significativos de propriedade mecânica, demonstrou uma manutenção das propriedades elétricas. Esses resultados demonstram o grande potencial da utilização de compostos nanoestruturados em ligas de alumínio.



Figura 51 - Microdureza, condutividade elétrica e LRT das ligas Al1AINTC, Al2SiNTC eAl2NiNTC em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023.

Quando comparamos as melhores ligas de cada grupo, nota-se que em relação as propriedades mecânicas a liga que mais destaca-se é a com Si, principalmente, quando se olha para o LRT. Já em relação a condutividade elétrica as ligas AlAINTC e Al2NiNTC se mantiveram em um patamar superior ao do Al-puro, com resultados na mesma faixa da liga AlNTC. Portanto, pode-se dizer que essas ligas tiveram melhores desempenhos quando se trata de propriedades elétricas. Isso mostra a viabilidade da utilização das ligas dos 3 grupos na indústria de cabos elétricos.

A Figura 52 mostra o gráfico de tensão x deformação da comparação das ligas dos Grupos I, II e III, onde fica evidente que os nanotubos de carbono com Si contribuíram mais para ganhos de propriedades mecânicas do que os outros compostos nanoestruturados. É possível observar também que os ganhos de propriedades mecânicas com os compostos nanoestruturados se dão tanto em resistência quanto em capacidade de deformação. Com base nisso, pode-se sugerir que as ligas ficaram mais dúcteis com a inserção de compostos nanoestruturados sem perder a sua resistência.



Figura 52 - Curva Tensão x Deformação das ligas Al1AINTC, Al2SiNTC eAl2NiNTC em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023.

#### 4.6 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO IV (SÉRIE 6XXX – SEM MG)

As ligas do Grupo IV (modificadas da série 6XXX, retirando o elemento Mg e inserindo o composto nanoestruturado de Ni+NTC) foram caracterizadas em relação as propriedades elétricas e mecânicas. A Tabela 13 e Figura 53 apresentam os resultados de

condutividade elétrica, microdureza e LRT das ligas do Grupo IV em comparação com Alpuro e AlNTC que são as ligas de referência e também em relação a liga do Grupo III com o composto nanoestruturado de Ni, onde nota-se ganhos de propriedades mecânicas significativos das ligas do Grupo IV em relação as ligas de referência e também em relação a liga do Grupo III, além disso, é perceptível que a medida que se insere Ni e Ni+NTC na base AlCFS o ganho nas propriedades mecânicas se torna maior chegando a aproximadamente 280 MPa de LRT para a liga AlCFS1Ni e próximo de 60 HV de microdureza na liga AlCFS1NiNTC, com ganho de 38% na microdureza e 39% no LRT, como indicado na Tabela 14. Como esperado, as ligas modificadas da série 6XXX, apesar de terem melhores propriedades mecânicas, tem propriedades elétricas inferiores ao Al-puro.

Tabela 13 - Condutividade elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo IV em relação as ligas de referência.

Ligas	Cond. Elétrica		Microdureza		LRT	
C	(% IACS)	Desv. P.	(HV)	Desv. P.	(MPa)	Desv. P.
Alpuro	61,08	1,51	42,29	0,98	167,73	0,72
AINTC	67,2	0,39	43,01	1,3	163,16	1,5
Al2NiNTC	66,26	0,42	46,4	0,45	182,16	2,14
AICFS-Base	55,87	0,54	51,47	2,38	226,42	2,32
AICFS1Ni	57,85	0,22	52,73	1,95	279,22	6,53794
AICFS1NiNTC	59,95	0,34	58,39	2,72	234,75	1,34

Fonte: Autoria própria, 2023.

Tabela 14 - Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo IV.

Ligas	Cond. Elétrica	Microdureza	LRT	
	Ganhos e Perdas (%)	Ganhos e Perdas (%)	Ganhos e Perdas (%)	
Alpuro				
AINTC	+ 10,02	+ 1,70	-2,72	
Al2NiNTC	+ 8,48	+9,72	+8,60	
AlCFS-Base	-8,53	+21,71	+ 34,99	
AICFS1Ni	-5,29	+ 24,69	+ 66,47	
AICFS1NiNTC	-1,85	+38,07	+ 39,96	

Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 53 - Condutividade elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo IV em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023.

Quando tratamos das ligas modificadas da série 6XXX utilizando como base a liga AlCFS-Base percebe-se que ao inserir Ni essa condutividade elétrica aumenta em uma proporção de 5% e ao inserir Ni+NTC a proporção de ganho de condutividade elétrica é de ~10% em relação a liga base, chegando próximo a 60% IACS e ficando na faixa de condutividade elétrica do Al-puro, isso pode ocorrer devido a formação de zonas livres de precipitação em torno do contorno de grão das ligas de Al (LIU et al., 2014). Ou seja, a liga modificada da série 6XXX com o composto nanoestruturado apresentou condutividade elétrica semelhante ao Al-puro, mas com propriedades mecânicas muito superiores, com ganho de microdureza na faixa de 38% e ganho de LRT de aproximadamente 40%.

A Figura 54 mostra o gráfico de tensão x deformação das ligas do Grupo IV tendo como referência as ligas trabalhadas anteriormente (Al-puro, Al-NTC e Al-2NiNTC), onde fica evidente os ganhos significativos de propriedades mecânicas. Percebe-se que na liga modificada da série 6XXX com o composto nanoestruturado de Ni+NTC a deformação foi superior, que sugere a contribuição do composto nanoestruturado para maior ductilidade das ligas de alumínio. A Figura 55 apresenta o gráfico da razão dos dimples para as ligas do Grupo IV.



Figura 54 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo IV em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 55 - Gráfico de razão do dimples para as ligas do Grupo IV. Fonte: Autoria Própria, 2023.

O gráfico da Figura 55 comprova pela análise da razão dos dimples que a liga AlCFS1NiNTC apresenta maior ductilidade como indicado na curva de tensão x deformação da Figura 54. A razão do dimples chegou próximo de 1,7 para a liga AlCFS1NiNTC, resultado bem superior a base AlCFS que apresentou a razão dos dimples de aproximadamente 1,1, que mostra que as microcavidades sofreram pouca deformação antes do rompimento.

# 4.7 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS DO GRUPO V (SÉRIE 6XXX – NTC)

Ao trabalhar com teores de ligas da série 6XXX inserindo o NTC juntamente com o Si nanoestruturado obteve-se a liga AlCFM0,7SiNTC. A liga foi caracterizada em relação as propriedades elétricas e mecânicas. A Tabela 15 e a Figura 56 apresentam os resultados de condutividade elétrica, microdureza e LRT da liga em comparação com as ligas de referência Al-puro e AlNTC e também em relação a liga do Grupo IV com o composto nanoestruturado de Si+NTC, onde nota-se ganhos de propriedades mecânicas significativos desde a liga AlCFM0,7Si com microdureza de 58,96 HV e LRT de 303,99 MPa, resultados de propriedades mecânicas muito superiores as ligas de referência e LRT superior a liga com melhor resultado do Grupo IV. A Tabela 16 apresenta a análise de ganhos e perdas das ligas em relação ao Al-puro.

Ligas	Cond. Elétrica		Microdureza		LRT	
	(% IACS)	Desv. P.	(HV)	Desv. P.	(MPa)	Desv. P.
Al-puro	61,08	1,51	42,29	0,98	167,73	0,72
AINTC	67,2	0,39	43,01	1,3	163,16	1,5
AICFS1NiNTC	59,95	0,34	58,39	2,72	234,75	1,34
AlCFM0,7Si	54,74	0,63	58,96	4,73	303,99	0,65
AICFM0,7SiNTC	57,17	0,23	69,15	4,58	332,59	5,65

Tabela 15 – Cond. elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo V em relação as ligas de referência.

Fonte: Autoria própria, 2023.

Tabela 16 – Dados de ganhos (+) e perdas (-) das propriedades das ligas do Grupo V.					
Ligas	Cond. Elétrica	Microdureza	LRT		
	Ganhos e Perdas (%)	Ganhos e Perdas (%)	Ganhos e Perdas (%)		
Al-puro					
AINTC	+ 10,02	+ 1,70	- 2,72		
AICFS1NiNTC	- 1,85	+ 38,07	+ 39,96		
AlCFM0,7Si	- 10,38	+ 39,42	+ 81,24		
AICFM0,7SiNTC	- 6,40	+ 63,51	+ 98,29		

Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 56 - Condutividade elétrica, Microdureza e LRT das ligas do Grupo V em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023.

Na liga do Grupo V com NTCs os resultados tanto de microdureza quanto de LRT se tornam ainda mais superiores, sendo a microdureza de 69,15 HV e LRT de 332,59 MPa, ganhos percentuais de 63,5% e 98,3%, respectivamente, em relação ao Al-puro. Isso pode ter sido devido ao melhor arranjo estrutural do composto intermetálico Mg<sub>2</sub>Si associado ao nanotubo de carbono.

Ao se tratar da liga AlCFM0,7Si como base percebe-se que ao adicionar nanotubos de carbono a liga teve ganhos significativos de LRT e microdureza, que está de acordo com o demonstrado por Kondoh et al. (2014), onde o autor mostra que para as ligas 6XXX reforçadas com o nanotubo de carbono há um incremento nas propriedades mecânicas de LRT e de microdureza.

Assim como nas ligas do Grupo IV, as ligas da série 6XXX, apesar de terem melhores propriedades mecânicas, tem propriedades elétricas inferiores ao Al-puro, entretanto, a condutividade elétrica ficou próximo de 55% IACS na liga AlCFM0,7Si, o que é uma perda proporcional inferior ao ganho de resistência mecânica. Já a condutividade elétrica da liga AlCFM0,7SiNTC foi de 57,17 % IACS, uma perda de 6,4% em relação ao Al-puro, que caracteriza uma perda pequena quando comparado ao ganho de propriedade mecânica obtido.

A liga AICFM0,7Si apresentou a condutividade elétrica de 54,74 % IACS que foi superada quando inserido NTCs nessa matriz, fazendo com que a liga AICFM0,7SiNTC apresentasse condutividade elétrica de 57,17 % de IACS, esse de propriedades elétricas ao adicionar-se nanotubos de carbono pode ser atribuído à segregação de Mg e Si na interface CNT e Al que resultou na formação de zonas livres de precipitados na região periférica dos NTCs, bem como na diminuição das concentrações de Mg e Si na matriz e, portanto, do espalhamento de elétrons como descrito por Liu et al., (2014).

A Figura 57 mostra o gráfico de tensão x deformação das ligas do Grupo V tendo como referência as ligas trabalhadas anteriormente (Al-puro, Al-NTC e AlCFS1NiNTC) onde fica evidente os ganhos significativos de propriedades mecânicas em relação as ligas de referência. A liga AlCFM0,7SiNTC obteve valores superiores de resistência a tração, mas consequentemente obteve valores inferiores de deformação. O que sugere que as tensões internas causadas pelo composto nanoestruturado podem ter aumentado significativamente a um ponto que resultou em uma fragilidade maior da liga, tornando-a menos dúctil. A razão dos dimples para as ligas do Grupo V são apresentadas no gráfico da Figura 58.



Figura 57 - Curva Tensão x Deformação das ligas do Grupo V em relação as ligas de referência. Fonte: Autoria própria, 2023.



Figura 58 - Gráfico de razão do dimples para as ligas do Grupo V com as imagens das microcavidades para a liga AlCFM1SiNTC. Fonte: Autoria Própria, 2023.

A liga AICFM0,7SiNTC apresentou a razão dos dimples menor do que o alumínio puro, sendo aproximadamente 1,1 para a liga da série 6XXX e acima de 1,2 para o alumínio puro. Esse resultado já era esperado em virtude da liga da série 6XXX já apresentar outros elementos de liga, resultando em maiores tensões internas no material e, consequentemente, apresentando maior resistência mecânica do que a liga pura.

### 4.8 COMPARAÇÃO COM LIGAS COMERCIAIS

A Figura 59 mostra um mapa de propriedade da relação de condutividade elétrica pelo LRT das ligas dos Grupos I, II e III comparação com a liga comercial de referência da série 1XXX.



Figura 59 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras dos Grupos I, II e III, indicando a tendencia de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023.

O mapa de propriedades da Figura 59 evidencia que as ligas com nanotubos de carbono e apresentam a tendencia de melhor desempenho que as ligas de referência, como o Al-puro e liga de alumínio comercial Al-1350-EC.

A Figura 60 apresenta a comparação das ligas de melhor desempenho de cada composto nanoestruturado com a liga comercial Al1350-EC. Onde percebe-se que em

relação as características elétricas as ligas produzidas mostraram-se superiores a liga comercial, com exceção da liga Al2SiNTC que ficou na mesma faixa da liga comercial Al1350-EC.



Figura 60 - Comparação das ligas de cada composto nanoestruturado com a liga comercial Al1350-EC. Fonte: Autoria própria, 2023.

Em relação a propriedade mecânica a liga comercial está em uma faixa de LRT que vai de 160 a 185 MPa, sendo que as ligas produzidas com compostos nanoestruturados apresentaram LRT na mesma faixa da liga comercial Al1350-EC, com exceção mais uma vez da liga Al2SiNTC que apresentou superior a liga comercial. Com base nisso pode-se inferir que as ligas nanoestruturadas Al1AINTC e Al2NiNTC conseguiram manter propriedades mecânicas apresentando propriedades elétricas superiores a liga comercial, que pode ser caracterizado como uma vantagem comercial. Enquanto a liga Al2SiNTC conseguiu manter as propriedades mecânicas na mesma faixa da liga comercial e obteve LRT superior em uma faixa de 27 a 47%, o que também torna a liga comercialmente viável para ser utilizada na indústria de cabos elétricos.

A Figura 61 apresenta o gráfico de propriedade da relação de condutividade elétrica pelo LRT das ligas dos Grupos IV e V em comparação com a liga comercial de referência da série 6XXX, a liga Al 6201.



Figura 61 - Gráfico da relação de condutividade pelo LRT das amostras dos Grupos IV e V, indicando a tendencia de melhor desempenho. Fonte: Autoria própria, 2023.

O mapa de propriedades da Figura 34 mostra que as ligas com nanotubos de carbono e apresentaram tendencia de melhor desempenho que as ligas de referência, como o Al-puro e liga de alumínio comercial da série 6XXX, Al 6201.

Já a Figura 62 apresenta a comparação das ligas de melhor desempenho da série 6XXX de cada composto nanoestruturado com a liga comercial Al Liga 6201. Nota-se que em relação as características elétricas as ligas produzidas mostraram-se superiores a liga comercial.



Figura 62 - Comparação das ligas da série 6XXX nanoestruturadas em relação a liga comercial Al Liga 6201. Fonte: Autoria própria, 2023.

Com relação as propriedades mecânicas a liga AlCFS1NiNTC se mostrou inferior a liga comercial, ficando ~50 MPa abaixo da faixa de LRT da liga Al Liga 6201, já a liga AlCFM0,7SiNTC obteve o LRT superior a faixa da liga comercial, se mostrando muito promissora para utilização em cabos elétricos. Além de propriedades mecânicas superiores, a liga também apresentou propriedades elétricas que se destacam quando comparada a liga comercial da série 6XXX.

Com base nessas informações pode-se afirmar que a liga AlCFM1SiNTC é viável para ser utilizada comercialmente na indústria de cabos elétricos por apresentar as propriedades elétricas e mecânicas, que são desejadas na aplicação, superiores a liga comercial e por ser fabricada pelo método de fundição convencional sem que seja necessário alterar as matrizes de produção de ligas de alumínio convencionais, sem utilizar técnicas complexas e consequentemente sem acréscimo no custo de produção, como sugerido por Simões et al., (2014).

# **CAPÍTULO 5**

#### **5 CONCLUSÕES**

Este trabalho apresentou um novo processo de fabricação de uma liga de alumínio nanoestruturada com maiores propriedades mecânicas e condutoras elétricas.

Em relação a caracterização do composto nanoestruturado de (304LSS+NTC) as paredes externas tiveram uma diferença maior (26 cm<sup>-1</sup> contra 11 cm<sup>-1</sup> da parede interna) sugerindo uma grande interação com a matriz metálica (MM), que pode produzir uma ligação entre as nanopartículas de carbono e as partículas dos pós-metálicos, análise que pode ser comprovada analisando o espectro de 2<sup>a</sup> ordem da banda G'.

O composto nanoestruturado foi adicionado ao Al por meio de fundição tradicional molde metálico cilíndrico, como foi realizado o tratamento químico fazendo a ligação dos nanotubos de carbono com os pós-metálicos, o reforço tendeu a se dispersar na matriz, ao realizar a fundição, tendendo a permanecer disperso no molde, gerando o melhor mecanismo de reforço com desempenho superior as ligas convencionais.

Nas ligas do Grupo I, com aço 304LSS, a melhor liga de alumínio foi a combinação de 1% em peso de partículas de aço inoxidável e 0,05% em peso de NTCPM, demonstrando 10% de incremento em todas as suas propriedades. O desempenho mecânico se deve ao pó 304LSS e ao condutor elétrico ao NTC. A fixação entre a matriz do pó 304LSS e o NTCPM, derivado do tratamento químico, é fundamental para incorporar com sucesso as nanopartículas na matriz de alumínio.

As ligas do Grupo II com o composto nanoestruturado de Si e NTC apresentaram condutividade elétrica na mesma faixa do Al-puro, sendo que a liga Al2SiNTC apresentou ganhos de LRT na faixa de 40% em relação ao Al-puro. Já o composto nanoestruturado de Ni+NTC, demonstrou um grande potencial de utilização em ligas de alumínio, sendo superior ao Al-puro tanto em relação as características mecânicas (ganho de 8,6% em LRT e 9,7% em microdureza) quanto elétricas (ganhos de 8,5% na condutividade elétrica), quando utilizado em um teor de 2%.

A liga Grupo IV com o composto nanoestruturado de Ni+NTC apresentou condutividade elétrica semelhante ao Al-puro, mas com propriedades mecânicas muito superiores. A liga da série 6XXX com NTC (Grupo V), apesar de ter propriedades mecânicas

muito superiores, ganhos de 98% em relação ao Al-puro, apresentou propriedades elétricas inferiores, com perdas de 6,4% em relação ao Al-puro. Entretanto, deve-se levar em consideração que proporcionalmente os ganhos se mostraram bastante superiores.

Quando se trata da comparação das ligas nanoestruturadas em relação a ligas comerciais, as ligas nanoestruturadas produzidas conseguiram mostrar a combinação de propriedades mecânicas e elétricas superiores as ligas comerciais, tanto com relação a série 1XXX como em relação a ligas comerciais da série 6XXX. O que demonstra o potencial da utilização das ligas de alumínio reforçadas com compostos nanoestruturados na indústria de cabos elétricos.

A liga AlCFM0,7SiNTC se destacou entre todas as ligas estudadas, para aplicações que requerem maior resistência mecânica, apresentando propriedades elétricas e mecânicas superiores a liga comercial sendo produzida por fundição convencional. Já para aplicações que necessitam de maior condutividade elétrica, com pouca exigência mecânica, a liga AlAINTC é mais recomendada.

## 5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Desenvolver técnicas de preparação do compósito de matriz metálica para realização da espectroscopia raman no sólido para avaliar a formação de carbetos de alumínio.
- Analisar as amostras por meio de microscopia eletrônica de transmissão, para obter informações mais profundas do compósito nanoestruturado.
- Testar diferentes teores do pó nanoestruturado em ligas comerciais da série 6XXX.
- Testar diferentes teores do pó nanoestruturado em ligas comerciais da série 1XXX
- Variar o teor de nanotubos de carbono com objetivo de encontrar a proporção ótima de NTCs em relação ao pó metálico.
- Realizar a fundição em molde unidirecional e medir as variáveis térmicas de solidificação.
- Realizar um estudo de viabilidade comercial do emprego de ligas nanoestruturadas na indústria de cabos elétricos.

#### **6 REFERENCIAS**

AGARWAL, A., BAKSHI, S. R. & LAHIRI, D. Carbon Nanotubes. Nano Letters 4, (Taylor & Francis, 2011).

AJAYAN, P. M. & TOUR, J. M. Materials Science: Nanotube composites. Nature 447, 1066 (2007).

AKBARPOUR, M. R.; POURESMAEIL, A. The influence of CNTs on the microstructure and strength of Al-CNT composites produced by flake powder metallurgy and hot pressing method. Diamond and Related Materials, v. 88, p. 6-11, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS (ASM INTERNATIONAL), B 941/10. Standard Specification for Heat Resistant Aluminum-Zirconium Alloy Wire for Electrial Purposes – ASTM, 2010.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS (ASM INTERNATIONAL). Aluminum and aluminum alloys. v. 4. American Society for Metals - ASM Handbook, 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS (ASM INTERNATIONAL), E112. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size – ASTM, 2013.

ANAS, N. S., DASH, R. K., RAO, T. N., VIJAY, R. Effect of carbon nanotubes as reinforcement on the mechanical properties of aluminum-copper-magnesium alloy. Journal of Materials Engineering and Performance, v. 26, n. 7, p. 3376-3386, 2017.

ARAUJO, P. T. et al. Multiwall carbon nanotubes filled with Al4C3: Spectroscopic signatures for electron-phonon coupling due to doping process. Carbon N. Y. 124, 348–356 (2017).

AL-ASHWANA Z.H., HAYATA U., TOORA I.H., HASSANA S. F., SAHEB N. Corrosion Behavior of Spark Plasma Sintered Alumina and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC-CNT Hybrid Nanocomposite. 2020.

Associação Brasileira de Alumínio–ABAL. Disponível em: <a href="http://www.abal.org.br/aluminio.asp">http://www.abal.org.br/aluminio.asp</a>. Acesso em: 18 fev. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT NBR 5118). Fios de alumínio 1350 nus, de seção circular, para fins elétricos. Rio de Janeiro, ago. 2007.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT NBR 6810). Fios e cabos elétricos – Tração à ruptura em componentes metálicos. Rio de Janeiro, ago. 1981.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT NBR 6815). Fios e cabos elétricos – Ensaio de determinação da resistividade em componentes metálicos. Rio de Janeiro, ago. 1981.

BAKSHI, S. R. et al. Spark plasma sintered tantalum carbide-carbon nanotube composite: Effect of pressure, carbon nanotube length and dispersion technique on microstructure and mechanical properties. Mater. Sci. Eng. A 528, 2538–2547 (2011).

BAKSHI, S. R., LAHIRI, D. & AGARWAL, a. Carbon nanotube reinforced metal matrix composites - a review. Int. Mater. Rev. 55, 41–64 (2010).

BI, Q., LI, Z. C., XUN, H. X., SONG, B. Y., LIU, Z. Y., XIAO, B. L., & MA, Z. X. Microstructure and Mechanical Properties of Carbon Nanotubes Reinforced 7055Al Composites Fabricated by High-energy Ball Milling and Powder Metallurgy Processing. Acta Metall Sin, p. 0-0, 2020.

BILLAH, Md Muktadir; CHEN, Quanfang. Al–CNT–Ni composite with significantly increased strength and hardness. SN Applied Sciences, v. 1, n. 6, p. 1-6, 2019.

BORGES, D. J. A. et al. Stainless steel weld metal enhanced with carbon nanotubes. Sci. Rep. 10, 1–13 (2020).

BOUMIA, L; ZIDOUR, M; BENZAIR, A; TOUNSI, A. A Timoshenko beam model for vibration analysis of chiral single-walled carbon nanotubes. Physica E, v. 59, p. 186-191, 2014.

BRAGA, E. M. et al. A new approach for the reinforcement of SS 304L via arc welding: Using nanostructured flux cored electrode. Diam. Relat. Mater. 92, 138–145 (2018).

BRESCIANI, E. F; ZAVAGLIA, C. A. C; BUTTON, E. G; NERY, F. A. C. Conformação plástica dos metais; 4 Ed. UNICAMP, p. 17, São Paulo, 1991.

CARVALHO, O., MIRANDA, G., SOARES, D., SILVA, F. S. Carbon nanotube dispersion in aluminum matrix composites—Quantification and influence on strength. Mechanics of Advanced Materials and Structures, v. 23, n. 1, p. 66-73, 2016.

CHA, S. I., KIM, K. T., ARSHAD, S. N., MO, C. B. & HONG, S. H. Extraordinary strengthening effect of carbon nanotubes in metal-matrix nanocomposites processed by molecular-level mixing. Adv. Mater. 17, 1377–1381 (2005).

CHEN, B. et al. An approach for homogeneous carbon nanotube dispersion in Al matrix composites. Mater. Des. 72, 1–8 (2015).

DOUGLAS, A. CARTER, R. LI, M. PINT, C, L. Toward Small-Diameter Carbon Nanotubes Synthesized from Captured Carbon Dioxide: Critical Role of Catalyst Coarsening. ACS Applied Materials & Interfaces, 2018; DOI: 10.1021/acsami.8b02834

ELSHALAKANY, A. B., OSMAN, T. A., KHATTAB, A., AZZAM, B., ZAKI, M. Microstructure and mechanical properties of MWCNTs reinforced A356 aluminum alloys cast nanocomposites fabricated by using a combination of rheocasting and squeeze casting techniques. Journal of Nanomaterials, v. 2014, 2014.

ESAWI, A. & MORSI, K. Dispersion of carbon nanotubes (CNTs) in aluminum powder. 38, 646–650 (2007).

GERBASI, R. B. Z., Propriedades ferroicas de soluções sólidas NaNbO3 – BaTiO3. Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Maringá, 2012.

HAACK. M.S. Identificação e caracterização de materiais por espectroscopia Raman. Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

HANIZAM, H., SALLEH, M. S., Omar, M. Z. & Sulong, A. B. Optimisation of mechanical stir casting parameters for fabrication of carbon nanotubes-aluminium alloy composite through Taguchi method. J. Mater. Res. Technol. 8, 2223–2231 (2019).

HASSAN, Mohamed TZ; ESAWI, Amal MK; METWALLI, Sayed. Effect of carbon nanotube damage on the mechanical properties of aluminium–carbon nanotube composites. Journal of alloys and compounds, v. 607, p. 215-222, 2014.

HORIKOSHI, T.; KURODA, H.; SHIMIZU, M.; AOYAMA, S.; Development of aluminum alloy conductor with high electrical conductivity and controlled tensile strength and elongation. Hitachi Cable Review N° 25 August, Japan, 2006.

JAGANNATHAM, M. et al. Tensile properties of carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites: A review. Carbon N. Y. 160, 14–44 (2020).

JORIO, A. et al. "Characterizing carbon nanotube samples with resonance Raman scattering. New Journal of Physics 5", pp.139, 2003.

KAUFMAN, J. G.;ROOY, E. L. The Influence and Control of Porosity and Inclusions in Aluminum Castings. In: KAUFFMAN, J. G.;ROOY, E. L. Aluminum alloy castings: properties, processes and applications, Materials Park, ASM International, 2004. pp.: 47-54.

KONDOH, K., FUKUDA, H., UMEDA, J., IMAI, H., FUGETSU, B. Microstructural and mechanical behavior of multi-walled carbon nanotubes reinforced Al–Mg–Si alloy composites in aging treatment. Carbon, v. 72, p. 15-21, 2014.

LEE E. R, SHIN S. E., TAKATA N., KOBASHI M., KATO M. Manufacturing Aluminum/Multiwalled Carbon Nanotube Composites via Laser Powder Bed Fusion. Materials. 2020.

LEPAROUX M, KOLLO L, KWON H, KALLIP K, BABU N. K, ALOGAB K, TALARI M. K. Solid State Processing of Aluminum Matrix Composites Reinforced with Nanoparticulate Materials. Advanced Engineering Materials, 2018.

LIN, D., SAEI, M., SUSLOV, S., JIN, S. & CHENG, G. J. Super-strengthening and stabilizing with carbon nanotube harnessed high density nanotwins in metals by shock loading. Nat. Sci. Reports 1–11 (2015). doi:10.1038/srep15405

LIU, Z. Y., XIAO, B. L., Wang, W. G., MA, Z. Y.. Tensile strength and electrical conductivity of carbon nanotube reinforced aluminum matrix composites fabricated by powder metallurgy combined with friction stir processing. Journal of Materials Science & Technology, v. 30, n. 7, p. 649-655, 2014.

LOAYZA, C. R. et al. Incorporation of AWS 316L wire nanostructured with nickel-carbon nanotube by arc welding. J. Compos. Mater. 002199831773588 (2017). doi:10.1177/0021998317735880

NASCIMENTO, L. G. S. Influência da adição de nanotubos de carbono nas propriedades mecânicas da liga al-2%ni solidificada direccionalmente. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Pará. Instituto de Tecnologia. PRODERNA, 2015.

REIS, M. A. L. et al. One-Step Synthesis and Characterization of a Nanocomposite Based on Carbon Nanotubes/Aluminum and Its Reinforcement Effect on the Metal Matrix. J. Mater. Sci. Eng. B 5, 311–319 (2015).

REIS, M. A. L. et al. Raman spectroscopy fingerprint of stainless steel-MWCNTs nanocomposite processed by ball-milling. AIP Adv. 8, (2018).

RODRIGUES, F. A. dos S. et al. Electrical and Tensile Properties of Carbon Nanotubes-Reinforced Aluminum Alloy 6101 Wire. J. Nanosci. Nanotechnol. 17, 4837–4841 (2017).

RODRIGUES, F. A. dos S., PARAGUASSU, W., SIMÕES, S., VIEIRA, M. F. G., SOUZA J. A. DA S., BRAGA, E. DE M., REIS, M. A. L. Electrical and Tensile Properties of Carbon Nanotubes-Reinforced Aluminum Alloy 6101 Wire. Journal of Nanoscience and Nanotechnology. Vol. 17, 4837–4841, 2017.

SANTOS. A.R. et al. Aplicação da espectroscopia raman na caracterização de minerais pertencentes a uma geocoleção. Universidade Federal de São Carlos, São Paulo, 2019.

SILVA. I.C. Óxidos semicondutores como superfícies intensificadoras de espalhamento raman e caracterização de vacâncias de oxigênio em trióxido de molibdênio fase alfa por espectroscopia raman. Tese de doutorado. Universidade Estadual de Campinas, 2021.

SINGLA, D., AMULYA, K., and MURTAZA, Q. "CNT reinforced aluminium matrix composite-a review," Mater. Today Proc., vol. 2, no. 4–5, pp. 2886–2895, 2015. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.07.248

SIMÕES, S., VIANA, F., REIS, M. A. L. & VIEIRA, M. F. Improved dispersion of carbon nanotubes in aluminum nanocomposites. Compos. Struct. 108, 992–1000 (2014).

SIMÕES, S., VIANA, F., REIS, M. A. L. & VIEIRA, M. F. Microstructural Characterization of Aluminum-Carbon Nanotube Nanocomposites Produced Using Different Dispersion Methods. Microsc. Microanal. 1–8 (2016). doi:10.1017/S143192761600057X

SIMÕES, S., VIANA, F., REIS, M. A., VIEIRA, M. F. Microstructural characterization of aluminum-carbon nanotube nanocomposites produced using different dispersion methods. Microscopy and Microanalysis, v. 22, n. 3, p. 725, 2016.

SIMÕES, S., VIANA, F., REIS, M.A.L. VIEIRA, M.F. Improved dispersion of carbon nanotubes in aluminum nanocomposites. Compos Struct. 108, 992–1000, 2014.

SINGH, L.K., BHADAURIA, A., LAHA, T. Understanding the effect of bimodal microstructure on the strength–ductility synergy of Al–CNT nanocomposites. Journal of Materials Science, v. 56, n. 2, p. 1730-1748, 2021.

SOUZA, P. H. L. Análise da influência de teores de Mg e Ni sobre as propriedades térmicas, mecânicas e elétricas de uma liga Al-Cu-Fe para transmissão e distribuição de energia elétrica. Belém: 2013.112f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Programa de

Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Instituto de tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2013.

SUAREZ, S., LASSERRE, F. & MÜCKLICH, F. Mechanical properties of MWNT/Ni bulk composites: Influence of the microstructural refinement on the hardness. Mater. Sci. Eng. A 587, 381–386 (2013).

SUÁREZ, S., ROSENKRANZ, A., GACHOT, C. & MÜCKLICH, F. Enhanced tribological properties of MWCNT/Ni bulk composites - Influence of processing on friction and wear behaviour. Carbon N. Y. 66, 164–171 (2014).

THOSTENSON, E. T., LI, C. & CHOU, T. W. Nanocomposites in context. Compos. Sci. Technol. 65, 491–516 (2005).

TIWARI S. K, KUMAR V., HUCZKO A., ORAON R., DE ADHIKARI A., NAYAK G. C. Magical Allotropes of Carbon: Prospects and Applications. Solid State Materials Science, v. 41, p. 257-317, 2016.

UJAH, C. O., POPOOLA, A. P. I., POPOOLA, O. M., AIGBODION, V. S. Enhanced tribology, thermal and electrical properties of Al-CNT composite processed via spark plasma sintering for transmission conductor. Journal of Materials Science, v. 54, n. 22, p. 14064-14073, 2019.

UJAH, C. O., POPOOLA, A. P. I., POPOOLA, O. M., AIGBODION, V. S. Influence of CNTs addition on the mechanical, microstructural, and corrosion properties of Al alloy using spark plasma sintering technique. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 106, n. 7, p. 2961-2969, 2020.

URIZA-VEGA, E., CARREÑO-GALLARDO, C., LÓPEZ-MELÉNDEZ, C., CUADROS-LUGO, E., PÉREZ-BUSTAMANTE, R., LEDEZMA-SILLAS, E., HERRERA-RAMIREZ, J. M. Mechanical Behavior of Multiwalled Carbon Nanotube Reinforced 7075 Aluminum Alloy Composites Prepared by Mechanical Milling and Hot Extrusion. Materials Research, v. 22, n. 2, 2019.

Woo, D. J. Bottolfson, B. A. Brewer, L. N. Hooper, J. P. and Osswalda, S. Low temperature synthesis of carbon nanotube-reinforced aluminum metal composite powders using cryogenic milling. J. Mater. Res. 29, 2644 (2014).

YA, B.; XU, Y.; MENG, L.; ZHOU, B.; ZHAO, J.; CHEN, X.; ZHANG, X. Fabrication of Copper Matrix Composites Reinforced with Carbon Nanotubes Using an Innovational Self-Reduction Molecular-Level-Mixing Method. Materials, 2022, 15, 6488.

YOO, S.J., HAN, S.H. AND KIM, W.J. (2013) A Combination of Ball Milling and High-Ratio Differential Speed Rolling for Synthesizing Carbon Nanotube/Copper Composites. Carbon, 61, 487-500.

ZENG, X. et al. A new technique for dispersion of carbon nanotube in a metal melt. Mater. Sci. Eng. A 527, 5335–5340 (2010).

ZHANG, J. et al. Carbon science in 2016: Status, challenges and perspectives. Carbon N. Y. 98, 708–732 (2016).