

ANÁLISE MACROESTRUTURAL E MECÂNICA DA LIGA HIPOEUTÉTICA AL-2%NI COM ADIÇÃO DE 1% DE NANOTUBOS DE CARBONO*

Maria Sílvia Camarão de Sousa¹

Érika Raiol Pinheiro²

Alexandre da Silva Aood³

Vanessa Taketa⁴

Luiz Gabriel da Silva Nascimento⁵

Resumo

Nesse estudo foi fabricada uma matriz hipoeutética de Al-2%Ni e adicionado nela a concentração 1,0 % de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTCPM). A fabricação do material estudado aconteceu por fundição e resfriamento unidirecional brusco originando grãos predominantemente colunares. Os ensaios mecânicos mostram que concentrações maiores de nanotubo na matriz provocam acréscimo na propriedade mecânica e que em áreas mais distante da base extratora de calor a microdureza aumenta. As curvas de tensão-deformação, para os materiais estudados, evidenciaram que o acréscimo de 1% NTC na liga de Al-2%Ni teve como resultado, uma alta deformação plástica. No entanto, o endurecimento do material não afetou o aumento da resistência à tração.

Palavras-chave: Propriedade mecânica; Nanotubos de Carbono de Paredes Múltiplas; Fundição; Solidificação unidirecional.

MACROSTRUCTURAL AND MECHANICAL ANALYSIS OF A HYPOEUTECTOID ALLOY AL-2%Ni WITH THE ADDITION OF 1% OF CARBON NANOTUBES

Abstract

In this article it was manufactured a hypoeutectoid matrix of Al-2%Ni and added on it the concentration 1.0% of multiple-walled carbon nanotubes (MWCNT). The manufacturing of the studied material was done by casting and sudden unidirectional cooling originating predominantly columnar grains. Mechanical tests show that higher nanotube concentrations in the matrix causes increase in mechanical properties and that, in more distant areas of the health extraction base, the microhardness increases. The stress-strain curves in the materials studied show that the addition of 1% CNT in a Al-2%Ni alloy had as a result a high plastic deformation. However, the hardening of the material did not affect the increase in tensile strength.

Keywords: Mechanical properties; Multi Wall Carbon Nanotubes; Casting, Unidirectional solidification.

¹ *Graduanda em Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Estado do Pará – IFPA, Belém- Pará- Brasil.*

² *Graduanda em Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Estado do Pará – IFPA, Belém- Pará- Brasil*

³ *Graduando em Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Estado do Pará – IFPA, Belém- Pará- Brasil*

⁴ *Graduanda em Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Estado do Pará – IFPA, Belém- Pará- Brasil*

⁵ *Professor do Curso de Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Estado do Pará – IFPA, Belém- Pará- Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

A nanotecnologia vem despertando muito interesse nas comunidades científicas, e principalmente ao longo das últimas décadas, muitos esforços foram feitos no sentido de atingir o tão desejado controle em nível atômico e molecular sobre os processos industriais. Com o surgimento dos materiais nanométricos, e em função deles, novas técnicas de caracterização foram projetadas e implementadas. São nanoestruturas com propriedades mecânicas e eletrônicas notáveis, identificadas pela primeira vez em 1991 por Iijima.[1][2]

Os nanotubos de carbono são sistemas modelo para a nanociência e a nanotecnologia. Essas novas estruturas de carbono são bastante versáteis para se integrarem a diferentes áreas do conhecimento e são capazes de promover uma inter/multidisciplinaridade muito forte. Hoje, as pesquisas em nanotubos de carbono cruzam as fronteiras da física, da química, das ciências dos materiais, da biologia e desenvolvem-se rapidamente no campo da farmacologia.[3]

A necessidade de controlar as morfologias apropriadas para sua utilização faz da pesquisa nesta área do conhecimento, um trabalho de característica eminentemente multidisciplinar, envolvendo fatores que definem o sucesso de suas aplicações, tais como rota de síntese, processamento em formas variadas e qualidade dos NTC. [4]

O objetivo deste estudo, motivado pelas várias aplicações e resultados relevantes da inserção dos nanotubos de carbonos em outros materiais, é verificar as propriedades adquiridas com a introdução de nanotubos na matriz hipoeutética de Al-2%Ni.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foi projetado um dispositivo de solidificação unidirecional com intuito de após a solidificação os grãos apresentem direções orientadas. O sistema de aquecimento do dispositivo é composto por quatro resistências de 400 W a 220 V. A etapa de aquecimento exige aproximadamente 1 (uma) hora para se atingir a temperatura de 700°C. Desta forma, o dispositivo atinge uma temperatura interna em sua câmara, o suficiente para manter no estado líquido as ligas metálicas que se situam dentro da lingoteira de fusão. O Reservatório possui capacidade 100 l de água que provoca a solidificação forçada do material. O mesmo é suspenso por um suporte feito de barras de ferro com uma altura de 1,80 m. A água circula até a interface metal/molde pela ação da gravidade, através da mangueira de ligação do reservatório ao dispositivo. Depois do contato, a princípio em forma de vapor e depois líquido, segue para outra região onde será descartada para o ambiente. A vazão máxima do sistema de resfriamento é em média de 14 l/min, estando o reservatório completamente preenchido pela água, mas é possível variar a velocidade do líquido, por isso o sistema pode ter taxa de resfriamento controlado. A Figura 1 mostra o desenho em três dimensões do forno, podendo-se visualizar as resistências, o sistema de refrigeração com as tubulações de entrada (superior) e saída (inferior) de água e a tampa bipartida, responsável pela isolamento térmico superior e passagem dos termopares para medição de temperatura da liga já fundida. As variáveis do dispositivo, principalmente pressão e vazão do líquido de arrefecimento estão descritas na Tabela 1, pois elas influenciam diretamente na qualidade da propriedade mecânica dos materiais solidificados.

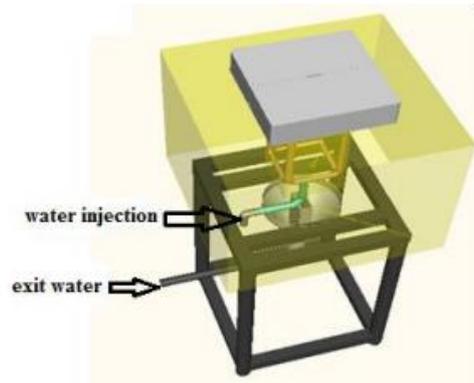


Figura 1. Termopares acoplados na material solidificado para retirada de dados térmicos.

Tabela 1. Variáveis do sistema de solidificação unidirecional

| VARIÁVEIS | VALORES |
|--|------------|
| Vazão de H ₂ O | 14 l/min |
| Vazão de Argônio | 6 l/min |
| Pressão na base da lingoteira | 17,658 kPa |
| Potência Total do sistema de aquecimento | 1600 W |
| Tensão | 220 V |

Os nanotubos de paredes múltiplas utilizados neste trabalho foram produzidos por uma técnica de deposição química, os quais possuem uma pureza maior que 93%, uma estrutura de carbono menor que 2%, diâmetro interno entre 0,8 μm e 25 μm com comprimentos variados de 5 μm e 30 μm e para a catalização foi utilizado $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CO} - \text{Fe}$. A liga metálica utilizada que serviu de matriz para os NTC foi Al-2%Ni. Os Lingotes de matriz Al-2%Ni com furos não passantes que continham NTC foram levados dentro de um cadinho revestido com alumina a um forno mufla a uma temperatura de 750 °C até sua completa fusão. A alumina foi usada como revestimento para proteger o material, da possível entrada de contaminantes na matriz. A homogeneização do material foi feita por uma haste oca de cobre revestida de alumina, para não existir o contato entre o cobre e alumínio. Por essa haste passava argônio objetivando facilitar a mistura e evitar defeitos no material, causados por gases da atmosfera. O processo aconteceu com uma vazão de 14 l/min de argônio. Todo o processo era feito em menos de 10 segundos, com intuito de não deixar o nanotubo perder massa. Rapidamente o cadinho voltava ao forno e depois da segunda agitação a massa de alumínio líquido com níquel mais nanotubo de carbono era direcionada até a lingoteira, que se encontrava dentro do dispositivo de solidificação. Posteriormente a todo esse processo, a câmara de aquecimento do dispositivo era fechada, em seguida o sistema de refrigeração era acionado pela válvula de controle de fluxo de água e acontecia a solidificação unidirecional. A temperatura de acionamento do sistema hidráulico era de aproximadamente 700 °C. As superfícies dos materiais processados foram polidas e secadas para que a água do processo de polimento não interferisse na qualidade do reagente e comprometesse o ataque químico. As peças foram atacadas quimicamente, por passagem do reagente na superfície do material com uma solução aquosa de 5 ml HF, 30 ml HNO₃, 60 ml HCl e 5 ml H₂O (Poulton) até a completa revelação da macroestrutura. O ataque químico foi executado por um tempo de aproximadamente dez segundos, e quando revelada a estrutura de solidificação, a peça foi lavada na

água corrente e submetida novamente ao processo de secagem. Com o objetivo de caracterizar mecanicamente os materiais, fabricados nesse trabalho, em específico o limite de resistência a tração, foram fabricados seis pequenos corpos de prova sendo três de Al-2%Ni e três Al-2%Ni 1% NTC. Os lingotes foram seccionados longitudinalmente e fabricados os corpos de prova tomando a forma geométrica do modelo da Figura 2. Foi usada para o ensaio mecânico de tração uma máquina universal marca modelo WDW-10EIII 1000 kgf, a velocidade de ensaio foi 0,2 mm/s, os dados captados por um software e os resultados revelados para a confecção dos gráficos e análise das propriedades.

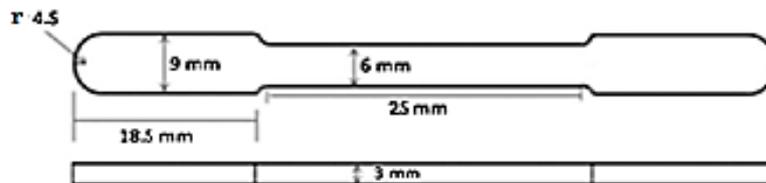


Figura 2. Dimensões e geometria dos corpos de prova usados no ensaio de tração

Para realizar as medidas de microdureza foi utilizado um microdurômetro marca Digital Metallic Vickers Hardness TH-710. A carga de ensaio selecionada, 10 N, foi aplicada sobre a área de medição pelo tempo de 10 segundos. Foram realizadas no mínimo de cinco endentações para regiões diferentes em relação à base do lingote. O ensaio foi realizado no próprio lingote. As regiões estavam cerca de 5, 25, 35 e 45 mm da interface molde/lingote de extração de calor. Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (VEGA3, TESCAN) para verificar a microestrutura dos materiais estudados. As análises foram executadas na posição P5 do nanocompósito Al-2%Ni 1% NTC.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 mostra as macrografias dos materiais estudados, após ataque químico realizado, onde se pode visualizar a unidirecionalidade do fluxo de calor em relação à base do molde. A morfologia das macroestruturas observada para as ligas utilizadas neste trabalho foi predominantemente colunar e vertical, comprovando assim a direcionalidade e eficiência em que o processo de solidificação unidirecional aconteceu, os grãos tem a direção do fluxo transiente de calor. A liga Al-2%Ni apresenta grande contraste quando comparada sua macroestrutura ao nanocompósito Al-2%Ni 1% NTC, uma vez que este último apresenta grãos mais refinados. Quanto maior a concentração de NTC nos materiais mais refinados são os grãos.

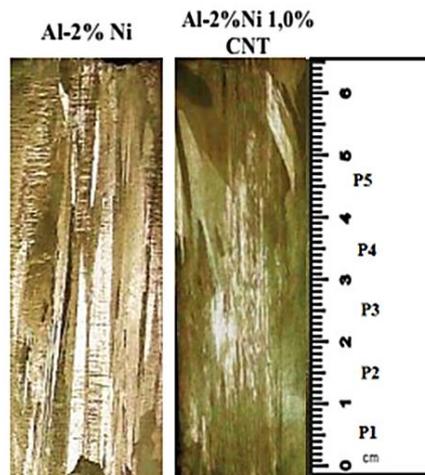


Figura 3. Imagem da macroestrutura revelada após ataque químico dos materiais de estudo, que revela a unidirecionalidade dos grãos influencia da solidificação.

Para o caso de ligas hipoeutéticas AlNi existem as partículas duras de Al_3Ni (nanofibras) (Figura 4) nos contornos dendríticos que podem atuar como reforço e aumentar significativamente a resistência mecânica. Esse fato pode ser utilizado para projetar componentes mecânicos à base de ligas AlNi com propriedades mecânicas otimizadas, na busca de um compromisso entre microestrutura e propriedades mecânica. Juntamente com os nanotubos as partículas duras Al_3Ni , que são estáveis em temperaturas abaixo de $500^\circ C$, proporcionam um reforço para a matriz dendrítica, conferindo conseqüentemente uma maior resistência mecânica ao material.

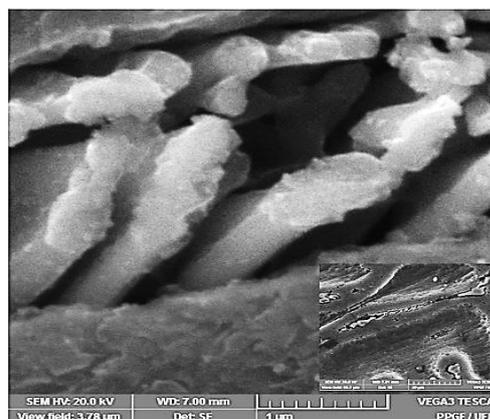


Figura 4. Liga hipoeutéticas AlNi com partículas duras de Al_3Ni .

A Figura 5 exhibe claramente os nanotubos embebidos na matriz do nanocompósito Al-2%Ni 1% NTC. Eles estão arranjados de forma aleatória. Na seta 1 é possível observar uma estrutura em forma de circunferência onde as extremidades estão mais próxima, em contrapartida a seta 2 mostra o nanomaterial em forma de uma reta, já a seta 3 indica uma geometria de um arranjo diferente, ou seja, em forma de arco. A imagem é de uma amostra coletada da posição P5 do lingote, local de maior concentração de NTCs.



Figura 5. Liga hipoeutéticas AlNi com partículas duras de Al₃Ni.

Os gráficos da Figura 6 (a) e (b) mostram as curvas de tensão deformação para os materiais estudados. O gráfico da Figura 6 (a) é o comportamento mecânico da matriz sem a adição de NTC, onde nota-se que a liga Al-2%Ni possui grande deformação e uma resistência à tração considerável. O gráfico da Figura 6 (b) é a matriz com a adição do NTC. Podemos observar que a adição de 1% de NTC na matriz aumentou quase 60% de sua resistência em comparação à liga sem o NTC e sua deformação diminuiu. Logo, com os resultados obtidos, as amostras do gráfico da figura 6 (a) apresentaram uma média de tensão máxima de 72,45 MPa enquanto que, a adição dos nanotubos mostra um aumento da resistência máxima de 110,76 MPa.

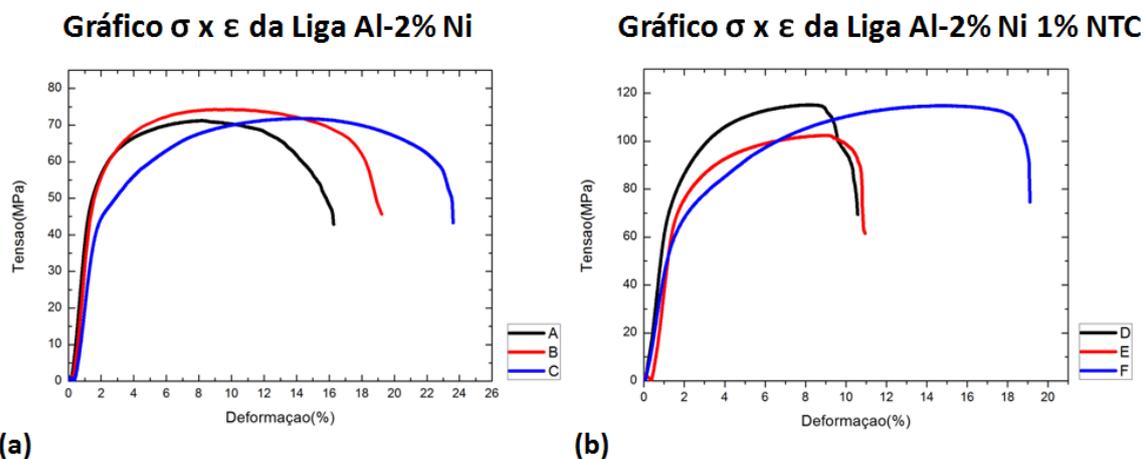


Figura 6 (a) e (b). Comportamento da Resistência Mecânica das ligas, respectivamente sem e com acréscimo de NTC.

Esse comportamento dos nanotubos é bastante interessante, pois possibilita criar projetos de ligas de alumínio com injeção de nanotubos por fusão e solidificação com superfícies mais resistentes se for injetado um percentual maior de nanotubos, sua microdureza aumenta proporcionalmente a sua resistência, assim é possível produzir peças que podem estar sujeita a elevados esforços mecânicos como da indústria aeronáutica, militar, máquinas e equipamentos [4]. Isso acontece porque os nanotubos de carbono possuem alta resistência mecânica [5] e divide a carga aplicada com a matriz proporcionando um material mais resistente. Os resultados que norteiam esse trabalho estão de acordo com os resultados já encontrados na

literatura, uma vez que os nanotubos melhoram a propriedade mecânica da matriz. [6] [7] [8].

Na Figura 7, o gráfico do ensaio de microdureza mostra que a adição de NTC eleva a dureza da matriz e que em posições superiores essa propriedade aumenta seu valor. Isso ocorre porque durante o processo de fundição os nanotubos possivelmente foram arrastados para essas posições por convecção, fenômeno que ocorre durante a solidificação unidirecional ou por diferença de densidade, uma vez que os nanotubos de carbono possuem densidade muito baixa.

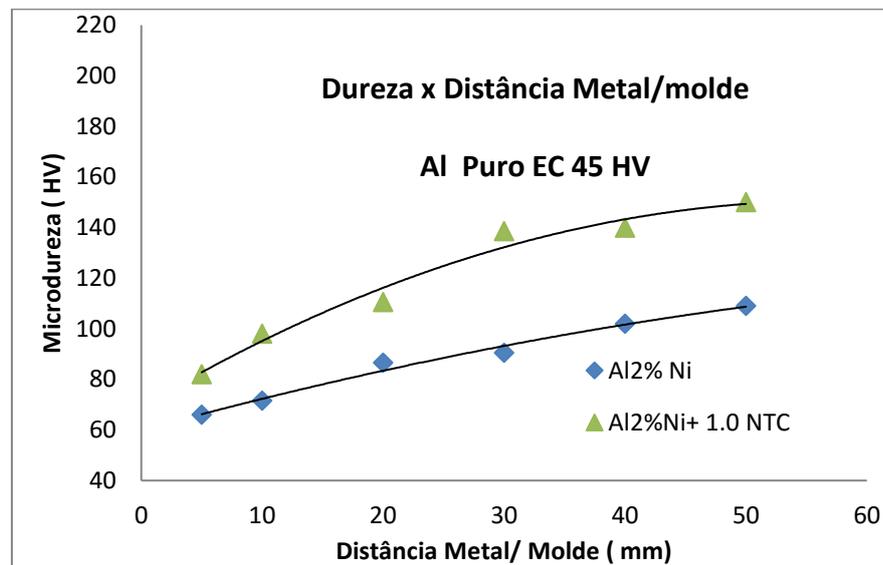


Figura 7. Microdurezas ao longo dos lingotes evidenciando aumento da resistência para posições superiores.

4 CONCLUSÃO

As macroestruturas de solidificação dos materiais estudados apresentaram grãos predominantemente colunares, onde notam-se estruturas mais refinadas quando há a inserção de nanotubos na matriz. Feita a Microscopia Eletrônica de Varredura as análises mostraram um arranjo aleatório dos NTC imersos na matriz. A resistência à tração é influenciada pela adição de nanotubo, uma vez que é observado um aumento dessa propriedade no material. Percebe-se, no material que foi inserido nanotubo, que a microdureza aumenta em pontos mais distante do local da extração de calor. A matriz possui uma resistência a tração máxima de aproximadamente 72,45 MPa, enquanto que a adição de 1% de NTC eleva esse valor para aproximadamente 110,76 MPa. Isso acontece porque os nanotubos de carbono, por possuírem alta resistência mecânica, absorvem parte do esforço mecânico aplicado ao material.

REFERÊNCIAS

- 1 IJIMA, S. Helical Microtubules of Graphitic Carbon. Nature, pp354-356, 1991.
- 2 LOBO, A.O., ANTUNES; E. F., MARTIN; A. A., CORAT E. J. Estudo de Nanotubos de Carbono (MWNTs) utilizando Espectroscopia Raman Dispersiva e Ft-Raman. VIII Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e IV Encontro Latino Americano de Pós-Graduação – Universidade do Vale do Paraíba.
- 3 NASCIMENTO, L. G. S.; SÁ, F.A.; SOUZA, J. A. S.; REIS, M. A. L.; BRAGA, G. C. T. Influência da Adição de Nanotubos de Carbono nas Propriedades Mecânicas de Ligas

- Hipoeutéticas de Al-Ni. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Estado do Pará- IFPA.
- 4 SANTOS, R. G. Transformações de Fases em Materiais Metálicos, UNICAMP, São Paulo, 2006.
 - 5 HERBST, M. H.; MACÊDO, M. I. F.; ROCCO, A.M. Tecnologia dos Nanotubos de Carbono: Tendência e Perspectiva de uma area multidisciplinar. Quim. Nova, Vol. 27, No. 6, 986-992, Rio de Janeiro 2004.
 - 6 SCHNITZLER, M.C. Síntese e Caracterização de Nanotubos de Carbono Utilizando Precusosres Organometálicos. Programa de Pós Graduação em Química, Universidade Federal do Paraná, 2007. (Tese de Doutorado).
 - 7 LOOS, R; COELHO, L. A. F; PEZZIN, S. H ; AMICO, S. C. Effect of carbon nanotubes addition on the mechanical and thermal properties of epoxy matrices. Mat. Res., 2008, vol.11, n.3, pp. 347- 352.
 - 8 SIMÕES, SÓNIA; VIANA, FILOMENA; REIS, MARCOS A.L.; VIEIRA, MANUEL F. Improved dispersion of carbon nanotubes in aluminum nanocomposites. Composite Structures, v.108, p. 992-1000, 2014.