UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Bauru

ADALBERTO GOMES DE MIRANDA

EFEITO DA ADIÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DO ALUMÍNIO A356

Bauru
2024

ADALBERTO GOMES DE MIRANDA

EFEITO DA ADIÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DO ALUMÍNIO A356

Tese apresentada à Faculdade de Ciências, do Campus de Bauru, da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", para obtenção do título de Doutor em Ciência e Tecnologia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Steven Frederick Durrant

Coorientador: Prof. Dr. José Costa de Macêdo Neto

Bauru

2024

M672e

Miranda, Adalberto Gomes de
Efeito da Adição de Nanotubos de Carbono na Microestrutura e Propriedades Mecânicas do Alumínio A356 / Adalberto Gomes de Miranda. -- Bauru, 2024
123 p. : il., tabs., fotos

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências, Bauru
Orientador: Prof. Dr. Steven Frederick Durrant
Coorientador: Prof. Dr. José Costa de Macêdo Neto

1. Alumínio A356. 2. Nanotubos de carbono. 3. Nanocompósitos. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências, Bauru. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Bauru

Faculdade de Ciências

ATA DA DEFESA PÚBLICA DA TESE DE DOUTORADO DE ADALBERTO GOMES DE MIRANDA, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS, DA FACULDADE DE CIÊNCIAS - CÂMPUS DE BAURU.

Aos 01 dias do mês de março do ano de 2024, às 09:00 horas, por meio de Videoconferência, realizou-se a defesa de TESE DE DOUTORADO de ADALBERTO GOMES DE MIRANDA, intitulada **Efeito da Adição de Nanotubos de Carbono na Microestrutura e Propriedades Mecânicas do Alumínio A356**. A Comissão Examinadora foi constituida pelos seguintes membros: Prof. Dr. STEVEN FREDERICK DURRANT (Orientador(a) - Participação Virtual) do(a) Laboratório de Plasmas Tecnológicos / Instituto de Ciências e Tecnologia - Unesp/Câmpus de Sorocaba, Prof. Dr. ROGERIO VALENTIM GELAMO (Participação Virtual) do(a) Laboratório de Filmes Finos e Processo de Plasma / Universidade Federal do Triângulo Mineiro - UFTM, Prof. Dr. JOHNNY VILCARROMERO LOPEZ (Participação Virtual) do(a) Departamento de Física, Química e Matemática / Universidade Federal de São Carlos , Prof. Dr. JOSÉ ROBERTO RIBEIRO BORTOLETO (Participação Virtual) do(a) Departamento de Engenharia de Controle e Automação / Instituto de Ciência e Tecnologia - Unesp/Sorocaba, Prof. Dr. DANIEL ACOSTA AVALOS (Participação Virtual) do(a) Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas - CBPF. Após a exposição pelo doutorando e arguição pelos membros da Comissão Examinadora que participaram do ato, de forma presencial e/ou virtual, o discente recebeu o conceito final: APROVADO. Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelo(a) Presidente(a) da Comissão Examinadora.

Prof. Dr. STEVEN FREDERICK DURRANT

Steven Frederick Durrant:13767170850

Assinado de forma digital por Steven Frederick Durrant:13767170850
Dados: 2024.03.01 17:48:52 -03'00'

DEDICATÓRIA

À minha família: amada esposa Adailza Miranda e amados filhos Adalberto Miranda, Adailson Miranda e Adam Miranda, por contribuírem com muita atenção, carinho, amor, orações e presença em minha vida.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus pelas realizações em minha vida, à Jesus, pela minha fé e ao Espírito Santo, proporcionando bênçãos na realização deste Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais.

Agradeço a minha esposa Adailza e filhos Adalberto, Adailson e Adam pela presença, amor, carinho, cuidados e orações durante as pesquisas realizadas.

Agradeço a minha mãe Jacyra Miranda que mesmo distante procurou confortar-me com suas mensagens e orações.

Agradeço ao meu Orientador da Tese, Prof. Dr. Steven Frederick Durrant, que desde o começo do Curso se mostrou muito paciente, procurando de todas as formas compreender e orientar-me, ao qual me sinto muito honrado, pelos seus conhecimentos, inteligência e sabedoria, que foram passados a mim, bem como, orientações na produção de Artigos Científicos, Capítulos de Livros e Revistas adequadas para publicações dentro dos melhores Qualis científicos, traduções, participações em eventos científicos e pela Tese de Doutorado na elaboração e formatação. Em meio aos óbices, pela crise mundial da epidemia a qual fui acometido e recuperado, me orientou de forma paciente e atenciosa, proporcionando motivação e confiança para não desistir e seguir em frente.

Agradeço ao Prof. Dr. José Costa de Macêdo Neto, ex-Coordenador de Engenharia de Materiais, da Escola Superior de Tecnologia, da UEA, que indicou essa Pós-Graduação, contribuiu com seus conhecimentos, como mediador, amigo e motivador na capacitação de docentes e, pela aceitação na Coorientação da Tese.

Agradeço a Coordenação e a Vice-Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, por proporcionar a realização do Doutorado.

Agradeço aos professores da banca examinadora que se disponibilizaram em participar e contribuir de forma direta e indireta na avaliação.

Agradeço a todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, da UNESP, pelas disciplinas oferecidas e ministradas.

Agradeço à: UNESP, CAPES, UFAM, UEA, FAPESP e UFMG pelo apoio nas pesquisas.

“Nossa civilização entrou em uma nova era de materiais. (...) as sociedades avançadas em todo mundo rapidamente adquirem habilidades sem precedentes no sentido de criar materiais projetados para satisfazer necessidades humanas.”

Sookap Hahn

MIRANDA, A. G. **Efeito da Adição de Nanotubos de Carbono na Microestrutura e Propriedades Mecânicas do Alumínio A356**. Tese de Doutorado. 123f (2024). Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências, Campus de Bauru, SP.

RESUMO

Os nanocompósitos com matriz metálica surgem como avanços no desenvolvimento tecnológico, pela combinação de materiais para melhorar as propriedades mecânicas, tais como dureza, módulo de elasticidade e ductilidade. O alumínio é de baixa densidade, boa durabilidade e alta resistência. Os Nanotubos de Carbono possuem elevada resistência, elevada condutividade térmica e elétrica, assim como pode ser utilizado como reforço em matriz de alumínio A356. Os nanocompósitos de A356 com Nanotubos de Carbono de Paredes Múltiplas apresentam, como propriedades mecânicas elevada resistência mecânica e boa ductilidade. Esta pesquisa visa estudar o efeito da adição de NTC na microestrutura da matriz do A356, suas estruturas e propriedades mecânicas. Os nanocompósitos produzidos, foram com 99% de A356 (A1) mais 1% de NTCPM (A2) e fundido em forno de fusão a gás natural, a 800 ºC, por 3 h, produzindo a Amostra A1-1. A amostra A1-1 teve nova fundição em mufla, a 850 ºC, por 3 h, melhorando o Módulo de Elasticidade e obtendo a amostra A1-1', analisada por ensaios metalográficos e de tração em Máquina Universal. A amostra A2-2 (A356+NTCPM), fundida com maçarico, a 3000 ºC, mostrou excesso de carbono e oxigênio medidos por EDS e não melhoraram as propriedades mecânicas. Foram realizados ensaios de nanoindentação do A1 e Nanocompósito (A356/NTCPM/TiBAl) não obtendo melhoras nas propriedades mecânicas.

Palavras chaves: Alumínio A356, Nanotubos de Carbono, Nanocompósitos.

MIRANDA, A. G. **Effect of the use of carbon nanotubes on the microstructure and mechanical properties of A356 aluminum**. These have a doctorate. 123f (2024). State University of São Paulo, Faculty of Sciences, Bauru Campus, SP.

ABSTRACT

Nanocomposites with a metallic matrix appear as advances in technological development, by combining materials to improve mechanical properties, such as hardness, modulus of elasticity and ductility. Aluminum is of low density, good durability and high strength. Carbon Nanotubes have high resistance, high thermal and electrical conductivity, and can be used as reinforcement in an A356 aluminum matrix. The A356 nanocomposites with Multi-Walled Carbon Nanotubes have high mechanical properties and good ductility. This research aims to study the effect of adding CNT on the microstructure of the A356 matrix, its structures and mechanical properties. The nanocomposites produced were made with 99% A356 (A1) plus 1% NTCPM (A2) and melted in a natural gas melting furnace, at 800 ºC, for 3 h, producing Sample A1-1. Sample A1-1 was cast again in a muffle furnace, at 850 ºC, for 3 h, improving the Modulus of Elasticity and obtaining sample A1-1', analyzed by metallographic and tensile tests on a Universal Machine. Sample A2-2 (A356+NTCPM), melted with a torch at 3000 ºC, showed excess carbon and oxygen measured by EDS and did not improve mechanical properties. Nanoindentation tests were carried out on A1 and Nanocomposite (A356/NTCPM/TiBAl) without obtaining improvements in mechanical properties.

Keywords: Aluminum A356, Carbon nanotubes, Nanocomposites.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Microestruturas eutéticas típicas: (a) placas de silício em forma de agulhas no alumínio-silício eutético (100x), e (b) hastes de silício arredondadas no eutético de alumínio-silício modificado (100x)	21
Figura 2.	Diagrama de Fase Binária do tipo Al-Si, da Liga de Al-Si7%-Mg0,3%	22
Figura 3.	Representações esquemáticas do comportamento tensão-deformação em tração para metais frágeis e dúcteis carregados até a fratura.	35
Figura 4.	Representação das formas alotrópicas mais comuns do carbono	35
Figura 5.	Amostra - A1: Alumínio A356, barra, de 230g: (A) Vista Superior; e (B) Vista Lateral	49
Figura 6.	Amostra – A2: (A) Descrição dos NTC no pote; e (B) Vista dos NTC em pó	50
Figura 7.	Alumínio A356, em cavaco, de 500g	50
Figura 8.	Compósito da amostra A1-1; (A) Região de dispersão de NTCPM no A356; (B) Região do metal líquido; (C) Vista Superior: (D) Vista Lateral	53
Figura 9.	Processo de Fundição em forno Mufla a 850º C. (A) Cadinho de ferro para a amostra A1-1; (B) Amostra A1-1 do nanocompósito 99% de A356 e 1,0% de NTC; (C) Amostra A1-1 sendo fundida no Cadinho	55
Figura 10.	(A) Nova amostra A1-1’ vazada no molde cerâmico e (B) Remoção de impurezas da superfície	55
Figura 11.	Amostra A1-1’ cortada em serra policorte, separada em Corpos de Prova (CP), para ensaios de metalografia e de tração	56
Figura 12.	(A) Início do processo de usinagem no preparo do CP de A1-1’; e (B) Término da usinagem do CP A1-1’	57
Figura 13.	Dimensões do Corpo de prova de seção retangular para ensaios de tração – NBR 7549 2001	57
Figura 14.	Amostra A1-1’, cortada em três partes para embutimentos das amostras metalográficas	59
Figura 15.	Embutimento da amostra A1 em baquelite	60
Figura 16.	Embutimento da Amostra A1-1’; (A) Peça embutida da borra superficial; (B) Peça embutida do corte longitudinal; (C) Peça embutida do corte transversal	60
Figura 17.	Método de lixas adotadas no processo de lixamentos	61
Figura 18.	Máquina universal de Ensaios Mecânicos, INSTRON	63
Figura 19	Corpo de Prova (CP1 e CP2) do A356	63
Figura 20	Corpo de Prova CP1: (A) Submetido a tração; (B) Ruptura	64

Figura 21.	Corpo de Prova CP2: (A) e (B) Submetido a tração e Ruptura	64
Figura 22.	Corpos de Provas CP3 e CP4: (A) e (B) Para tração na Máquina Universal de Ensaios	65
Figura 23.	Corpos de Provas CPs 1 e 2 com rupturas	67
Figura 24.	Corpos de Provas CP3 e CP4 tracionados na Máquina Universal	67
Figura 25.	Difrator de Raios-X, do IFAM	69
Figura 26.	Alumínio A356, em cavacos, nos processos de: (A) lavagem; e (B) secagem	70
Figura 27.	(A) Moagem de 310g de cavacos preparados de A356 no Moinho Modelo TE-680; e (B) Obtenção de 300g de A356 moído em partículas	70
Figura 28.	(A) Fundição com maçarico de oxiacetileno do nanocompósito A356 e NTCPM no refratário; e (B) Nanocompósito fundido de A356 e NTCPM	73
Figura 29	(A) Fundição do nanocompósito A356+NTCPM (A2-2) na Mufla a 850 ºC por 2 horas; e (B) Nanocompósito fundido de A356+NTCPM (A2-2) na Mufla	75
Figura 30.	Corpo de Prova (CP A2-2) fundido sobre a placa metálica, não unindo as partículas, ficando do tipo areia	75
Figura 31	Análise Microscópica da Microestrutura da Liga de A356 (A1) em: (A) 40x; (B) 100x; e (C) 400x	77
Figura 32.	Análise microscópica da microestrutura da peça bruta, 400x	80
Figura 33.	Análise microscópica da microestrutura da peça longitudinal, 400x	81
Figura 34.	Análise microscópica da microestrutura da peça transversal em 400x	81
Figura 35	Gráfico de Tensão x Deformação do Ensaio de tração dos CPs 1 e 2, da amostra A1	84
Figura 36.	Gráfico de Tensão x Deformação do Ensaio de tração dos CPs 3 e 4, da amostra A1-1'	86
Figura 37.	Difratograma da liga de alumínio A356 (amostra A1)	88
Figura 38.	Difratograma do nanocompósito A1-1' (A356 + NTCPM)	90
Figura 39	Análise comparativa dos picos das amostras A1 e A1-1': (A) A356 sem NTCPM; e (B) A356 com NTCPM, com picos de DRX aumentados com o reforço do NTCPM	91
Figura 40.	(A) Foto da amostra A2-2 de nanocompósito A356 e NTCPM na lâmina de EDS-1; (B) Uma Micrografia do nanocompósito, indicando os pontos de retirada dos espectros: Spc 001 (vermelha); Spc 002 (azul); e Spc 003 (verde).	93
Figura 41.	(A) Foto da amostra A2-2 de nanocompósito A356 e NTCPM na lâmina de EDS-2; (B) Uma Micrografia do nanocompósito, indicando os pontos de retirada dos espectros: Spc 001 (vermelha); Spc 002 (azul); Spc 003 (verde) e Spc 004 (violeta) .	95

Figura 42. (A) Foto da amostra A2-2 de nanocompósito A356 e NTCPM na lâmina de EDS-3; (B) Uma Micrografia do nanocompósito, indicando os pontos de retirada dos espectros: Spc 005 (vermelha); Spc 006 (azul); e Spc 007 (verde) 97

Figura 43. A) Foto da amostra A2-2 de nanocompósito A356 e NTCPM na lâmina de EDS-4; (B) Uma Micrografia do nanocompósito, indicando os pontos de retirada dos espectros: Spc 008 (violeta); Spc 009 (verde); Spc 010 (azul); e Spc 011 (vermelha) 99

Figura 44. Microestrutura do A356 sem tratamento. (A) lente em 40x; (B) em 100x e (c) em 400x 102

Figura 45 Microestrutura do compósito A356 e NTC, com tratamento. (A) lente em 40X; (B) em 100X; e (C) em 400X 103

Figura 46. Microestrutura por MEV do compósito A356 e NTC em: (A) Comprimento dos Grãos em 27X; (B) Aglomerado de NTC (Círculo vermelho) 600X; e (C) 4300X e (D) em 8000x 104

Figura 47. Microestrutura por MEV do refino do grão TiBAl em: (A) 40 X, (B) 800 X; e (C) 5,0 X, (D) 3,0x (e) 500x e (f) Fibra do NTC 105

Figura 48. (A) Comportamento mecânico das curvas da nanoindentação da amostra A3; (B) Comportamento mecânico das curvas da nanoindentação da amostra de Nanocompósito 108

TABELAS

Tabela 1.	Características dos Três Metais mais Utilizados no Mundo	18
Tabela 2.	Propriedades Físicas do Alumínio pelo IACS	19
Tabela 3.	Propriedades dos Nanomateriais de Carbono	37
Tabela 4.	Percentual das Massas das Amostras A1 e A2 da Mistura para a Fundição	51
Tabela 5.	Composição Química Padrão da Liga de A356 (A1) em m/m %	52
Tabela 6.	Dimensões de CPs Ensaiados em uma Máquina Universal	65
Tabela 7.	Valores Relativos a Ensaios de Tração do Alumínio e Ligas	66
Tabela 8.	Percentual da Massa para a Amostra A2-2	71
Tabela 9.	Composição Química Padrão da Liga do A356 (A3) em m/m%	72
Tabela 10.	Composição Química da Amostra A1-1' (A356 + NTC)	83
Tabela 11.	Resultados do Ensaio de Tração CP 1 e 2 na Máquina Universal ...	84
Tabela 12.	Resultados do Ensaio de Tração CP 3 e 4 na Máquina Universal ...	85
Tabela 13.	Regras para Reflexões e Planos de Reflexões de DRX	87
Tabela 14.	Composição Elementar – Spc 001 (Vermelho) – EDS 1	93
Tabela 15.	Composição Elementar – Spc 002 (Azul) – EDS 1	93
Tabela 16.	Composição Elementar – Spc 003 (Verde) – EDS 1	94
Tabela 17.	Composição Elementar – Spc 001 (Vermelho) – EDS 2	95
Tabela 18.	Composição Elementar – Spc 002 (Azul) – EDS 2	95
Tabela 19.	Composição Elementar – Spc 003 (Verde) – EDS 2	96
Tabela 20.	Composição Elementar – Spc 004 (Violeta) – EDS 2	96
Tabela 21.	Composição Elementar – Spc 005 (Vermelho) – EDS 3	97
Tabela 22.	Composição Elementar – Spc 006 (Azul) – EDS 3	97
Tabela 23.	Composição Elementar – Spc 007 (Verde) – EDS 3	98
Tabela 24.	Composição Elementar – Spc 008 (Violeta) – EDS 4	99
Tabela 25.	Composição Elementar – Spc 009 (Verde) – EDS 4	99
Tabela 26.	Composição Elementar – Spc 010 (Azul) – EDS 4	100
Tabela 27.	Composição Elementar – Spc 011 (Vermelha) – EDS 4	100
Tabela 28.	Nanoindentação nas Imagens das Amostras A356 sem NTCPM	109
Tabela 29	Nanoindentação nas Imagens das Amostras A356 com NTCPM	110

ABREVIATURAS E SIGLAS

ABAL	= Associação Brasileira de Alumínio
ABNT	= Associação Brasileira de Normas técnicas
A356	= alumínio da Série 3XX.X (NBR 6834:2000)
Al	= Alumínio
AWS	= *American Welding Society*
C	= Carbono
CAPES	= Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
Cl	= Cloro
CNI	= Confederação Nacional de Indústria
Co	= Cobalto
CPS	= Centímetro por Segundo
Cal cm^{-1} $^{\circ}C^{-1}$	= Caloria por centímetro por graus Celsius
CTNano	= Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno
Cu	= Cobre
DRX	= Difração de Raios-X
EDS	= Espectroscopia de Energia Dispersiva por Raios-X
EEO	= Espectroscopia de Emissão Óptica
FAPESP	= Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
Fe	= Ferro
FSP	= *Friction Stir Process*
GNP	= *Graphene Nanoplatelets Process*
GPa	= Giga pascal
g	= grama
gcm^{-3}	= Grama por centímetro cúbico
^{o}C	= Graus Celsius
IACS	= *International Annealed Copper Standard*
IGI	= Índice Global de Inovação
K	= Kelvin
LabP&D	= Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento
LabMatPro	= Laboratório de Materiais e Processos
LSM	= *Laser Surface Melting*

L/ºC = Comprimento por Graus Celsius
MEV = MEV
Mg = Magnésio
Mn = Manganês
MPa = Mega pascal
μΩ = microohms
mm = milímetro
NBR = Normas Brasileiras
nm = nanometro
NTC = Nanotubos de Carbono
NTCPM = Nanotubos de Carbono de Paredes Múltiplas
NTCPS = Nanotubos de Carbono de Paredes Simples
O = Oxigênio
Ω·m = Ohm metro
PDA = *Pulse Distribution Analysis Photometry*
pct = pacote
Si = Silício
Spc = *Spectro*
SSM = *Semi Solid Metal*
SWCNT = *Single-walled Carbon Nanotubes*
TiBAl = Titânio Boro e Alumínio
T6 = Têmpera 6
UEA = Universidade do Estado do Amazonas
UFAM = Universidade Federal do Amazonas
UFMG = Universidade Federal de Minas Gerais
UNESP = Universidade Estadual Paulista
V = volume
$Wm^{-1}K^{-1}$ = Watts por metro por Kelvin

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 17
1.1 Aspectos Científicos 17
1.2 Aspectos Econômicos 23
1.3 Aspectos Tecnológicos 25
1.4 Diferencial deste Trabalho Científico 26
2 OBJETIVOS 30
2.1 Objetivo Geral 30
2.2 Objetivos Específicos 30
3 REVISÃO DE LITERATURA 31
3.1 Alumínio – Al 31
3.2 As Propriedades do Alumínio 31
3.3 Alumínio e Suas Aplicações 32
3.4 Nanotubos de Carbono – NTC 33
3.5 As Propriedades do NTC 34
3.6 Nanotubos de Carbono e Suas Aplicações 39
3.7 Materiais Nanocompósitos de NCT na Matriz Metálica do Al 42
3.8 Processo de Utilização da Chama por Oxiacetileno 44
3.9 Aplicações dos Nanocompósitos de Alumínio A356 46
4 MATERIAL E MÉTODOS 49
4.1 Materiais Utilizados 49
4.1.1 Primeira Amostra (A1) de Alumínio em barra 49
4.1.2 Segunda Amostra (A2) de NTCPM 49
4.1.3 Terceira Amostra (A3) de Alumínio A356 em Forma de Cavacos 50
4.2 Preparo das Amostras 51
4.2.1 Preparo das Amostras A1 com A2 (Barra de A356 + NTCPM) 51
4.2.1.1 Fundição da Mistura das Amostras A1 com A2, Formando A1-1 52
4.2.1.2 Usinagem e Corte da Amostra A1-1’ 56
4.2.1.3 Metalografia da Amostra A1-1’ 59
4.2.1.4 Ensaios de Tração dos Corpos de Provas das Amostras A1 e A1-1’... 62
4.2.1.4.1 Ensaios de Tração – Máquina Universal de Ensaios Mecânicos 62
4.2.1.4.2 Ensaios de Tração de CP1 e CP2 da Amostra A1 63
4.2.2 Preparo das Amostras A3 com A2 (A356 em cavacos + NTCPM) 69

4.2.2.1 Processo de Moagem dos Cavacos do A356 70
4.2.2.2 Análise Química por Espectroscopia Óptica de Emissão - EEO 72
4.2.2.3 Processo de Fundição da Amostra A2-2 73
4.2.2.4 Corpo de Prova da Amostra A2-2 (CP A2-2) 74
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO 77
5.1 Análise Microscópica da Amostra A1 77
5.2 Análise Macroscópica das Amostras A1-1 78
5.3 Análise Microscópica das Amostras A1-1' 79
5.3.1 Visualização da Microestrutura das Três Amostras de Baquelites 79
5.3.2 Espectrometria de Emissão Óptica da Amostra A1-1' 82
5.3.3 Resultados dos Ensaios de Tração com os CPs 1 e 2 83
5.3.4 Resultados dos Ensaios de Tração com os CPs 3 e 4 85
5.4 Difração de Raios-X da Amostra A1 87
5.5 Análise de Difratometria de Raios-X da Amostra A1-1' 89
5.6 Análise Macroscópica das Amostras A2-2 91
5.7 Análise Microscópica das Amostras A2-2 92
5.7.1 Análise de Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X – EDS 92
5.7.1.1 Análise de EDS – 1 92
5.7.1.2 Análise de EDS – 2 94
5.7.1.3 Análise de EDS – 3 96
5.7.1.4 Análise de EDS – 4 98
5.7.2 Análise da Microestrutura por MO 101
5.7.3 Análise por MEV 103
5.7.3.1 Análise do A356 por MEV 103
5.7.3.2 Análise da Microestrutura de Ti, B, Al e NTC por MEV 104
5.7.4 Ensaio de Nanoindentação de A3 e Nanocompósito A356/NTCPM/TiBAl 106
6 CONCLUSÕES 111
REFERÊNCIAS 112
APÊNDICE A – Espectros de EDS 118

1. INTRODUÇÃO

A ciência e a engenharia dos materiais contribuem tanto aos conhecimentos fundamentais científicos relativos à estrutura interna, propriedades e processamento de materiais, quanto a utilização destes conhecimentos para aplicação de materiais transformados em produtos que sejam necessários ao uso da sociedade (SMITH & HASHEMI, 2012).

A maioria dos materiais utilizados em engenharia apresentam-se em três principais categorias: metais, polímeros e cerâmicos. Estas categorias podem ser distintas conforme sejam as suas propriedades mecânicas, elétricas e físicas, assim como, podem ser consideradas outras categorias conforme o processamento e a aplicação, tais como a dos materiais compósitos e a dos materiais eletrônicos. Neste trabalho são analisados os materiais metálicos alumínios ou ligas de alumínio, os quais são metais não ferrosos e nestes materiais metálicos também podem estar presentes alguns elementos não metálicos (SMITH & HASHEMI, 2012).

1.1 Aspectos Científicos

As ligas de alumínio apresentam em suas qualidades características de serem materiais leves e duráveis, devido apresentar propriedades físico-químicas, em que a densidade tem o valor de 2,70 gcm^{-3}, equivalendo a 35% da densidade do aço e 30% a do cobre, bem como, boa resistência mecânica ao serem combinadas com outros tipos de elementos de liga**.** Possui ainda, resistência à corrosão, elevada condutibilidade térmica e elétrica, o qual possibilita a realização de variadas reciclagens e amplas utilizações. Em face destas características, estas ligas são muito procuradas no mercado nacional e internacional, tendo em vista que suas propriedades são consideradas superiores à maioria das aplicações relativas a outros metais. (ABAL, 2007).

As ligas de alumínio que apresentam a composição Al-Si são muito utilizadas na fundição de vários componentes, devido possuírem elevadas fluidez, fundibilidade, e propriedades mecânicas. Estas ligas também são resistentes à corrosão. Com estas características, justifica-se sua procura para produção de componentes nas indústrias automotivas para diversas aplicações (FUOCO, 2017).

Em comparação aos três metais mais utilizados no mundo, ou seja, Alumínio, Aço e Cobre, a Tabela 1 apresenta as características das propriedades físicas mais comuns destes metais (ABAL, 2007).

Tabela 1. Características dos Três Metais mais Utilizados no Mundo.

Propriedades Físicas mais comuns	Alumínio	Aço	Cobre
Densidade (g cm^{-3})	2,70	7,86	8,96
Temperatura de Fusão (ºC)	660	1500	1083
Módulo de Elasticidade (GPa)	70	205	110
Coeficiente de Dilatação Térmica ($ºC^{-1}$)	23.10^{-6}	$11,7\ 10^{-6}$	$16,5.10^{-6}$
Condutividade Térmica a 27ºC ($Wm^{--1}K^{-1}$)	237	71	397
Condutividade Elétrica $(\Omega \cdot m)^{-1}$	$3,7.10^{7}$	$0,2.10^{7}$	$6,0.10^{7}$

Fonte: ABAL (2007) adaptada.

De acordo com a Tabela 1, a Associação Brasileira de Alumínio (ABAL, 2007), refere sobre as propriedades físicas típicas dos três metais mais utilizados no mundo, em que o alumínio é um metal que apresenta em suas propriedades: a densidade de 2,70 g/cm³, ponto de fusão de 660ºC e módulo de elasticidade de 70 GPa, mostrando comparativamente, que estes valores são mais baixos que os do aço e os do cobre. Estas características contribuem para compreender que o alumínio é de baixa densidade, apresenta uma boa resistência mecânica, permite a adição de outros elementos de liga e proporciona tratamentos térmicos mais adequados devido à baixa temperatura de fusão, elevado coeficiente de dilatação térmica de $23x10^{-6}$ $ºC^{-1}$, condutividade térmica a 300 K, no valor de 237 $Wm^{-1}K^{-1}$ e condutividade elétrica de 61,0 %IACS = $3,7x10^{7}$ $(\Omega \cdot m)^{-1}$. Estas propriedades justificam sua utilização nas indústrias do ramo de engenharias, principalmente em produções nos setores de transportes e construções civis (ABAL, 2007).

O IACS (*International Annealed Copper Standard*) refere ao Padrão Internacional de Cobre Recozido, que serve para comparar o valor do cobre (100% IACS) com o valor do alumínio em estudo da Norma Internacional do Cobre Recozido, adotada pelo Instituto Americano de Engenheiros Elétricos, que elaboraram tabelas para coeficiente de temperatura, em 1910, com a concordância do comitê da Comissão de Padrões Internacionais dos Estados Unidos (STRATTON, 1912, p.10-12).

De acordo com Stratton (1912, p.12), devido à utilização comercial do alumínio como condutor elétrico, a pesquisa realizada com o alumínio comercial da América, passou a ter importância como valor de condutividade média. Conforme os dados da Tabela 2, pode-se destacar alguns valores importantes para o comércio, ou seja, a resistividade do alumínio de $2{,}83 \times 10^{-8}$ Ω·m e a densidade de 2,70 g cm^{-3}, considerados como bons valores médios para alumínio trefilado comercial, sobre as propriedades físicas do alumínio pelo IACS, considerando a temperatura ambiente de 293 K (20 ºC).

Tabela 2. Propriedades Físicas do Alumínio pelo IACS.

Propriedades Físicas pelo IACS	Alumínio
Condutividade percentual máxima (%)	200,7
Resistividade de volume (Ω·m) a 20 °C	$2{,}83.10^{-8}$
Condutividade Elétrica (%)	61,0
Densidade (g cm^{-3})	2,70

Fonte: Stratton (1912, p.12) adaptada.

O alumínio e as ligas de alumínio que podem ser submetidos à fundição, conforme a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), NBR 6834, são classificados por sistemas numéricos de quatro dígitos, em que o primeiro, indica um grupo de ligas: - o grupo do alumínio não ligado apresenta o mínimo de 99,00% de pureza, sendo identificado pela série 1XX.X; - o grupo das ligas de alumínio que estão agrupadas conforme o elemento de liga principal com cobre, é indicado por 2XX.X; - o grupo contendo silício junto com cobre ou magnésio ou ambos, é indicado por 3XX.X; - o grupo contendo silício, é indicado por 4XX.X; - o grupo contendo magnésio, é indicado por 5XX.X; - o grupo contendo zinco, é indicado por 7XX.X; - o grupo contendo estanho, é indicado por 8XX.X; – o grupo com outros elementos, é indicado pela série 9XX.X; e – o grupo da série não utilizada, é indicado por 6XX.X. Como se observa, depois do dígito numérico, têm os dois dígitos seguintes (XX) para a identificação da pureza do alumínio, sendo também, os que identificam a liga ou a pureza do alumínio que não é ligado. O último dígito separado por um ponto, serve para indicar a forma do produto como: (a) XXX.0 - Peças fundidas; (b) XXX.1 – Lingotes; e (c) XXX.2 – Lingotes cuja composição química difere dos limites

estabelecidos para lingotes XXX.1 (ABNT, 2007).

Conforme informações da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 2007), a classificação por sistemas numéricos de quatro dígitos, permite identificar o grupo com a série a que pertence o alumínio da série 3XX.X, em estudo neste trabalho, por apresentar em sua composição química o elemento principal de liga que é o silício e outros elementos como magnésio ou cobre. A série também proporciona nos casos de fundições, melhoria pela adição de elementos de liga, podendo compreender uma faixa de 99% de produtos fundidos. Em sua composição de liga Al-Si, este chega a 12% em peso de Si, com um ponto de fusão no valor de 570 ºC. As propriedades mecânicas e de fundição desta série, quando aplicada, permite variados tipos de elementos que podem estar presentes na microestrutura. As ligas da série 3XX.X em aplicações são muito utilizadas em fundição (FERDIAN & LACAZE, 2014).

A liga de alumínio A356 apresenta como elementos principais o Al-Si, sendo muito utilizada na indústria automobilística e aeronáutica por apresentar boas propriedades mecânicas. Para melhoria das propriedades mecânicas da liga de A356, pode-se fazer uso do refino de grão através de fundições. A aplicação de inoculantes, adequadamente, pode contribuir para refinar o grão, modificar os pontos eutéticos e melhorar a ductilidade do material. Um exemplo de inoculante que pode ser usado é TiBAl (Titânio, Boro e Alumínio) que age como nucleante (SILVA, 2016).

A liga de alumínio A356 é uma classe de alumínios que possui elementos Al-Si-Mg, com aplicações em indústrias aeroespacial e automotiva, apresentando propriedades de boa moldabilidade, boa resistência à corrosão e boa relação entre resistência/peso, contribuindo para uma alta demanda no mercado econômico. Em suas características microestruturais possui excelentes propriedades mecânicas e na microestrutura do A356 depois de fundida, apresenta estrutura dendrítica grosseira, porosa, com a fase de Si distribuída com pouca uniformidade. Na realização de processos que modifiquem sua microestrutura, deve ser feita com uma seleção ou escolha para que os elementos de liga sejam adequados na sua matriz contribuindo para que os parâmetros do processo sejam otimizados. Na adição de materiais para compósitos em sua liga, proporcionará um melhor desempenho mecânico e tribológico. Um ponto importante da liga de A356 para variadas aplicações é a baixa resistência ao desgaste, devido a sua alta dureza. Pode-se acrescentar um reforço sobre a superfície de forma dispersa, para se obter uma

camada mais uniforme, ao passo que, ao se aplicar uma alta abrasividade proporcionará a obtenção de um reforço na fase de resistência a abrasão (MANOCHEHRIAN et al, 2019).

Neste trabalho, a liga é baseada em alumínio com menores proporções de outros elementos. Para compreender o comportamento deste material é necessário saber os estados físicos que podem estar presentes nele, a saber: estados sólido, líquido ou gasoso, analisando conforme a existência de um material puro. Neste sentido, pode-se verificar a fase envolvida, ou seja, fase que é definida como uma porção qualquer diante de todo o material, de um sistema físico e homogêneo, no seu interior e limitado pela superfície ao entorno do material. Pelas definições citadas deve-se fazer estudos científicos, baseados nas fases da água, devido as três fases conhecidas: líquido (água), Sólido (gelo) e vapor, pois as características de uma fase são: 1) mesma estrutura ou arranjo atômico por toda parte; 2) aproximadamente a mesma composição e propriedades por toda parte; e 3) interface definida entre a fase e quaisquer fases circundantes ou adjacentes (ASKELAND & WRIGTH, 2019, p.350).

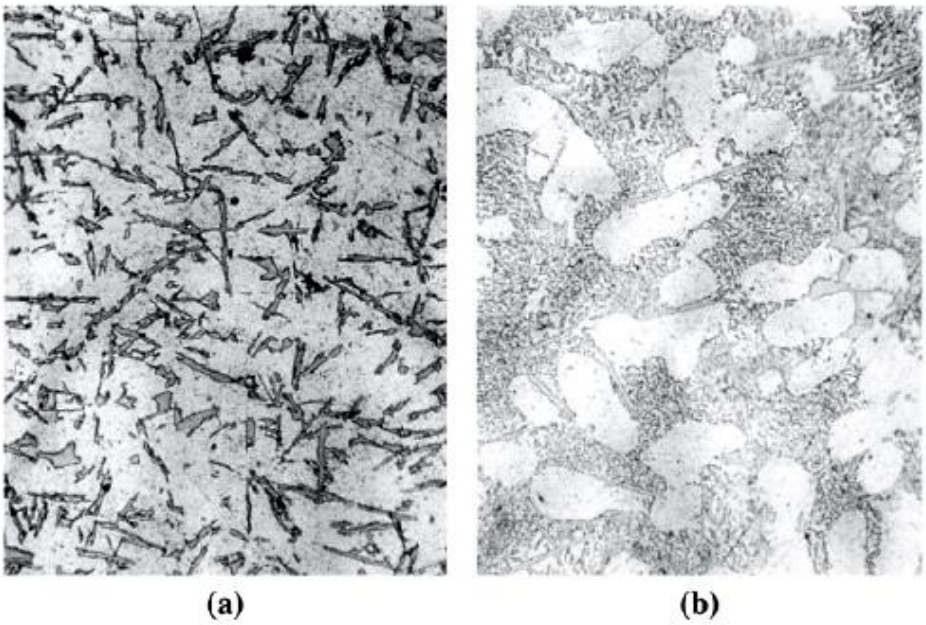


Figura 1. Microestruturas eutéticas típicas: (a) placas de silício em forma de agulhas no alumínio-silício eutético (100x), e (b) hastes de silício arredondadas no eutético de alumínio-silício modificado (100x).
Fonte: Askeland and Wrigth (2019, p.362).

A porção de silício do eutético cresce como placas finas e planas na forma de agulhas como se observa na Figura 1(a). As plaquetas de silício em forma

quebradiça passam a concentrar tensões, diminuindo a ductilidade e a tenacidade. A microestrutura eutética em ligas de alumínio-silício se altera por meio de um processo conhecido como modificação, o qual contribui para o crescimento da fase de silício, de forma muito fina e interconectada às hastes entre os dendritos de alumínio, na Figura 1(b), contribuindo para melhorar a resistência à tração e o percentual de alongamento do metal. Se observados em duas dimensões, o silício modificado pode se apresentar como um composto em forma de minúsculas partículas (hastes) arredondadas (ASKELAND & WRIGTH, 2019, p.362).

A liga de Alumínio, Al-Si-Mg, de composição química 92,7%Al, 7%Si e 0,3%Mg, pode apresentar um diagrama de fase binário do tipo Al-Si, que corresponde a liga de alumínio A356, conforme mostra a Figura 2 (ABDULWAHAB et al, 2013).

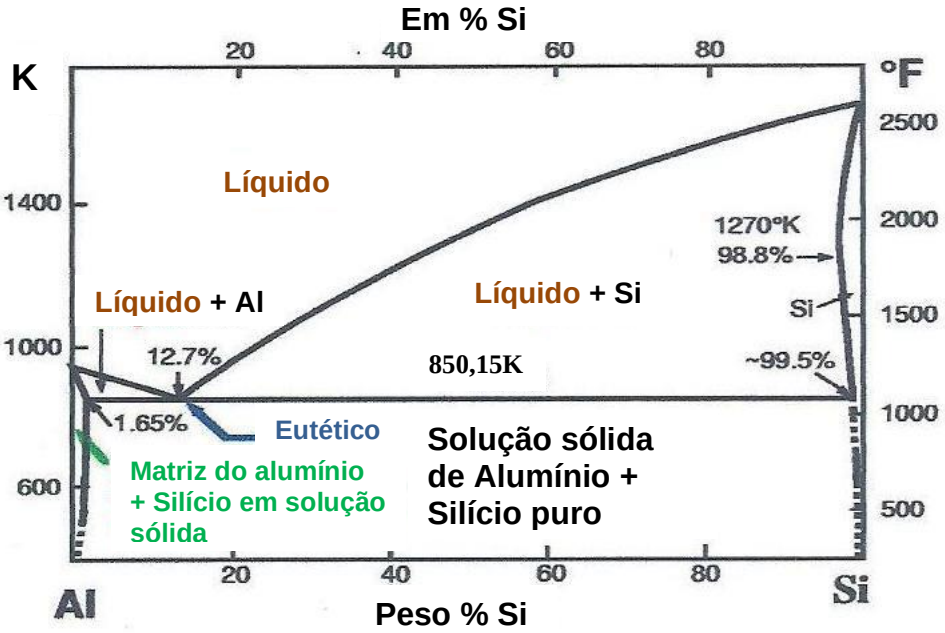


Figura 2. Diagrama de Fase Binária do tipo Al-Si, da Liga de Al-Si7%-Mg0,3%.
Fonte: Abdulwahab et al (2013).

A Figura 2 mostra o diagrama da fase binária de Al-Si, em que as temperaturas estão em Kelvin (K) e Graus Fahrenheit (ºF), as quais podem ser transformadas em Graus Celsius (ºC) através das equações, respectivas, de ºC=K-273,15 e ºC=[(ºF-32)÷9/5], desta forma se no diagrama a temperatura no ponto eutético for de 577ºC, os cálculos das temperaturas em K e ºF, equivalerão a 850,15K e 1006,6ºF, respectivamente.

Pelas razões citadas, neste trabalho são analisadas as ligas de alumínio da série A356 (Al-Si-Mg), que podem ser usadas tanto para as pesquisas tecnológicas e indústrias de engenharias de metais não ferrosos, quanto nas indústrias automotivas e aeroespaciais, em componentes de manufatura, devido suas boas propriedades físicas e mecânicas (OLIVEIRA & ROCHA, 2014).

1.2 Aspectos Econômicos

Existem muitos benefícios para a economia no mercado industrial com a utilização de alumínios e suas ligas, que outrora, desde a Segunda Guerra Mundial vinha sendo aplicado nos setores de aviação, construção naval e indústrias automotivas. No mercado industrial atual, estes metais vêm se desenvolvendo, devido a procura dentro dos aspectos de urbanização e industrialização, em que se considera a comercialização destes, crescendo mais do que o aço (mais pesado), especificamente, na indústria automobilística (LIM et al, 2017).

Considerando os aspectos econômicos, os alumínios e suas ligas têm sido utilizados com mais frequência do que o cobre na área de engenharia elétrica. As vantagens do alumínio e suas ligas, estão relacionadas com a densidade, a resistência à corrosão, a natureza não-magnética, o ponto de fusão mais baixo, o coeficiente de expansão mais elevado e melhor condutividade térmica e elétrica, bem como a ductilidade, em relação ao aço (LIM et al, 2017).

A densidade do alumínio e suas ligas sendo de aproximadamente um terço em relação ao aço ou ao cobre, contribui para aplicações comerciais e ampla disponibilidade no mercado econômico. Um dos fatores principais e relevantes para sua comercialização é a relação resistência-peso de sua estrutura, que contribui para uma carga útil maior, economia de combustível em veículos automotores e aplicações para o setor industrial de transportes (ALAM & ANSARI, 2017).

Os compósitos de matriz metálica de A356 são muito utilizados em motores de aeronaves, estruturas aéreas e trens de pouso, mostrando que estas ligas de alumínio são aplicadas na aeronáutica, devido ser mais resistentes à corrosão e à fluência, pois a elevada resistência e rigidez específicas, combinadas à facilidade de sua fabricação são escolhas importantes que levam a aplicações espaciais. Contudo, sua aplicação tem sido explorada também na indústria automobilistica. Existem utilizações típicas, como peças de bombas para aviões, caixas de transmissão para automóveis, acessórios e peças de controle para aviões, blocos de

cilindros arrefecidos a água, dentre outras aplicações. Desta forma, observa-se que as ligas de A356 têm sua principal aplicação na fabricação de aeronaves e de automóveis, devido às características de resistência e peso, pois na resistência à tração e, na especificidade de rigidez, estas ligas apresentam superioridade em relação às demais. Por possuírem baixo peso em veículos e aeronaves, as ligas de A356, contribuem para os aspectos econômicos do consumo de combustível (DWIVEDI et al, 2014).

A utilização de ligas de alumínio em componentes de veículos automotores, construídos com materiais mais leves, proporciona economia de combustível e em suas propriedades mecânicas, contribuem para minimizar o peso e o movimento dos veículos. Outro aspecto na redução do peso de um veículo está relacionado com a manufatura das rodas de liga leve, ao utilizarem ligas de A356 (Al-Si-Mg), principalmente, pelas indústrias brasileiras (ELIAS, 2020).

Em relação ao alumínio, o relatório de “Competitividade Brasil”, 2018-2019, da Confederação Nacional de Indústria (CNI), mostra que o Brasil ocupa a 17ª posição, a frente da Argentina e atrás do Chile, México, Colômbia e Peru, mas liderados pela Coreia do Sul no *ranking* de competitividade em estudo entre dezoito países. No Índice Global de Inovação (IGI) em 2018, subiu da 69ª para a 64ª posição em inovação na América Latina desde 2014, entre 126 países, em que na liderança está o Chile. Mostrando que embora tenha havido uma conquista brasileira, ainda precisa melhorar nas inovações tecnológicas em relação aos outros países (HORVATH et al, 2019).

As ligas de alumínio A356 são muito utilizadas na indústria brasileira, do Polo Industrial de Manaus, Amazonas, pois estas ligas contribuem para a produção de componentes de motocicletas, por meio de processos de fundição e de tratamentos térmicos, em que as ligas de Al-Si são essenciais nas fundições, devido apresentar elevada fluidez, baixa concentração nos fundidos, alta resistência à corrosão, boa soldabilidade, fácil brasagem e baixo coeficiente de expansão térmica. Os tratamentos térmicos podem ser realizados por T6, ou seja, tratamentos térmicos realizados por solubilização e envelhecimento artificial sobre a microestrutura, iniciando-se com a solubilização a 530 ºC por 6 h, precipitadas e seguido do tratamento térmico de envelhecimento que ocorre a temperatura de 180 ºC por 6 h. Após os respectivos tratamentos, pode-se verificar os seus aspectos mecânicos e os microestruturais das ligas (LIMA et al, 2020).

1.3 Aspectos Tecnológicos

Nos aspectos tecnológicos, as pesquisas científicas apresentam a nanotecnologia como um novo despertar em inovações que procuram atingir desejado controle dos materiais em nível atômico e molecular diante da utilização de processos industriais. Desta forma, as pesquisas trazem novas tecnologias de materiais nanométricos, em virtude da utilização de novas técnicas de caracterização que vão sendo projetadas e implementadas a longo tempo. Estas nanotecnologias têm o objetivo de obter materiais compósitos mais resistentes e duradouros. A produção de materiais nanocompósitos de ligas de alumínio e NTC, tais como fabricação de matriz hipoeutética de Al-2%Ni e NTC, contribui para um controle de morfologias que sejam apropriadas para sua aplicação, tais como a síntese e o processamento que proporcionem qualidade dos materiais compósitos produzidos. As pesquisas mostram que um alumínio influenciado pela adição de NTC, em sua formação de nanocompósitos e submetido a tração, apresenta uma matriz com uma resistência a tração mais elevada (NASCIMENTO et al, 2016).

As ligas de alumínio contendo Al-Si têm sido muito utilizadas no setor industrial, principalmente na produção de componentes (peças) usados na construção de veículos automobilísticos (HASKEL et al, 2015).

Na indústria automotiva o alumínio e suas ligas em algumas séries, utiliza a liga de A356, por ser mais conhecida e apresentar em sua composição 7% de seu peso em Si e 0,3% em Mg (Al7SiMg). Nos aspectos tecnológicos relativos à fundição a baixa pressão, deve-se ter cuidados para se obter peças de boa qualidade e sem defeitos, utilizando a temperatura e a composição química adequadas, para o derretimento na fundição, obedecendo as solicitações relativas a limite de temperatura específica do molde, níveis de pressão e tempos de otimização, assim como, as operações de desgaseificação (ERZI et al, 2019).

Em uma análise investigativa dos efeitos de tratamentos térmicos por solubilização, seguido de envelhecimento artificial na microestrutura da liga A356, com amostras fundidas em diferentes percentuais de Magnésio, a 0,28%, 0,38% e 1%, os melhores resultados de solubilização aconteceram quando submetido à temperatura de 540ºC, pelo tempo de 10 h, sendo observados na matriz da liga, que variando os tempos e temperaturas de envelhecimento, houve aumento da dureza ao se elevar a temperatura de envelhecimento por tempos maiores (SEGUNDO et

al, 2015, p.939).

O processo de fundição das ligas de alumínio A356 tem sido um método muito confiável, com vantagens em relação a outros processos que podem ser nos estados líquido ou sólido. Principalmente, para a indústria automotiva, que pode trabalhar com ligas de alumínio a base de Mg e Cu. Pode-se aplicar o método de refundição das ligas de alumínio A356, em aplicações industriais, em que se obterá pelo tratamento térmico, comportamentos coerentes à fratura, ao desgaste à melhoria da microestrutura, proporcionando boa qualidade dos moldes, devido ter volume de Al-Si-eutético elevado, e com boa fluidez e moldabilidade (SILVABALAN &THANGADURAI, 2018).

1.4 Diferencial deste Trabalho Científico

Este trabalho de pesquisa estuda o efeito da adição de Nanotubos de carbono na microestrutura e propriedades mecânicas na matriz da liga de alumínio A356 para produção de nanocompósitos e em pesquisas realizadas pela literatura, não foram observadas publicações que trabalharam com a fundição desta classe de alumínio, nos últimos nove anos, adicionando percentuais de NTCPM a frio no fundido com homogeneização, através de bastão de aço de 500 x Φ10mm, para se obter nanocompósitos proporcionando boa distribuição, boa estrutura metálica e alta resistência, usando os métodos de fundições com forno de fusão a gás natural, maçarico e mufla, contudo alguns artigos trataram da composição de A356 com incorporação de NTC, como é o caso do trabalho de pesquisa de Dias et al (2016) por onde se realiza uma análise microestrutural de nanocompósitos de matriz metálica de alumínio reforçada com 2% de NTC, ao utilizarem barra de alumínio (sem definição da classe) e realizarem uma usinagem por meio de torno mecânico, extraindo cavacos e posterior mistura com o pó de NTC, na proporção de 2% em massa, formando uma mistura que foi transferida para um molde de ferro fundido e submetido a alta temperatura de fusão, em um forno mufla.

Depois do Nanocompósito A356/NTC ter sido caracterizado por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), os resultados mostraram que na microscopia da estrutura houve a formação dos grãos na matriz com regiões vazias, preenchidas com NTC, por falta de interação atômica entre átomos dos cavacos do alumínio, os quais consideram como defeitos causados por uma mistura não homogênea durante a fundição no forno mufla. Desta forma as referidas regiões não apresentam

melhoria da resistência mecânica, porque parte dos NTC não se misturaram e ficaram fora da matriz metálica, mas apenas na interface dos cavacos. Quando se caracterizou uma dada região por mapeamento em EDS, observou-se NTC comportados numa estrutura no interior da matriz metálica, comparados a imagem da estrutura de compósito de matriz epóxi reforçada com fibras de vidro, em tamanho nanométrico e emaranhados na matriz do alumínio, em que consideraram que a região analisada apresentava possível resistência mecânica em virtude dos NTC se distribuírem na matriz (DIAS et al, 2016).

Outro trabalho utilizando compósitos com matriz metálica reforçado com nanomicrohíbrido foi pesquisado no ano de 2017, na determinação das propriedades de nanocompósitos com ligas de A356, reforçados com NTC multifoliados e de fibras curtas de alumina (Al_2O_3sf) com volumes de 10%, 15% e 20% e NTCPM a 1%, 2% e 3%, produzidas em pré-formas híbridas e infiltradas com liga de A356. Com a utilização de até 2% em massa de NTCPM na matriz do alumínio, dos compósitos de matriz metálica híbrida, obteve-se melhoria nas propriedades mecânicas de dureza e de resistência à tração. A explicação se deve à combinação de NTCPM com Al_2O_3sf, ao melhorar a carga compartilhada entre as fibras e a matriz do alumínio, possibilitando melhor resistência aos movimentos dos deslocamentos pela combinação dos NTCPM, também conhecido como de multicamadas. Estas propriedades mecânicas tiveram a contribuição do método de medição de rigidez contínua, porque permitiu a avaliação das propriedades mecânicas dos compósitos, apresentando resultados de influência dos NTCPM nas referidas propriedades em escala no valor de nano (10^{-9}) de forma destacada, ou seja, satisfatória (BABU et al, 2017).

Um trabalho comparativo, referente a uma nova proposta de melhoria das propriedades mecânicas e elétricas de fios condutores de ligas de alumínio 6101 trefilado, foi apresentado em 2015, incorporando NTC na liga do alumínio, por meio de ataque químico ácido, seguido de tratamento térmico por solubilização na Amostragem 1, a 480 ºC, por 120 min. em todas as amostras, têmpera a 23 ºC e envelhecimento artificial a 170 ºC por 120 min. Na amostragem 2, os fios foram solubilizados a 550 ºC por 180 min. em todas as amostras, têmpera a 23 ºC e envelhecimento a 180 ºC por 180 min. Para entender melhor, a amostragem 1 foi depositada em três barcas, de 1, 3 e 6 e a amostragem 2 foi depositada em três barcas, de 2, 4 e 6, e as barcas eram de aço. Então, as barcas de 1 e 2 receberam

pó de grafite e as barcas de 2 e 3 receberam NTC mais uma camada de pó de grafite sobre a superfície de contato com NTC (RODRIGUES, 2015, p.22).

Conforme citação de Rodrigues (2015, p.22), os fios comercializados foram da série A6000 (Al/Mg/Si) e NTC produzidos por CVD, em que durante as análises foram constatados que pela composição química, tratava-se de Al 6101. Foram ainda utilizados pós de grafite, com dimensões menores que 150 µm. Os fios utilizados foram em duas amostragens de NTC incorporados na matriz metálica do A6101, ou seja, fio NTC1 amostragem 1 e fio NTC2 amostragem 2. As pesquisas mostraram, pelas microscopias de espectroscopia RAMAN e MEV, que os NTC foram incorporados com interação forte na matriz metálica, mas houve dispersão heterogênea de NTC na superfície do fio. Na realização do ensaio de tração do fio de Al 6101 incorporado com NTC, obtiveram-se resultados de resistência à tração melhores que as propriedades apresentadas aos fios de liga de alumínio sem o NTC. Os resultados mostraram que houve desempenho nas propriedades mecânicas do fio incorporado com NTC e redução na resistividade elétrica dos fios da liga de alumínio, assim como, houve aumento de resistência no ensaio de tração dos corpos de prova, referentes a amostragem 2 comparada a amostragem 1, devido permanecerem em tempo mais longo à temperatura de solubilização. Este estudo contribuiu para mostrar que houve melhoria no desempenho mecânico e elétrico dos fios incorporados pela aplicação do ataque químico por tempo mais longo, permitindo aumentar a área superficial do fio que adsorveu as nanopartículas na superfície de matriz metálica. Os dados mostraram que nas amostras incorporadas com NTC, amostragem 1, apresentou resultados de resistência à tração de 221 MPa em relação a amostragem 2 que foi de 259 MPa, que em percentuais foram, respectivamente, de 22,77% e 26,96%. E em relação aos fios sem NTC, as Amostragens 1 e 2 com NTC apresentaram diminuições respectivas de 12,07% e 13,7% para resistividade elétrica (RODRIGUES, 2015, p.48)

Em 2014, uma pesquisa utilizando matriz de fibras curtas e reforços híbridos em pré-formas de NTC/Al_2O_3 de paredes múltiplas, procurou obter melhorias na microestrutura e na dispersão dos NTC na matriz, pelo método de infiltração, seguido de extrusão, teve o objetivo de avaliar as alterações nas propriedades mecânicas e observar o aumento da pressão de extrusão dos compósitos híbridos. Nesta pesquisa não se observou a classe do alumínio (KIM et al, 2014).

Com relação a patentes que possam apresentar semelhanças à pesquisa

deste trabalho, não foram observadas nos últimos nove anos com os mesmos métodos e ensaios adotados, devido às diferenciadas classes de ligas de alumínio e de aplicações dos métodos, tais como observado no trabalho de “Fabricação de compósito de matriz de liga de alumínio A356 com reforços híbridos de NTC/Al_2O_3”, em que os autores utilizaram a matriz de fibras curtas a base de pré-forma para facilitar a dispersão dos NTC na matriz da liga, devido a dificuldade dos NTC dispersarem nos fundidos pela molhabilidade baixa, então usaram reforço híbrido na dispersão e compressão a alta temperatura na avaliação das propriedades mecânicas (KIM et al, 2013).

1. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Estudar o efeito da adição de Nanotubos de Carbono (NTC) na microestrutura e propriedades mecânicas do alumínio A356 para produção de nanocompósitos.

2.2 Objetivos Específicos

- ✓ Fundir o A356 em barra (A1) com NTCPM (A2) denominado A1-1;
- ✓ Realizar nova fundição de A1-1 denominado A1-1';
- ✓ Usinar e cortar A1-1', preparar dois Corpos de Provas (CP) e três amostras em baquelites para análise metalográfica;
- ✓ Analisar a composição química de A1 e A1-1' por EEO;
- ✓ Fundir o A356 em cavacos (A3) com NTCPM (A2) denominado A2-2 e obter um CP;
- ✓ Examinar a morfologia das superfícies usando MEV e MO;
- ✓ Analisar a composição química das amostras por EDS e EEO;
- ✓ Estudar a estrutura cristalina usando DRX;
- ✓ Realizar Ensaios de Tração na Máquina Universal dos dois CP;
- ✓ Realizar ensaios de nanoindentação das amostras e obter as propriedades mecânicas como dureza;
- ✓ Relacionar as propriedades medidas com a estrutura e composição química dos materiais.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Alumínio – Al

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre. Sua cronologia mostra que, mesmo nas civilizações mais antigas, o metal dava um tom de modernidade e sofisticação aos mais diferentes artefatos. Não obstante, durante seus primeiros usos nada se sabia sobre o metal, já que o alumínio só passou a ser comercializado há aproximadamente 150 anos (ABAL, 2007).

3.2 As Propriedades do Alumínio

Nas características do alumínio e suas ligas podem ser observados que a sua densidade é de 2,7 g cm^{-3}, valor que é inferior a densidade do aço de 7,9 g cm^{-3}. Contudo, o alumínio possui condutividades elétrica e térmica elevadas, destacando ainda, a sua resistência à corrosão para certos ambientes. Grande parte das ligas de alumínio pode ser formada devido a ductilidade alta, mesmo em baixas temperaturas. O ponto de fusão do alumínio, considerado como de baixa temperatura é de 600 ºC, entretanto pode-se restringir a uma máxima temperatura de seu uso (CALLISTER & RETHWISCH, 2013, p.425).

O desenvolvimento das ligas de alumínio com alta resistência térmica também é prioridade no direcionamento estratégico das atividades de pesquisa e desenvolvimento, para que os requisitos mencionados sejam atendidos no futuro. A matriz da microestrutura do material também é decisiva para o alcance das propriedades mecânicas. Desta forma, por exemplo, o processo de fundição tem um papel decisivo, já que ele determina o grau de finura e a homogeneidade da microestrutura, assim como o da porosidade. A microestrutura da liga de alumínio, como exemplo, obtida por meio de fundição deve alcançar as propriedades desejadas via tratamento térmico (GROSHEL et al, 2010).

A adição de nanotubos de carbono na matriz metálica do alumínio é uma forma de aumentar a resistência do material, além de terem peso específico baixo, em relação a outros metais usados nas indústrias, são atraentes para construções mecânicas, podendo ser combinados na forma de compósitos, em ligas ou matriz metálica. Os NTC quando aplicados na matriz metálica do alumínio, proporciona a absorção parcial de um esforço mecânico a matriz, contribuindo para o aumento da resistência mecânica e melhorando suas propriedades nas ligas (DIAS et al, 2016).

3.3 Alumínio e Suas Aplicações

As demandas de alumínio utilizadas na produção industrial são desenvolvidas conforme as propriedades de novas formas e facilidades na adequação das estruturas das peças a serem aplicadas pelas indústrias das áreas civil, automotiva e aeronáutica, de maneira que as ligas de alumínio proporcionem uma variedade de utilidades devido as características que este metal possui, as quais são as de densidade baixa e condutividades elétrica e térmica elevadas (KVAČKAJ et al, 2011).

Conforme Shackelford (2008, p.264), as ligas de alumínio são muito conhecidas pelas suas características, destacando-as como atraentes, considerando pontos importantes como a condutividade elétrica, fácil fabricação e aparência, contribuindo para a produção mundial. Vale lembrar que nas décadas de 1960 a 1970 a produção de alumínio dobrou, entretanto, entre 1980 e 1990, quando os materiais cerâmicos, poliméricos e compósitos começaram a se destacar concorrentemente, no mercado mundial, a demanda de alumínio e outros metais diminuiu. Mas, devido às características apresentadas do alumínio, a sua importância aumentou em função da baixa densidade em comparação outros tipos de metais e os não metais, pois as indústrias que se destacaram na produção com a utilização de ligas de alumínio foram a automobilística e a aeronáutica. Visto que o minério para a produção de alumínio é elevado, correspondendo a 8% da crosta terrestre, assim como este metal pode ser reciclado.

Segundo Gorni (2006), na América do Norte são utilizados, em média, 145 kg de alumínio por carro ou caminhão produzido, 16% mais do que em 2002, ano em que a última pesquisa deste tipo foi realizada. A maior parte é empregada na produção de blocos de motor e cabeçotes de cilindro.

Conforme ABAL (2019) o desempenho em relação aos setores de alumínio, a partir de 2018, teve aumento do seu consumo na indústria brasileira, assim como sua produção. O consumo do alumínio brasileiro aumentou, comparando o ano de 2018 com o de 2017, onde em 2018 o consumo do alumínio teve um crescimento na faixa de 10%, que esteve relacionado a proporção de 1.383.000 toneladas, pelo destaque dos setores de embalagens com 14%, de transportes com 12% e de eletricidade com 11%.

A produção nacional do alumínio primário, em 2018, teve um valor de 659.000

toneladas, equivalente a uma redução de 17% em relação a produção em 2017 de 801.700 ton. O problema não foi a falta de alumínio, mas em uma das fábricas de alumina mundial, a Alunorte, da cidade de Barcarena, no Pará, que apresentou metade da capacidade operacional no começo de 2018 (ABAL, 2019).

3.4 Nanotubos de Carbono – NTC

Compreender os Nanotubos de Carbono é primeiramente conhecer sua origem, sabendo-se que sua descoberta vem desde as civilizações antigas da pré-história, em que o carbono no estado sólido era utilizado. Atualmente, se utiliza o carbono em variadas composições de propriedades, que contribuem para sua importância em muitas áreas comerciais, principalmente as de tecnologias de ponta. As formas alotrópicas do carbono conhecidas são as de diamante e de grafite, tendo ainda a que se apresenta no estado amorfo. Com relação ao seu grupo na área de materiais, o carbono não se enquadra como metais, cerâmicos ou polímeros, entretanto, na forma de grafite, em alguns casos pode estar dentro de classificações como cerâmicos, devido a sua concentração nas estruturas de diamantes e de grafites (CALLISTER & RETHWISCH, 2013, p.481).

Os estudos e pesquisas sobre sínteses das estruturas moleculares do carbono, especialmente, nas formas de C_{60} (carbono 60) e fulerenos sintéticos, que originaram o tema Microtúbulos helicoidais de carbono grafítico, segundo Iijima (1991), estimulou um grande interesse em pesquisas relacionadas a estruturas de folhas de carbono grafítico. Em seu relato, refere que havia preparado um novo tipo de estrutura fina de carbono em tubos e na forma de agulha, que compreendia em cada uma tubos coaxiais de folhas grafíticas, observando-se que o menor tubo era de 2,2 nm de diâmetro, sendo o tubo mais interno para uma das agulhas. A produção destes tubos em forma de agulhas foi realizada pelo método de evaporação por descarga de arco, da mesma forma que se utilizou para a síntese de fulereno, em que se observou o crescimento das agulhas na extremidade do eletrodo negativo durante a descarga do arco. Ao utilizar a MEV observou-se cada agulha com tubos coaxiais de folhas de grafite na quantidade de 2 a 50, sendo que em cada uma mostrava disposição helicoidal, de hexágonos de átomos de carbono, ao redor do eixo da agulha. Dentro de uma única agulha o passo da disposição helicoidal variava de agulha para agulha e de tubo para tubo, compreendendo que o processo de crescimento estava sendo influenciado pela estrutura helicoidal. Com

estes estudos, analisou-se que a formação das agulhas teve variação de dezenas de nanômetros de diâmetro, considerando que as estruturas do carbono acontecessem em escalas maiores em relação à dos fulerenos (IIJIMA, 1991).

3.5 As Propriedades dos NTC

Os nanocarbonos são uma classe de materiais descobertos recentemente, por apresentarem propriedades diferentes de outras classes de carbonos. Nesta classe de materiais de carbono são destacados três nanocarbonos, ou seja, os fulerenos, nanotubos de carbono e grafeno. Para as dimensões dos nanocarbonos, utiliza-se o prefixo “nano” que refere ao tamanho de cada partícula com valores inferiores a 100 nanômetros (CALLISTER & RETHWISCH, 2013, p.522).

Dentre os três nanocarbonos existentes, ou seja, os fulerenos, os nanotubos de carbono e o grafeno, existe um que possui uma única molécula que compõe milhões de átomos e seu comprimento está numa faixa de milhares de vezes maior que seu diâmetro, chamados de Nanotubos de Carbono (NTC), que podem ser de camadas simples (NTCPS) ou de camadas múltiplas (NTCPM) que apresentam cilindros concêntricos, sendo muito resistentes e rígidos, bem como dúcteis. Os Nanotubos de paredes simples, apresentam limites de resistência à tração na faixa de 13 a 53 GPa, os quais são limites com ordem de grandeza acima das fibras de carbono (entre 2 a 6 GPa). Com relação ao seu módulo de elasticidade o valor chega à ordem de 1TPa = 10^3 GPa, com deformações de fratura em cerca de 5% e 20% e as densidades são baixas. Podem ser utilizados em aplicações estruturais. Tem comportamento elétrico como metal ou semicondutor (CALLISTER & RETHWISCH, 2013, p.524).

Como forma de entender o que refere a formação de materiais dúcteis, a ductilidade é uma propriedade mecânica, em que se mede o grau de deformação plástica até a sua fratura. Quando um metal é submetido a tensão-deformação para medir o grau de ductilidade em AB’C’, mostrado na Figura 3, sofre uma deformação plástica baixa se estendendo até o momento de sua fratura, denominado frágil, em ABC. Quando submetido a este comportamento, a ductilidade pode expressar uma quantidade tanto de alongamento percentual quanto de uma redução percentual na área especifica analisada, ou seja, o alongamento percentual (%AL) o qual é a porcentagem de deformação plástica na fratura, área AB’C’ na Figura 3, (CALLISTER & RETHWISCH, 2018, p.211-212).

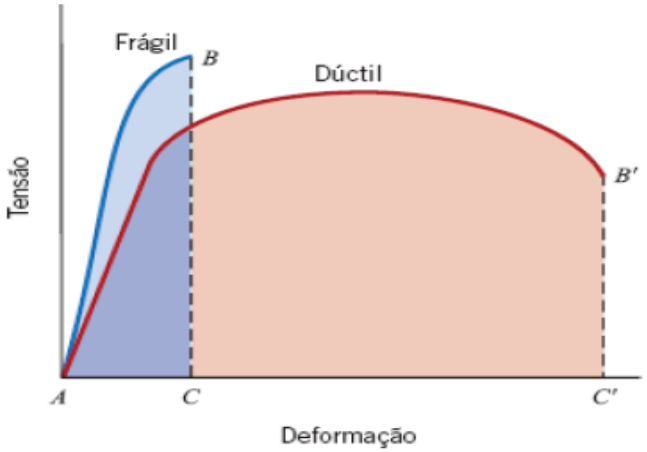


Figura 3. Representações esquemáticas do comportamento tensão-deformação em tração para metais frágeis e dúcteis carregados até a fratura.
Fonte: CALLISTER & RETHWISCH (2018, p.212)

O Carbono apresenta formas alotrópicas que podem ser observadas na Figura 4, como representações mais comuns de sua existência (OLIVEIRA, 2009):

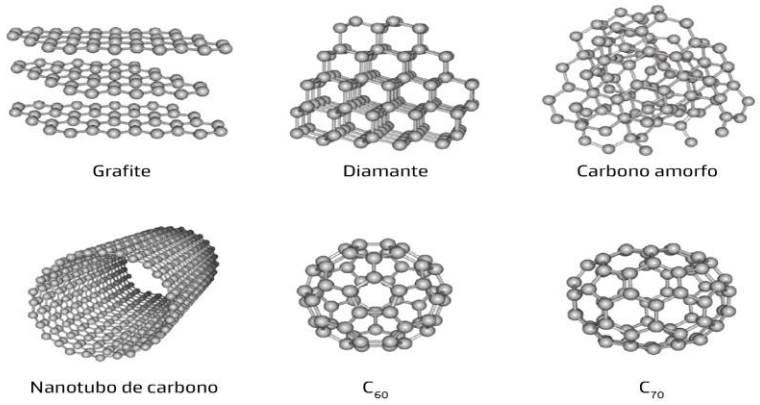


Figura 4. Representação das formas alotrópicas mais comuns do carbono.
Fonte: TERRA & MAGALHÃES (2023)

No Universo é o quarto elemento em maior quantidade, tendo em vista que existem os elementos hidrogênio, hélio e oxigênio, que são mais abundantes do que ele. No planeta Terra (crosta terrestre) o carbono é o décimo sétimo elemento em abundância, podendo formar várias moléculas (TERRA & MAGALHÃES, 2023).

As primeiras estruturas de carbono formadas foram a grafita e o diamante como estruturas elementares do carbono. O carbono pode se ligar em diferentes formas alotrópicas na criação de estruturas com propriedades diferentes, como se

observa na Figura 4, que apresenta como exemplo, o grafite, o diamante, os fulerenos (C_{60} e C_{70}), o carbono Amorfo e o nanotubo de carbono. As ligações químicas se devem ao átomo de carbono apresentar configuração eletrônica $1s^2$ $2s^2$ $2p^2$, e seus orbitais 2sp misturam-se formando orbitais híbridos: sp^1, sp^2 e sp^3 (OLIVEIRA, 2009, p.4).

Os NTC podem ser utilizados em aplicações estruturais, devido apresentar elevada resistência mecânica, pois em grande parte das aplicações está limitado ao uso de nanotubos no estado bruto. No estado bruto os nanotubos têm sido utilizados como reforços em nanocompósitos com matriz polimérica com a possibilidade de melhoraria da resistência mecânica, bem como das propriedades térmicas e elétricas. Haja vista que NTC podem apresentam características elétricas únicas e sensibilidade estrutural que, dependendo da orientação de suas unidades hexagonais na parede do tubo, com a posição no eixo do tubo, o NTC poderá ter um comportamento elétrico tanto como um metal quanto um semicondutor. Dentro destas duas características, quando se comporta como um metal, o seu potencial pode ser usado como fiação em circuitos elétricos de baixa escala e quando se comporta como um semicondutor, o seu potencial pode ser usado em transistores e diodos. Uma outra característica importante observada nos NTC são as de serem excelentes emissores de campo elétrico. Com estas características, os NTC apresentam aplicações em muitas utilidades, ou seja, dentre elas, as de serem utilizados em monitores de tela plana de televisão e monitores de computadores (CALLISTER & RETHWISCH, 2018, p.563).

Contudo, dentre as diversas aplicações apresentadas, existem ainda, outras como as Células solares muito eficientes e os Capacitores que podem substituir baterias. Tendo ainda, as aplicações relacionadas à remoção de calor e a tratamentos de câncer (com vistas destruir células cancerosas). Na área de biomateriais tem aplicações tais como a de pele artificial, monitoramento e avaliação de tecidos (CALLISTER & RETHWISCH, 2018, p.563).

O carbono tem características de se auto-organizar, ao serem submetidos a altas temperaturas em condições especiais, com pressões adequadas dentro de uma câmara, em que os átomos de carbono podem se agrupar em formato de tubos. O Laboratório de Nanomateriais da UFMG utiliza a técnica de descarga de arco elétrico, possibilitando o crescimento de nanotubos de carbono combinados com nanopartículas metálicas os quais são catalisados na formação. O carbono é

vaporizado na câmara com gás hélio, combinados a metais do tipo níquel, sob temperatura na faixa de 3700 e 4000ºC, e dois eletrodos fluem correntes elétricas, transformando a mistura de gás de níquel e carbono. Após resfriamento, o níquel se separa, naturalmente, do carbono no interior da câmara, que acaba formando os nanotubos, os quais são emaranhados de fios. A técnica seguinte é diferente da citada anteriormente, assim como, tem sido usada por pesquisadores em várias partes do mundo, pois trata-se de uma tecnologia conhecida por utilizar a Deposição Química de Vapor (DQV), ou *Chemical Vapor Deposition* (CVD), em que se produzem os nanotubos pela reação de termodeposição por intermédio do gás hidrocarboneto, tais como o gás metano, a temperaturas equivalentes entre 600° e 1.000°C, utilizando pó cerâmico combinado a nanopartículas de metais, que possibilitam a produção dos nanotubos de carbono formados sobre o material cerâmico. A tecnologia de CVD é conhecida e de custo mais baixo, que possibilita o seu uso nos dias de hoje. A UFMG possui em seu Laboratório de Nanomateriais, pelo menos dois equipamentos de CVD, para estas pesquisas de NTC (OLIVEIRA, 2005, p.66).

Na comparação com os nanotubos de carbono em relação aos fulerenos e grafenos observa-se na Tabela 3 o seguinte:

Tabela 3. Propriedades dos Nanomateriais de Carbono

Propriedades Físicas Típicas	**Fulereno (C60)**	**Nanotubos de Carbono**	**Grafeno**
Densidade ($g.cm^{-3}$)	1,69	1,33 – 1,40	2,26
Resistência (MPa)	-	13.000 - 53.000	130.000
Módulo de Elasticidade (GPa)	-	1000	1000
Condutividade Térmica ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	0,4	~2000	3000 – 5000
Coeficiente de Expansão Térmica (10^{-6} K^{-1})	-	-	~ 10^{-6}
Resistividade Elétrica (Ω·m)	10^{14}	10^{-6}	10^{-8}

Fonte: CALLISTER & RETHWISCH (2013, 523p).

Os nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTCPM) têm baixa densidade em relação ao Fulereno e ao Grafeno, assim como apresentam estabilidade térmica em elevado vácuo, que neste sentido podem ser aplicados em sensores de campo, transistores de campo, conexões internas, aquecedores de

proporções nano, dentre outros. Deve-se conhecer a temperatura de fusão dos NTC. As pesquisas realizadas pela literatura, sobre a radiação térmica de sublimação, mostram que a temperatura tem um valor aproximado de 2900K, equivalente a 2627ºC. Em pesquisas experimentais, observaram-se que os NTC suportaram um recozimento de 3073K, ou de 2800 ºC. Nas pesquisas, utilizando testes de falha no vácuo, os NTC chegaram a estabilidade térmica de 3200K, equivalendo a 2927ºC (WEI et al, 2011).

Segundo Wei et al (2011), os valores citados acima são todos experimentais e considerados muito baixos, tendo em vista que a teoria, prevê uma temperatura de 4000K (3727ºC), desta forma a estabilidade térmica pode apresentar estas variações para os NTC, contudo são valores que contribuem para muitas outras pesquisas a serem realizadas. De acordo com estes estudos e pesquisas, estes valores de temperaturas são da ordem de fusão de nanopartículas, que podem ser encontradas durante um aquecimento Joule, entre o NTC e aplicações de Fe e Al_2O_3.

Ao buscar novas informações sobre a temperatura de fusão dos NTC, Zhang et al. (2007) descreveram resultados extraídos de simulações dinâmicas a nível molecular, quando realizaram uma fusão e uma pré-fundição dos NTCPS, observando que pelos Parâmetros do Critério de Lindemann[1], relativo a fusão de um sólido que esteja a uma certa temperatura, a vibração dos átomos em torno de um ponto fixo da rede cristalina atingiu uma determinada porcentagem da distância intra-atômica, então o cristal passou para a fase fluida. Desta forma, a fusão dos cristais em grande quantidade não proporcionou bons resultados para os NTCPS. Quando utilizou o Critério de Lindemann, do parâmetro em escala muito baixa na fusão, a temperatura de fusão alcançou 4800K (4527ºC). Durante estas pesquisas, puderam analisar defeitos de Stone-Wales[2] em um NTCPS que foram minimizados pela

[1] Critério de Lindemann – Proposto por Frederick Lindemann, 1910, para fusão de um sólido, afirma que a fusão é esperada quando a amplitude quadrada média da raiz da vibração excede um valor limite. Os átomos em um cristal vibram com a mesma frequência ν, a energia térmica média pode ser estimada pelo teorema da equipartição de energia: $E = 4\pi^2 m \omega^2 u^2 = k_B T$ onde m é a massa, ω é a velocidade e u é o deslocamento do átomo em relação a sua posição de equilíbrio. $k_B T$ é a constante de Boltzmann pela Temperatura (LINDEMANN,1910, pp.609-612).

[2] Defeito de Stone-Wales - Proposto por Stone A.J. e Wales D.J., 1986, que icosaédrico da molécula C60 (Fulereno), com 12 pentágonos e 20 hexágonos, dispostos em vértices, resulta da rotação de dois átomos de carbono em torno de um eixo de ligação, resultando em dois anéis de cinco membros e dois anéis de sete membros em vez de quatro hexágono. É um defeito cristalográfico envolvendo a mudança de conectividade de dois átomos de carbono ligados por ligação π, fazendo à rotação de 90° em relação ao ponto médio de sua ligação (STONE & WALES, 1986, pp.501-503).

temperatura de fusão dos átomos que estavam em volta destes defeitos, no momento da pré-fundição a 2600K (2327ºC).

De acordo com Oliveira (2005, p.64), o físico Sumio Iijima usou um microscópio eletrônico de varredura, observando que havia nanotubos e nanopartículas sobre um eletrodo durante seus estudos de síntese de fulerenos. Os fulerenos são moléculas formadas de carbono, tendo um formato parecido com as bolas de futebol, devido a forma esférica de gomos hexagonais entre suas ligações dos átomos e os fulerenos foram descobertos em 1985, pelos norte-americanos Robert Curl e Richard Smalley.

3.6 Nanotubos de Carbono e Suas Aplicações

A procura de NTC para aplicações em alumínios passou a ter importância nos setores de produção de veículos automotores, aeroespaciais e navais, devido a nanocomposição destes materiais proporcionarem leveza, devido o alumínio apresentar peso molecular baixo e ao mesmo tempo resistência mecânica, porque além de ser leve e resistente, pode combinar-se a compósitos de matriz metálica e elementos como o Carbono, observados nos NTC (DIAS et al, 2016).

Os NTC possuem características físicas e químicas, por constituir uma natureza própria, porque tem origem do carbono, pode estar em meio aquoso e com molhabilidade, podendo ser útil em aplicações metálicas complexas por absorção ou adsorção, sendo parcialmente indicados para íons metálicos. Nos NTC podem ser utilizadas técnicas de síntese e de purificação, por meio de dosagens químicas específicas, indicadas pelas Normas técnicas, visando melhorar sua aplicação, para funcionalização e mudanças de superfície. Neste sentido, para aplicações dos NTC modificados, em fase sólida e material eletródico, pode-se utilizar aplicações na determinação de íons metálicos, em materiais do meio ambiente, de produtos alimentícios e ainda em meio biológico, através de técnicas espectroanalíticas, por indução, mas acoplado a voltametria adsortiva ou espectrometria de emissão atômica e eletroanalítica, do tipo espectrometria de absorção atômica, utilizando a chama, o grafite e o plasma. (CORAZZA et al, 2020, p.1086).

Existem aplicações de NTC em áreas como medicina, engenharia e computação, assim como outras áreas de pesquisas que vão surgindo com o tempo, devido as novas tecnologias científicas realizarem estudos para obtenção de novos conhecimentos. As pesquisas também mostram aplicações de NTC como aditivos,

em materiais poliméricos e em processos catalíticos. Os NTC possuem carbonos formando arranjos hexagonais, em forma de tubos ou cilindros com dimensões de valores em angstrons e dezenas de nanômetros. Possui alta resistência mecânica e capilaridade, com estrutura eletrônica natural. Com estas características, existem estudos de suas aplicações como dispositivos de armazenamento e transformação de energia, aplicações em sensores, semicondutores e outros tipos de dispositivos eletrônicos (SANTOS, 2020).

Os NTC são empregados como nanomateriais de carbono em diversas aplicações, tendo em vista as suas características ópticas, elétricas e mecânicas. Os NTC podem ser utilizados em fotocatalisadores, catalisadores, adsorventes, membranas, sensores, revestimentos condutores, baterias, supercapacitores, dispositivos de armazenamento de hidrogênio, células solares e células de combustível. Destas aplicações, tem a biomedicina usando biossensores, na análise de glicose, colina e peróxido de hidrogênio, bem como, nos sistemas de introdução de medicamentos em tratamentos de câncer (SHARIATINIA, 2021).

A observação em relação às aplicações dos NTC pode ser compreendida nas áreas multidisciplinares, porque abrange várias áreas de ciências e tecnologias. Estudos e pesquisas mostram que os NTC ultrapassam fronteiras da Física, Química, Ciência de Materiais e muitas outras áreas, com diversidade de aplicações. A aplicação dos NTC requer um controle das morfologias apropriadas para sua utilização e neste estudo de pesquisa em ciência e tecnologia de materiais, especificamente, ligados ao alumínio, observa-se a importância de utilização de materiais compósitos a base de alumínio, porque este metal possui características de serem atraentes, leves e resistentes, podendo ser aplicados em vários ramos de engenharia como na construção civil e mecânica, em que o NTC combina-se à maioria dos materiais como ligas ou nanocompósitos de matriz metálica. As pesquisas mostram que os NTC ao serem introduzidos na matriz metálica aumenta a resistência do material, possibilitando haver novas aplicações em novos materiais diferentes, com alta resistência e contribuindo para que haja a substituição dos elementos de ligas atualmente utilizados, por estes NTC que atuarão na absorção de esforço mecânico sobre a matriz alumínio. Os NTC introduzidos na matriz do alumínio poderão ser melhor observados utilizando a técnica de espectroscopia Raman e MEV, devido serem as caracterizações mais adequados e aplicadas para visualização de NTC (DIAS et al, 2016, p.3872; 3875).

Conforme estudos sobre as ligas de alumínio com granulação ultrafina, a aplicabilidade depende das características das propriedades de resistência à fratura, tenacidade e resistência ao desgaste, que combinados ao metal leve, tornam atraentes a aplicações dos alumínios nas engenharias. Com a estrutura da granulação ultrafina da liga de alumínio, combinada com aplicação de reforço dos NTC, melhoram as propriedades de ligas e mudam a estabilidade térmica, com a faixa de temperatura na sua aplicação. O efeito dos NTC na estabilidade térmica de ligas de alumínio com a granulação ultrafina, consolidadas em nanopós, contribui para o tamanho do grão e as propriedades mecânicas serem modificadas e melhoradas com recozimento e variando as temperaturas. Estas novas características de nanocompósitos de Alumínio e NTC atraem a procura destes materiais e suas aplicações nas várias áreas de engenharias (LIPECKA et al, 2011).

Pelas características dos NTC, servem como materiais de reforços em compósitos de matrizes metálica e cerâmica. Os materiais de reforço mais usados possuem SiC, Al_2O_3, ZnO, Ti, grafite, grafeno, NTC, dentre outros na produção de compósitos com matriz metálica de Alumínio. Os nanocompósitos de NTC e Al surgiram para aplicações leves e de alta resistência e anticorrosão nas aplicações dos setores automotivos e aeroespaciais, os quais se concentraram nos desenvolvimentos de veículos automotores e aeronaves, para operações em velocidades e temperaturas mais elevadas, fins de atingir maiores distâncias. Os nanocompósitos de NTC e Al, proporcionam menor peso e melhor economia de combustíveis, possibilitando ainda, minimizar os impactos ambientais por poluentes. Os nanocompósitos com NTC e Al também são materiais muito procurados nas aplicações de nanoeletrônica, medicina, sistemas de armazenamento de energia, nanosensores, materiais inteligentes e Ciências Biológicas (KUMAR et al, 2023).

O NTCPM que será utilizado neste trabalho será um dos tipos fornecidos pela UFMG (Universidade Federal de Minas Gerais), a qual tem à sua disposição os tipos nanotubos de carbono de paredes simples e nanotubos de carbono de paredes múltiplas. Os NTCPS possuem parede única, com uma folha envida de camadas de átomos de carbono da espessura do grafite (grafeno) em forma de um tubo. Os NTCPM consistem em múltiplas paredes (ou camadas), com vários tubos concêntricos de grafite, ou seja, são várias folhas de grafite em formas cilíndricas e concêntricas. O NTCPM foi utilizado neste trabalho de pesquisa.

3.7 Materiais Nanocompósitos de NTC na Matriz Metálica do Al

Conforme Lazarova et al (2016), no refinamento, podem ser adicionadas nanopartículas de compostos de alta temperatura de fusão (2000 – 3000 ºC), tais como: nitretos e carbonetos, e diamantes no fundido, em três tipos de ligas de alumínio: $AlSi_7Mg$, $AlSi_{12}Cu_2MgNi$ e $AlZn_4$, em que a análise da influência na microestrutura apresentará melhoria das propriedades mecânicas e eletroquímicas das peças fundidas, observada e constada na microestrutura refinada de porosidade reduzida e potencial de proteção aumentado contra corrosão de aquecedor pela água potável de tanques esmaltados e de cascos de navios, ou seja, quando inoculadas partículas nanométricas no refino da microestrutura do metal, melhora as propriedades mecânicas, que podem ser obtidos por síntese química e cobertos com metal protetor. Os pós nanométricos adicionados na liga $AlZn_4$, tem influência no potencial elétrico da liga protetora e aumenta a eletronegatividade. Esta influência na água potável, ocorre após a estabilização de 1 hora, a 50 ºC, que aumenta em 5 a 9%, contribuindo para que se atinjam os valores de liga inicial. Por estes motivos os ânodos fundidos podem servir como protetores.

Os NTC devem ter uma boa distribuição na matriz do alumínio e boa homogeneidade, para que as propriedades mecânicas do nanocompósito obtenham uma eficiente transmissão da força de Van der Waals na matriz para os NTC (FONSECA, 2012, p.6).

De acordo com Fonseca (2012, p.13), pode-se realizar uma boa moagem dos NTC na faixa de 0,5 horas com o alumínio, para apresentar uma boa dispersão dos grãos na matriz do alumínio e ao completar este método de moagem até 48 horas, os NTC já estarão bem distribuídos na matriz metálica. Desta forma, uma moagem com mais tempo, proporcionará que o nanocompósito esteja com seus grãos bem ordenados para se distribuírem pela matriz metálica. O alumínio possui excelente ductilidade e menor ponto de fusão do que o NTC, contribuindo para sua recuperação no processo. Neste sentido, o tempo de moagem ajuda na distribuição dos grãos na matriz, devendo ficar na faixa de 0,5 a 24 horas, porque dentro do tempo mínimo do processo de moagem já apresenta boa dispersão.

Ardila-Rodríguez et al (2019) descreveram em suas pesquisas que os NTC e de NTCPM podem reforçar os compósitos de matriz metálica, alumínio ou liga de alumínio. Utilizaram um processo de Fusão de Superfície a Laser (LSM), para a modificação da superfície e obter melhorias na dureza, assim como as demais ligas.

A intensidade do feixe do laser funde o substrato junto com elementos da liga ou dos aditivos da fase de reforço. Na mistura do NTCPM, utilizou-se o processo de adsorção eletrostática com pó de alumínio, depois realizou-se a fundição a laser sobre a superfície do substrato da liga de alumínio 6061. Obtiveram uma superfície modificada a partir do processo Al/ NTCPM, que chamaram de substrato co-fusão, diluição e re-solidificação. E por meio de caracterizações em equipamentos eletrônicos, observaram que a presença de NTCPM na liga de alumínio melhorou a absorção de energia do laser, formando uma camada modificada e profunda, assim como a segregação de partículas de Silício (Si), homogênea e dispersas, proporcionando melhoria na dureza. Observaram ainda, que não houve formação de Al_4C_3, analisando que os NTCPM não reagiram com a matriz da liga de alumínio fundido pelo processo de LSM.

A utilização de NTCPM adicionados ao alumínio, em processos de pulverização a plasma, sinterização a plasma de faísca ou fricção de agitação, pode facilitar a reação entre o alumínio e o Carbono, na formação destes nanocompósitos. Foi comprovado experimentalmente que pela reação mais prolongada, devido a aplicação do Laser a temperaturas muito elevas, permitiu a formação de Al_4C_3, com estabilidade até a temperatura de 1000 ºC, em que ocorreu a degradação do NTCPM, e o Al_4C_3 se decompôs acima de 1400 ºC, haja vista que o feixe do laser fundiu o nanocompósito. (ARDÍLA-RODRÍGUEZ et al, 2019).

Conforme Stein et al (2014) o estudo da influência dos NTC de paredes simples para reforçar compósitos de liga de alumínio AA5083, mostrou que estes podem ser preparados pela metalurgia do pó e pelas técnicas de extrusão a quente. O pó desta liga era composto de Al-Mg e foi atomizado com N_2, na matriz metálica e sendo ainda, comparado estes NTC com os NTCPM no reforço. O NTCPM foi sintetizado pela empresa *Bayer Material Science - Global,* ao aplicar a Deposição de Vapor (CVD) e observações por MEV (MEV), mostrando que os NTCPM foram duplicados, sugerindo defeitos na estrutura cristalina e confirmado por Microscopia Eletrônica de Transmissão de alta resolução (MET): Utilizou-se a moagem de bolas de alta energia no espalhamento do NTCPM, na homogeneização da matriz, com100g de pó AA5083 com vários pós de NTCPM, na faixa de 0-2,0% em peso, em uma jarra de aço de 250 ml, por 240min a 600rpm (esferas de 10mm de diâmetro),com relação peso esfera-pó de 2:1, recomendados pelo fabricante (Fritsch GmbH), a seco. Considerando esta moagem ideal para os ensaios, proporcionando

uma dispersão homogênea dos NTC nos agregados de liga de AA5083, havendo a deformação plástica e a soldagem das partículas a frio. Na finalização, fez-se a desgaseificação (a $2{,}0.10^{2}$ mbar a 350°C) na cápsula de aço inox. E finalmente, sinterizados usando HIP em atmosfera de Argônio (100 MPa a 350°C).

A formação de fases entre alumínio (Al) e NTC, bem como suas propriedades são dependentes da temperatura, influenciadas por processos que utilizaram valores médios destas temperaturas e acima do ponto de fusão do alumínio (660 ºC), onde os materiais compósitos, podem ser usados por meio de processos de sinterização a plasma por centelha no tratamento térmico, para melhorar suas propriedades mecânicas durante a fundição destes materiais compósitos. Estes processos permitiram observações satisfatórias das fases interfaciais, em que as microestruturas de ambos os processos pudessem ser analisadas e compreendidas através de MO, MEV e MET. No processo de sinterização observou-se um óxido de alumínio amorfo e após tratamento térmico, se transformou em óxido de alumínio cristalizado. Durante a fusão entre pequenas quantidades de NTC, reagindo com o alumínio, ocorreu a formação de carboneto de alumínio, distribuídos pelas interfases, mostrando que depende da temperatura que está sendo utilizada no tratamento térmico de ambos os materiais. Desta forma, para se obter bons resultados, deve-se dentro do possível controlar a fase formada no Al, na Interface e no NTC, que deverão estar dentro de uma temperatura adequada ao processo, proporcionando as interfaces uma boa microestrutura no material formado (KWON, 2013).

3.8 Processo de Utilização da Chama por Oxiacetileno

O oxiacetileno refere-se ao processo de soldagem usado por Lê Chatelier, por volta de 1895, que observou a combinação e queima do acetileno (C_2H_2) com o oxigênio (O_2) a uma temperatura de 3000ºC. Por meio desta informação, despertou a iniciativa comercial no começo do século XX, quando o processo ficou conhecido como soldagem oxigás definida pela *American Welding Society* (AWS), devido ao aquecimento da chama de metal ou não-metal de base. As vantagens do uso do gás foram: baixo custo; utilização de equipamento portátil; utilização apenas da energia química e não elétrica; e da operação de manuseio simples e fácil. Entretanto, as desvantagens se devem a: utilização por soldador capacitado e treinado; aos riscos de acidentes com os gases dos cilindros; a chama que pode apresentar um

superaquecimento; e por possuir baixa taxa de deposição superficial (BRANDI & MELLO, 2004, p.180).

As combustões primárias e secundárias do acetileno são descritas pelas equações (1) e (2) (BRANDI & MELLO, 2004, p.180; 182).

$$C_2H_2 + O_2 \rightarrow 2CO + H_2 \quad (1)$$

$$2CO + H_2 + 3/2(O_2 + 4N_2) \rightarrow 2CO_2 + H_2O + 6N_2 \quad (2)$$

A equação (3) resume o resultado destes processos,

$$C_2H_2 + 3/2O_2 \rightarrow 2CO + H_2O \quad (3)$$

As características da chama do oxiacetileno dependem da relação dos volumes de C_2H_2 (combustível) e do O_2 (comburente), na abertura e regulagem da válvula de saída da chama, na zona de combustão primária, dada pela equação (4):

$$\text{Regulagem da chama} = \frac{\text{Volume de } O_2}{\text{Volume de } C_2H_2}. \quad (4)$$

No processo de Oxigás, utiliza-se um gás combustível na mistura com o gás O_2, em que se acende o fogo no bico do maçarico e se obtém a chama, proveniente da queima desta mistura, coalescendo o metal base. Alguns tipos de gases empregados são: acetileno (C_2H_2), mais utilizado, propano (C_3H_8) e hidrogênio (H_2), dentre outros. A mistura de O_2 e C_2H_2 é chamada de oxiacetileno, que apresenta uma chama da mistura de oxigênio e acetileno no momento da regulagem da chama na saída do bico do maçarico, em que pode ser classificada em chama carburizante (excesso de acetileno), chama neutra (relação oxigênio-acetileno: 1:1) e chama oxidante (excesso de fluxo de oxigênio). Possui características de ter uma temperatura da chama em torno de 3000 ºC, custo de equipamentos baixo (Ex.: maçarico, gerador de gás), custo dos materiais de consumo (Ex.: gás acetileno, gás oxigênio) e habilidades e capacitação do soldador (OKUMURA & TANIGUCHI, 1982, p.38-39).

3.9 Aplicações dos Nanocompósitos de Alumínio A356

Os nanocompósitos com adição de NTC na matriz do alumínio A356, produzidos através de adição de reforço e compostagem, com injeção de alumínio contendo em seu revestimento Ni-P-NTC, como partículas de reforço, reduz a molhabilidade, aglomeração e segregação no momento da fundição por gravidade dos NTC, permitindo que haja um refinamento satisfatório para o conteúdo fundido e o semissólido das microestruturas. Com estas técnicas adotadas, as amostras aumentam a dureza devido a inserção de NTC. A importância destes nanocompósitos é para aplicação nas indústrias automotivas e aeroespaciais, por apresentar melhoria da resistência mecânica e módulo de elasticidade, proporcionando temperatura de serviço mais elevada e melhores propriedades físicas e mecânicas, comparadamente, aos materiais monolíticos quando utilizados (ABBASIPOUR et al, 2010).

O nanocompósito de liga de A356 com NTCPM, demonstrou ser um material que pode ser aplicado nas indústrias automotivas, considerando muito boa fluidez na fundição, propriedades mecânicas, resistência à corrosão elevada e densidade baixa. Contudo, têm-se dificuldades para reduzir a molhabilidade entre partículas reforçadas e matriz da liga A356. O problema de molhabilidade causa dispersão heterogênea entre as partículas na matriz metálica. Ao utilizar as técnicas de utilização de surfactante de magnésio puro, o processo em estado líquido nas propriedades mecânicas do compósito, permite remover a camada de óxido na superfície da matriz do alumínio, por apresentar ótimos resultados durante a produção líquido fundido. Após esta técnica procede-se com o tratamento térmico T6 rápido. Depois de caracterizar os nanocompósitos por Microscopia, Microscopia de campo de emissão de elétrons secundários e ensaio de tração, os resultados mostram que o material pode ser aplicado devido apresentar melhorias na dureza, resistência ao escoamento e resistência à tração, respectivamente, na ordem de 1,4%, 9,2% e 4,0%. O NTCPM apresenta em regiões distintas aglomerados e boa molhabilidade, com reforço para transferência de carga. A utilização de Mg em poucas frações em peso na matriz metálica, contribui na melhoria da resistência mecânica do nanocompósito (HANIZAM et al, 2019).

As pesquisas mostram que vários pesquisadores, cientistas e engenheiros de materiais, passaram a realizar pesquisas com materiais compósitos e não com materiais monolíticos, devido os compósitos de alumínios serem leves, apreciáveis e de desempenho mais adequado. Os materiais compósitos têm demonstrado ser vantajosos, em função de possuírem rigidez e resistência elevadas, pois podem estar na forma de metais, matrizes poliméricas, assim como, de reforços com fibras ou partículas. Desde a década de 70, utiliza-se o reforço de fibra de carbono em aplicações automotivas, aeroespaciais e militares (KIM et al, 2014).

As pesquisas com NTC mostram que suas propriedades mecânicas são melhores do que as usadas com fibras de carbono, ou seja; por possuir excelente rigidez de aproximadamente 1000 GPa, tensão proporcional a 100 GPa e condutividade térmica de aproximadamente 6000 $Wm^{-1}.K^{-1}$. Nas observações, os NTC apresentam dispersibilidade baixa nos metais fundidos, por possuírem pouca molhabilidade e área superficial grande em relação ao volume. Quando se aplica matriz de fibras curtas ou reforços híbridos, antecipadamente, facilita e melhora a dispersibilidade dos NTC na matriz do metal. Pelo método de extrusão a quente do compósito de alumínio A356 de Matriz metálica com um reforço hibrido de NTC/Al_2O_3, adicionando poucas quantidades de NTCPM, para não agrupar, na faixa de 0,95 a 1,43 volumes pacote (V pct) ao compósito de Mg na matriz, o resultado é de aumento na resistência à tração e tensão no escoamento, com diminuição no alongamento. Nos resultados finais, com o aumento da temperatura do compósito, aumenta a formabilidade, ou seja, as temperaturas devem estar acima dos valores para fundição do material e os reforços devem ser abaixo de 20 pct de Al_2O_3 e de 3 pct de NTC para não fragilizar o material híbrido, e assim, o material compósito poderá ser produzido para serem adotados em aplicações que foram referidas para as indústrias automotivas, assim como, as aeroespaciais e militares (KIM et al, 2014).

Outro método de materiais compósitos de A356 e nanocompósitos, é o Processo de Agitação por Fricção, conhecido por *Friction Stir Process* (FSP), foi usado em Nanoplaquetas de Grafeno, ou *Graphene Nanoplatelets Process* (GNP) compactado sobre a liga do alumínio A356, pelo método de *Squeeze Casting*, espremendo o fundido, com a finalidade de incorporar GNP na matriz metálica, possibilitando a melhoraria das propriedades mecânicas. Por este método, os compósitos de Si e de intermetálicos ficaram mais finos na microestrutura do

fundido, possibilitando um refino, por FSP, na microestrutura da liga de alumínio A356 que foi espremida, bem como na liga do A356 que foi reforçada com GNP. Os resultados mostraram que os compósitos (partículas) de Si e dos intermetálicos e do Grafeno dispersados na matriz, nos ensaios de tração, apresentaram aumento na resistência à tração e no escoamento do A356 de fundição por FSP. Em síntese, foram observados que o método combinado de *Squeeze Casting*, FSP e incorporação de GNP como reforço na matriz do A356 contribuiu na melhoria das propriedades mecânicas do material. Pelos resultados que estes métodos apresentaram, as ligas de A356, tratadas pelos tratamentos térmicos de fundição apresentados, contribuem para que estas ligas sejam aplicadas nas indústrias aeronáutica e automotiva (KUMAR et al, 2019).

Os métodos de pulverização térmica a oxi-combustível com velocidade elevada e processo de agitação pós FSP, são técnicas que foram adotadas na produção de um novo tipo de material compósito, com a matriz do metal mais leve, utilizando o A356 fundido como matriz e Cr_3C_2-NiCr como reforço nas aplicações industriais. As lâminas de Si eutético de partículas grandes, foram moídas até ficarem mais finas após a FSP, complementado com o reforço por revestimento de Cr_3C_2-NiCr uniforme e dispersado sobre o metal base. O resultado do ensaio de tração uniaxial, com o FSP, proporcionou melhoria na resistência mecânica das amostras. Foi realizada ainda a tribologia do desempenho das amostras (materiais compósitos) pelo teste de desgaste recíproco em máquina, através de deslizamento a seco das amostras, que apresentaram melhoria nos desempenhos na taxa dos desgastes, com redução na faixa de ~98% e de atrito, com redução na faixa de 61% (MAZAHERI et al, 2022).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais Utilizados

4.1.1 Primeira Amostra (A1) de Alumínio em Barra

O material metálico utilizado, como primeira amostra - A1, foi o alumínio A356, doado em abril de 2021, por meio de solicitação de Ofício, pela Indústria do Distrito Industrial de Manaus, Amazonas, HITACHI S. A., em forma de barra ou lingueta, pesando 230g, com medidas de comprimento, largura e espessura, respectivamente, por 210 x 30 x 10 mm, conforme Figura 5 (A) e (B).



Figura 5. Amostra - A1: Alumínio A356, em barra, de 230g. (A) Vista Superior; e (B) Vista Lateral.
Fonte: Autor (2021)

4.1.2 Segunda Amostra (A2) de NTCPM

Os NTCPM foram obtidos através do Centro de Nanotecnologia em Nanomateriais (CTNano), da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), em um pote lacrado contendo o pó de 30g. Os NTCPM foram funcionalizados, contendo contaminantes de ~ 2% do pó catalizador (Fe/Co/Al), pureza maior que 90 %, distribuição de diâmetro entre 8 e 45 nm, diâmetro médio de 20 nm, distribuição de comprimento de 0,5 a 15 μm e grau de oxidação de aproximadamente 9% em massa, conforme a Figura 6 (A) e (B).

A funcionalização dos NTCPM ocorre através de suas paredes, extremidades ou encapsulamento, isto é, os tubos com as exterminadas que ficam abertas possuem capilaridades, podendo apresentar propriedades eletrônicas e mecânicas

diferenciadas dos NTC não funcionalizados para serem usadas em sensores, bem como dispositivos eletrônicos e eletromecânicos em escala nanométrica por apresentar elevada resistência e flexibilidade mecânica (SOUZA FILHO & FAGAN, 2007).

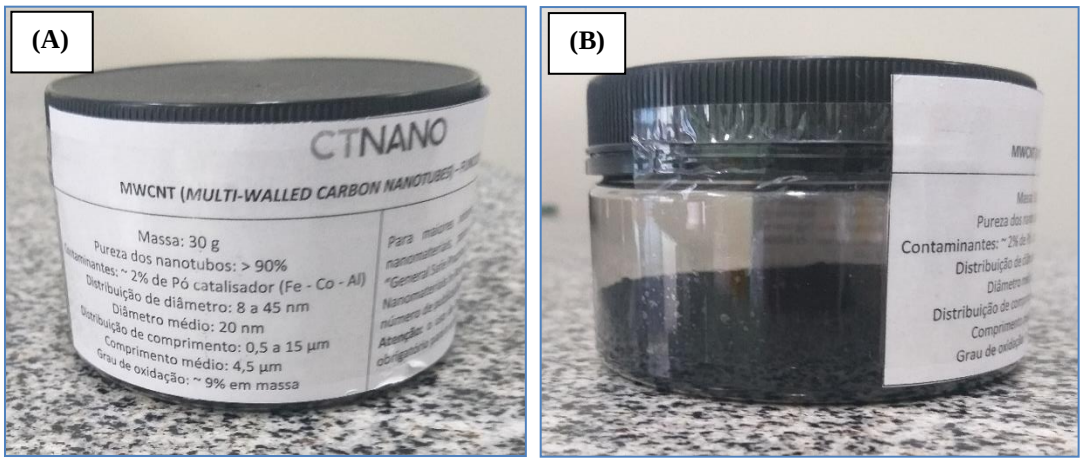


Figura 6. Amostra – A2: (A) Descrição dos NTCPM no pote; e (B) Vista dos NTCPM em pó.
Fonte: Autor (2021)

4.1.3 Terceira Amostra (A3) de Alumínio A356 em Forma de Cavacos

A segunda amostra - A2 foi solicitada por meio de Ofício, pelo Curso de Engenharia de Materiais, da Escola Superior de Tecnologia - EST/UEA, de 500g de alumínio A356 em forma de cavacos, que foi doada em novembro de 2021 pela empresa HITACHI S.A. com cavacos medindo, comprimentos entre 10 e 40mm; distribuição de espessuras entre 0,5 e 1,0mm; grau de impurezas superficiais de líquidos dispersantes e graxas na faixa de 50%, conforme a Figura 7.



Figura 7. Alumínio A356, em cavacos, de 500g.
Fonte: Autor (2021)

4.2 Preparo das Amostras

O procedimento experimental foi conduzido em etapas:

(a) Preparo das amostras – A1 com A2;

(b) Preparo das amostras – A3 com A2.

4.2.1 Preparo das Amostras A1 com A2 (Barra de A356 + NTCPM)

As primeiras amostras recebidas foram a barra de A356 em lingote (A1) e o NTCPM em pó (A2). As etapas foram realizadas no Laboratório de Pesquisa & Desenvolvimento - LabP&D, do Curso de Engenharia de Materiais, da Escola Superior de Tecnologia – EST, da Universidade do Estado do Amazonas – UEA.

Esta primeira etapa foi de recebimento da barra de alumínio A356 e do NTCPM, denominados como amostra A1 de A356 e amostra A2 de NTCPM, em que cada amostra foi tratada separadamente e cuidadosamente, para não haver contaminantes. A definição da tabela de quantidades de massa em porcentagens ocorreu pelas medições e pesagens do A356 como preparo para a fundição. A barra de A356 medindo 210 x 30 x 10 mm, foi pesada em balança de precisão, obtendo valor total de 230g (100%). As primeiras pesagens e medições experimentais de porcentagens em massa para a primeira fundição, foi com 230g de A356 (100%), especificado na Figura 7 e de 30 g (100%) de NTCPM contido no pote, mostrado na Figura 9, os pós de NTCPM foram retirados com espátula e pesado cuidadosamente em balança de precisão, na quantidade de 2,30g, equivalentes a 1,0%, conforme o cálculo dos valores de cada material, ou seja, 99,0% de A356 (227,7g) com 1,0% de NTCPM (2,30g), obtendo a massa percentual do compósito da amostra A1 e A2, de 230g para ser levada a fundição, conforme mostra a Tabela 4.

Tabela 4. Percentual de Massa das Amostras A1 e A2 da Mistura para a Fundição.

	Amostras	Massa (g)	Percentual (%)	Massa total (g)
1	**A356**	227,7	99,0	230
2	**NTCPM**	2,30	1,0	

Fonte: Autor (2021).

A composição química da amostra A1, liga de A356, foi analisada por um Espectrômetro de Emissão Óptica de alto desempenho, modelo SHIMADZU, PDA-7000, da empresa Hitachi S.A., que utiliza o método PDA (*Pulse Distribution Analysis Photometry*), ou seja, realiza uma Fotometria de Análise de Distribuição de Pulso, como um padrão para aumentar a precisão da análise de metais, conforme os resultados mostrados na Tabela 5.

Tabela 5. Composição Química Padrão da Liga de A356 (A1) em m/m %.

Al	Si	Mg	Cu	Fe	Zn	Ti	Cr	Ni
92,118	7,1375	0,39323	0,01722	0,13192	0,02006	0,15656	0,00053	0,0000

Mn	Sn	Pb	Sr
0,00192	0,00558	0,00106	0,01603

Fonte: Autor (2021).

A Tabela 5 fornece uma composição química mais precisa da liga de alumínio A356, com os valores percentuais de 92% Al, 7% Si e 0,3% Mg, que são padrões dessa classe de liga.

4.2.1.1 Fundição da Mistura das Amostras A1 com A2, Formando Amostra A1-1

Após os cálculos das pesagens de percentual em massa, de 227,7g do A356, este metal foi levado ao processo de fundição em forno de fusão a gás natural de uma indústria do Polo Industrial de Manaus (nome não permitido na divulgação) à temperatura de 800ºC, durante 3 horas, acima do ponto de fusão do alumínio, com o fundido ainda no cadinho de aço, sendo imediatamente, adicionado 2,30g do NTCPM (frio) sobre o alumínio fundido e misturando com um bastão de aço até a homogeinização do compósito, com movimentos circulares, depois foi levado ao forno de fusão a gás natural para manter a fundição líquida na temperatura do forno para adaptação, por 30 minutos, originando a amostra do nanocompósito A1-1.

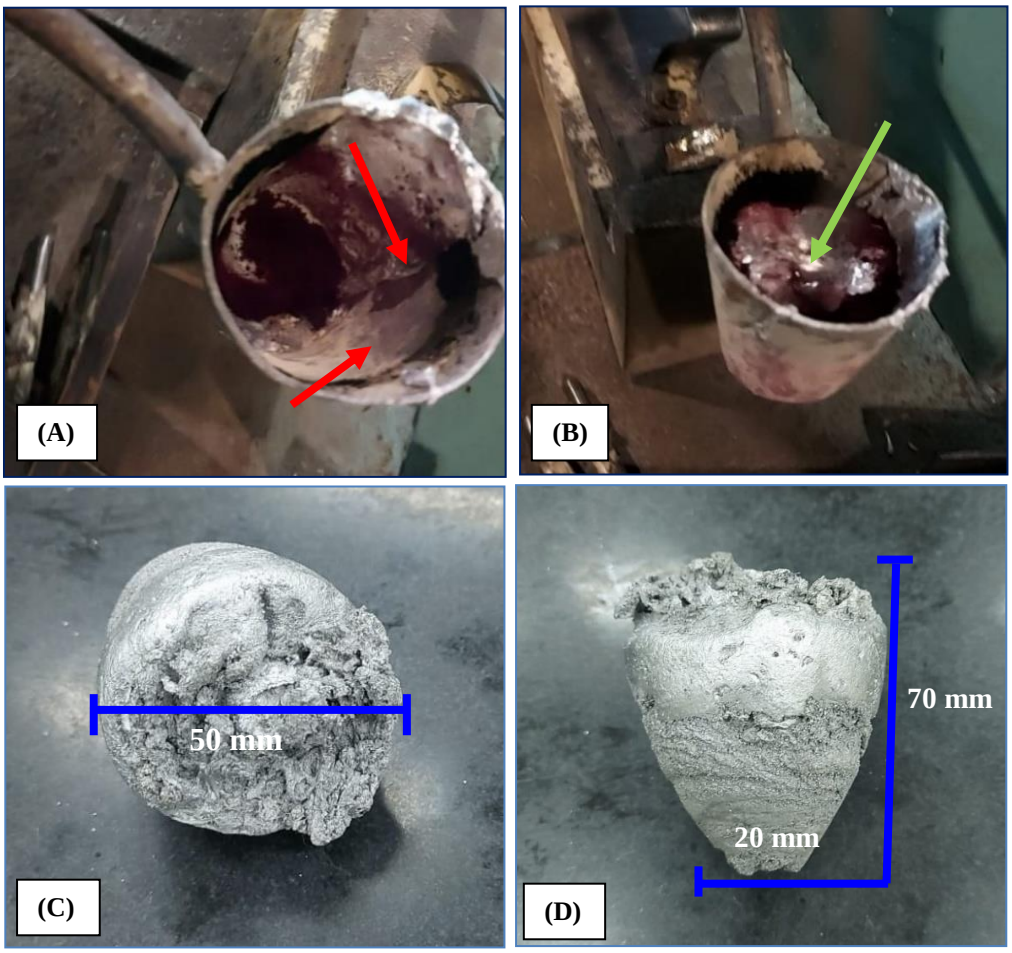


Figura 8. Compósito da amostra A1-1; (A) Região de dispersão de NTCPM no A356; (B) região do metal líquido fundido; (C) Vista Superior; (D) Vista lateral.
Fonte: Autor (2021)

O processo de fundição das amostras A1 com A2, ou seja, 227,7g (99%) de A356 com 2,30g (1%) de NTCPM observado na Figura 8 (B), mostra o A356, pela seta na cor verde, completamente em fusão líquida, enquanto o NTCPM, na Figura 8 (A), seta na cor vermelha, disperso em grande parte sobre a superfície do metal fundido (A356). Aparentemente, pela visão macroscópica, durante o processo de fundição, considerou-se que a mistura das amostras não estava completamente homogênea, considerando uma perda superficial, porém pouca quantidade do NTCPM misturou-se aos grãos. Nesta observação houve a possibilidade de análise macroscópica, porque foi visível o compósito fundido no cadinho, pela Figura 8 (A) e (B), entre o alumínio líquido e parte do NTCPM de cor escura disperso na superfície do cadinho de Ferro que foi vazado para o cadinho de Silício (Si).

Após resfriamento à temperatura ambiente, em cadinho do tipo refratário de

Si, obteve-se o nanocompósito, denominado de Amostra A1-1 (Figura 8 (C) e (D).

A Amostra A1-1 foi novamente, submetida ao processo de fundição para se melhorar as propriedades mecânicas, bem como obter as peças de ensaios metalográficos e tração. As características das ligas de Al-Si fundidas, possibilitam alta fluidez, baixa contração nos fundidos, elevada resistência à corrosão e boa soldabilidade (KORI et al, 2000). As ligas de alumínio com teor de 5 a 20% de Si são mais comuns na utilização comercial, caracterizadas por apresentar uma fase primária de alumínio ou de silício e de uma estrutura eutética composta por estes dois elementos, que conforme a quantidade de Si, as ligas podem ser divididas em: hipereutéticas, eutéticas e hipoeutéticas. Entretanto, o sistema Al-Si das ligas A356 (Al7Si0,3Mg) deste trabalho é eutético, devido apresentar baixas quantidades de impurezas e de Si 12,65% (JENG & CHEN, 1997).

Os NTCPM contidos na amostra A1-1, contribuem como um reforço na microestrutura da matriz metálica da liga de A356, contribuindo para a modificação da superfície, objetivando obter uma boa dureza nas propriedades mecânicas. A mudança na superfície do nanocompósito ocorre pelo processo de nova fundição do nanocompósito, ocorrendo a diluição e solidificação (ARDILA-RODRÍGUEZ et al, 2019).

Assim, nos procedimentos adotados com a amostra A1-1, foi realizada uma nova fundição para melhorar as propriedades mecânicas, em que o nanocompósito, de A356 já na proporção de 99% mais o NTCPM a 1,0%, conforme registros dos cálculos na Tabela 4, foi depositado em cadinho de ferro e levado ao forno Mufla, de fundição MOD. RVT- F-50, potência de 4000W e voltagem de 220V, marca REVEST ARC, a uma temperatura de 850ºC, durante 02 (duas) horas (Figura 9), para obtenção dos Corpos de Prova (CP).

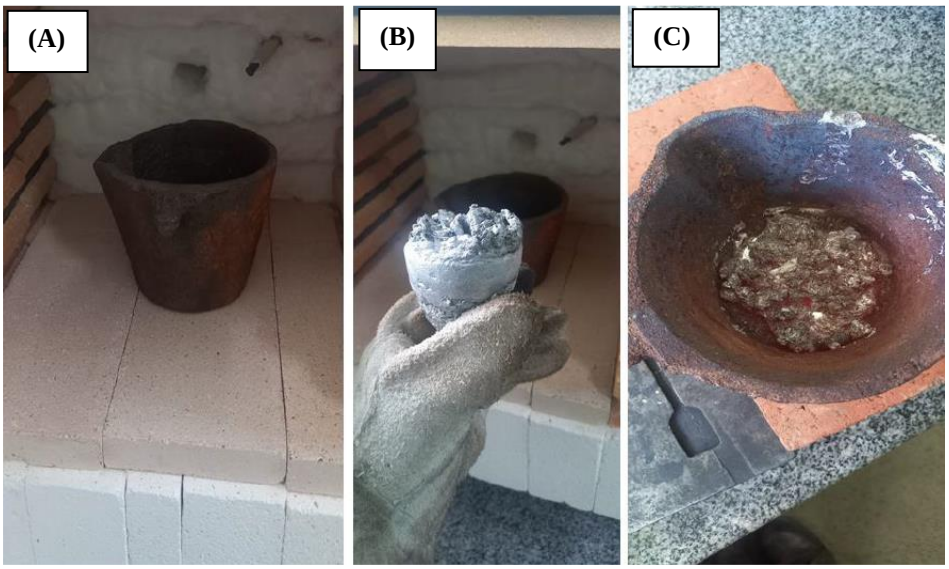


Figura 9. Processo de Fundição em forno Mufla a 850ºC: (A) Cadinho de ferro para a amostra A1-1; (B) Amostra A1-1 do nanocompósito 99% de A356 e 1,0% de NTCPM; e (C) Amostra A1-1 sendo fundida no Cadinho.
Fonte: Autor (2023)

O nanocompósito fundido no cadinho de ferro, Figura 9 (C), foi retirado do forno Mufla na temperatura de 850 ± 5,0 ºC e vazado para o Molde cerâmico de 220 x 110 x 70 mm, Figura 10 (A), com resfriamento natural até o dia seguinte e utilizando-se de uma espátula, em que se procedeu a remoção do excesso de borra na superfície da nova amostra, denominada A1-1', Figura 10 (B).

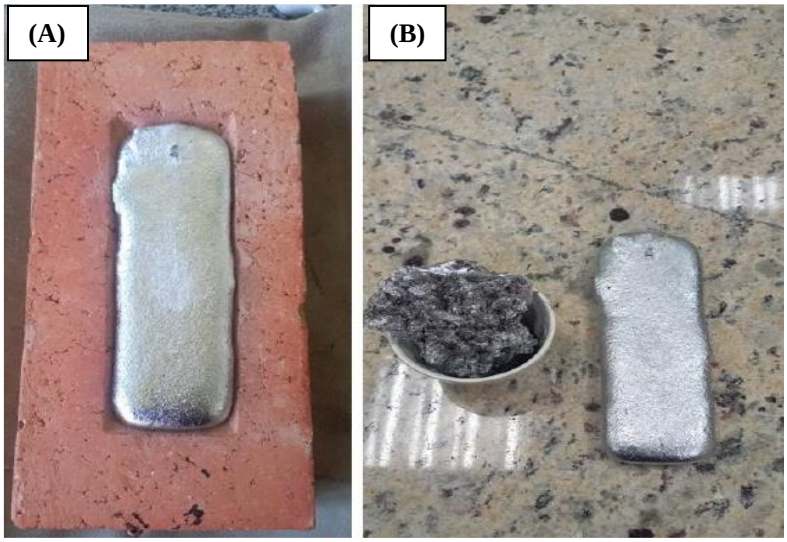


Figura 10. (A) Nova amostra A1-1' vazada no molde cerâmico; e (B) Remoção de impurezas da superfície.
Fonte: Autor (2023)

A amostra A1-1’, no interior do refratário cerâmico (molde cerâmico), teve medida de 140 x 60 x 9 mm, mostrada na Figura 10, depois de retirada foi levada para ser cortada com serra Policorte. Sendo dividida em partes para ensaios de Metalografia e preparo de corpos de prova (CP) para ensaios de tração (Figura 11).



Figura 11 Amostra A1-1’ foi cortada em serra policorte, separada em Corpos de Prova (CP), para ensaios de metalografia e de tração.

Fonte: Autor (2023)

4.2.1.2 Usinagem e Corte da Amostra A1-1’

A usinagem foi realizada em uma Fresadora Universal FSB18 - Monofásico – SCHULS, com mesa de coordenadas “XYZ”. A fresa utilizada foi de 8,0 mm, com velocidade de 5mm/min e rotação em 820 RPM. A usinagem compreende o processo de desgaste mecânico que visa dar forma a uma peça, seja ela metálica ou não, a esse material chamamos de matéria-prima, cujo nome pode ser trocado por matéria bruta.

A Figura 12 (A) e (B) mostra a bancada metálica da Fresadora Universal no processo de conformação metálica por usinagem no preparo do CP, nas dimensões padronizadas para a máquina de tração.

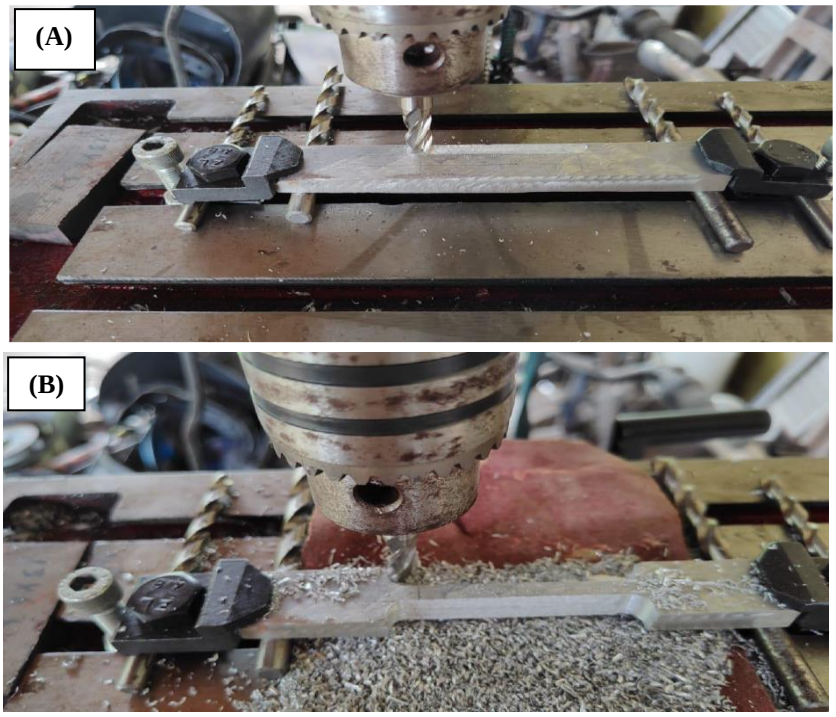


Figura 12. (A) Início do processo de usinagem no preparo dos CP3 e 4; e (B) Término da usinagem do CP3 e 4.
Fonte: Autor (2023)

O acabamento dos CPs foi realizado através de corte utilizando a serra de arco manual, com lâmina de serra manual bimetal Unique, marca Starrett BS1224, havendo a possibilidade de se obter dois CPs, pela ABNT (2001, p.7).

Os Corpos de Provas de todas das amostras A1 e A1-1', basearam-se nas especificações das normas NBR 7549:2001, conforme a Figura 13:

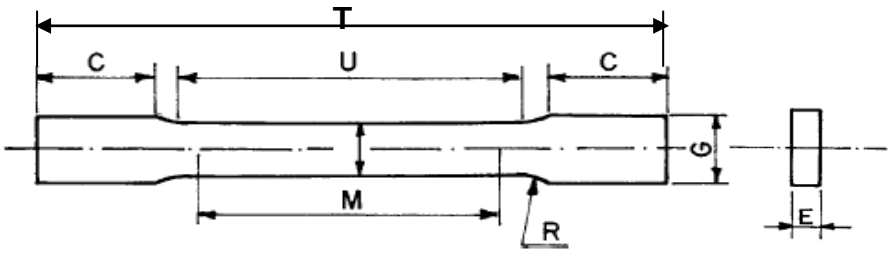


Figura 13. Dimensões do Corpo de prova de seção retangular para ensaios de tração – NBR 7549:2001.
Fonte: ABNT (2001)

(a) Corpo de Prova 01 – CP1 de A1 (todas as dimensões em mm):

G - Largura das cabeças: 20,0±0,15;

C – Comprimento das cabeças: 35,0 ±0,25;

L - Largura: 6,15 ±0,15;

E - Espessura: 6,14 ±0,15;

T – Comprimento total: 135,0 ±0,15;

R – Raio de Concordância: entre 6,0 e (12,5± 0,25);

U – Comprimento útil: 57,0 ±0,15; e

M – Comprimento entre marcas: 50,00 ± 0,15.

(b) Corpo de Prova 02 – CP2 de A1 (todas as dimensões em mm):

G - Largura das cabeças: 20,0 ±0,15;

C – Comprimento das cabeças: 35,0 ±0,25;

L - Largura: 6,81 ±0,15;

E - Espessura: 6,30 ±0,15;

T – Comprimento total: 135,0 ±0,15;

R – Raio de Concordância: entre 6,0 e (12,5± 0,25);

U – Comprimento útil: 57,0 ±0,15; e

M – Comprimento entre marcas: 50,00 ± 0,15.

(c) Corpo de Prova 03 – CP 3 de A1-1’ (todas as dimensões em mm):

G - Largura das cabeças: 20,0±0,15;

C – Comprimento das cabeças: 35,0 ±0,15;

L - Largura: 5,0 ±0,15;

E - Espessura: 4,13 ±0,15;

T – Comprimento total: 135,0 ±0,15;

R – Raio de Concordância: entre 6,0 e (12,5± 0,25);

U – Comprimento útil: 57,0 ±0,15; e

M – Comprimento entre marcas: 50,00 ± 0,15.

(d) Corpo de Prova 04 – CP 4 de A1-1’ (todas as dimensões em mm):

G - Largura das cabeças: 20,0 ±0,15;

C – Comprimento das cabeças: 35,0 ±0,15;

L - Largura: 5,8 ±0,15;

E - Espessura: 4,34 ±0,15;

T – Comprimento total: 135,0 ±0,15;

R – Raio de Concordância: entre 6,0 e (12,5± 0,25);

U – Comprimento útil: 57,0 ±0,15; e

M – Comprimento entre marcas: 50,00 ± 0,15.

Foi utilizado na medição das espessuras dos CPs, o Paquímetro Analógico Universal, da marca *Mitutoyo*, para medições até 200mm. A precisão do instrumento é de 50μm.

4.2.1.3 Metalografia da Amostra A1-1’

Os procedimentos realizados na parte da metalografia foram:

(a) Corte

Corte realizado com lâmina de serra manual bimetal Unique, marca *Starrett* BS1224, em três partes da Amostra A1-1’, medindo 45 x 10 mm. (Figura 14).

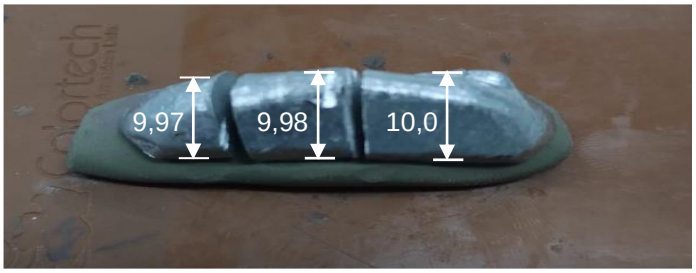


Figura 14. Amostra A1-1’, cortada em três partes para embutimentos. das amostras metalográficas.
Fonte: Autor (2023)

Foram obtidas 03 (três) peças (Figura 14) de, aproximadamente, 10^3 mm³ cada, para a preparação dos baquelites e embutimentos para o processo de metalografia. As peças foram medidas com profundidades variando entre 9,97±0,03 mm, 9,98±0,02 mm e 10,0 mm, respectivamente.

(b) Embutimentos

Os embutimentos das peças cortadas das amostras A1 e A1-1’ (borra superficial) foram realizados em quatro peças, ou seja, a peça única de A1 e três peças de A1-1’. Os baquelites tiveram diâmetros de 30 mm com profundidade aproximadamente, de 10,0 mm e de cada peça embutida tiveram superfície aproximada de 100 mm² (Figuras 15 e 16).

A Embutidora utilizada foi da AROTEC PRE40Mi/2, de 40mm de diâmetro, tensão de alimentação: 220VAC • potência: 600W • base: aço galvanizado • carenagem: aço inoxidável • dimensões: 280 mm x 475 mm x 465 mm (L x A x P) •

peso: 35 kg.

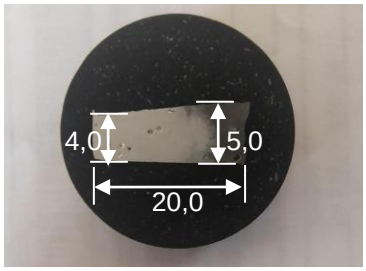


Figura 15. Embutimento da amostra A1 em baquelite.
Fonte: Autor (2024).

A peça da liga de A356, amostra A1, Figura 15, medindo (4,0 x 5,0 x 20)±0,05 mm e profundidade de 10,0 mm, preparada e embutida em baquelite com a realização de ensaios metalográficos. A amostra foi analisada por Câmera *Omron Sentech* model: STC C83USB, microscópio: COLEMAN com cabeçote de luz refletida *Mitutoyo* e fonte de iluminação Hikari, contendo as objetivas: 40x; 100x; 400x; e 1000x.

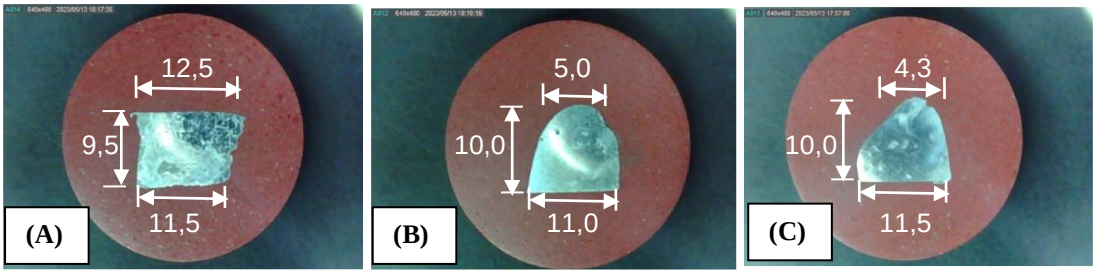


Figura 16. Embutimento da amostra A1-1': (A) Peça embutida da borra superficial; (B) Peça embutida do corte longitudinal; (C) Peça embutida do corte transversal.
Fonte: Autor (2023)

As três peças embutidas são as mostradas na Figura 14, as quais foram preparadas, medidas e embutidas na parte central dos respectivos baquelites circulares (Figura 16) medindo, aproximadamente, 10 mm de profundidade e 30 mm de diâmetro (com o resfriamento ficou reduzido de 40 mm para 30 mm). Todas as peças tiveram profundidade na faixa de 9,95±0,05 mm, sendo as medidas laterais na seguinte escala de medidas: Figura 16 (A), (12,5 x 9,5 x 11,5)±0,05 mm; Figura 16 (B), (5,0 x 10,0 x 11,0)±0,05 mm; e Figura 16 (C), (4,3 x 10,0 x 11,5)±0,05 mm, que

receberam os tratamentos nos ensaios metalográficos.

Depois prontas, foram realizadas as análises da microestrutura de cada peça nos respectivos baquelites, Figura 16 (A) peça da borra superficial, Figura 16 (B) peça de corte longitudinal e Figura 16 (C) peça de corte transversal, todas da mesma peça bruta, mostrada na Figura 14.

(c) Lixamentos:

O lixamento de uma amostra é um dos estágios mais decisivos no preparo de amostras. O objetivo é obter uma superfície livre de deformações e riscos que proporcione visualizar com perfeição a microestrutura da amostra embutida.

Todas as peças foram submetidas aos processos de lixamentos que aconteceram de forma semiautomática, utilizando a politriz lixadeira metalográfica – Marca FORTEL – Modelo PLF – Peso 20kg com motor 220V trifásica.

Foram respeitadas todas as sequências das lixas começando com as lixas de granulometria grossa para as mais finas, sendo a sequência de 100, 220, 320, 420, 600 e 1200 (Figura 17) (ROHDE, 2010, p.15).

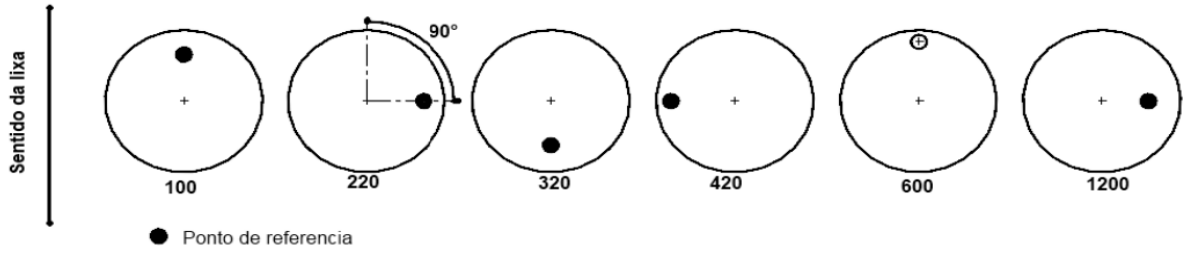


Figura 17. Método e lixas adotados no processo de lixamentos, onde nos pontos são posicionados os baquelites manualmente e passados nas lixas 100, 220, 320, 420, 600 até 1200.
Fonte: Rohde (2010, p.15)

(d) Polimento:

O Polimento foi realizado na politriz lixadeira metalográfica – Marca FORTEL – Modelo PLF – Peso 20kg com motor 220V trifásica, pano específico de polimento com alumina Ø 200 mm, sendo utilizado alumina de 0,05 µm, com a abertura da saída da água, gotejando lentamente para lubrificação e ao mesmo tempo removendo as impurezas e qualquer tipo de contaminação, neste momento a amostra foi segura com as mãos coberta com luvas descartáveis, movimentando a amostra em sentido inverso ao da rotação do pano de polimento. O objetivo é deixar

a superfície da amostra perfeita, de forma a possibilitar uma leitura de microscopia da microestrutura correta.

(e) Ataque Químico

O ataque químico foi realizado com solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4), que é um ácido líquido de aspecto claro, incolor e inodoro que se apresenta de forma oleosa em condições normais de temperatura e pressão (CNTP). É um potente ácido inorgânico, altamente corrosivo para compostos orgânicos e abrasivos usado na maioria dos metais, na proporção a seguir:

- Ácido sulfúrico: 20% (20ml); Água destilada: 80 ml; e Total: 100 ml de H_2SO_4

Condições: O CP foi imerso durante 30s na solução aquecida a 70ºC. Na presença de ferro, uma coloração negra ou parda seria detectada (COUTINHO, 1980, p.89).

Na superfície das amostras, o ataque químico pelos reagentes provocou várias transformações eletroquímicas, devido ao processo de oxirredução, aumentando o contraste. Esse contraste pode variar com a aplicação do reagente, da temperatura usada e do tempo de exposição. Assim, observaram-se pelo exame do macroataque as evidências das macroestruturas visualizadas. Pelo exame do microataque as evidências das microestruturas só puderam ser observadas pelo microscópio óptico de metalografia. Depois do tempo do ataque químico em cada amostra, cada peça foi limpa rigorosamente, lavando-se com água destilada para remoção de todos os possíveis resíduos, e finalmente, utilizou-se um secador de ar com fluxo de ar quente, inclinando o vento para não incidir diretamente na amostra (COLPAERT, 1974, p.149-153).

4.2.1.4 Ensaios de Tração dos Corpos de Provas das Amostras A1 e A1-1’

4.2.1.4.1 Ensaios de Tração – Máquina Universal de Ensaios Mecânicos

Os ensaios foram realizados com o uso da Máquina Universal de Ensaios Mecânicos (Figura 18), seguindo os parâmetros da norma ASTM E8 (*Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials* – Método padrão de teste de tração em materiais metálicos), seguindo as especificações e diretrizes da norma brasileira NBR 7549 de dezembro de 2001.



Figura 18. Máquina Universal de Ensaios Mecânicos, marca INSTRON.
Fonte: Autor (2023).

O modelo da Máquina Universal de Ensaios é a INSTRON 5984, 220V, com o programa específico BLUEHILL 3. Os dados de velocidade de ensaio mm/min, tempo de deformação por segundo (s) e tensão na ruptura (MPa). O ensaio de tração no CP é realizado, primeiramente, com as extremidades (Cabeças) fixadas nas garras inferior e superior, na posição vertical, depois realiza-se a programação da Máquina Universal pelo programa de computador que fará os ajustes para iniciar o teste de tração, pela aplicação de uma força de tração axial para deformar o CP, provocando um alongamento longitudinal até ocorrer a fratura do CP. Depois de causar a fratura, a Máquina pára automaticamente, registrando todo o teste realizado, em forma de gráfico de Tensão x Deformação.

4.2.1.4.2 Ensaios de Tração de CP1 e CP2 da Amostra A1

A Figura 19 mostra os Corpos de Provas CP1 e CP2 da liga de A356.

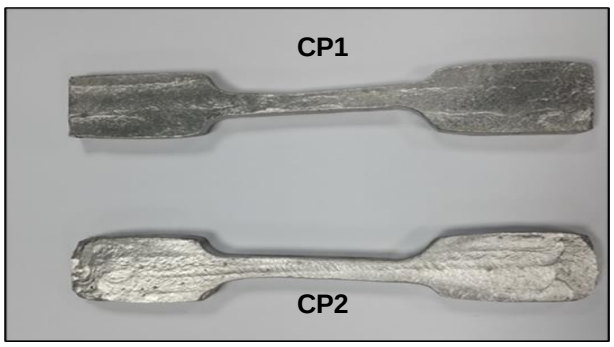


Figura 19. Corpos de Provas (CP1 e CP2) de A356.
Fonte: Autor (2023)

Os ensaios de tração nos Corpos de Prova (CP) foram realizados em temperatura ambiente a uma velocidade de 3,0 mm/min, com um módulo de carga padrão de 30kN para os CPs 1 e 2 (Figuras 20 e 21), e de 15kN para os CPs 3 e 4 (Figura 22 e 24).

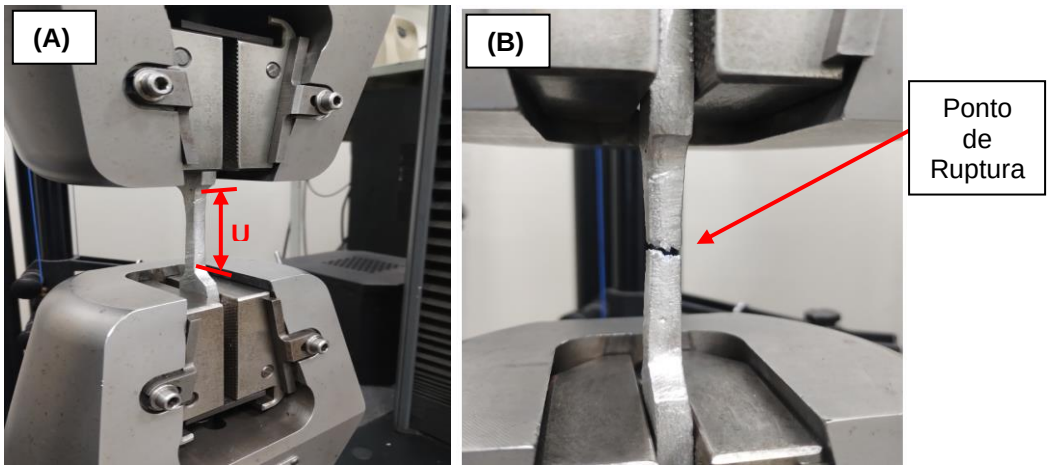


Figura 20: Corpo de Prova CP 1: (A) Submetido a tração; (B) Ruptura.
Fonte: Autor (2023).

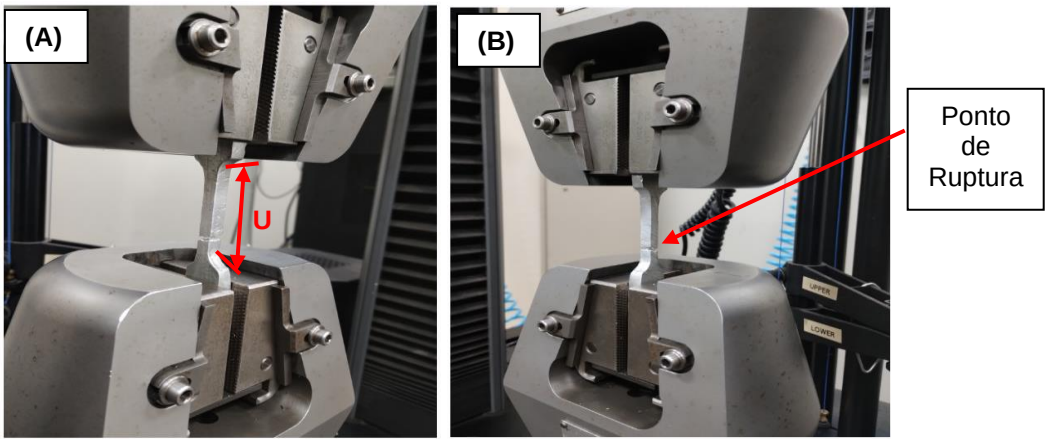


Figura 21: Corpo de Prova CP 2: (A) e (B) Submetido a tração e ocorrência a Ruptura.
Fonte: Autor (2023).

A Figura 22 mostra os CPs 3 e 4, prontos para os ensaios de tração, com a indicação da parte que será alongada pela carga aplicada, do Comprimento Útil (U).

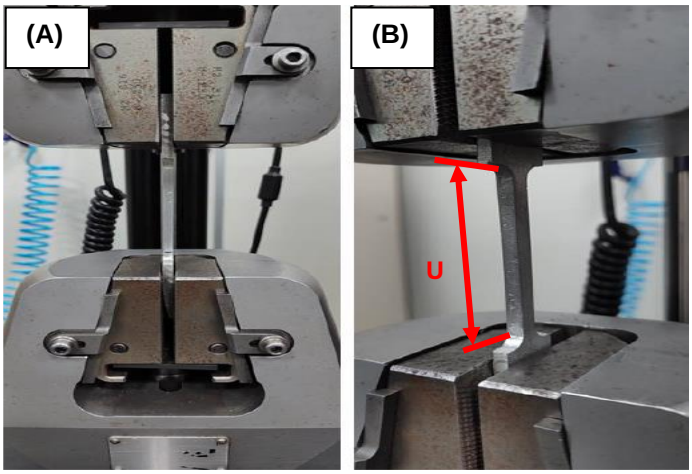


Figura 22. Corpos de Provas CP 3 e 4: (A) e (B) Para tração na Máquina Universal de Ensaios.
Fonte: Autor (2023).

Tabela 6. Dimensões dos CPs Ensaiados em uma Máquina Universal.

Material	Largura inicial, L_i (mm)	Largura final, L_f (mm)	Espessura inicial, E_i (mm)	Espessura final, E_f (mm)	Distância entre os pontos, M (mm)	Velocidade na tração (mm min^{-1})
Aço carbono	14,51	8,22	1,53	1,02	79,519	10
Inox Ferrítico	15,5	9,86	1,22	1,06	48,79	5
Inox 304 austenítico	14,95	10,5	2,02	1,55	79,58	10
1045-A	11,68	8,5	2,02	1,39	49,924	10
1045-B	11,57	7,7	2,64	1,8	49,923	5
Const. Civil no estado de entrega	10	7,42	10	7,42	49,917	5
Const. Civil normalizado	10	6,78	10	6,78	64,993	5
Const. Civil temperado em óleo	10	9,17	10	9,17	50,05	5
Alumínio Fundido	10,85	10,78	10,85	10,78	**51,522**	**3**

Fonte: Zarur (2017, p.6) – Adaptada

As dimensões utilizadas no Alumínio fundido para o ensaio dos CPs na Máquina Universal, foram pesquisadas e citadas por Zarur (2017, p.6), contudo, para a amostra A1, as larguras e espessuras foram para CP1 de L_1 = 6,15 mm e E_1 = 6,14 mm, e CP2 de L_2 = 6,81 mm e E_2 = 6,30 mm, e para a amostra A1-1', os valores de Largura e espessura iniciais, respectivamente, de CP3 de L_3 = 5,0 mm e

E_3 = 4,13 mm, e CP4 de L_4 = 5,8 mm e E_4 = 4,34 mm. Baseados conforme destaque em vermelho na Tabela 6 e objetivando realizar a programação do ensaio na Máquina, fez-se os ajustes reais e aproximou-se os pontos da distância M (comprimento entre as marcas) a 51,52 mm e a velocidade de tração de 3 mm/min, mostrados nas Figuras 20, 21 e 22 17, para que o sensor realizasse a deformação dos CPs fixados na Máquina.

Foram consultadas as Normas NBR ISO 6892 (Materiais Metálicos – Ensaio de Tração à Temperatura Ambiente) e *Designation:* E8/E8M 09 - *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Material*.

Tabela 7. Valores Relativos a Ensaios de Tração do Alumínio e Ligas

Material	Limite de Resistência à Tração (10^{-3}GPa)	Limite de Escoamento da tração (10^{-3}GPa)	Módulo de Elasticidade (%)	Razão entre limite de escoamento de ligas Al e do Al puro
Alumínio Puro	44,82	17,24	60	1
Al comercial puro (Pureza mínima 99%)	89,63	34,47	49	2,0
Liga de Al endurecida por solução sólida	110,32	41,37	35	2,4
Al trabalhado a frio	165,47	151,68	15	8,8
Liga de Al endurecida por dispersão	289,58	151,68	35	8,8
Liga de Al endurecida por envelhecimento	572,26	503,32	11	29,2

Fonte: Askelland et al (2011, p.541) adaptada

O alumínio A356 pode estar relacionado ao alumínio comercial puro (com grau de pureza de 99%), equivalendo ao limite de resistência a tração de 89,63x10^{-3} GPa, Limite de Escoamento da tração de 34,47 x10^{-3} GPa e Módulo de Elasticidade de 49%, como mostrado na Tabela 7.

A Figura 23 mostra os CPs 1 e 2, do A356 (A1), com seus respectivos pontos de rupturas, devido as cargas de -1116,33 N e -1236,60 N apresentadas na Tabela 11.

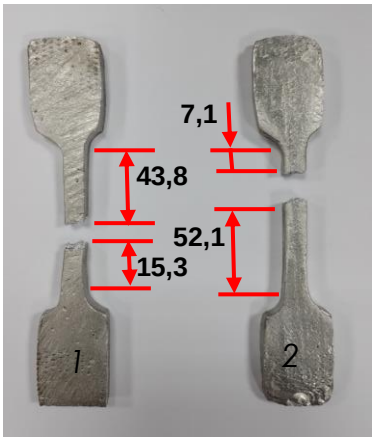


Figura 23. Corpos de Provas CPs 1 e 2, com rupturas.
Fonte: Autor (2023)

A Figura 24, mostra os Corpos de Provas CP 3 e 4 com os pontos de ruptura do nanocompósito de A356+NTCPM (A1-1'), resultando valores de Cargas de Rupturas de -1010,31 N e -923,93 N, respectivamente, conforme a Tabela 12.

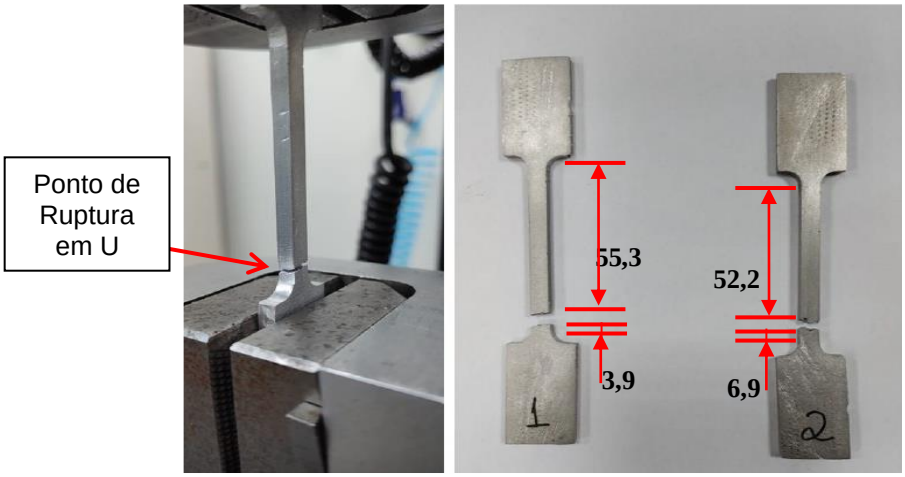


Figura 24. Corpos de Provas CP3 e CP4 tracionados na Máquina Universal.
Fonte: Autor (2023)

Observou-se que nas Figuras 23 e 24, o Comprimento Útil (U) de cada CP (parte onde ocorre o alongamento) era de 57,00 mm. Após o ensaio de tração cada CP foi medido e os comprimentos U, da parte maior até a ruptura, passaram a ter valores de: CP1 de 43,8±0,15 mm e CP 2 de 52,1±0,15 mm, assim como, CP 3 de 55,3±0,15 mm e CP 4 de 52,2±0,15 mm. As medições de U na parte inferior e mais

curta até a ruptura, apresentaram valores em CP1 de 15,3 mm e CP2 de 7,1 mm, assim como, em CP3 de 3,9 mm e CP4 de 6,9 mm.

A equação de alongamento entre os comprimentos U de CPs pode ser dada por:

$$\varepsilon = \frac{U_f - U_0}{U_0} \times 100 \qquad (5)$$

Onde, U_0 é o comprimento útil inicial igual a 57,0 mm para todos os CPs e U_f é o comprimento útil encontrado após a tração e ruptura.

Desta forma, os comprimentos úteis alongados de CP1, CP2, CP3 e CP4, depois de tracionados com a ruptura, apresentaram valores de entre CP1 em U_1 = 59,1 mm, e CP2 em U_2 = 59,2 mm, CP3 em U_3 = 59,2 mm e CP4 em U_4 = 59,1 mm.

Logo, os valores de alongamentos, calculados pela equação (5), apresentaram percentuais em cada CP de: CP1: ε_1 = 3,68 %; CP2: ε_2 = 3,69 %; CP3: ε_3 = 3,69 %; e CP4: ε_4 = 3,68 %. Estes valores mostram as porcentagens de alongamentos sofridos por cada CP, após a ruptura, com mínimas diferenças, tanto para amostras A1 quanto A1-1'.

Os ensaios de tração dos CPs, do nanocompósito, mostraram que CP 3 apresentou um tempo de ruptura de 10s (ocorrendo na parte inferior de U_1 próximo a cabeça), de 3,9 mm, ao passo que CP 4 apresentou um tempo de ruptura de 32s (na parte inferior de U_2 próximo a cabeça) de 6,9 mm. Na análise, CP 3 mostrou-se mais frágil, com a hipótese de ter havido microporosidades na microestrutura do nanocompósito, que pode ter ocorrido no momento do resfriamento natural ou da homogeinização e CP 4 mostrou-se mais resistente e dúctil em relação a CP 3, considerando que houve mais concentração de NTCPM.

Os ensaios produziram efeitos satisfatórios com valores muito próximos dos alongamentos, demonstrando que CP4 foi mais resistente do que CP4, devido apresentar uma carga de ruptura maior, com suas propriedades mecânicas possuindo melhor resistência a Tração. Podem ter ocorrido pelo menos duas hipóteses: (a) os NTCPM podem ter se concentrado em maior quantidade na microestrutura de CP4; e (b) o CP3 pode ter apresentado falhas de microporosidades ou microrechupes na sua microestrutura, devido a pouca distribuição de NTCPM. Os microrechupes aparecem em forma de pequenas

crateras, devido ao resfriamento natural depois do metal ter sido fundido, e não completando a união adequada de grãos na microestrutura.

A Figura 25, mostra o Difrator de Raios-X da *Shimadzu* Maxima XRD 7000, operando com fonte de radiação de cobre (Cu kα), faixa de varredura de 2θ = 5° a 100°, do Laboratório de Química Analítica, do Instituto Federal do Amazonas (IFAM), foi utilizado para as análises das duas amostras A1 e A1-1'.



Figura 25. Difrator de Raios-X, do IFAM.
Fonte: Autor (2023)

4.2.2 Preparo das Amostras A3 com A2 (A356 em cavacos + NTCPM)

O objetivo desta segunda etapa da pesquisa, utilizando 500g de cavacos de A356, doados empresa HITACHI S.A., do Polo Industrial de Manaus, foi para uma análise comparativa com a Amostra A1-1'. Os alumínios A356 em cavacos foram depositados em um balde de plástico, contendo água limpa com adição de detergente neutro, realizando a lavagem para que o detergente removesse as impurezas, deixando hora em repouso e hora mexendo-se, todos os dias, para desprender os dispersantes do cavaco, no tempo total de 7 (sete) dias. Neste processo de lavagem dos cavacos, durante os três primeiros dias foram lavados repetidas vezes com água e detergente, sendo renovados todos os dias até a remoção das impurezas de líquidos dispersantes e de resíduos de graxas, provenientes de cortes realizados em torno mecânico da empresa HITACHI S.A. Depois de concluído o tempo do processo de lavagem, os cavacos foram colocados

para secagem em temperatura ambiente conforme mostra a Figura 26 (A) e (B).

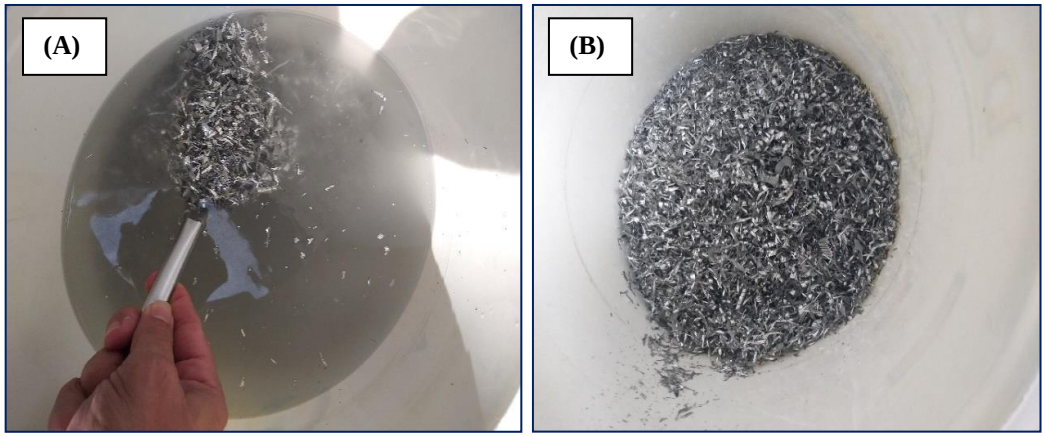


Figura 26. Alumínio A356, em cavacos, nos processos de: (A) lavagem; e (B) secagem.
Fonte: Autor (2021)

4.2.2.1 Processo de Moagem dos Cavacos do A356

Após lavagem e secagem, os cavacos foram moídos, em Moinho de marca *Wiley*, Modelo TE-680, TECNAL, com tensão 220 W, Potência de 1100 W, dimensões de 420 x 560 x 570mm, peso de 70 kg, possuindo 1 tomada Steck fêmea e 3 peneiras em aço com malha *mesh* de 10, 20, 30, localizada no Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento da EST/UEA, conforme Figuras 27 (A) e (B)

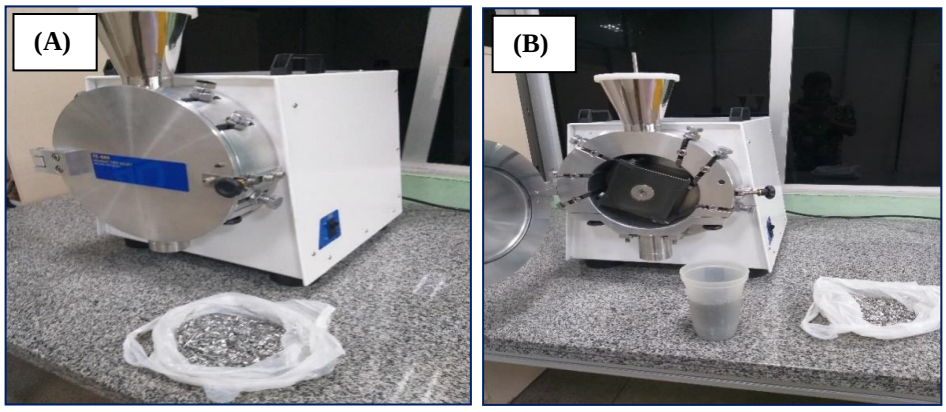


Figura 27. (A) Moagem de 310g de cavacos preparados de A356 no Moinho Modelo TE-680; e (B) Obtenção de 300g, de A356 moído em partículas.
Fonte: Autor (2021)

Na Figura 27 (A), 310 g de cavacos preparados dentro das técnicas de limpeza e secagem, para materiais a serem usados em Engenharia de Materiais, inseridos em pequenas quantidades para moagem pelo cone da parte superior do

Moinho, Modelo TE-680, funcionando com uma rotação de 930 RPM, por um motor de indução trifásico de 1 CV, girando o rotor com 4 facas fixas de aço especial de alta dureza que possui tratamento de anti-oxidação, proporcionando a moagem pelo fluxo do material depositado no cone superior, a um fluxo contínuo até o interior da câmara de moagem, que por segurança, somente possibilita o giro do rotor com a tampa fechada, a qual é feita em alumínio e travada com trancas aparafusáveis. A Câmara de moagem é feita em alumínio possuindo 6 facas reguláveis em aço de alta dureza e tratamento anti-oxidação, que envolvem o rotor e recebe a tampa de fechamento do moinho. Em seu interior, após a moagem, apresentaram-se perdas de material durante o trabalho do rotor, de aproximadamente 5 g do pó introduzido, que ficaram nas paredes da câmara do moinho, os quais foram descartados após desligamento do moinho pela limpeza rigorosa para não deixar resíduos internos.

Após o processo de moagem foram obtidos 300g de A356 em pó, Figura 27 (B), com distribuição de diâmetros das partículas, em proporções médias de ~10nm (pó) e máximo de ~0,1mm. Para o preparo das duas amostras, sendo uma em um cadinho e outra em um refratário, para suportar temperaturas muito elevadas.

Tabela 8. Percentual da Massa para a Amostra A2-2

	Amostras	Massa (g)	Percentual (%)	Massa total (g)
1	**A356**	29,97	99,9	30
2	**NTCPM**	0,03	0,1	

Fonte**:** Autor (2021).

Foi realizada inicialmente, a porcentagem em massa dos materiais, incluindo o refinador de grão, TiBAl (3% Titânio, 1% Boro e Alumínio), entretanto, devido a inclusão de 0,03 g de TiBAl no compósito com 29,94g de A356 + 0,03g de NTCPM, e realizada a fundição experimental por maçarico, observou-se macroscopicamente, que as partículas se uniram parcialmente após a fundição, mostrando que o compósito de A356 + NTCPM + TiBAl que foi obtido, ficou frágil e apresentou-se em formas de partículas em sua maior parte separadas, por aparência de grãos de areia, e outras medindo entre 7,0 e 8,0 mm, sendo considerado que as combinações destes elementos não estiveram na proporção adequada em relação ao A356 e ao

NTCPM para formação do compósito com as propriedades mecânicas adequadas. Assim, observou-se que neste experimento pode ter ocorrido um excesso de quantidades do TiBAl no A356 + NTCPM e, como a mistura não ocorreu efetivamente na matriz metálica, o nanocompósito não fundiu totalmente, restando algumas amostras menores que 10 mm, que foram utilizadas para a caracterização por MEV (Figura 45).

A Tabela 8 mostra as medidas e porcentagens em massa no preparo da amostra A3 com A2, de 29,97g de A356 (99,9%) e 0,03g de NTCPM (0,1%), totalizando 30 g (100%) do nanocompósito denominado de Amostra A2-2, para a fundição e preparo de peças para ensaios.

4.2.2.2 Análise Química por Espectroscopia de Emissão Óptica - EEO

O SPECTROMAXx *Metal Analyzer* é um equipamento que faz análises de composições químicas de metais quando fixado no leitor. Sua utilização tem sido aplicada a testes de materiais metálicos que foram submetidos a fundições. O Spectromaxx faz a leitura sobre o metal analisado e determina todos os elementos químicos possíveis no metal, bem como, faz análises de traços de carbono (C), fósforo (P), enxofre (S) e nitrogênio (N). O equipamento fica localizado no Laboratório de P&D (Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento), do Departamento de Engenharia de Materiais, da Escola Superior de Tecnologia, da Universidade do Estado do Amazonas. O *Spectromaxx* é da marca *Ametek*, Modelo MAXx LMF 15, 115/230 VAC 50/60 Hz, 400 VA, ano de 2011, mas operando desde 2020 neste Laboratório de P&D. A técnica utilizada foi de EEO, com excitação por faísca. Os espectros foram obtidos no intervalo de comprimento de onda de 140 a 670nm.

Tabela 9. Composição Química Padrão da Liga de A356 (A3) em m/m %.

Al	Si	Mg	Fe	Ti	Cu	Mn	Cr	Pb	Ni
91,9	6,50-7,50	0,250-0,450	0,202 Máx.	0,201 Máx.	0,101 Máx.	0,103 Máx.	0,050 Máx.	0,050 Máx.	0,050 Máx.

Fonte: Autor (2021).

Pelo *Spectromaxx*, foi possível realizar a análise da composição química de fração de massa percentual dos elementos químicos mais concentrados no A356, conforme são mostrados na Tabela 9. A liga do A356 em sua composição padrão de

percentual em massa apresenta valores de 92,7% AL, 7% Si e 0,3% Mg, porém, os valores analisados pelo *Spectromaxx* foram de 91,9% Al, 6,5-7,5% Si e 0,25-0,45% Mg, que mostra uma diminuição de 0,8% na amostra de A356 (A1), em relação ao Padrão.

4.2.2.3 Processo de Fundição da Amostra A2-2

Nesta etapa experimental, mostrada na Figura 28 (A), foi utilizado o maçarico com chama de óxidoacetilênica na tempertura na faixa de 3000 ºC para realizar a fusão do nanocompósito de A356 (99,9%) + NTCPM (0,1%), em que a temperatura de fusão é muito mais elevada do que o A356, contudo houve muito material perdido devido a velocidade de saída da chama do maçarico e o compósito ficou reduzido e frágil, não possibilitando preparar o material para o embutimento e corpo de prova.

O Nanocompósito obtido na Figura 28 (B) foi um material medindo 16,0 x 18,0 mm, em um cadinho de material cerâmico, perfurado com broca serracopo com diâmetro de 30 mm e profundidade de 30 mm. O nanocompósito foi depositado no cadinho e a fundição feita com chama do maçarico.

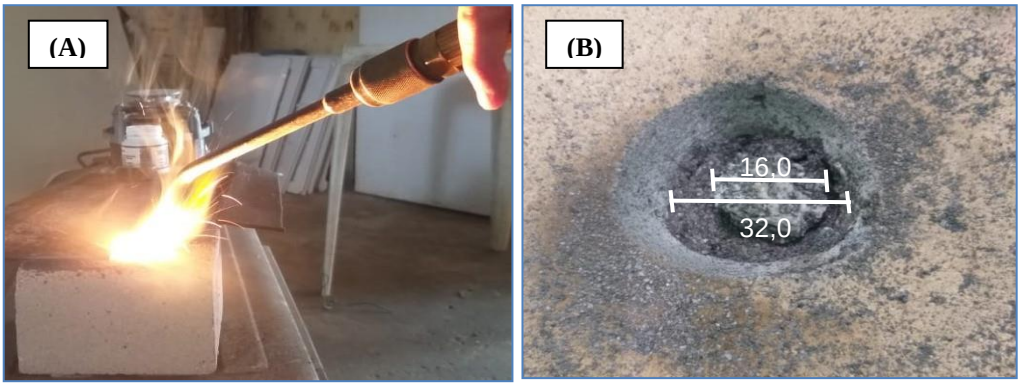


Figura 28. (A) Fundição com Maçarico de oxiacetileno do nanocompósito A356 e NTCPM no refratário; e (B) Nanocompósito fundido de A356 e NTCPM.
Fonte: Autor (2021)

A Figura 28 (A), mostra o fluxo de oxiacetileno na saída da chama do maçarico que pode chegar a uma escala de 82% de oxigênio, na relação combustível-oxigênio da geração da chama. As condições limites da magnitude da velocidade é de 69,5 m/s e a Pressão manométrica é de 264,78 MPa. A temperatura média fica em torno de 3000 ºC (BRANDI & MELLO, 2004, p.180-181), dependendo do controle pela válvula de regulagem no bico do maçarico, pode ficar entre a proporção

estequiométrica de 3106°C (oxigênio e acetileno) e para um determinado modelo numérico pode ficar em 2650,93°C, esta diferença equivale a uma escala de 14,65%. A temperatura máxima, na saída do bico do maçarico, da chama equivale a uma escala de volume de 52,38% do oxigênio e 50,03% de um determinado modelo ensaiado, a diferença fica em torno de 2,35 % (SILVA et al, 2020).

Conforme observado na Figura 28 (B), o nanocompósito de A356 (99,9%) + NTCPM (0,1%), ficou muito deformado, medindo entre 16,0 e 18,0 mm, tamanho muito pequeno, devido perdas de material, tendo vista a velocidade da saída da chama no bico do maçarico, provocar o espalhamento de grande parte da Amostra A2-2 fora do cadinho cerâmico, sendo considerada imprópria para a pesquisa, e descartada na continuidade. Esta ação foi realizada porque não havia até a data de realização deste processo (em 2021), uma mufla ou uma fundição disponível para fundir o material adequadamente. Entretanto, nos próximos subitens, foi possível realizar os ensaios através de novas amostras de nanocompósitos de A356 com NTCPM.

4.2.2.4 Corpo de Prova da Amostra A2-2 (CP A2-2)

Em 2022, o Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento (LabP&D) recebeu uma Mufla nova que opera com temperatura máxima de 1200 ºC, possibilitando os processos de fundição para a amostra. O próximo passo foi deposição da Amostra A2-2 em uma matriz metálica de corpo de prova de aço inox, com suporte na base com placa de ferro fundido. A realização da fundição e obtenção do Corpo de Prova (CP A2-2), no forno Mufla MOD. RVT- F-50, de 4000W e de 220V, marca REVEST ARC, a 850±5,0 ºC, por 02 (duas) horas, com início do processo de fundição as 09:00 horas e resfriamento após desligamento, as 11:00 horas, de forma natural, com a porta fechada e placa de identificação para o horário de abertura, que ocorreu no dia seguinte, por volta das 10 horas, Figura 29 (A) e (B).

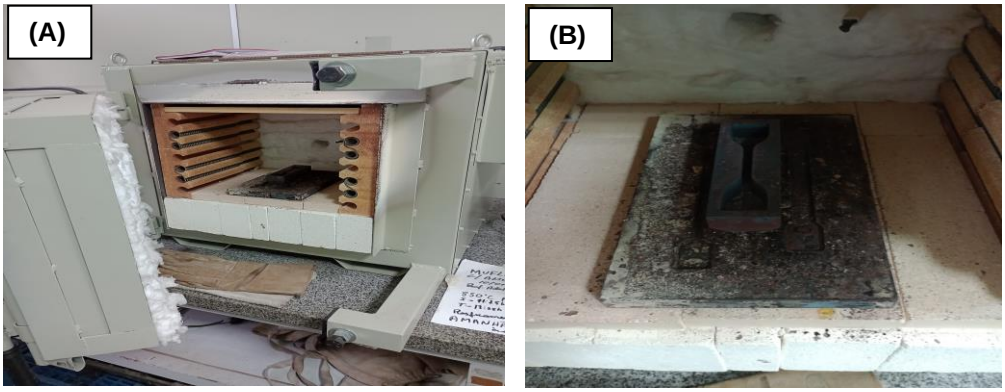


Figura 29. (A) Fundição do nanocompósito A356+NTCPM (A2-2) na Mufla a 850ºC por 2 horas; e (B) Nanocompósito fundido de A356+NTCPM (A2-2) na Mufla
Fonte: Autor (2022).

Foi retirada a placa metálica base com o nanocompósito formando o Corpo de Prova (CP) na Matriz metálica de fundição, sendo observado que o nanocompósito fundido, para o CP, que deveria estar formado para se realizar o ensaio de tração na Máquina Universal não apresentou a compactação do material, devido não ter unido os NTCPM aos grãos na matriz do A356 e consequentemente, ficando em forma de areia, como se observa na Figura 30.

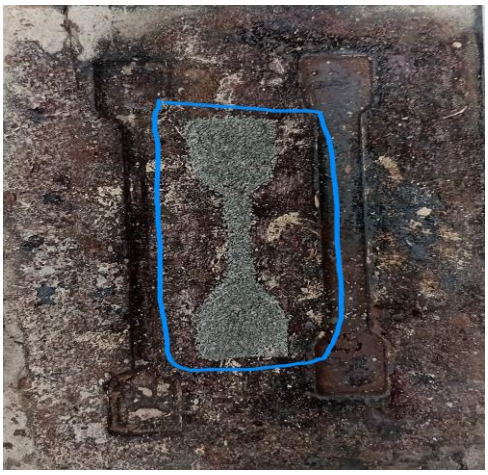


Figura 30. Corpo de Prova (CPA2-2) fundido sobre a placa metálica, não unindo as partículas, ficando do tipo areia,

Neste estudo houve a hipótese de que a temperatura de fundição de 850 ºC, para o nanocompósito da Amostra A2-2 (Figura 30), tenha sido baixa em relação à temperatura do NTCPM que está na faixa de 2800 ºC (WEI et al, 2011), ao passo

que o Alumínio entra em fusão a 660 ºC (ABAL, 2007). A dosagem de NTCPM no A356, deve ser reduzida para que a fundição a 850 ºC possa fundir plenamente o nanocompósito, ou seja, a pesagem atual foi de 29,97g de A356 (99,9%) e 0,03g de NTCPM (0,1%), totalizando 30 g (100%), com a observação destes valores será necessário reduzir ao máximo a quantidade de NTCPM, na proporção de 0,01% de NTCPM para 99,99 % de A356. Contudo o material fundido de A2-2, Figura 30, foi diretamente analisado pela EDS, devido a disponibilidade do equipamento e a análise mais precisa em relação à análise metalográfica.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Análise Microscópica da Amostra A1

A Figura 31(A), (B) e (C) mostra as imagens de microestruturas na matriz da liga de A356 (A1), observadas por MO da metalografia, câmera *Omron Sentech* STC C83USB, usando as objetivas de 40x, 100x e 400x.

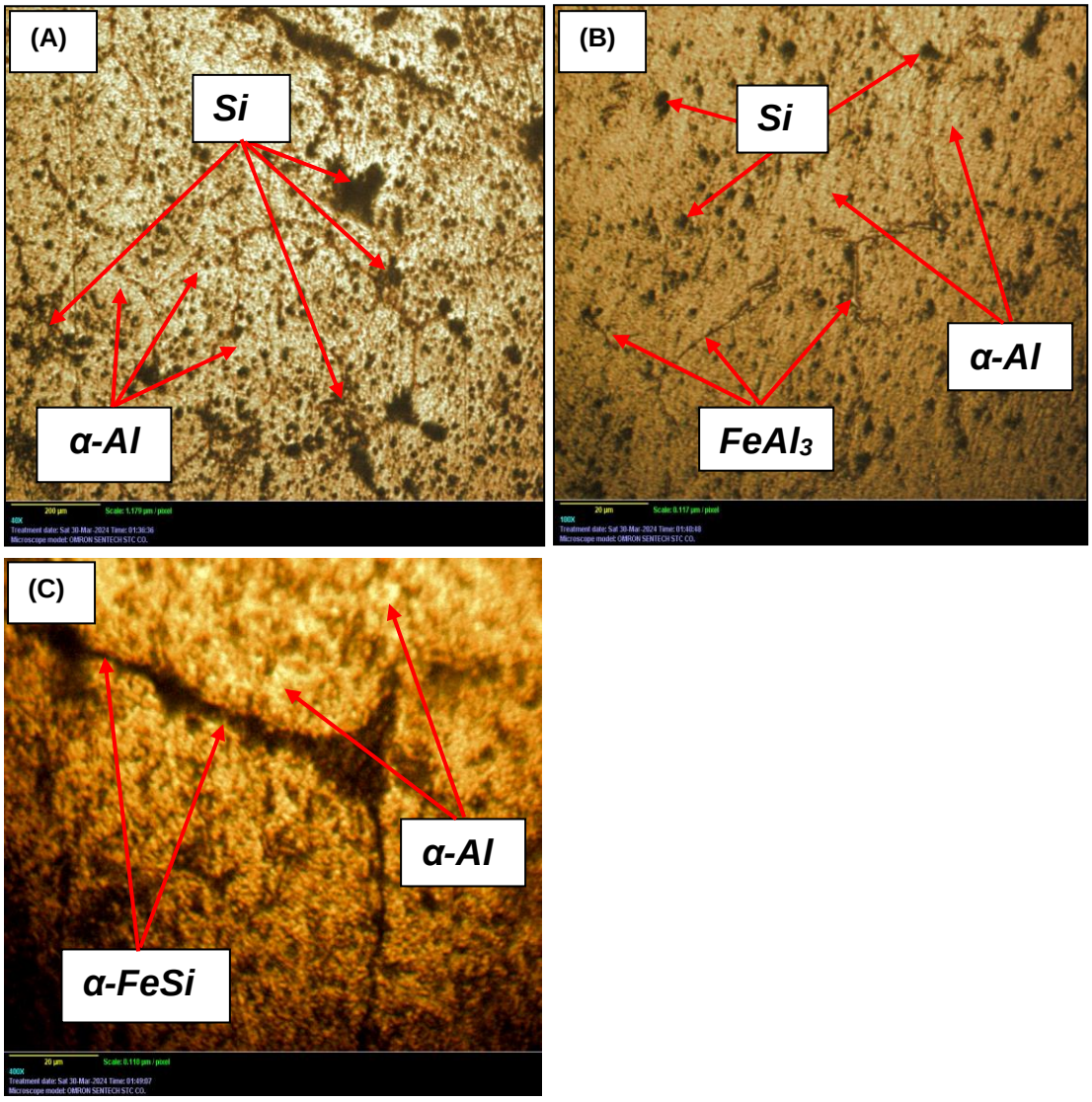


Figura 31. Análise Microscópica da Microestrutura da Liga de (A1) em: (A) 40x; (B) 100x; e (C) 400x.
Fonte: Autor (2024).

A Figura 31 (A) apresenta a micrografia em 40x da microestrutura da liga de alumínio A356 que passou pelo processo de fundição e resfriada lentamente para preparo de corpo de prova. A microestrutura depois que recebeu o tratamento

térmico na fundição apresenta pouca dispersão, uma granulação pequena, existindo uma restrição do eutético intergranular e complexo entre os grãos de α-Al. A fase de Si eutético está presente em toda microestrutura da matriz do Al. (COUTINHO, 1980, p.93)

A Figura 31 (B) apresenta a micrografia em 100x do eutético complexo de α-Al e $FeAl_3$, em meio aos contornos dos grãos da matriz do Al, contendo dispersóides de α-FeSi, na forma de AlFeSi e $FeAl_3$, havendo a possibilidade do surgimento de traços de Mg_2Al_3 e de $CuAl_2$ (COUTINHO, 1980, p.93)

A Figura 31 (C) apresenta a micrografia em 400x da microestrutura com surgimento de eutético complexo de α-Al e $FeAl_3$, nos contornos dos grãos da matriz do Al estão presentes dispersóides de α-$FeAl_3$, podendo existir entre os grãos com traços de Mg_2Al_3 assim como de $CuAl_2$ (COUTINHO, 1980, p.93).

5.2 Análise Macroscópica da Amostra A1-1

Na amostra A1, pela análise do processo de fundição do alumínio A356 fundido a 800ºC, vazado em cadinho de aço, e com os NTCPM, amostra A2 adicionado a frio sobre A1 e homogeneizado com bastão de aço, manualmente, na mistura de A1 com A2, Figura 8 (B), indicado pela seta de cor verde, tornou completamente em fusão líquida, ao passo que o NTCPM, indicado pela seta da cor vermelha Figura 8 (A), dispersou-se em grande quantidade sobre a superfície do metal fundido, mas após o resfriamento natural formou a amostra A1-1. Pode-se justificar essa dispersão devido ao A356 estar em alta temperatura, a 800 ºC e o NTCPM estar frio, não tendo sido realizado um pré-aquecimento, a fim de adaptação das temperaturas e consequentemente, sua introdução na matriz do A356 líquido, mas os objetivos foram satisfatórios porque mesmo com pequenas quantidades de NTCPM, o material depois do resfriamento mostrou-se duro, com a hipótese de possuir boas propriedades mecânicas, devido à tenacidade e resistência do material compósito formado (KUMAR et al, 2019).

Na observação relativa à proporção de NTCPM adicionado ao A356 fundido na Amostra A1-1, hipoteticamente, a quantidade de NTCPM pode não ter sido na proporção adequada para o compósito com o alumínio A356, assim como, a temperatura do NTCPM tenha sido muito abaixo do ponto de fusão do nanocompósito, com base na literatura, visto que a temperatura do NTCPM varia entre 2800 à 2927 ºC (WEI et al, 2011). No entanto, houve reação no metal fundido

entre o alumínio A356 e o NTCPM formando um nanocompósito (A1-1), observado após o resfriamento e retirado do cadinho com dimensões de 70 mm de altura, 50 mm de diâmetro superior e 20 mm de diâmetro inferior em superfícies laterais rígidas apresentando partes lisas e partes rugosas e na parte superior uma acentuada rugosidade macroscópica, fundida, mostrada na Figura 8 (C) e (D). Este mesmo material (A1-1) foi novamente fundido para o preparo de Corpos de Prova e realização de ensaios, originando a Amostra A1-1', que apresentou resultados satisfatórios quanto a inserção de NTCPM na matriz metálica e melhoria nas propriedades mecânicas. Este processo de fundição na formação de A1-1', proporcionou a obtenção de um material resistente e ideal para o preparo de corpos de prova (CP) e de ensaios metalográficos, considerando que devido a nova fundição ocorreu um refinamento nas propriedades mecânicas, devido ao fechamento de algumas porosidades intermetálicas na microestrutura fundida (KUMAR et al, 2019).

5.3 Análise Microscópica da Amostra A1-1'

As Figuras 32, 33 e 34, mostram as imagens de microestruturas da Amostra A1-1', observadas por MO Óptica da metalografia, que apresentam resultados do nanocompósito com a presença de NTCPM na matriz do A356, entre os grãos de Al-α e fase de Si eutético, comprovando que houve reforço de NTCPM, na melhoria das propriedades mecânicas, observados pela presença de filamentos de NTCPM na zona entre o limite do grão e a fase de Al_4C_3, tornando-se um nanocompósito dúctil (CALLISTER & RETHWISCH, 2018, p.211-212).

5.3.1 Visualização da Microestrutura das Três Amostras de Baquelites

As visualizações das microestruturas foram realizadas através de microscópio eletrônico de metalografia.

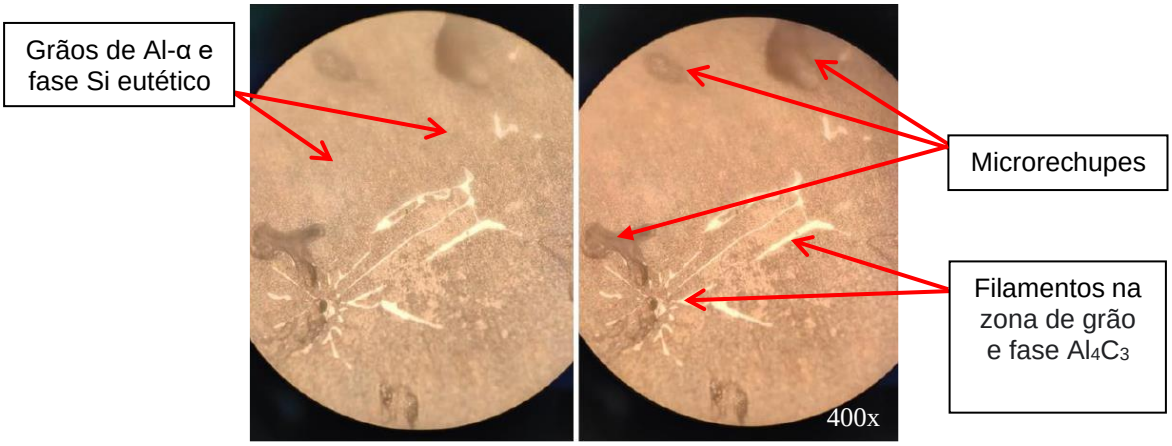


Figura 32. Análise microscópica da microestrutura da peça bruta em 400X.
Fonte: Autor (2023)

A microestrutura da liga de A356 caracteriza-se por apresentar formas dendríticas, na fase eutética Al-α e Si eutético, entre o ponto com 1,65% (fase α - L), próximo ao ponto eutético com 12,7% Si, observado na Figura 2 (ABDULWAHAB et al, 2013), com microestrutura modificada devido ao refinador de grãos pela esferiodização, em que os grãos de Al-α ficam diminuídos e envolvidos pela fase Si eutético (OLIVEIRA & ROCHA, 2014). Os microrechupes podem ter ocorrido no procedimento de vazão da fusão líquida do cadinho para o molde cerâmico e respectivo resfriamento, indicado na Figura 10 (A). A análise microscópica da microestrutura do nanocompósito de Alumínio A356 reforçado com NTCPM, em 400X, na Figura 32, torna os grãos na matriz do A356 mais unidos e consistentes, provavelmente, pela presença do NTCPM, considerando os filamentos na zona que fica entre o limite do grão de Al-α e da fase de Al_4C_3, que foi formada no limite entre a matriz do Al e do NTCPM, proporcionando ductilidade ao nanocompósito, ou seja, o material poderá ter mais qualidade quando for submetido a esforços discretos, do tipo compressões e/ou alongamentos, sem ocorrência de rupturas (CALLISTER & RETHWISCH, 2018, p.211-212).

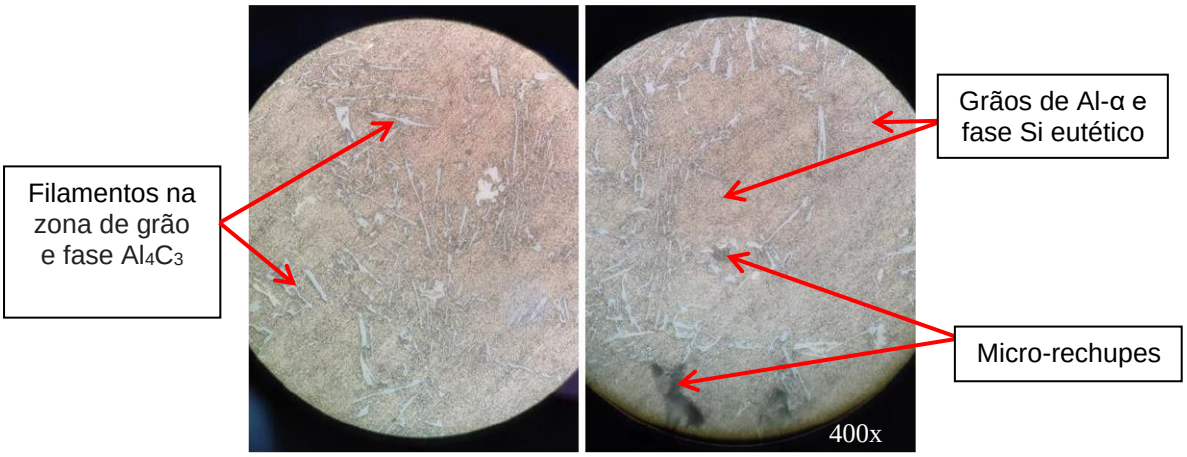


Figura 33. Análise microscópica da microestrutura da peça logitudinal em 400X.
Fonte: Autor (2023)

A análise de microscopia da microestrutura do nanocompósito de A356 + NTCPM, em 400X, na Figura 33, foi realizada na peça cortada longitudinalmente, mostrando filamentos de NTCPM distribuídos em grande parte da peça metalográfica, entre os grãos da matriz do A356, descrita como a zona entre o limite do grão e da fase de Al_4C_3, formada no limite entre a matriz do Al e do NTCPM, com distribuição em toda a microestrutura da peça analisada (SALAS et al, 2007). Observam-se raros microrechupes nesta peça e na microestrutura do nanocompósito, apresenta grão de Al-α e fase de Si eutécico, com boa distribuição de possíveis filamentos de NTCPM. O aspecto da união dos grãos apresenta-se melhores que as mostradas na Figura 32, mas também, proporcionando ductilidade ao nanocompósito e contribuindo para um material mais resistente e duro.

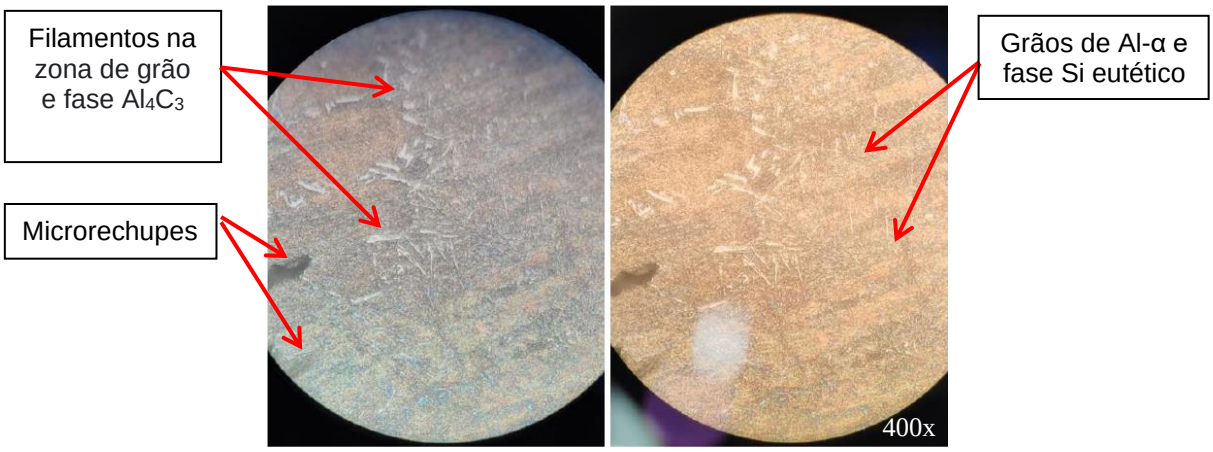


Figura 34. Análise microscópica da microestrutura da peça transversal em 400X.
Fonte: Autor (2023)

A análise microscópica da microestrutura do nanocompósito de A356 e NTCPM, em 400X, na Figura 34, da peça cortada transversalmente, mostra que os filamentos de NTCPM ficaram distribuídos parcialmente na matriz da peça metalográfica, contudo é possível analisar, que este fenômeno ocorre entre os grãos da matriz do alumínio, na zona entre o limite do grão e da fase de Al_4C_3, assim como no limite entre a matriz do Al e o NTCPM, que se concentram em partes da microestrutura do nanocompósito e algumas fibras ou filamentos de NTCPM que estão espalhados por outras zonas de grão (SALAS et al, 2007). Observam-se raros microrechupes, devido a contração térmica no resfriamento (FUOCO, 2017) e possíveis NTCPM na microestrutura do contorno dos grãos de Al-α e fase de Si eutécico.

Na Figura 34, observam-se filamentos menores de prováveis NTCPM, contudo, a distribuição dos grãos são melhores do que na peça da Figura 32. Mesmo com estas diferenças entre as peças, em relação as concentrações de NTCPM na matriz do A356, as microestruturas dos nanocompósitos não perdem a qualidade na resistência geral dos nanocompósitos, haja vista, os reforços introduzidos pelos NTCPM, que contribuíram de alguma forma para que toda a microestrutura dos grãos de Al-α e fase de Si eutécico mantivessem com a ductilidade. O A356 é um metal com muita ductilidade, suas partículas são grandes e com a adição de partículas menores de NTCPM na microestrutura, reduz um pouco a ductilidade, mas mantem a dureza no nanocompósito (KUMAR et al, 2023, p.33854).

As Imagens metalográficas mostradas nas Figuras 32, 33 e 34 apresentam microestruturas do nanocompósito de NTCPM incorporados ao A356, comparadas umas com as outras, com mudanças microestruturais, em que os NTCPM introduzidos com baixo percentual agregaram, ocorrendo de forma laminada e espalhando-se no contorno do grão da matriz do A356, proporcionando ao conteúdo a dureza no material (SALAS et al, 2007, p.2934).

5.3.2 Espectroscopia de Emissão Óptica da amostra A1-1’.

A EEO foi empregada para obter a composição química conforme a Tabela 10.

Tabela 10. Composição Química da Amostra 1-1’ (A356+NTCPM) em m/m %

	Al	Si	Mg	Cu	Fe	Mn	Ni	Zn	Ti	B	Cr	Ag	Be
1	56,2	16,49	0,687	1,47	0,394	11,97	0,337	0,780	0,545	0,186	>0,60	0.916	0,06
2	41,9	15,45	0,718	1,47	0,687	>26,4	0,435	1,26	0,515	0,183	>0,60	>1,20	0,05
3	84,2	10,74	0,259	0,035	1,16	0,049	0,045	0,221	0,286	0,039	0,091	0,012	0,01

Bi	Ca	Cd	Co	Hg	Li	Na	Pb	Sn	Sr	V	Zr
0,40	0,012	>0,60	>0,72	>0,01	>3,00	0,012	>1,80	1,46	0,860	>0,12	>0,36
0,40	0,019	>0,60	>0,60	>0,01	>3,00	0,012	>1,80	1,22	0,881	>0,12	>0,36
0,09	0,014	0,192	0,156	>0,01	1,35	0,011	0,292	0,398	0,211	0,080	0,049

Fonte: SPECTROMAXx (2023).

As Normas consultadas para esta Máquina são: *Designation*: E1251 − 17ª - *Standard Test Method for Analysis of Aluminum and Aluminum Alloys by Spark Atomic Emission Spectrometry.*

A amostra do nanocompósito cortada em três partes, ou seja, nas formas bruta, longitudinal e transversal mostraram concentrações diferentes, respectivamente, para os principais elementos como Al (56,2%; 41,88%; e 84,2%), Si (16,49%; 15,45%; e 10;74%) e Mn (11,97%; 26,40%; e 0,0496%). Neste sentido se observou que a composição química é heterogênea em A1-1’. Em uma busca na literatura não foram encontrados casos similares referentes à heterogeneidade da composição química da liga de Al com NTCPM.

5.3.3 Resultados do Ensaio de Tração com os CPs 1 e 2

Ensaios de tração nos CPs 1 e 2 obtidos pela Máquina Universal de Ensaios Mecânicos, com os parâmetros da norma ASTM E8, conforme a Tabela 11.

Tabela 11. Resultados do Ensaio de Tração CP 1 e 2 na Máquina Universal

CP	Carga em Resistência à tração (N)	Tensão à tração em Resistência à tração (MPa)	Modulo de elasticidade (GPa)
1	2242,40	59,38	10,73
2	2287,32	53,31	6,74
	Deslocamento em Escoamento (mm)	**Carga em Ruptura (N)**	**Comprimento (mm)**
1	0,03	-1116,33	30,00
2	0,04	-1236,60	30,00
	Espessura (mm)	**Largura (mm)**	
1	6,14	6,15	
2	6,81	6,30	

Fonte: INSTRON (2023)

A Tabela 11 apresenta os resultados dos ensaios de tração nos CPs dos A356, em que CP2 tem valor de carga em resistência à tração maior que CP1, com diferença entre eles de 44,92 N, entretanto, CP1 apresentou valores de maiores de Tensão à tração em resistência à tração e Módulo de elasticidade, com diferenças de valores de 6,07 MPa e 3,99 GPa, respectivamente, mostrando que CP1 está mais resistente que CP2.

A Figura 35 apresenta o Gráfico Tensão x Deformação do ensaio de tração dos CPs 1 e 2, amostra A1, do A356.

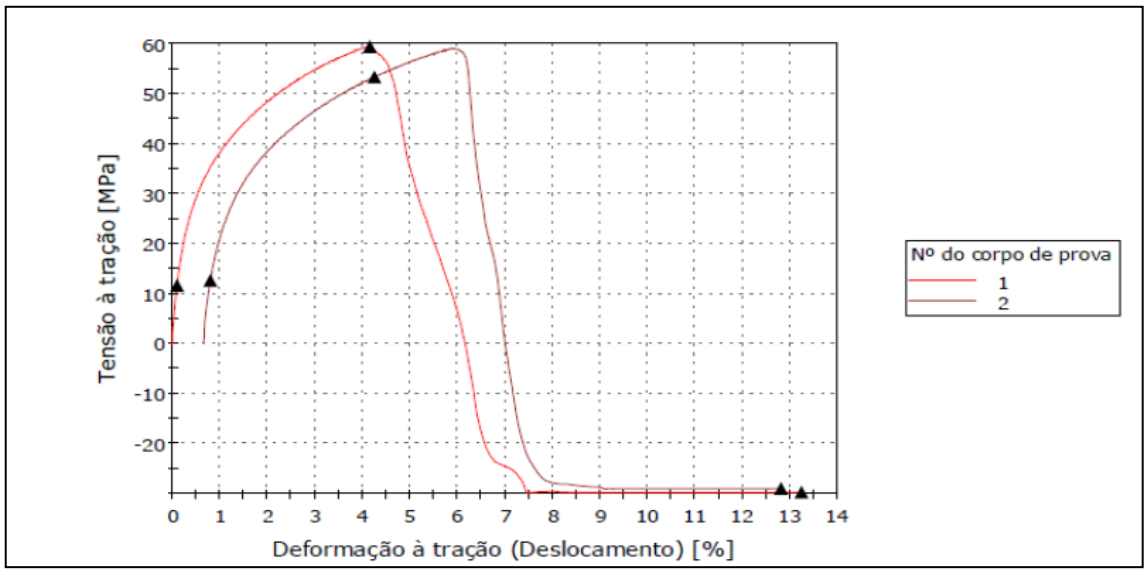


Figura 35. Gráfico de Tensão x Deformação do Ensaio de Tração dos CPs 1 e 2 da amostra A1.
Fonte: INSTRON (2023)

Observou-se na Figura 35, que no ensaio de tração da amostra A1, o CP 1 sofreu uma tensão de 0 a 59,38 MPa (0 a 59,38x10^{-3} GPa), com 6s para se romper e o CP2, sofreu uma tensão de 0 a 53,31 MPa (0 a 53,31x10^{-3} GPa), com 8s para se romper, apresentando uma pequena diferença nas rupturas entre os CPs, considerado razoável, tendo em vista serem o mesma liga de A356 fundido, observando-se que existem diferenças nas espessuras e larguras que podem ter influenciado nestes mínimos valores.

5.3.4 Resultados do Ensaio de Tração com os CPs 3 e 4

Os resultados do ensaio de tração nos CPs 3 e 4 foram obtidos através da Máquina Universal, com os parâmetros da norma ASTM E8, conforme a Tabela 12.

Tabela 12. Resultados do Ensaio de Tração CP 3 e 4 na Máquina Universal

CP	Carga em Resistência à Tração (N)	Tensão à Tração em Resistência à Tração (MPa)	Modulo de Elasticidade (GPa)
3	1359,21	61,40	27,35
4	1616,93	66,17	26,12
	Deslocamento em Escoamento (mm)	**Carga em Ruptura (N)**	**Comprimento (mm)**
3	0,02	-1010,31	48,00
4	0,02	-923,93	48,00
	Espessura (mm)	**Largura (mm)**	
3	4,13	5,36	
4	4,34	5,63	

Fonte: INSTRON (2023)

A Tabela 12 apresenta os resultados obtidos com os ensaios de tração nos CPs dos nanocompósitos de A356 + NTCPM, na Máquina Universal, mostrando que o CP4 apresentou valores de carga em resistência à tração e tensão à tração em resistência à tração maiores que o de CP3. Apenas o módulo de elasticidade de CP3 foi superior a CP4, pois a carga de ruptura de CP4 em relação a CP3 foi maior.

A Figura 36 apresenta o Gráfico de ensaio de tração dos CPs 3 e 4, da Amostra A1-1', de nanocompósito de alumínio A356 mais NTCPM.

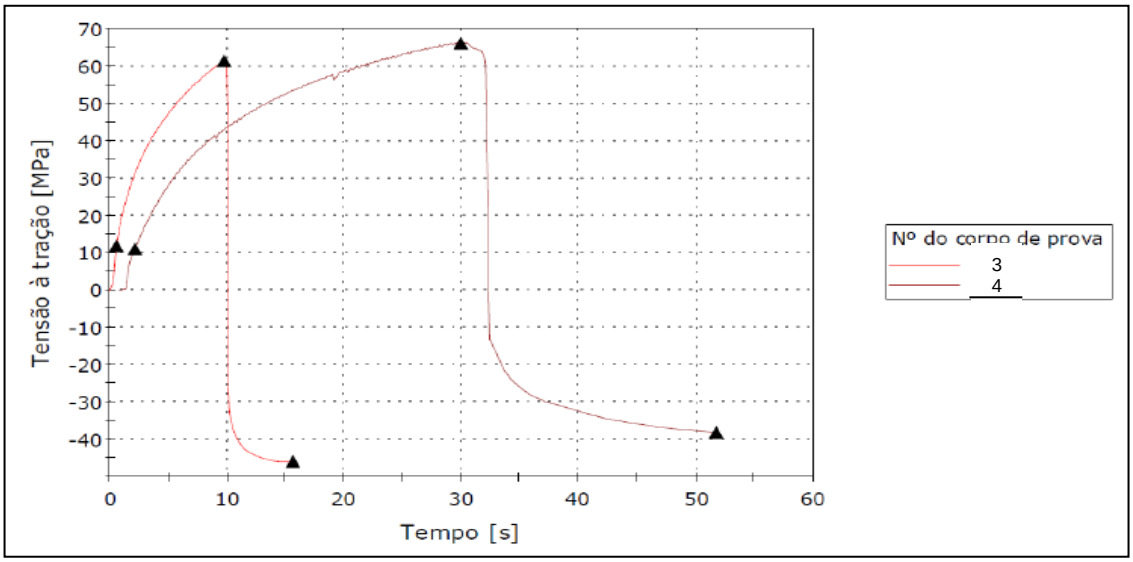


Figura 36. Gráfico de Tensão x Deformação de Ensaio de Tração dos CPs 3 e 4, da amostra A1-1'.

Observou-se na Figura 36, que no ensaio de tração, da mesma amostra 1-1', o CP3 foi submetido a tensão de 0 a 61,40 MPa (0 a $61x10^{-3}$ GPa), levando 10s para ocorrer a ruptura, demonstrando uma fragilidade e o CP4 foi submetido a tensão de 0 a 66,17 MPa (0 a $66,17x10^{-3}$ GPa), levando 30s para iniciar a ruptura, demonstrando ductilidade, ocorrendo com, aproximadamente, 66,00 MPa em 32s. Estes ensaios mostram que o CP 4 apresentou maior resistência a tração com tempo maior que o CP 3. Esta diferença de resistência à tração com tempo maior, pode ter sido devido à espessura de CP 4 de 4,34 mm em relação a CP 3 com 4,13 mm, ou seja, CP 4 possuía 0,21 mm de espessura maior que CP 3. Assim também, CP3 no processo de fundição e resfriamento, pode ter ocorrido alguma falha por microrechupe na microestrutura, considerando uma falha durante o processo de pós solidificação (FUOCO, 2017).

Conforme Lopes, et al (2016, p.82), nos NTCPM os valores do Limite de resistência a tração estão na faixa de 11 a 63 GPa e o Módulo de Elasticidade de 270 a 950 GPa, e conforme Callister & Rethwisch (2013, p.524) os valores de NTCPS estão na faixa de 13 a 53 GPa e Módulo de Elasticidade de 10^3 GPa.

O efeito dos mecanismos de reforço de NTCPM aplicados em alumínios e ligas de alumínio, contribuem para resultados de ensaios de tração e módulos de elasticidade, usando os CPs, serem melhores entre as ligas e o alumínio puro, como

se observa na comparação da resistência do alumínio recozido puro com as ligas reforçadas por alguns métodos ou processos, tendo em vista que as ligas de alumínio apresentam resistências muito maiores que a do alumínio puro, conforme mostrado por Askelland et al (2011, p.541) pela Tabela 7.

Calculando a média aritmética dos resultados de CP 3 e 4, do nanocompósito de A356+NTCPM, observaram-se que os valores foram muito próximos, ou seja, em Resistência à Tração ficou 1488,07 N, Tensão à Tração em Resistência à Tração de 63,79 MPa, Módulo de Elasticidade de 26,74 GPa e Carga de Ruptura de -967,12 N.

Comparando estes dois, CP3 e CP4, observaram-se que ambos apresentaram resultados satisfatórios, em suas propriedades mecânicas, com siderando a inserção na matriz do grão do A356 os reforços de NTCPM, pois em se tratando da mesma amostra A1-1', a diferença nos resultados se deve, porque as análises foram realizadas em cortes longitudinal e transversal, em que algumas regiões da Amostra estiveram mais concentradas com NTCPM, pela possibilidade de não ter sido uma boa homogeneização no momento da mistura no nanocompósito. Quando se tem uma boa distribuição homogênea dos NTCPM inseridos na matriz do A356, as propriedades mecânicas do nanocompósito tende a ser melhores, porque ocorre a transferência de carga da matriz no reforço de NTCPM (KUMAR et al, 2023, p. 33854).

5.4 Difração de Raios-X da Amostra A1

A Figura 37 mostra o espectro da difração de raios-x da amostra A1. Os picos observados são dos elementos Al e Si. Os planos cristalográficos associados aos picos são mostrados na Tabela 13, utilizando a estrutura cristalina do A356 e as reflexões de DRX (CALLISTER Jr. e RETHWISCH, 2013, p.84).

Tabela 13. Regras para Reflexões e Planos de Reflexões de DRX

Estrutura Cristalina	Reflexões	Planos de Reflexões
CCC (Cúbica de Corpo Centrado)	(h, k, l)	(110), (200), (211), (220), (310), (222)
CFC (Cúbica de Face Centrada)	h, k, l (tudo ímpar ou par)	(111), (200), (220), (311), (222), (400)
CS (Cúbica Simples)	Todos	(100), (110), (111), (200), (210), (211)

Fonte: Callister Jr e Hethwisch (2013), adaptada.

A Figura 37, utilizando a Tabela 13, apresenta os Picos de 2θ (graus), do Al e do Si, ambos com estrutura cristalina de Corpo de Face Centrada (CFC).

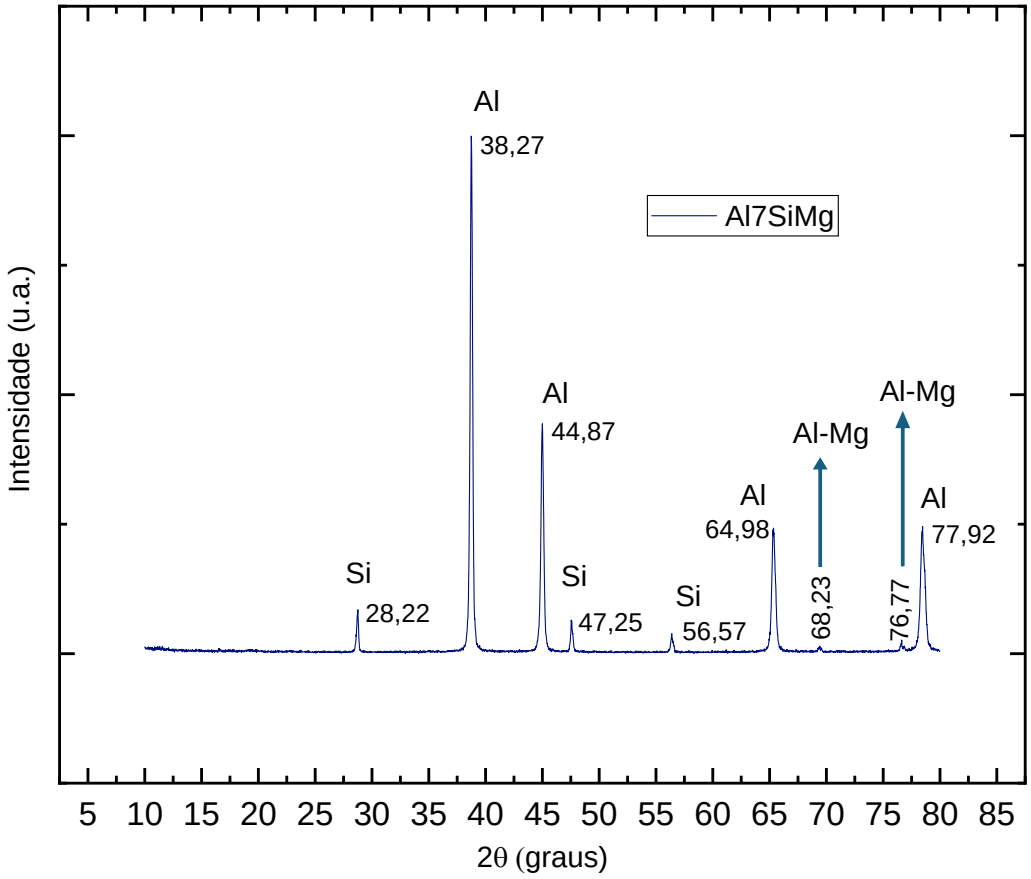


Figura 37. Difratograma da liga de alumínio A356 (Amostra A1).
Fonte: Autor (2023).

Foram observados os valores dos picos de 2θ do Al de 38,27º, 44,87º, 64,98º, e 77,92º, equivalentes aos planos cristalográficos de CFC de (111), (200), (220) e (311) e os picos de 2θ do Si, com valores de 28,22º, 47,25º e 56,57º referentes aos planos cristalográficos de CFC de (111), (200) e (220). Observou-se pelos valores apresentados, que os picos mais intensos são os de 2θ = 38,27° do Al (111) e de 2θ = 28,22° (111) do Si.

Conforme a Figura 37 os dois elementos químicos Al e Si foram os que apresentaram picos mais intensos e os demais elementos da liga de A356 apresentaram picos com pouca visibilidade no difratograma, considerando como um resultado esperado, porque esta liga de alumínio apresenta estes dois elementos

principais em sua composição (FARIA, 2021, p.30-31).

Entretanto, foram analisados a presença de traços de prováveis fases do Al-Mg com picos de 68,23º e 76,77º, sendo o mais intenso de 76,77º, coerentes para a Amostra A1, composta por Al7SiMg (ABBASIPOUR et al, 2010, p.1564).

5.5 Análise de Difratometria de Raios-X da Amostra A1-1’

A análise de difratometria de Raios-X da Amostra A1-1’ (nanocompósito de A356+NTCPM), através da Figura 38, apresenta reflexões cristalográficas referentes aos principais elementos Al, Si e NTCPM. Os planos cristalográficos podem ser analisados através da Tabela 13, utilizando a estrutura cristalina dos elementos químicos e as reflexões de DRX (CALLISTER Jr. e RETHWISCH, 2013, p.84).

A Figura 38, apresenta os picos de 2θ (graus), de A356+NTCPM, atribuídos ao Al com valores de 38,97º, 44,99º, 65,08º, e 78,95º, com os respectivos planos cristalográficos de CFC de (111), (200), (220) e (311). Os picos de Si apresentam valores de 28,73º, 47,49º e 56,25º referentes aos planos de CFC de (111), (200) e (220). Os NTCPM possuem um valor de 10,12º, plano cristalográfico hexagonal (002) equivalente ao do grafeno e os picos de Al_2O_3 de 40,01º e 41,81º, com planos cristalográficos (001) e (002).

Os padrões de DRX são observados pelos picos apresentados na Figura 38, nas fases CFC do Al e do Si. Os mais intensos são de 2θ = 38,97° do Al (111) e 2θ = 28,73° (111) do Si. A presença de NTCPM não foi comprovada pela Figura 31, isso ocorreu porque o teor de NTCPM foi de 1% m/m e o limite de detecção de DRX foi de aproximadamente 2% (FEIJOO, et al, 2022, p.15-16).

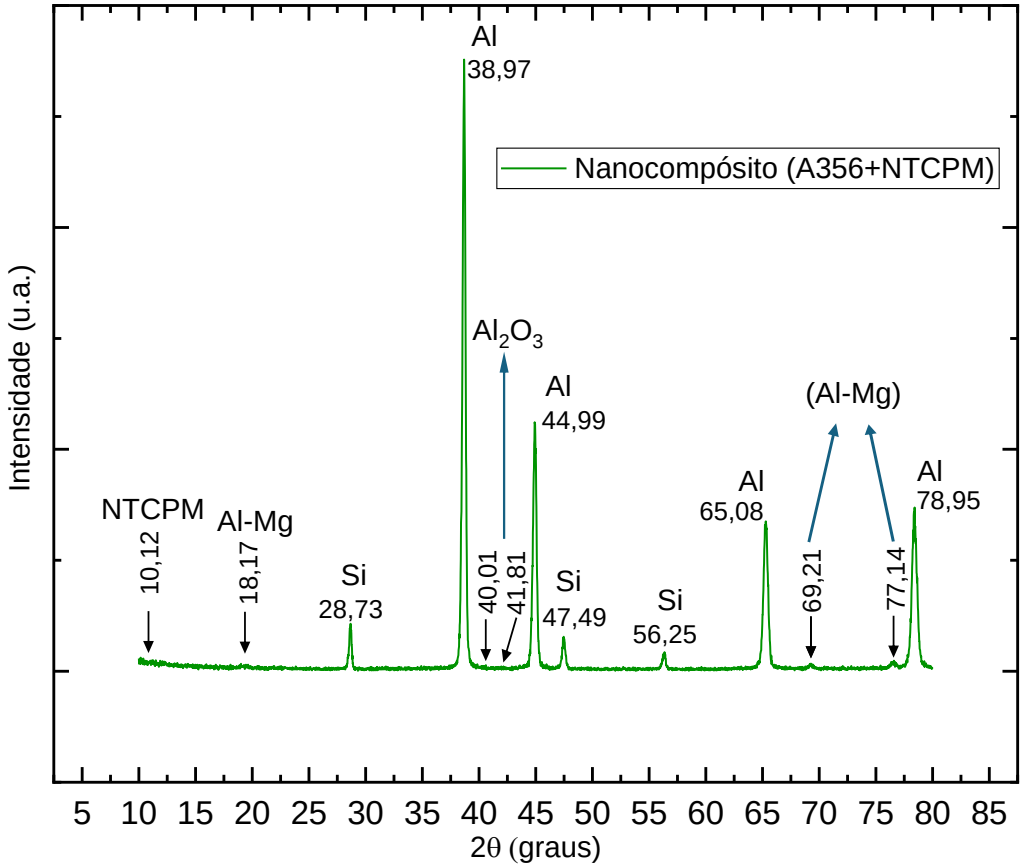


Figura 38. Difratograma do nanocompósito A1-1' (A356 + NTCPM).
Fonte: Autor (2023).

A estrutura cristalina do NTCPM foi comparada a estrutura do grafeno, a qual é hexagonal e os respectivos planos cristalográficos, seguindo a sequência de (002), (100), (101), (102), (110), (200), que podem se estender para mais planos (CULLITY, 1978, p.506; 516).

Os NTCPM absorvem Raios-X, diminuindo a intensidade dos picos apresentados na Figura 37 (OLIVEIRA BRITO, 2021, p.23).

O óxido de alumínio (Al_2O_3) foi observado em 2θ = 40,01º e 41,81°, planos (202) e (210).

O teor de contaminantes dos elementos Al, Co e Fe contidos na amostra de NTCPM produzidos pelo CTNano, da UFMG, é menos de 2%.

Nas análises foram observados traços das possíveis fases de Al-Mg, com valores de picos de 18,17º, 69,21º e 77,14º, assim como, da fase Al_2O_3

(ABBASIPOUR et al, 2010, p.1564).

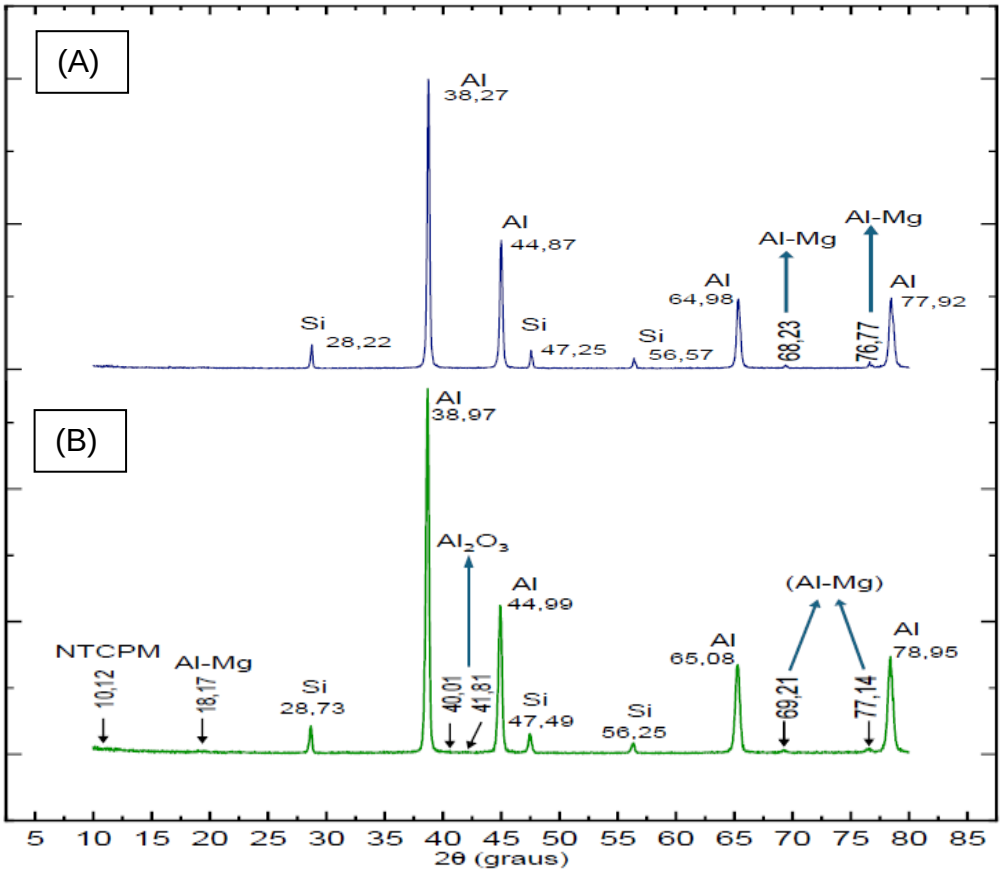


Figura 39. Análise comparativa dos picos das amostras A1 e A1-1': (A) A356 sem NTCPM; e (B) A356 com NTCPM, com picos de DRX aumentados com o reforço do NTCPM.
Fonte: Autor (2023)

A Figura 39 (A) e (B) apresenta os difratogramas de comparação das amostras A1 e A1-1', respectivamente, da liga de Alumínio A356 e do nanocompósito de A356 + 1%NTCPM, onde se observou que os picos mais intensos são o Al e o Si, surgindo ainda, fases com traços de Al-Mg. Os espectros apresentam picos que podem ser indícios de óxido de alumínio (Al_2O_3), conforme a Figura 39 (B). Na comparação dos difratogramas observou-se que o nanocompósito de A1-1' apresentou picos maiores para todos os elementos.

5.6 Análise Macroscópica da Amostra A2-2

A Amostra A2-2, passou pelo procedimento experimental inicial de fundição por chama de maçarico, que não foi satisfatório porque houve a perda de partículas durante o processo devido à pressão e velocidade do fluxo na saída da chama pelo

maçarico sobre o material nanocompósito. A queima do acetileno com o oxigênio produziu uma chama na faixa de 3000 ºC, que saiu pelo bico do maçarico (BRANDI & MELLO, 2004, p.180-181), que proporcionou a realização da fundição na mistura dos nanopós de A356 + NTCPM, resultando em uma amostra muito pequena para prosseguimento dos ensaios, formando um pequeno corpo de forma ovalada, com muitas porosidades, medindo, aproximadamente, 16,0 mm de diâmetro, observado na Figura 28 (B), não proporcionando uma boa propriedade mecânica, devido as perdas de material e às porosidades visíveis a olho nu.

Na segunda etapa deste experimento, utilizou-se uma Mufla para fundição, com a hipótese de que a temperatura de fundição a 850 ºC aplicada ao nanocompósito da Amostra A2-2 (Figura 30), pudesse fundir adequadamente a amostra, contudo não apresentou bons resultados, devido considerar que 850 ºC tenha sido baixo em relação à temperatura do NTCPM que está na faixa de 2800º C (WEI et al, 2011), ao passo que o Alumínio entra em fusão a 660 ºC (ABAL, 2007). reduzida para que a fundição a 850 ºC, pudesse fundir plenamente o nanocompósito, haja vista, que a pesagem atual foi de 29,97g de A356 (99,9%) e 0,03g de NTCPM (0,1%), totalizando 30 g (100%).

Com as observações e análises destes valores, reduziu-se ao máximo a quantidade de NTCPM, na proporção de 0,01% de NTCPM para 99,99 % de A356, em que o material fundido de A2-2, Figura 29 (B), teve que ser preparado para as análises EDS, MO e MEV.

5.7 Análise Microscópica da Amostra A2-2

5.7.1 Análise de Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X – EDS

5.7.1.1 Análise de EDS - 1

A Figura 40 (A) apresenta a foto da amostra A2-2 na superfície da Lâmina de EDS-1, indicada em cruz de cor vermelha.

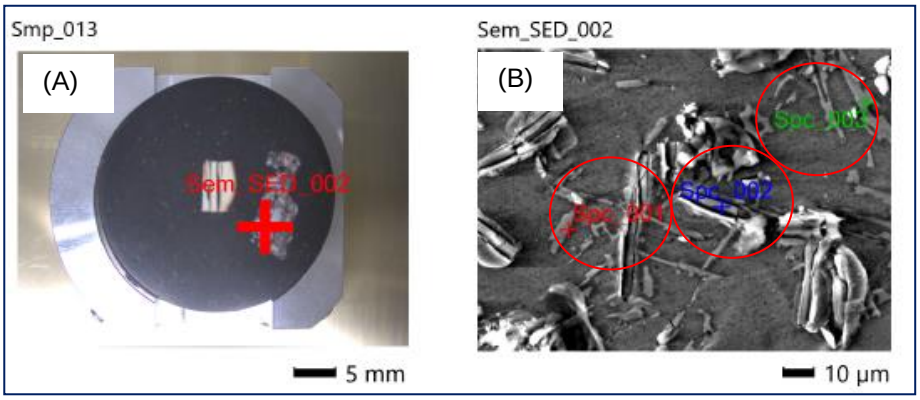


Figura 40. (A) Foto da amostra A2-2 de nanocompósito A356 e NTCPM na lâmina de EDS-1; (B) Uma micrografia do nanocompósito, indicando os pontos de retirada dos espectros: Spc 001 (vermelha); Spc 002 (azul); e Spc 003 (verde).
Fonte: Autor (2022).

A Figura 40 (B) apresenta as Micrografias da Amostra do nanocompósito A356 e NTCPM, onde são indicados os pontos de retiradas dos espectros: Spc 001 (vermelha); Spc 002 (azul); e Spc 003 (verde), que podem ser os filamentos de NTCPM unidos aos grãos, em formas de fibras visíveis. A partir destes espectros, o EDS fornece os elementos químicos presentes em cada região, observados no Apêndice A (Figuras A1, A2 e A3).

Tabela 14. Composição Elementar– Spc 001 (Vermelho) – EDS-1

Concentração/Elemento	C	O	Al	Si	Fe
(m/m %)	24,22±0,21	1,09±0,004	17,74±0,07	56,42±0,14	0,53±0,02
(Atom %)	42,36±0,37,	1,43±0,05	13,81±0,05	42,20±0,10	0,20±0,01

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.
Fonte: Autor (2021)

Tabela 15. Composição Elementar – Spc 002 (Azul) – EDS-1

Concentração/Elemento	C	O	Al	Cl
(m/m %)	11,27±0,10	54,29±0,18	34,15±0,12	0,30±0,01
(Atom %)	16,74±0,15	60,53±0,21	22,58±0,08	0,15±0,01

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.
Fonte: Autor (2021)

Tabela 16. Composição Elementar – Spc 003 (Verde) – EDS-1

Concentração/Elemento	C	O	Al	Si
(m/m %)	19,80±0,19	1,96±0,05	21,69±0,07	56,55±0,14
(Atom %)	35,93±0,35	2,67±0,06	17,52±0,06	43,88±0,11

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.

Fonte: Autor (2022)

Na análise de EDS-1 observou-se pelas Tabelas 14, 15 e 16, os teores de alguns elementos presentes em A2-2, calculados pela média aritmética de cada um, obtendo-se os seguintes teores (m/m%): Al de 24,53 %; Si de 56,49%; C de 18,43%; e O de 19,11%. Os elementos isolados apresentaram os seguintes teores: Fe de 0,53%; e Cl de 0,30%.

Sendo a composição do A356 de 92,7%Al, 7%Si e 0,3%Mg, observou-se que os teores dos elementos presentes na composição do nanocompósito de A2-2, pelo EDS-1, predominaram Si, Al, C e O, onde o Si aumentou para 50±0,01% e o Al diminuiu para 68±0,11%, alterando a microestrutura com o uso do maçarico. O NTCPM pode ter contribuído para o aumento do teor de C em 18,43%, combinado com o oxiacetileno e o ar atmosférico. O teor de O de 19,11%, considerou-se que o uso do maçarico com oxiacetileno (C_2H_4O) contribuiu para acrescentar este elemento na matriz metálica. Observou-se ainda, um teor de Fe de 0,53%, que pode ter sido contaminado com o cadinho. O cadinho pode conter deposição de outros tipos de elementos, contudo a microestrutura do A356 também apresenta traços de $AlFe_3$.

5.7.1.2 Análise de EDS - 2

A Figura 40 (A) apresenta a foto da Lâmina de EDS-2, Amostra A2-2, observada em forma de cruz na cor vermelha.

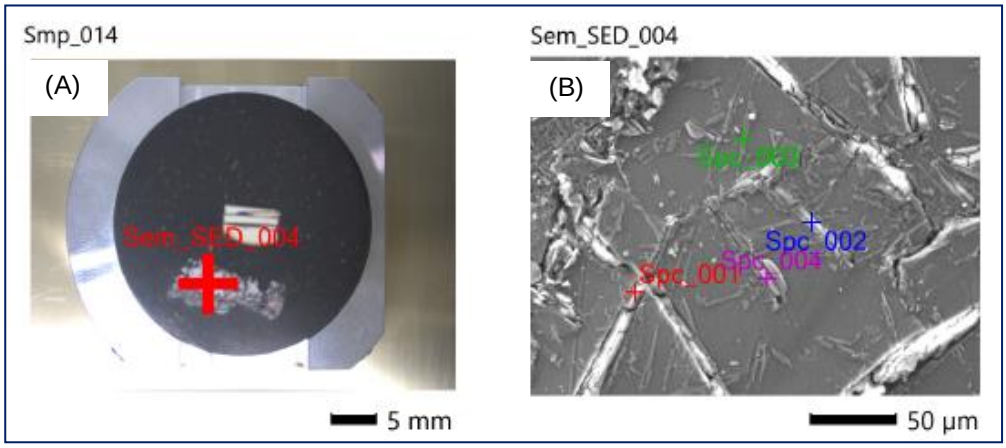


Figura 41. (A) Foto da amostra A2-2 de nanocompósito A356 e NTCPM na lâmina de EDS-2; (B) Uma micrografia do nanocompósito, indicando os pontos de retirada dos espectros: Spc 001 (vermelha); Spc 002 (azul); Spc 003 (verde); Spc 004 (Violeta).

A Figura 41 (B) apresenta as Micrografias da Amostra de nanocompósito (A356 e NTCPM), onde são indicados os pontos de retiradas dos espectros: Spc 001 (vermelha); Spc 002 (azul); Spc 003 (verde); e Spc 004 (violeta), com a possibilidade de serem os filamentos de NTCPM unidos aos grãos de A356. Os espectros de EDS-2 fornecem os elementos químicos presentes, observados no Apêndice A (Figuras A4, A5, A6 e A7).

Tabela 17. Composição Elementar – Spc 001 (Vermelha) – EDS-2

Concentração/Elemento	C	O	Al
(m/m %)	10,55±0,07	57,67±0,14	31,78±0,09
(Atom %)	15,52±0,11	63,68±0,16	20,81±0,06

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.

Fonte: Autor (2022)

Tabela 18. Composição Elementar – Spc 002 (Azul) – EDS-2

Concentração/Elemento	C	O	Al	Si
(m/m %)	12,33±0,13	40,39±0,18	44,76±0,14	2,53±0,05
(Atom %)	19,37±0,20	47,63±0,21	31,30±0,10	1,70±0,03,

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.

Fonte: Autor (2022)

Tabela 19. Composição Elementar – Spc 003 (Verde) – EDS-2

Concentração/Elemento	C	O	Al	Si
(m/m %)	17,05±0,15	1,39±0,03	14,60±0,05	66,96±0,12
(Atom %)	32,03±0,28	1,95±0,04	12,21±0,04	53,80±0,09

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.
Fonte: Autor (2022)

Tabela 20. Composição Elementar – Spc 004 (Violeta) – EDS-2

Concentração/Elemento	C	O	Al
(m/m %)	12,28±0,08	52,98±0,14	34,74±0,09
(Atom %)	18,19±0,12	58,91±0,12	22,90±0,06

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.
Fonte: Autor (2022)

Na análise de EDS-2 observou-se pelas Tabelas 17, 18, 19 e 20, os teores de alguns elementos presentes em A2-2, calculados pela média aritmética de cada um, obtendo-se os seguintes teores: Al de 28,51 %; Si de 34,75%; C de 13,11%; e O de 38,11%.

Os teores dos elementos presentes no A2-2, pelo EDS-2, possibilitaram observar que houve aumento de Si em 27,75±0,01% na microestrutura do A356 e o Al teve uma redução de 64,19±0,11% de sua composição, alterando a microestrutura e predominando outros elementos tais como o aumento do teor de C em 13,11%, pela provável introdução de NTCPM e de O em 38,11%, ambos, considerando o uso do maçarico com o oxiacetileno (C_2H_4O).

5.7.1.3 Análise de EDS-3

A Figura 42 (A) apresenta a foto da Lâmina de EDS-3, da Amostra A2-2, observada na forma em cruz de cor vermelha.

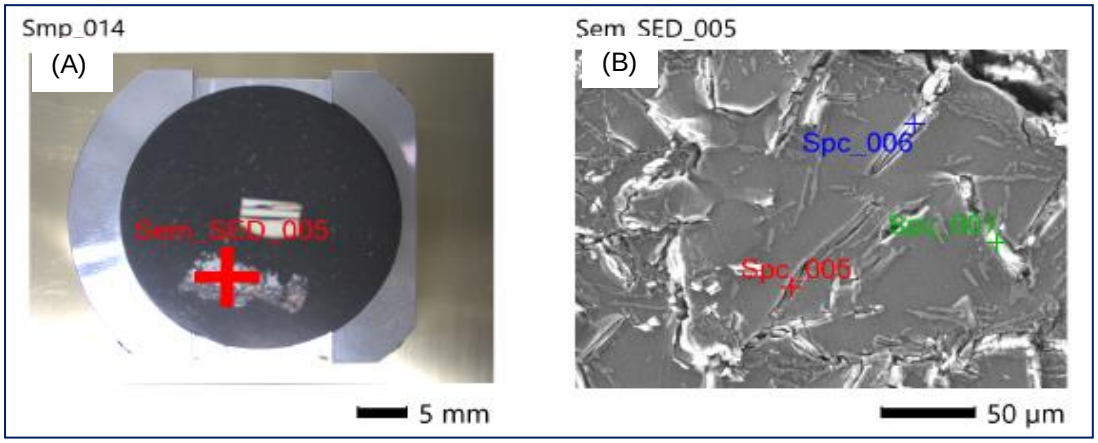


Figura 42. (A) Foto da amostra A2-2 de nanocompósito A356 e NTCPM na lâmina de EDS-3; (B) Uma micrografia do nanocompósito, indicando os pontos de retirada dos espectros: Spc 005 (vermelha); Spc 006 (azul); e Spc 007 (verde).
Fonte: Autor (2022).

A análise de EDS-3, Figura 42 (B), apresenta as micrografias da microestrutura do nanocompósito de A356 e NTCPM, onde são indicados os pontos de retiradas dos espectros: Spc 005 (vermelha); Spc 006 (azul); e Spc 007 (verde), com as possibilidades serem filamentos de NTCPM junto aos grãos de A356. Os espectros de EDS-3 fornecem os elementos químicos presentes, observados no Apêndice A (Figuras A8, A9 e A10).

Tabela 21. Composição Elementar – Spc 005 (Vermelha) – EDS-3

Concentração/Elemento	C	O	Al
(m/m %)	8,87±0,09	43,29±0,14	47,56±0,12
(Atom %)	14,17±0,14	51,92±0,17	33,82±0,12

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.
Fonte: Autor (2022)

Tabela 22. Composição Elementar – Spc 006 (Azul) – EDS 3

Concentração/Elemento	C	O	Al	Cl
(m/m %)	8,89±0,07	56,80±0,14	34,13±0,10	0,18±0,01
(Atom %)	13,32±0,11	63,84±0,16	22,75±0,07	0,09±0,01

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.
Fonte: Autor (2022)

Tabela 23. Composição Elementar – Spc 007 (Verde) – EDS-3

Concentração/Elemento	C	O	Al	Cl
(m/m %)	10,55±0,10	51,10±0,18	37,87±0,12	0,48±0,02
(Atom %)	16,00±0,15	58,18±0,20	25,57±0,08	0,25±0,01

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.

Fonte: Autor (2022)

Na análise de EDS-3 observou-se pelas Tabelas 21, 22 e 23, os teores de alguns elementos presentes em A2-2, calculados pela média aritmética de cada um, obtendo-se os seguintes teores: Al de 39,25 %; C de 9,44%; e O de 50,40%; e Cl de 0,33%.

Os teores dos elementos presentes no A2-2, pelo EDS-13 possibilitaram observar que nesta análise não houve teores de Si na microestrutura do A356 e o teor de Al reduziu-se para 39,25±0,01% de sua composição, tornando mais frágil esta região analisada, observando-se que o teor de C em 9,44%, manteve-se numa proporção baixa e a concentração de O aumentou em 50,40%, predominando na microestrutura do material, considerando que o uso do maçarico com o oxiacetileno (C_2H_4O) nesta região foi muito mais intenso que as demais regiões analisadas. A presença de Cl com baixa concentração pode ter ocorrido pela contaminação do cadinho refratário.

5.7.1.4 Análise de EDS - 4

A Figura 43 (A) apresenta a imagem da superfície da Lâmina de EDS-4, da Amostra A2-2, observada no ponto em cruz vermelha.

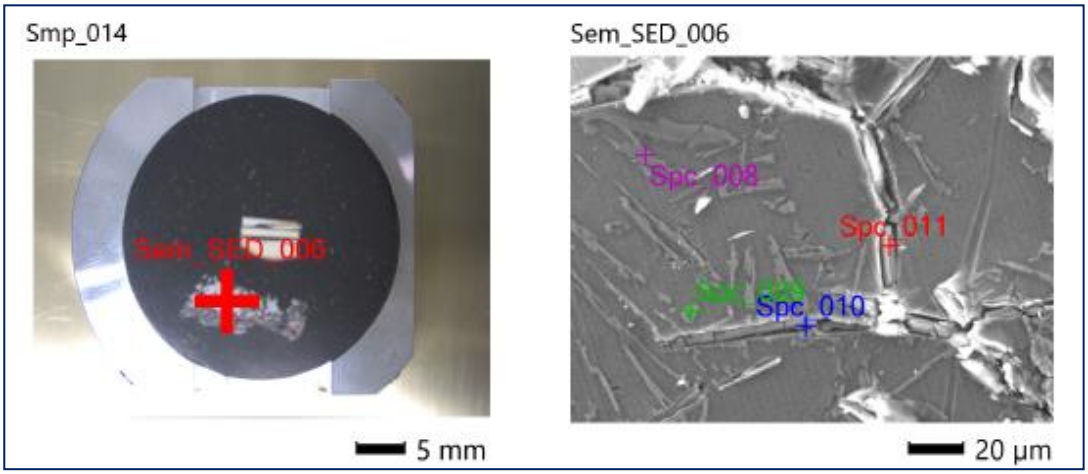


Figura 43. (A) Foto da Amostra de nanocompósito A356 e NTCPM na lâmina de EDS; (B) Micrografias da Microestrutura do nanocompósito A356/NTCPM, nos espectros: Spc 008 (violeta);Spc 009 (verde); Spc 010 (azul); e Spc 011 (vermelha).
Fonte: Autor (2022).

A análise de EDS-4, Figura 46 (B), apresenta as micrografias da microestrutura do nanocompósito de A356 + NTCPM, onde são indicados os pontos de retiradas dos espectros: Spc 008 (violeta); Spc 009 (verde); Spc 010 (azul); e Spc 011 (vermelha), considerando serem filamentos de NTCPM entre os grãos de A356. Os espectros de EDS-4 fornecem os elementos químicos presentes, observados no Apêndice A (Figuras A11, A12, A13 e A14).

Tabela 24. Composição Elementar – Spc 008 (Violeta) – EDS-4

Concentração/Elemento	C	O	Al	Si
(m/m %)	19,85±0,15	0,96±0,03	33,04±0,07	46,14±0,10
(Atom %)	36,09±0,27	1,32±0,03	26,73±0,06	35,87±0,08

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.
Fonte: Autor (2022)

Tabela 25. Composição Elementar – Spc 009 (Verde) – EDS-4

Concentração/Elemento	C	O	Al	Si
(m/m %)	19,20±0,16	0,85±0,03	15,65±0,05	64,30±0,11
(Atom %)	35,35±0,29	1,18±0,04	12,83±0,04	50,64±0,09

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.
Fonte: Autor (2022)

Tabela 26. Composição Elementar – Spc 010 (Azul) – EDS-4

Concentração/Elemento	C	O	Al	Si	Cl
(m/m %)	10,78±0,09	40,27±0,17	37,00±0,10	5,42±0,05	0,14±0,01
(Atom %)	11,75±0,19	48,78±0,21	25,48±0,07	5,39±0,03	0,07±0,01

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.

Fonte: Autor (2022)

Tabela 27. Composição Elementar – Spc 011 (Vermelha) – EDS-4

Concentração/Elemento	C	O	Al	Fe	Cl
(m/m %)	11,00±0,12	40,27±0,17	44,55±0,14	4,00±0,07	0,17±0,01
(Atom %)	11,75±0,19	48,78±0,21	31,99±0,10	1,39±0,02	0,09±0,01

Obs.: 1) (m/m %): Percentual de massa/massa; e 2) (Atom %): Porcentagem Atômica.

Fonte: Autor (2022)

Na análise de EDS-4 observou-se pelas Tabelas 24, 25, 26 e 27, os teores de alguns elementos presentes em A2-2, calculados pela média aritmética de cada um, obtendo-se os seguintes teores: Al de 32,60 %; Si de 38,62%; C de 15,21%; e O de 20,60%. Os demais elementos encontrados, foram Fe com 4,00% e Cl de 0,16%, são considerados elementos isolados devido ter havido algum contaminante na amostra.

A análise realizada comparada com a composição padrão do A356, mostra que os teores dos elementos presentes na composição do nanocompósito de A2-2, pelo EDS-4, concentraram-se em Si, Al, C e O. Os teores Al reduziram para 60,10±0,01% e de Si aumentou para 31,62±0,01%, modificando a microestrutura do nanocompósico, que pode ter sido devido ao uso prolongado do maçarico sobre a amostra na fundição. O teor de C aumentou em relação as outras regiões analisadas nos EDS e o de O manteve uma concentração média de 20±0,01%, considerando que a presença destes elementos, pode ter ocorrido por alguns fatores, o uso do oxiacetileno (C_2H_4O) e ar atmosférico, assim como pela adição de NTCPM. A presença de um teor de Fe de 4,0%, foi considerada muito elevada em relação ao

EDS-1, que provavelmente, tenha havido contaminação durante os processos de fundição no cadinho e deposição de outros nessa superfície e a microestrutura do A356 apresenta traços de $AlFe_3$. A presença de Cl em 0,16% se deve a contaminação no cadinho refratário.

5.7.2 Análise da Microestrutura por Microscopia Óptica – MO

Para a análise da Microestrutura por MO foi utilizado o Microscópico CX-3, da OLYMPUS, BRASIL, possuindo aumentos de 40x até 2000x.

Sobre a análise das microestruturas dos constituintes *as-cast* (fundidos como) da liga Al7SiMg, sem tratamento térmico T6, foi possível avaliar a presença da fase de dendríticas de alumínio primário (Al-α) no estado refinado, onde a região interdendrítica é constituída por uma microestrutura eutética irregular (Al-α)-Si, na liga não tratada termicamente, em que a fase de partículas de Si eutético, apresenta uma morfologia circular denominada também como *flakes* (flocos), rusticamente grosseira, definida por apresentar dureza, pouca resistência e baixa ductilidade, sendo propriedades mecânicas consideradas satisfatórias, por apresentar uma matriz de grão para o alumínio, no caso o A356. Entretanto, é necessário que se faça tratamento térmico para melhorar as suas propriedades mecânicas, conforme mostra a Figura 44 (A), (B) e (C) a seguir:

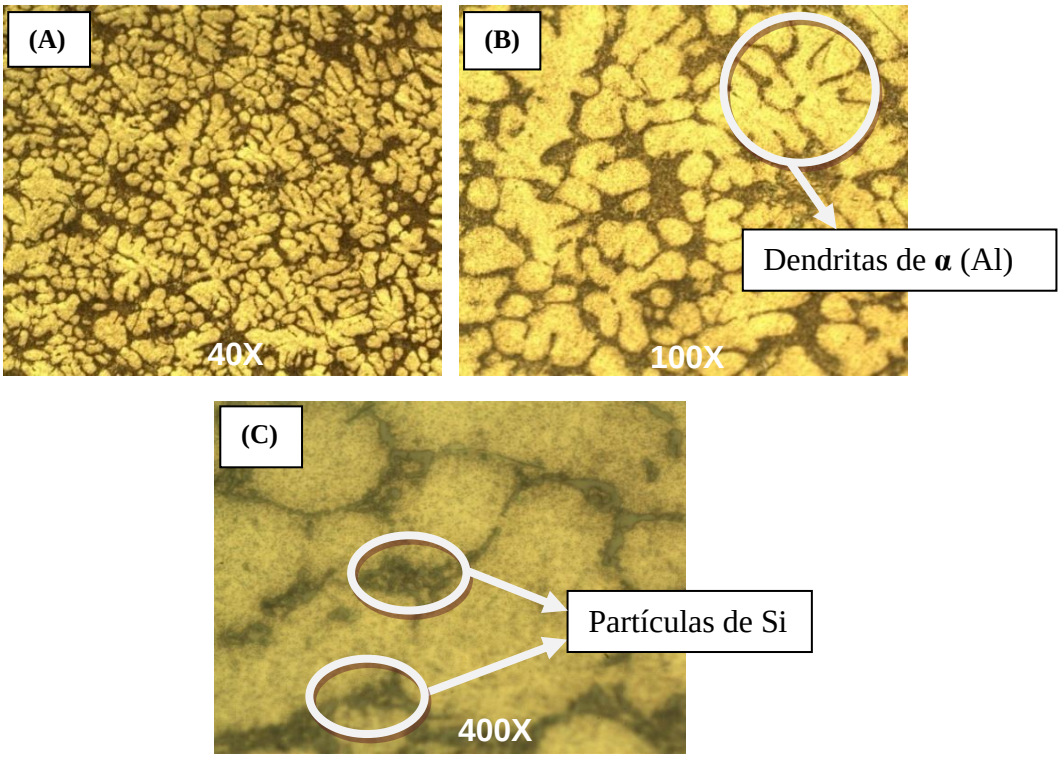


Figura 44. Microestrutura do A356 sem tratamento. (A) lente em 40x; (B) em 100x e (C) em 400x.
Fonte: Autor (2022)

Na análise seguinte, observa-se as alterações das microestruturas do nanocompósito de A356 com NTC após o tratamento térmico T6 em relação às microestruturas *das – cast* (fundidas), diferentes da apresentada anteriormente. Na Figura 45 (A), a morfologia da microestrutura do nanocompósito A356 e NTCPM, se observa a presença de vazios nas regiões escuras. Na Figura 45 (B) e (C), com ampliação em 100x e 400x respectivamente, nota-se a presença da fase intermetálica assinalada como Al_5FeSi, região eutética, sendo caracterizada em formas de agulhas finas e de medidas de comprimento superior às outras fases, em que aparecem precipitação nas regiões interdendríticas e intergranulares. Pois, durante o processo do tratamento térmico, o grão α-Al se reduz o Si se amplia ou se globuliza, devido à inibição química da nucleação de Si eutético, ocorrendo assim, a primeira nucleação de grãos, de Al eutéticos e, consequentemente, o crescimento do Si entre esses grãos de Al, adquirindo uma morfologia fibrosa e posteriormente dispersa denominada também como *broom-like*, ou seja, do tipo vassouras ou no

formato de vassouras, observadas nas imagens microscópicas.

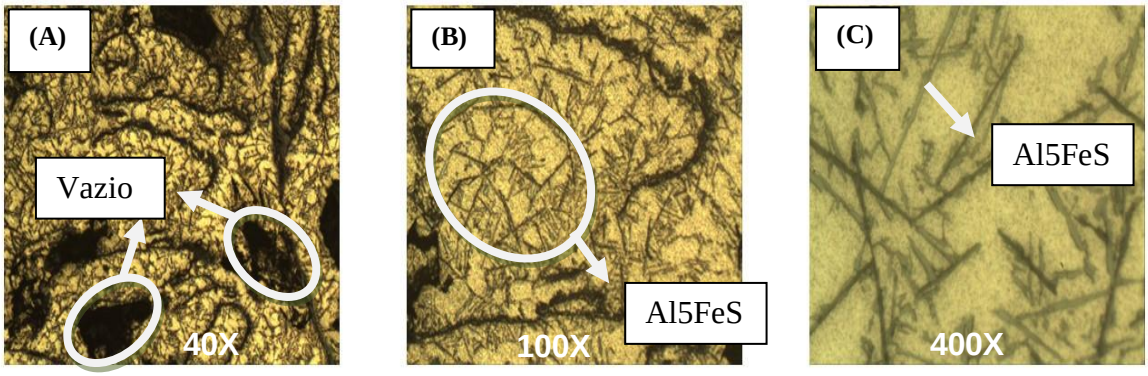


Figura 45. Microestrutura do compósito A356 e NTCPM, com tratamento. (A) lente em 40X; (B) em 100X; e (C) em 400X.
Fonte: Autor (2022).

Nas características citadas sobre o nanocompósito, de A356+NTCPM, as propriedades mecânicas são consideradas melhoradas, devido a transferência de carga da matriz na microestrutura do alumínio ao NTCPM incorporado como reforço, ocorrendo uma mudança na forma da fase microestrutural (KUMAR et al, 2023, p. 33854).

5.7.3 Análise por MEV

A análise de MEV objetiva-se a identificar composição/natureza de fases formadas na microestrutura da amostra. O Microscópio de MEV de alta resolução, Modelo JEOL JSM IT500-HR, tem características de obter imagens de alta qualidade, com emissão de elétrons através do canhão de emissão de campo, o FEG (*Field Emission Gun*), com uma vida útil de 5 anos e contendo uma sonda de alto brilho, com estabilidade da intensidade de corrente. As micrografias são obtidas com aumento até 600.000x e a resolução é acima de 2nm em condições ideais. No microscópio também está acoplado um sistema de Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS), para análise ou caracterização química de amostras, identificando elementos químicos.

5.7.3.1 Análise do nanocompósito de A356+NTCPM por MEV

Por meio da MEV (MEV), da Amostra A2-2, com 15,0 kV na dimensão em WD DE 11,4 mm, 27X, visibilidade de 500 μm, foi possível avaliar o nanocompósito

apresentado na Figura 46 (A), as medidas de comprimento dos grãos, enumerados como: 1) 1,436 mm; 2) 1,378 mm; 3) 221,1 μm; 4) 563,2 μm; 5) 309,5 μm; 6) 981,3 μm; 7) 718,8 μm; 8) 711,3 μm; 9) 725,7 μm; e 10) 636,8 μm.

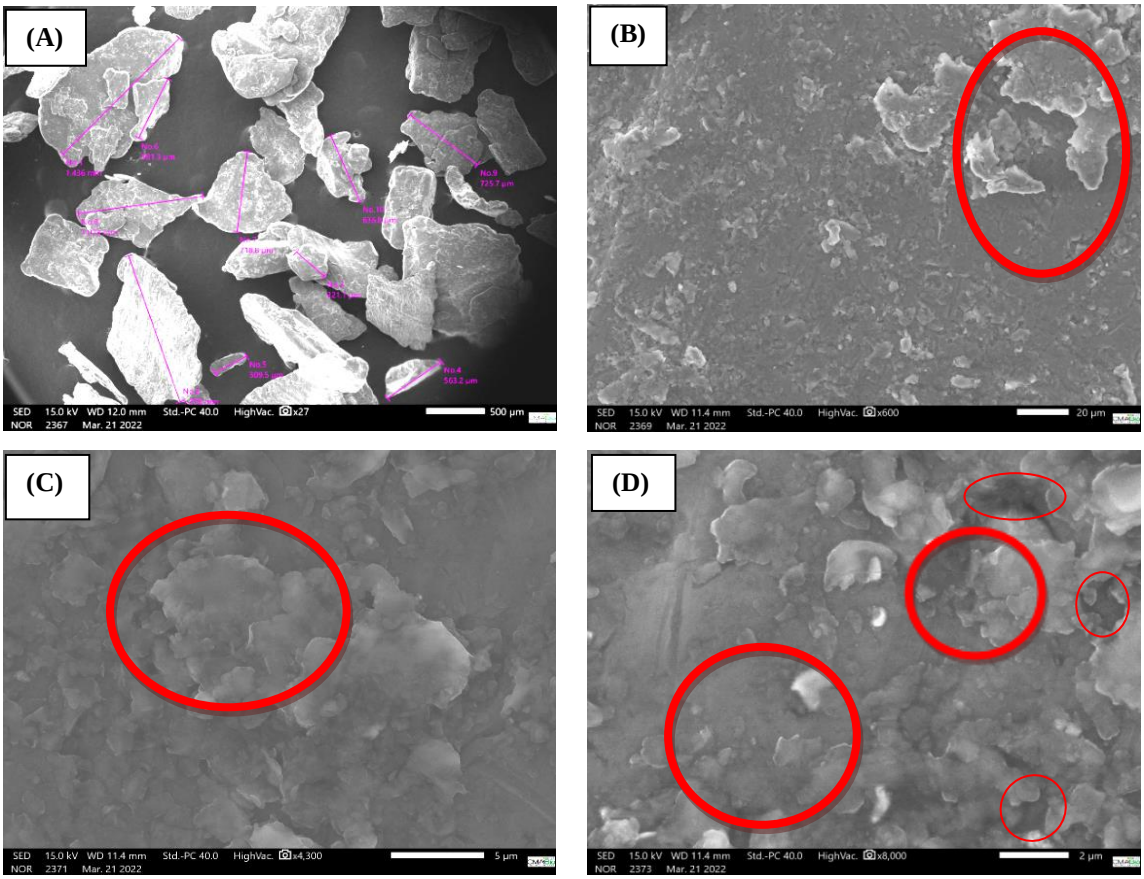


Figura 46. Microestrutura por MEV do nanocompósito A356+NTCPM em: (A) Comprimentos dos em 27X; (B) Aglomerados de A356+NTCPM (Círculo vermelho) 600X; e (C) 4,300X e (D) em 8,000x
Fonte: Autor (2022).

Na Figura 46 (B), (C) e (D) observou-se microrechupes, identificados por círculos em vermelho e porosidades, apresentando vários poros reconhecidos pela semelhança de crateras, devido a depressão ou contração na solidificação do nanocompósito de A356+NTCPM após fundição (FUOCO, 2017).

5.7.3.2 Análise da microestrutura de Ti, B, Al e NTCPM por MEV

A Figura 47 apresenta o resultado da análise da microestrutura feita por MEV, através do refino de grão, pela adição de ligas refinadoras de TiBAl, ou seja, feitas a base de Titânio, Boro e Alumínio, objetivando melhorar as propriedadses mecânicas, minimizar tensões residuais internamente e melhorar o acabamento superficial.

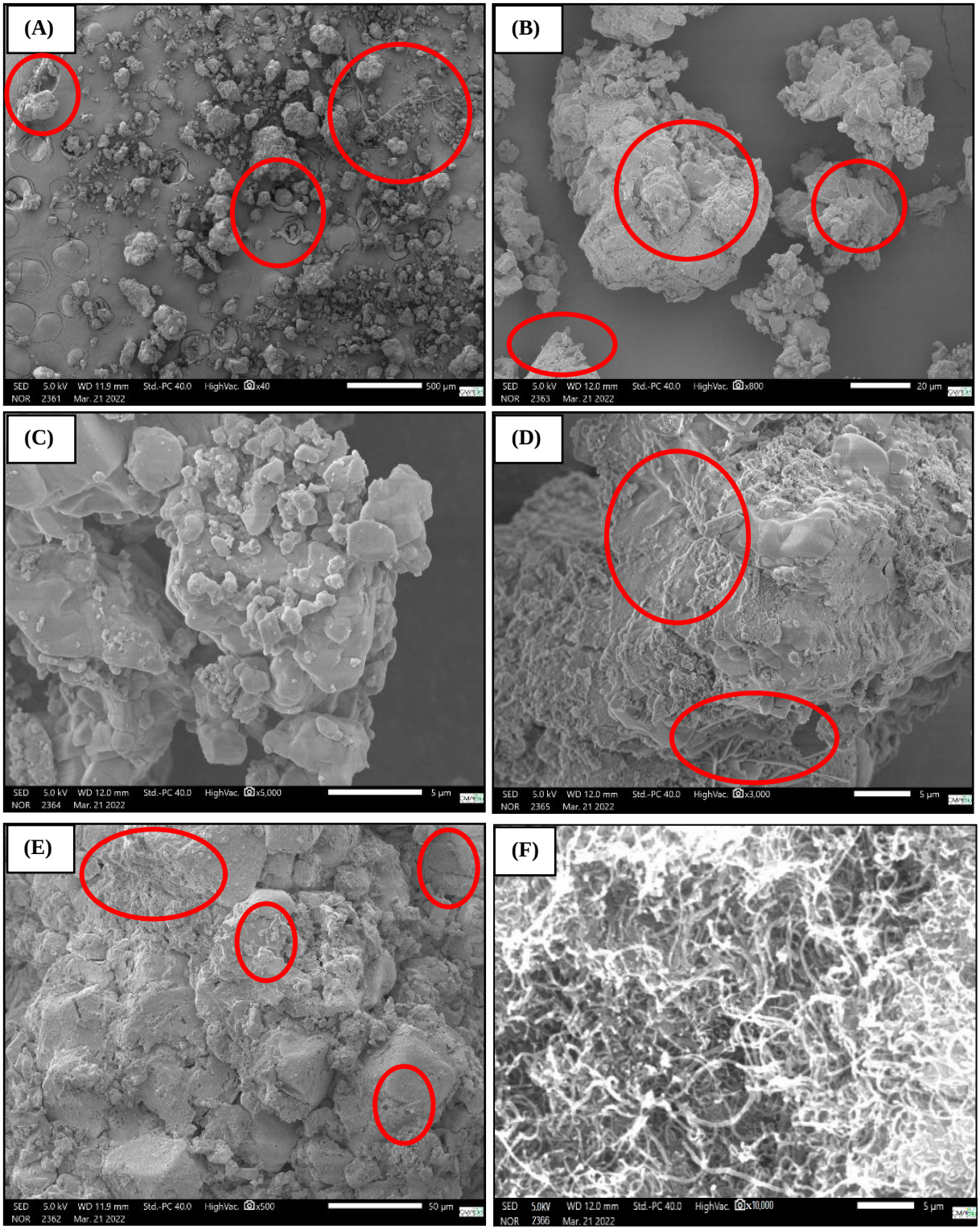


Figura 47. Microscopias do refino do grão TiBAl em: (A) 40x, (B) 800x; e (C) 5000x, (D) 3000x (E) 500x e (F) 10000x, Fibras do NTCPM.
Fonte: autor (2022)

Esta análise por MEV foi realizada em pequenas amostras do material fundido, o qual foi o resultado de 30g, de nanocompósito, preparado pela

combinação de 0,03 g de TiBAl + 29,94g de A356 + 0,03g de NTCPM, e depois levado a fundição por maçarico de oxiacetileno, com o fluxo da chama no bico, direto no nanocompósito dentro de um cadinho de cerâmica, conforme explicado no subitem 4.2.2.1.

O material fundido foi separado e levado para análise por MEV, como se observa nas ampliações das imagens e das dimensões, respectivamente, na Figura 47 (A) em 40x, (B) em 800x, (C) em 5000x, (D) em 3000x e (E) em 500x, indicados em circulos vermelhos as fibras de NTCPM. Na Figura 47 (F), as ampliações de 10000x, possibilitando observar melhor a microestrutura, com as fibras de NTCPM introduzido como reforço da microestrutura do A356. O refino de grão por TiBAl, proporcionou melhorar os tamanhos dos grãos para haver melhor resistência mecânica e ductilidade.

O refino de grão foi realizado com o TiBAl, mas o aspecto dos grãos apresentados na Figura 47 (A), (B) e (C), apresenta a microestrutura do nanocompósito depois da fundição com maçarico, de forma irregular, devido ter havido espalhamento durante a alta velocidade no fluxo de óxido de acetileno saindo com a chama pelo bico do maçarico e atingindo o nanocompósito no cadinho, por este motivo considera-se as formas dos grãos analisados pelo MEV, irregulares.

O TiBAl são ligas contendo dois tipos de refinos, os quais são: o TiB_2, diboreto de titânio, variando entre 1 e 2 μm, material cerâmico, estável, inerte e com característica de não se dissolver no Al; e o $TiAl_3$, alumineto de titânio, variando entre 30 e 50 μm , apresentando características de dissolução rápida no alumínio quando fundido. Assim, na fundição do nanocompósito de A356 + NTCPM + TiBAl, ocorreu a dispersão de TiB_2 no A356 do nanocompósito causando uma nucleação de forma heterogênea, com diminuição do grão, durante o processo de solidificação, entretanto, antes que todo o material fosse solidificado, o fluxo de oxiacetilênico, saindo na chama do maçarico, teve velocidade muito alta, espalhando partículas fora do cadinho, causando perdas de material e deixando pouco nanocompósito para ser analisado. Mas a dissolução do $TiAl_3$ proporcionou o aumento do grão (QUADRO et al, 2016, p.38).

5.7.4 Ensaio de Nanoindentação de A3 e Nanocompósito A356/NTCPM/TiBAl

As análises das propriedades mecânicas e elásticas no ensaio de

nanoindentação do nanocompósito de A356+NTCPM foram realizadas com o indentador, Modelo HM2000 FISCHERSCOPE, possuindo especificações técnicas de medição de dureza na faixa de 0,001 - 120 000 Nmm^{-2}, carga de teste de 0,1 - 2000 mN, resolução da carga de ≤ 150 nN, resolução de distância de ≤ 10 pm, nível de ruído de <175 pm, microscópio com três objetivas de 4x, 20x e 40x, Imagens de vídeo (campo de visão) em 1600 µm x 1200 µm, 320 µm x 240 µm e 160 µm x 120 µm. Os indentadores padrão do Instrumento de medição é o Vickers, e o opcional é os *Berkovich Knoop*, todos são de esferas de metal duro Ø 0,4 mm ou Ø 2,0 mm, velocidade de aproximação do indentador de ≤0,7 µm/s, profundidade máxima de indentação de 150 µm, design especial até 500 µm. mesa de medição XY programável, área da amostra de 180 mm x 150 mm, curso máximo: de 170 mm x 140 mm, precisão de repetibilidade de X/Y de ±2 µm, altura máxima da amostra de 130 mm e peso máximo da amostra 2 kg. É próprio para analisar materiais sólidos; de 1 µm, com uma força na faixa de teste 0,1 - 2000 mN. A amostra é colocada na cabeça de medição e fixada com um prendedor próprio de suporte, para a determinação da dureza Vickers, módulo elasticidade e comportamento de fluência, conforme as normas DIN EN ISO 14577, ASTM E 2546, com cabeça de medição adequada para medir deslocamento a temperaturas constantes por várias horas, podendo utilizar o microscópio nos três níveis de ampliações em posições exatas.

As amostras apresentadas neste estudo do trabalho de pesquisa são as A1 (A356 em barra), A2 (NTCPM) e A3 (A356 em cavacos). Os nanocompósitos são as amostras A1-1’ (A1 + A2) e A2-2 (A3 + A2).

Na Figura 48 (A) e (B) apresenta as curvas no processo do comportamento de Nanoindentação das amostras A3 e Nanocompósito.

A nanoindentação foi usada para medir a dureza das amostras de alumínio e dos nanocompósitos, assim como medir o Módulo de elasticidade. O gráfico de nanoindentação apresenta a carga ou força aplicada, quando a ponta do indentador toca a superfície da amostra analisada por um tempo determinado e a informação é compilada para o computador que registra os resultados do ensaio, que contribui para a análise das propriedades mecânicas do material.

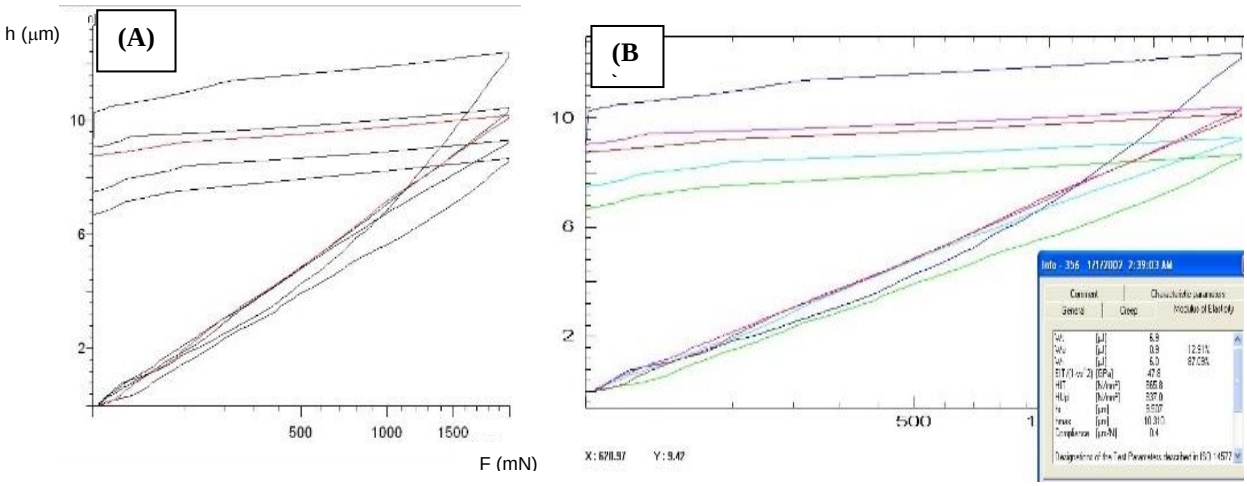


Figura 48. (A) Comportamento mecânico das curvas da nanoindentação da amostra A3; (B) Comportamento mecânico das curvas da nano indentação da amostra de Nanocompósito.
Fonte: Autor (2022).

Geralmente, a dureza é calculada em unidades de força por unidade de área projetada a partir do recuo testes, normalmente em (GPa), mas para a dureza Vickers (HV), as unidades são quilograma-força por milímetro quadrado sobre a superfície, normalmente kgf mm^{-2}. O kgf equivale a aproximadamente 9,807N. No entanto, observa-se que para a amostra A1, apresentou-se um módulo de elasticidade menor e nível de dureza maior comparado ao comportamento das curvas na imagem da amostra A3 que, por sua vez, foi produzido pelo material de A356 em pó que apresentou um módulo de elasticidade maior e nível de dureza menor. Pois, isto indica que o aumento da nano dureza está associado à incorporação da NTC, uma vez que o aumento do grão promove uma diminuição na dureza.

As grandezas apresentadas nas Tabelas 28 e 29 de Nanoindentação são de Dureza de indentação (HV), sendo a Dureza *Vickers*, Dureza do *Martens* (HM), Módulo de Indentação (EIT) é o módulo de elasticidade, Relação entre deformação elástica e trabalho de indentação (n_{plast}), altura máxima da curva de indentação ($h_{máx}$) e Área da indentação (As). As medições são realizadas com 20 s de carga, 5 s de tempo de espera e 4 s de remoção da carga.

Tabela 28. Nanoindentação das amostras A356 sem NTC

n = 19	HM (Nmm^{-2})	h_{max} (µm)	EIT (GPa)	HV (Nmm^{-2})	n_{plast} (%)	As u ($µm^2$)	Compilanção ($µmN^{-1}$)
x = 20	**808,4**	**47,93**	**64,75**	**88,3**	**90,26**	**589,44**	**0,6**
x	780,94	48,745	65,77	85,13	90,542	611,98	0,61
q	18,36	0,0589	1174,87	2,11	0,154	149,676	0,01
s	38,07	0,1221	2436,98	4,37	0,320	310,465	0,02
V/%	4,8	2,51	3,71	5,14	0,35	5,07	3,199
Min	720,2	4,712	61475,3	77,9	89,92	571,536	0,6
Máx	833,3	5,074	70366,2	90,9	91,24	662,941	0,6

Fonte: Autor (2022)

A Tabela 28 apresenta os dados das grandezas de comportamento mecânico pelas curvas de nanoindentação, Figura 48 (A) e (B), referentes ao comportamento mecânico em ambas as amostras A1 e A3, respectivamente, A356 em barra e A356 em cavacos.

Observam-se na descrição citada, a caracterização pela nanoindentação das propriedades mecânicas do A356 sem NTC, dos principais resultados de HM de 808,4 Nmm^{-2}, $h_{máx}$ de 47,93 µm, EIT de 64748,3 MPa ou 64,75 GPa, HV de 88,3 N/mm^2, n_{plast} de 90,26 % e As de 589,44 $µm^2$, mostrando que a dureza do material HM está acima do valor previsto de 780,94 Nmm^{-2}, assim como outros valores se aproximam do valor real da tabela, tais como o EIT de 65,77 GPa, HV de 85,13 Nmm^{-2} e a Relação entre deformação elástica e trabalho de indentação (n_{plast}) de 90,54%. Isto significa que o alumínio A356 está dentro dos padrões das propriedades mecânicas aplicadas para várias áreas industriais.

Tabela 29. Nanoindentação nas imagens das amostras A356 com NTC.

n = 19	HM (Nmm^{-2})	h_{max} (µm)	EIT (GPa)	HV	n_{plast} (%)	As u ($µm^2$)	Compilanção ($µmN^{-1}$)
x = 20	**724,5**	**10,17**	**47,8**	**81,8**	**87,9**	**689,1**	**0,4**
x	756,32	10,18	46,40	85,96	86,96	6,712,533	0,45
q	237,01	1,76	12,38	28,05	2,61	101,372	0,01
s	190,87	1,41	9,97	22.59	2,10	310,465	0,02
V/%	25,24	13,69	21,49	26,58	2,42	5,01	2,98
Min	496,3	8,66	29,4	56,0	84,47	491,347	0,5
Máx	1003,6	12,30	14,1	115,9	89,61	601,422	0,6

Fonte: Autor (2022)

A Tabela 29 apresenta a caracterização pela nanoindentação das propriedades mecânicas do nanocompósito de A356+NTC, de cada parâmetro com os seguintes significados: Dureza *Martens* (HM); Dureza *Vickers* (HV); Módulo de indentação (EIT) é um módulo de elasticidade; Indentação máxima no gráfico (hmáx); Coeficiente de deformação plástica); Área superficial do indentador (As); média aritmética (x), onde x/n para todas as medidas; intervalo de confiança (q); número de indentações dos parâmetros medidos (n); desvio padrão dos parâmetros medidos (s); e variação do coeficiente (V%), sendo igual a [(s/x).100%].

Os ensaios apresentaram valores de HM de 724,5 N/mm^2, hmáx de 10,17 µm, EIT de 47,8 GPa, HV de 81,8 Nmm^{-2}, n_{plast} de 87,9 % e As de 689,1 $µm^2$, mostrando resultados do ensaio do nanocompósito em que a dureza do material apresenta (HM) que está dentro do valor de 756,32 Nmm^{-2}, bem como os demais valores na média dos padrões da máquina, por apresentar módulo de elasticidade (EIT) de 46,40 GPa, HV de 85,06 Nmm^{-2} e n_{plast} de 86,96%.

O material nanocompósito de A356 com NTCPM apresentou valores médios para as propriedades mecânicas, devido as verificações de manuseio das amostras que foram produzidas nos experimentos e pelos resultados ensaiados em todas as amostras, apresentando resistência e ductilidade.

6. CONCLUSÕES

Para A1 (liga de A356 em barra) foi obtida a composição química pela EEO. Os teores dos elementos Al, Si e Mg medidos foram próximos aos valores esperados.

A1-1 é o nanocompósito A356+NTCPM obtido na primeira fundição a 800ºC em forno de fusão a gás natural, com 99% de A356 mais 1% de NTCPM. A amostra A1-1 foi fundida pela segunda à 850ºC na mufla, como tratamento térmico e obtida a amostra A1-1'.

Observou-se nos processos de fundição realizados nas amostras, que o forno de fusão a gás natural apresentou uma fundição mais eficaz em relação ao forno mufla.

Para a amostra com nanocompósitos A1-1' (segunda fundição), foi mostrado que o Módulo de Elasticidade aumentou de 7,33 para 26,74 GPa, em comparação com a liga sem NTCPM.

O uso de acetileno e oxigênio não melhorou a microestrutura do nanocompósito nem as propriedades mecânicas, na amostra A2-2 com fundição por maçarico.

A morfologia examinada por MO (amostra A2-2) mostra filamentos que podem ser considerados como NTCPM na região central e nas bordas. Avalia-se a presença de microrechupes e de porosidades que, por sua vez, tem semelhança a crateras, considerando serem as contrações realizadas na solidificação dos nanocompósitos, que apresentam ductilidade mesmo com a superfície do material seja irregular. Estes microrechupes podem ter sido ocasionados pela temperatura que foi abaixando mais lenta nestes pontos do que nos outros pontos do processo (FUOCO, 2017).

Apesar dos dados obtidos sugerirem que o uso dos NTCPM na liga do A356 pode melhorar as suas propriedades mecânicas, como o módulo de elasticidade e a dureza, no caso do uso de forno de fusão a gás natural, outros estudos mais detalhados, envolvendo a variação sistematicamente do teor de NTCPM serão necessários.

REFERÊNCIAS

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **Manual de Fundamentos e Aplicações do Alumínio**. 2ª ed. Comissão Técnica da Associação Brasileira do Alumínio – ABAL, Maio/2007. São Paulo: ABAL, 2007.

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **ABAL na mídia: resultados sobre o desempenho do setor em 2018 repercutem nos principais veículos de comunicação do País**. 2019. Disponível em <https://abal.org.br/noticia/abal-na-midia-resultados-sobre-o-desempenho-do-setor-em-2018-repercutem-nos-principais-veiculos-de-comunicacao-do-pais/>. Acesso em: 12 jun. 2021.

ABBASIPOUR, B.; NIROUMAND, B.; MONIR VAGHEFI S.M. **Compo casting of A356-CNT composite**. Trans. Nonferrous Met. Soc. China: v.20. p.1561−1566, 2010.

ABDULWAHAB, M.; MADUGU, I.A.; ASUKE, F.; FAYOMI, O.S.I.; AYENI, F.A. **Effect of thermal ageing treatment on the mechanical properties of antimony-modified A356.0-type Al-Si-Mg alloy**. CODEN: JMESCN. J. Mater. Environ. Sci. v.4, n.1. p.87-92, 2013.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Alumínio e suas ligas: Classificação da Composição Química**. ABNT NBR 6834. Rio de Janeiro: ABNT, 2007.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Alumínio e suas ligas: Ensaio de tração dos produtos dúcteis e fundidos**. NBR 7549:2001. Rio de Janeiro: ABNT, 2001.

ALAM, T.; ANSARI, A.H. **Review on aluminium and its alloys for automotive applications**. Department of Mechanical Engineering, Aligarh, Muslim University, Aligarh-202002. India: International Journal of Advanced Technology in Engineeringand Science. v.5, n.5. p.278-294, 2017.

ARDILA-RODRÍGUEZ, L.A.; MENEZES, B.R.C.; PEREIRA, L.A.; TAKAHASHI, R.J.; OLIVEIRA, A.C.; TRAVESSA, D.N. **Surface modification of aluminum alloy swith carbono nano tubes by laser surface melting, Surface & Coatings Technology**. v.377. p.124-930, 2019.

ASKELAND, D.R.; WRIGHT, W.J. **Essentials of Materials Science and Engineering**. 4 ed. Boston, USA: Cengage Learning, Inc., 2019.

BABU, J.S.S; SRINIVASAN, A; KANG, C.G. **Nano and macromechanical properties of aluminium (A356) based hybrid composites reinforced with multiwall carbon nanotubes/alumina fiber**. Journal of Composite Materials. v.51, n.11: p.1631-1642, 2017.

BRANDI, S.D.; MELLO, F.D.H. **Soldagem: Processo e Metalurgia**. Coordenação Emilio Wainer. São Paulo: Edgard Blücher, 2004.

CALLISTER Jr., W.D.; RETHWISCH, D.G. **Materials Science and Engineering: An Introduction**. 9 ed. New York: John Wiley & Sons, p.425, 2013.

CALLISTER Jr., W.D.; RETHWISCH, D.G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 9 ed. [Reimpr.]. Rio de Janeiro: LTC, 2018.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 3ª ed. São Paulo: Editora Edgarg Blücher Ltda, 1974.

CORAZZA, M.Z.; SANTOS, P.M.; SEGATELLI, M.G.; PEREIRA, A.C.; TARLEY, C.R.T. **Avaliação de Nanotubos de Carbono funcionalizados visando o Desenvolvimento de Métodos de Pré-Concentração de Íons Metálicos e Determinação por Técnicas Espectrométricas e eletroanalíticas**. Quim. Nova, v.43, n.8, p.1086-1103, 2020.

COUTINHO, T.A. **Análise e prática: Metalografia de não - ferrosos**. São Paulo: E. Blücher, p.128, 1980.

CULLITY, B.D. **Elements of X-Ray Diffraction**. 2nd ed. Editora: Addison-Wesley Publishing Company, Inc., Reading, MA. Massachusetts - Menlo Park, California London - Amsterdam - Don Mills, Ontario - Sydney 1978.

DIAS, F.S.; LAVAREDA, C.R.; MENDES, L.F.; QUEIROZ, J.L. **Análise Microestrutural de Nanocompósitos de Matriz Metálica de alumínio Reforçada com 2% de NTC**. Natal: 22º CBECiMat, p.3871-3880, 2016.

DWIVEDI, S.P.; RAGHVENDRA, S.S.; MISHRA, K. **A356 Aluminum Alloy and applications - A Review**. India: Advanced Materials Manufacturing & Characterization. v.4, n.2. p.81-86, 2014.

ELIAS, A.L.P. **Avaliação do efeito corrosivo de ligas de alumínio em rodas automotivas**. São Paulo: XXVIII CONIC UNICAMP, 2020.

ERZI, E.; GÜRSOY, Õ.; YÜKSEL, C.; COLAK, M.; DISPINAR, D. **Determination of Acceptable Quality Limitf or Casting of A356 Aluminium Alloy: Supplier's Quality Index (SQI)**. Metals – MDPI. v.9, n.957, p.1-14, 2019.

FARIA, S.M. **Estudo comparative dos efeitos do tratamento térmico T6 e modificações nas microestruturas através da análise de corrosão por perda de massa na liga A356**. Limeira-SP: UNICAMP, 2021.

FEIJOO, I.; PENA, G.; CRISTÓBAL, M.J.; CABEZA, M.; REY, P. **Efeito do conteúdo de nanotubos de carbono e das condições de moagem mecânica na fabricação de compósitos AA7075/MWCNT**. Metals – MDPI. v.12, n.6, p.1-24, 2022.

FERDIAN, D.; LACAZE, J. **Evaluation of (Al)-Si Eutectic Reference Temperature of A3xx alloys**. Materials Science Forum. v.790-791, p.367-372, 2014.

FONSECA, J.A.M. **Produção e Caracterização de Compósitos de Alumínio Reforçados com Nanotubos de Carbono**. Portugal: FEUP, 2012.

FUOCO, R. **Propriedades Mecânicas de Peças Fundidas em Ligas Al-Si**. São Paulo: 17º CONAF/ABIFA, 2017.

GORNI, A.A. **FS: Fundição e Serviços**. Aranda Editora, n.160, p.8, 2006.

GROSHEL, A.; STAUDER, B.; LELLIG, K.; KUBE, D.; BYCZYNSKI, G. **Componentes fundidos em Al para motores altamente solicitados**. Fundição e Serviços. n.208, p.23-24, 2010.

HANIZAM, H.; SALLEH, M.S.; OMAR, M.Z.; SULONG, A.B.; YAHAYA, S.H.; SISWANTO, N. **Effect of Magnesium Surfactant on Wettability of Carbon Nanotube in A356 Alloy compósite**. JAMT. v.13. n.2, 2019.

HASKEL, T.; VERRAN, G.O.; BARBIERIS, R.; CORRÊA, G.D.B. **Análise comparativa das propriedades mecânicas e de fadiga rotativa da liga A356**. Rio de Janeiro: 70º Congresso ABM Week, p.2058-2064, 2015.

HORVATH, A.C.; SAKER, F.; ICHIKAWA, M.; BORGES, T. **Inteligência, Eficiência, Autonomia e Customização: As Vantagens da Indústria 4.0**. Revista Alumínio - Inovação e Sustentabilidade. São Paulo: Verbus Comunicação, 2019. Disponível em: <https://revistaaluminio.com.br/edicao/edicao-55/>. Acesso em 10 jul. 2021.

IIJIMA, S. **Helical microtubules of graphitic carbon**. Japan: Nature, v.354, p.56-58, 1991.

JENG, S.C.; CHEN, S.W. **The solidification characteristics of 6061 and A356 aluminum alloys and their ceramic particle-reinforced composites**. Acta Materialia. v.45, n.12, p.4887-4899, 1997.

KIM, H.; BABU, J.; KANG, C.G. **Hot Extrusion of A356 Aluminum Metal Matrix Composite with Carbon Nanotube/Al_2O_3 Hybrid Reinforcement**. The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International. v.45, n.5, 2014.

KIM, H.; BABU, J.S.S.; KANG, C.G. **Fabrication of A356 aluminum alloy matrix composite with CNTs/Al_2O_3 hybrid reinforcements**. Metallurgical and Materials Transactions. v.573, p.92-99, 2013.

KORI, S.A.; MURTY, B.S.; CHAKRABORTY M. **Development of an efficient grain refiner for Al–7Si alloy and its modification with strontium**. v.283, p.94-104, 2000.

KUMAR, A.P.; MADHU, H.C.; PARIYAR, A.; PERUGU, C.S.; KAILAS, S.V.; GARG, U.; ROHATGI, P. **Friction stir processing of squeeze cast A356 with surface compacted graphene nanoplatelets (GNPs) for the synthesis of metal matrix composites**. Materials Science & Engineering A, 2019.

KUMAR, N.; SOREN, S.; NIRALA, A.; ALMAKAYEEL, N.; KHAN, T.M.Y.; KHAN, M.A. **Distribution of Carbon Nanotubes in an Aluminum Matrix by a Solution-Mixing Process**. ACS Omega. v.8, p.33845−33856, 2023.

KVAČKAJ, T.; BIDULSKÁ, J.; KOČIŠKO, R.; BIDULSKÝ, R. **Effect of severe plastic deformation on the properties and structural developments of high purity Al and Al-Cu-Mg-Zr aluminium alloy**. Croácia: Tech, 2011.

KWON, H.; TAKAMICHI, M.; KAWASAKI, A.; LEPAROUX, M. **Investigation of the interfacial phases formed between carbon nano tubes and aluminum in a bulk material**. v.138, p.787-793, 2013.

LAZAROVA, R.; BOJANOVA, N.; DIMITROVA, R; MANOLOV, V. **Influence of Nanoparticles introducing in the melt of Aluminium Alloys on castings Microestructure and Prorperties**. Bulgaria: Institute of Metal Science, 2016.

LIM, Y.P.; YEO, W.H.; MASITA, A. **Effect of heat treatment on gravity die-cast Sc-A356 aluminium alloy**. v.4, n.3. EDP Sciences, 2017.

LIMA, H.R.M.; SILVA, L.M.; SOUZA, P.P.; SANTOS, J.S.; NASCIMENTO, N.R.; MEDEIROS, S.R.A.; RODRIGUES, R.A.; MACEDO NETO, J.C. **Efeito de Diferentes Tratamentos Térmicos na Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Al-Si Fundidas por Gravidade**. Curitiba: v.6, n.4, p.18681-18696, 2020.

LIPECKA, J.; ANDRZEJCZUK, M.; LEWANDOWSKA, M.; JANCZAK-RUSCH, J.; KURZYDLOWSKI, K. **Evaluation of thermal stability of ultrafine grained aluminium matrixcomposites reinforced with carbon nanotubes**. v.71, p.1881–1885, 2011.

LOPES, M.C.; TRIGUEIRO, J.P.C.; CASTRO, V.G.; LAVALL, R.L.; SILVA, G.G. **Otimização do processo de dispersão de nanotubos de carbono em poliuretano termorrígido**. v.26, n.1, p.81-91, 2016.

LINDEMANN, F.A. **The calculation of molecular vibration frequencies**. USA: NTRS - NASA Technical Reports Server. v.11, p.609-612, 1910.

MANOCHEHRIAN, A.; HEIDARPOUR, A.; MAZAHERI, Y.; GHASEMI, S. **On the surface reinforcing of A356 aluminum alloy by nanolayered Ti_3AlC_2 MAX phase via friction stir processing**. Science Direct. v.377, p.124884, 2019.

MAZAHERI, Y.; MALMIR, R.; JALIVAND, M.M.; SHEIKHI, M.; HEIDARPOUR, A. **Mechanical properties and tribological performance of A356/Cr3C2-NiCr surface compound developed by high-speed oxy-fuel and post-friction agitation processing treatment**. Surfaces and Interfaces. v.28, p. 124884, 2022.

NASCIMENTO, L.G.S.; SOUZA, J.A.S.; BRAGA, G.C.T.; SÁ, F.A. **Influência da adição de Nanotubos de Carbono nas propriedades mecânicas da liga Al-2%Ni solidificada unidirecionalmente**. Rio de Janeiro: 71º Congresso ABM Week, p.233-240, 2016.

OKUMURA, T.; TANIGUCHI, C. **Engenharia de Soldagem e Aplicações**. Rio de Janeiro: LTC Editora S.A., 1982.

OLIVEIRA BRITO, P.R. **Reforço superficial em alumínio fundido por nanotubos de carbono via tratamento de solubilização**. Pará: UFPA, 2021.

OLIVEIRA, R.O.M.; ROCHA, O.F.L. **Tratamento térmico de precipitação – T6 em roda de liga leve de motocicleta**. Ano 30, v.5. Natal: IFRN, 2014.

OLIVEIRA, B.L. **Síntese de Nanotubos de Carbono (NTC) por Deposição Química de Vapor Empregando Fe/$CaCO_3$ e Fe/NTC como Catalisador**. Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2009.

OLIVEIRA, M. **Ciência e Tecnologia no Brazil: Pesquisa FAPESP**. Minas Gerais: UFMG, v.118, p.62-68, 2005.

QUADRO, A.L.; RAPOSO, M.T.; SABARIZ, A.L.R. **Uso do nióbio como refinador de grão para ligas de aluminio-silício**. Volta Redonda: Cadernos UniFOA, n. 30, p.37-45, 2016.

ROHDE, R.A. **Metalografia Preparação de Amostras: Uma abordagem prática,** Versão–3.0. in.: Laboratório de Ensaios Mecânicos e Materiais. Santo Ângelo: LEMM, 2010. Disponível em: < https://www.academia.edu/31853909/METALOGRAFIA_PREPARA%C3%87%C3%83O_DE_AMOSTRAS_Uma_abordagem_pratica_Vers%C3%A3o_3_0>. Acesso em 12 dez. 2023.

RODRIGUES, F.A.S. **Incorporação de nanotubos de carbono em superfície de ligas de alumínio A6101 trefilado**. Belém: UFPA, 2015.

SALAS, W.; ALBA-BAENA, N.G.; MURR, L.E. **Explosive Shock-Wave Consolidation of Aluminum Powder/Carbon Nanotube Aggregate Mixtures**: **Optical and Electron Metallography**. The Minerals, Metals & Materials, Society and ASM International, 2007.

SANTOS, F.L. **Nanotubos de Carbono – Propriedades Físicas, Químicas e Aplicações**. 1 ed. COEQ, 2020.

SEGUNDO, E.H.; VERRAN, G.O.; BATISTA, G.M. **Análise dos efeitos dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial sobre a microestrutura da liga de alumínio A356**. Revista Matéria. v.20, n.4, 2015.

SHACKELFORD, J. **Ciência dos Materiais**. 6 ed. São Paulo: Pearson, p.556, 2008.

SHARIATINIA, Z. **Applications of carbon nanotubes**. Handbook of Carbon-Based Nanomaterials. v.7, p.321-364, 2021.

SILVA, C.C. **Efeito de Inoculantes para Refino de Grão e Modificador de Eutético na Curva de Resfriamento da Liga A356 e da Liga A356 Reciclada**. Guaratinguetá: UNESP, 2016

SILVA, G.L.S.; CAMPOS, J.C.C.; SILVA, C.L.; CARLOS, I.R.R.; SIQUEIRA, A.M.O.; BRITO, R.F.; MINETTE, L.J. **Análise de temperatura de chama no processo oxi corte usando gás acetileno: um estudo numérico**. The Journal of Engineering and Exact Sciences. v.6, n.12, 0555–0563, 2020.

SILVABALAN, R.; THANGADURAI, K.R. **Rheo casting of Aluminum Alloy A356 based on Various Parameters: A Review**. International Journal of Engineering Research & Technology. v. 7, n.5, 2018.

SMITH, W.F.; HASHEMI J. **Fundamentos de Engenharia e Ciências dos Materiais**. 5 ed. Porto Alegre: AMGH Editora, 2012.

SOUZA FILHO, A.G.; FAGAN, S.B. **Funcionalização de Nanotubos de Carbono**. Quim. Nova. v.30, n.7, p.1695-1703, 2007.

STEIN, J.; LENCZOWSKI, B.; ANGLARET, E.; FRÉTY, N. **Influence of the concentration and nature of carbon nanotubes on the mechanical properties of AA5083 aluminium alloy matrix composites**. CARBON. n.77, p.44–52, 2014.

STONE, A.J.; WALES, D.J. **Estudos teóricos do icosaédrico C_{60} e algumas espécies relacionadas**. Cartas de Física-Química. p.501-503, 1986.

STRATTON, S.W. **Circular of The Bureau of Standards: Copper wire Tables**. 3 ed. Washington: USA, n.31, 1912.

TERRA, A.; MAGALHÃES, A. **Alótropos do Carbono**. Rev. Ciência Elementar, v.11, n.3, p.033, 2023.

WEI, X.; WANG, M.; BANDO, Y.; GOLBERG, D. **Thermal stability of carbon nanotubes probed by anchored tungsten nanoparticles**. Publishing Science and Technology of Advanced materials. v.12**,** p.044605, 2011.

ZARUR, G.D. **Análise de ensaios de tração de diversos corpos de prova metálicos em diversos estados**. Blumenau: UFSC, 2017.

ZHANG, K.; STOCKS, G. M.; ZHONG, J. **Melting and premelting of carbon nano tubes**. Nanotechnology. v.18, n.28, p.285703, 2007.

APÊNDICE A

Espectros de EDS.

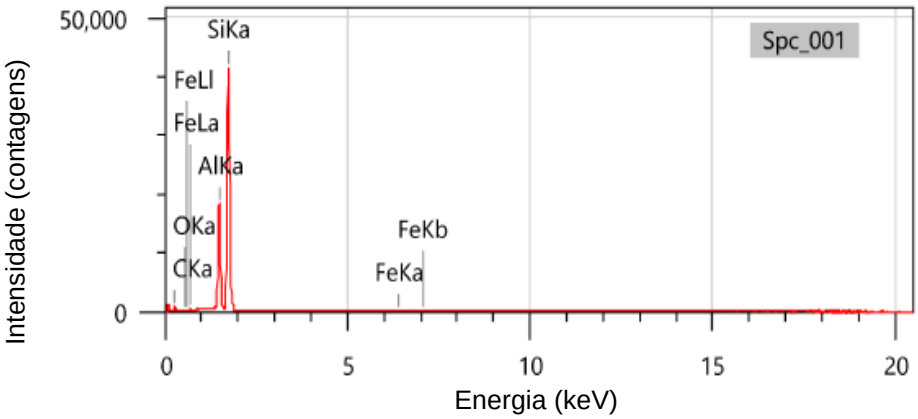


Figura A1. Espectros de EDS-1, Spc 001, picos vermelhos, destacam os elementos: Si, Al, C, O e Fe.
Fonte: Autor (2022).

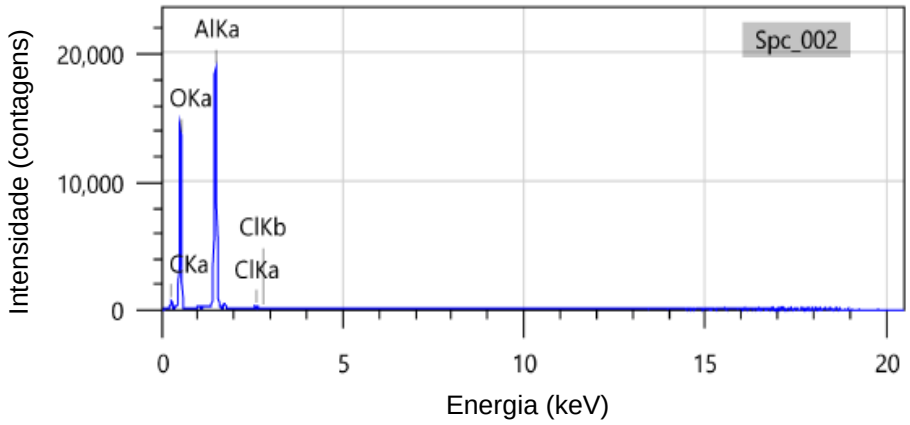


Figura A2. Espectros de EDS-1, de Spc 002, picos azuis, destacam os elementos: Al, O, C e Cl.
Fonte: Autor (2022).

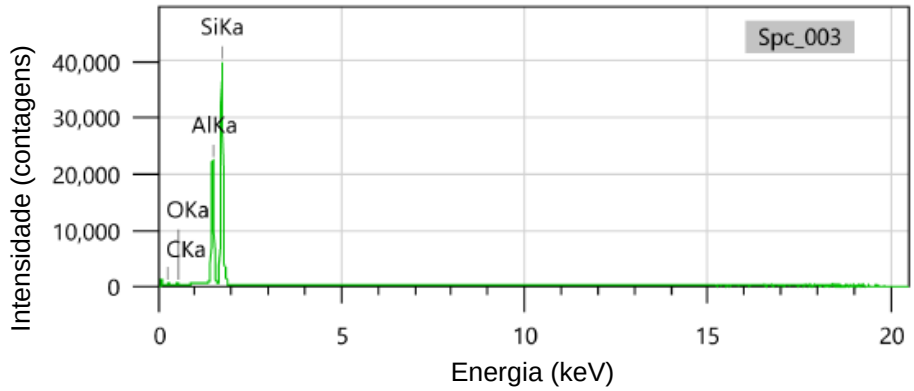


Figura A3. Espectros de EDS-1, de Spc 003, picos verdes, destacam os elementos: Si e Al, C, O e Si.
Fonte: Autor (2022).

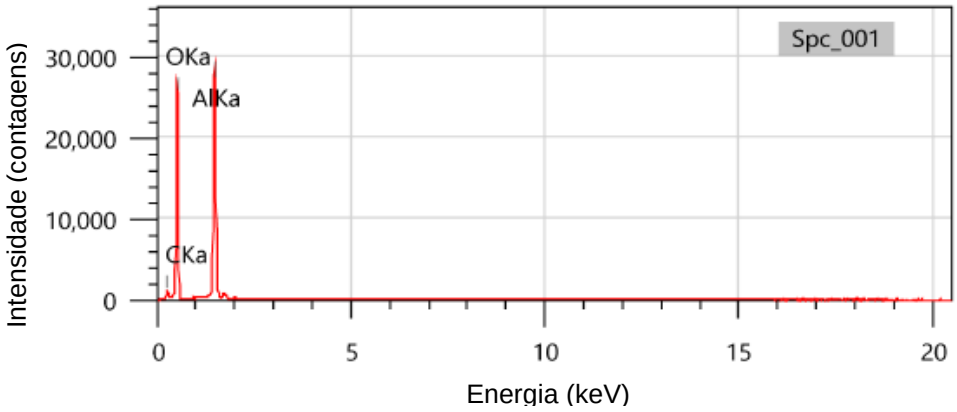


Figura A4. Espectros de EDS, Spc 001, picos vermelhos, destacam os elementos: O, Al e C.
Fonte: Autor (2022).

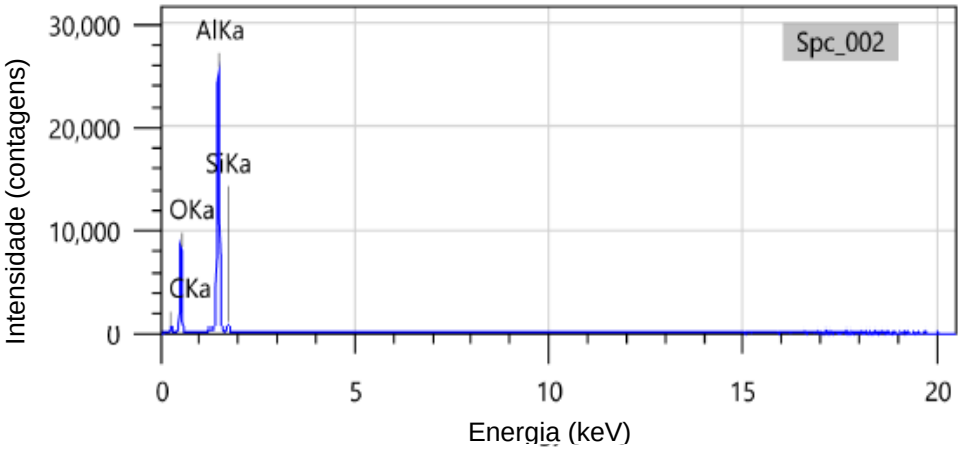


Figura A5. Espectros de EDS-2, Spc 002, picos azuis, destacam os elementos: Al, Si, O e C.
Fonte: Autor (2022).

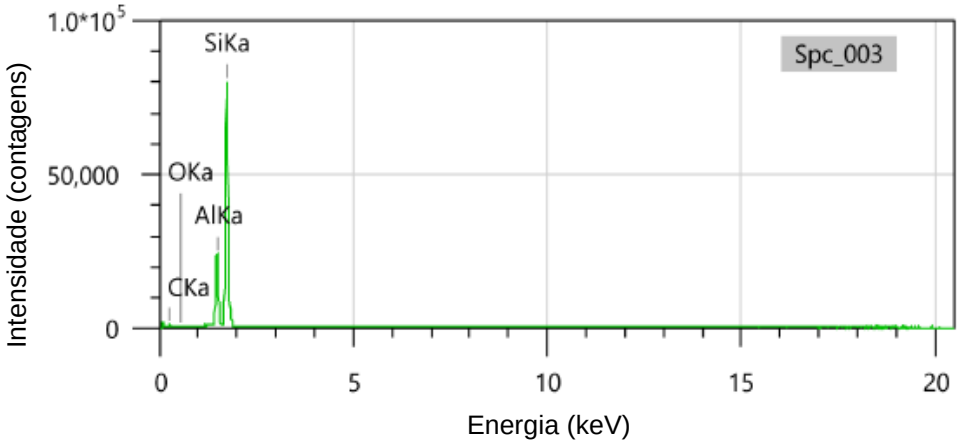


Figura A6. Espectros de EDS-2, Spc 003, picos verdes, destacam os elementos: Si, Al, C e O.
Fonte: Autor (2022).

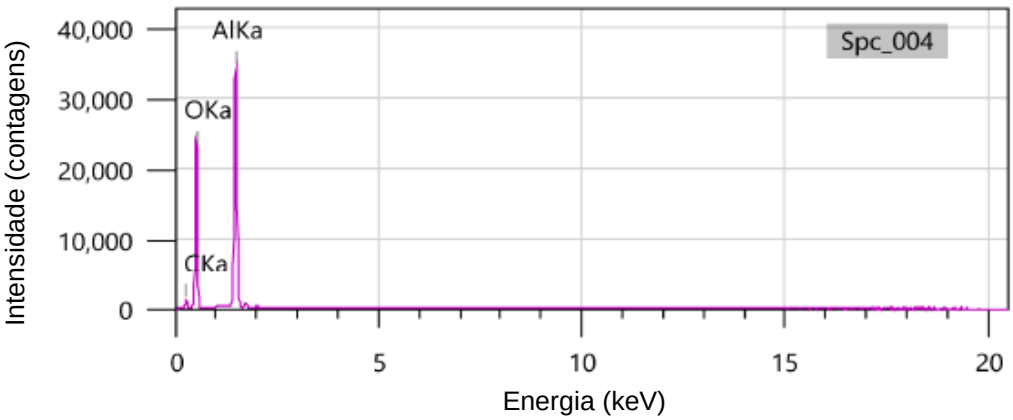


Figura A7. Espectros de EDS-2, Spc 004, picos violetas, destacam os elementos: Al, O e C.
Fonte: Autor (2022).

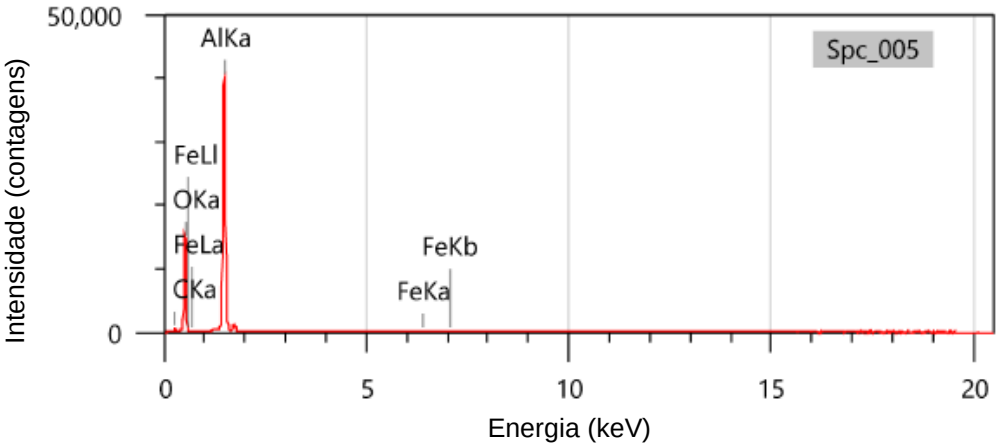


Figura A8. Espectros de EDS-3, Spc 005, picos vermelhos, destacam os elementos: Al, C e O.
Fonte: Autor (2022).

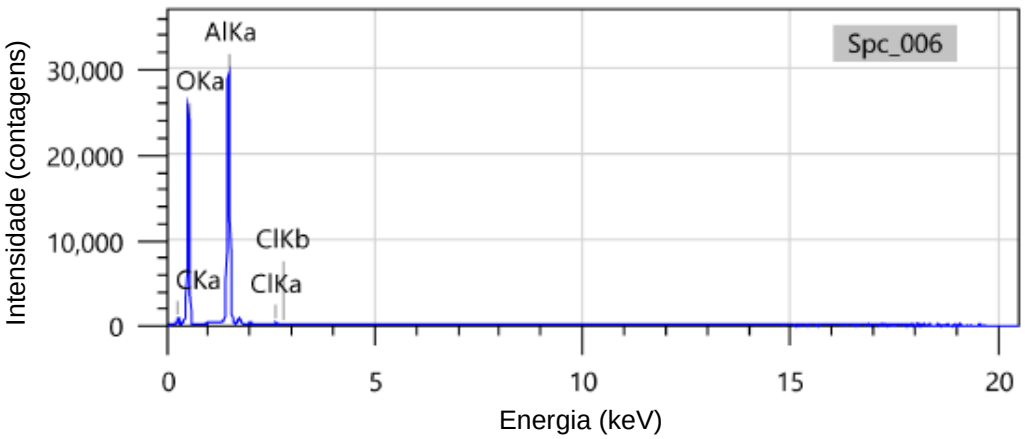


Figura A9. Espectros de EDS-3, Spc 006, picos azuis, destacam os elementos: C, O, Al e Cl.
Fonte: Autor (2022).

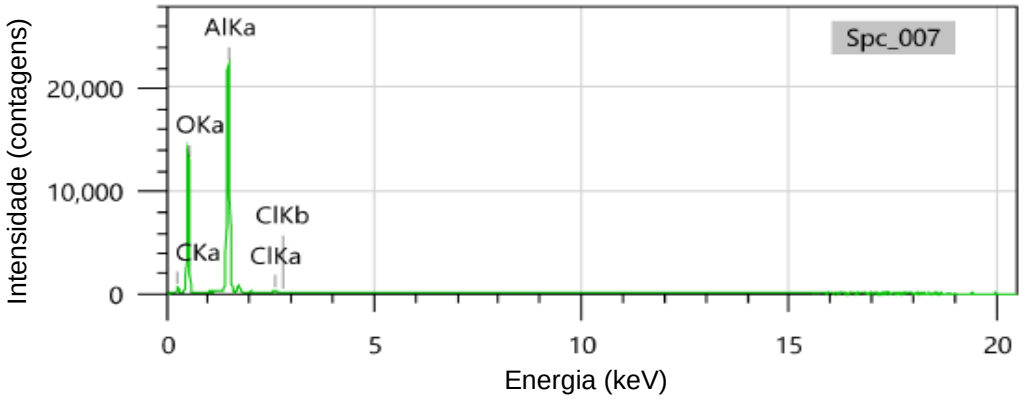


Figura A10. Espectros de EDS-3, Spc 007, picos verdes, destacam os elementos: Al, O, C e Cl.
Fonte: Autor (2022).

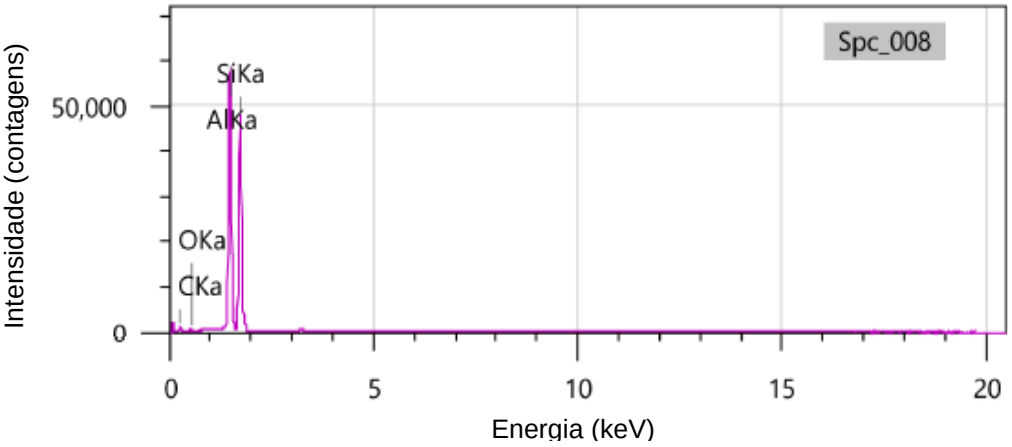


Figura A11. Espectros de EDS-4, Spc 008, picos violetas, destacam os elementos: Si, Al, C e O.
Fonte: Autor (2022).

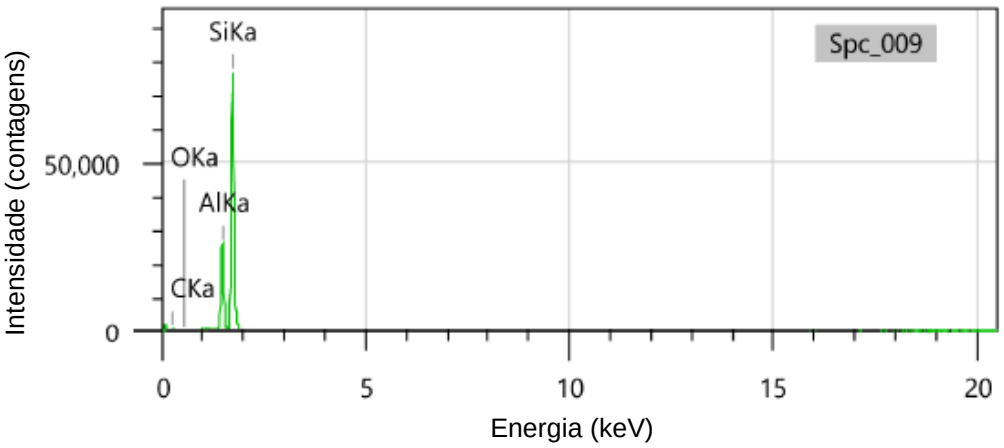


Figura A12. Espectros de EDS-4, espectros Spc 009, picos verdes, destacam os elementos: Si, Al, C e O.
Fonte: Autor (2022).

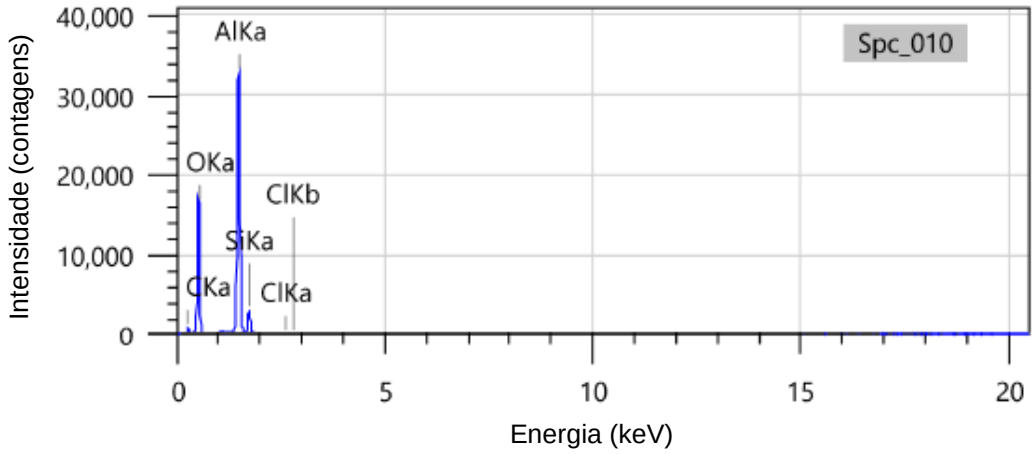


Figura A13. Espectros de EDS-4, Spc 010, picos azuis, destacam os elementos: C, Al, O e Si.
Fonte: Autor (2022).

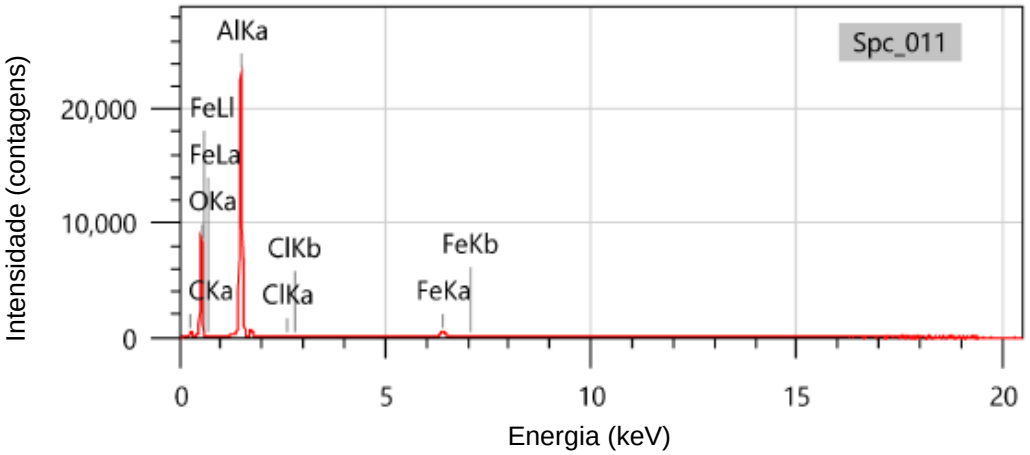


Figura A14. Espectros de EDS-4, Spc 011, picos vermelhos, destacam os elementos: Al, O, C, Fe e Cl.
Fonte: Autor (2022).