

## 1. INTRODUÇÃO.

Os materiais compósitos vêm aumentando sua presença na vida das pessoas devido a sua versatilidade, já que aproveitam propriedades de materiais conhecidos para combiná-las e melhorá-las. São constituídos por uma matriz (fase contínua) que contém uma ou mais fases distintas, fisicamente distribuídas chamadas de reforço. Estas fases podem estar na forma de fibras, partículas, lamelas, tendo como característica a existência de uma interface definida com a matriz. Neste tipo de materiais, uma das dimensões dessas fases deve estar na escala nanométrica (uma dimensão menor a 100 nm) com o que se espera, confira um espectro maior nas propriedades do material final. Vários tipos de reforço vêm sendo utilizados, como por exemplo, nanopartículas cerâmicas [1], nanofibras de carbono [2], e argilas [3] entre outras.

Desde o primeiro relato dos nanotubos de carbono (CNTs “*carbon nanotubes*”) por Iijima [4] em 1991, muitos pesquisadores têm estudado suas características e aplicações por apresentarem propriedades superiores quando comparadas com materiais já conhecidos. Nanotubos de carbono vem sendo usados na área farmacêutica para entrega de medicamentos em pontos específicos, como sensores de gases na indústria, como filamentos de emissão em microscópios eletrônicos, na produção de nanocompósitos de matriz metálica, cerâmica e polimérica entre outros [5, 6,].

Os materiais reforçados com CNTs tem apresentado grande interesse devido às superiores propriedades mecânicas (módulo de elasticidade da ordem de 1 TPa) e de transporte (condutividade elétrica da ordem de  $1850 \text{ Scm}^{-1}$  e térmica da ordem de  $3000 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) [7]. É esperado que com a incorporação de CNTs, a matriz melhore suas propriedades como um todo. Por exemplo, em matrizes cerâmicas a tenacidade e resistência à propagação de trincas, assim como resistência ao choque térmico são procuradas. Em matrizes metálicas espera-se melhorar propriedades mecânicas como a dureza, resistência à fadiga e desgaste, assim como propriedades magnéticas e de condução elétrica e térmica. Em matrizes poliméricas o objetivo é aumentar as propriedades mecânicas, ainda que

tenham sido apresentados alguns relatos sobre a melhoria nas propriedades de condução elétrica [8,9].

Os materiais nanocompósitos de matriz metálica são de especial interesse uma vez que os metais ainda são os materiais mais usados na indústria tanto em elementos estruturais como funcionais, e com a incorporação de CNTs, estes se convertem em materiais mais leves e com melhores propriedades físicas. Materiais nanocompósitos de matriz metálica estão sendo usados com sucesso em dispositivos eletrônicos, sensores, trocadores de calor, estruturas resistentes ao desgaste entre outros. Algumas aplicações são: CNT-Sb/Sn como ânodos em baterias de Lítio, CNT-Ni/P como recobrimentos resistentes ao desgaste, materiais de CNT-Co para aplicações magnéticas devido a sua alta coercividade [10,11]. Entre os nanocompósitos de matriz metálica, os de cobre reforçados com CNTs são considerados como materiais para aplicações em dispositivos eletrônicos, em trocadores de calor, assim como elementos estruturais [12, 13].

O sucesso para a obtenção deste tipo de materiais depende de vários fatores, como a distribuição dos CNTs dentro da matriz (aleatoriamente distribuídos ou alinhados) e a interface matriz-CNT, pois dependendo desta vai ser garantida a condução eletrônica assim como também vão ser transmitidos os esforços quando o compósito for submetido a cargas mecânicas. Além disso, devem ser estudados os efeitos que eles produzem na matriz devido a sua incorporação (em materiais metálicos como a porosidade, defeitos como discordâncias, tamanho de grão, etc).

Os fatores anteriores estão diretamente ligados ao método de síntese usado, assim como o posterior processamento do nanocompósito em pó, quando é requerida a produção de materiais em “*bulk*”. Problemas inerentes na síntese, como por exemplo, a baixa ou nula molhabilidade dos CNTs por metais, sua aglomeração devido a forças de Van der Waals e a alta razão de aspecto [14], requerem etapas prévias de funcionalização que permitam melhorar a interface CNT-metal, assim como sua dispersão na matriz metálica. No entanto, essas etapas de funcionalização podem prejudicar estruturalmente os nanotubos, assim como podem modificar suas propriedades [15].

Por outro lado, etapas de processamento como compactação e sinterização requerem aplicações de pressão e temperatura as quais, não somente vão influir nas matrizes (porosidade, densidade, tamanho de grão, etc), como também na

integridade estrutural dos CNTs uma vez incorporados. Outro fator importante a ser considerado é a fração em massa ou volumétrica dos CNTs dentro da matriz, que vai influenciar diretamente nas propriedades finais do nanocompósito.

Grandes esforços estão sendo realizados para obter com sucesso um nanocompósito Cu-CNT tendo em vista que os problemas anteriormente mencionados fazem com que em cada etapa da síntese e processamento existam fatores que afetarão diretamente as características finais do material. Além disso, os resultados obtidos até agora por diferentes pesquisadores mostram contradições, assim como lacunas na caracterização dos nanocompósitos obtidos.

No contexto acima exposto, o objetivo principal deste trabalho é produzir um material nanocompósito de cobre-nanotubos de carbono de parede múltipla por rota química, processá-lo termo-mecanicamente, caracterizá-lo estrutural e analiticamente e, finalmente, avaliar suas propriedades mecânicas e de transporte elétrico. As etapas experimentais para este objetivo são:

- Avaliar a funcionalização dos CNTs, usando tratamentos com ácidos, com espectroscopia Raman, infravermelho, fotoelétrons induzidos por raios X (XPS) e avaliar a influência do meio dispersante na decoração deles com o cobre, usando potencial Z e microscopia eletrônica de transmissão (TEM).
- Sintetizar o nanocompósito por rota química: dissociação, redução com hidrogênio, variando as frações em massa ou volumétricas dos nanotubos de carbono:
  - 0,5% wt – 2% Vol
  - 2% wt – 8,1% Vol
  - 5% wt – 20,3% Vol.
- Compactar e sinterizar o nanocompósito em pó usando os métodos de sinterização convencional e SPS (“*Spark Plasma Sintering*”).
- Caracterizar analiticamente o nanocompósito usando espectroscopia por energias dispersivas (EDS), espectroscopia por perda de energia de elétrons (EELS), difração de raios X (DRX).
- Caracterizar estruturalmente o nanocompósito usando: microscopia eletrônica de transmissão convencional (TEM), de alta resolução (HRTEM) e por varredura - transmissão (STEM).

- Avaliar as propriedades mecânicas (dureza, módulo de elasticidade do nanocompósito) em função da fração volumétrica dos CNTs, usando ensaios de nanoindentação.
- Avaliar as propriedades de transporte (resistividade elétrica) do nanocompósito em função da fração volumétrica dos nanotubos de carbono a diferentes temperaturas.

Para o desenvolvimento destes objetivos serão apresentados nos capítulos a seguir, aspectos específicos para cada item da seguinte maneira:

No capítulo dois descreve-se brevemente uma introdução aos nanotubos de carbono, suas características e algumas propriedades, assim como, aspectos de molhabilidade, funcionalização e dispersão.

No capítulo três são descritas as rotas de produção de nanocompósitos de matriz metálica assim como o método de síntese química e os métodos de processamento, sinterização convencional e SPS com alguns conceitos teóricos e cálculos termodinâmicos.

As técnicas de caracterização por microscopia eletrônica de transmissão, varredura - transmissão, assim como as técnicas espectroscópicas Raman, XPS e caracterização mecânica por nanoindentação são apresentadas no capítulo quatro.

No capítulo cinco é descrito o procedimento experimental do trabalho.

O capítulo seis contém os resultados e discussões, destacando-se a microscopia eletrônica de transmissão como ferramenta principal à caracterização.

As conclusões e recomendações para trabalhos futuros são apresentados no capítulo sete e oito respectivamente.