

7. CONCLUSÕES.

Nanocompósitos Cu-MWCNT com diferentes frações de MWCNTs foram produzidos e consolidados em pastilhas. Diferentes variáveis foram analisadas desde a funcionalização dos nanotubos de carbono, dispersão, síntese química e produção de pastilhas por processos de sinterização convencional e SPS. Em todas as etapas de síntese e processamento procedeu-se a detalhada caracterização nanoestrutural e composicional. As pastilhas consolidadas foram testadas nas suas propriedades de resistência mecânica e condutividade elétrica.

As principais conclusões experimentais são listadas a seguir:

1. Durante a funcionalização com ácidos os nanotubos de carbono são modificados superficialmente. Análises feitas por FTIR indicam a incorporação de grupos funcionais carboxílicos que são associados à formação de defeitos por oxidação das paredes dos CNTs. O grau de oxidação dos nanotubos avaliado por XPS sugere que não existe grande diferença entre os MWCNTs funcionalizados pelo método convencional e os funcionalizados por microondas (O/C=11,5%).
2. Embora os MWCNTs produzidos por microondas apresentassem maior quantidade de defeitos refletido no incremento de sua carga negativa para atrair os íons de cobre melhorando a interface, eles apresentam menor estabilidade térmica decorrente da maior presença de defeitos o qual limita seu uso a temperaturas maiores a 600 °C.
3. Usando o tetrahidrofurano (THF) como solução contendo a mistura íons de Cu-MWCNT, foram obtidos melhores resultados de homogeneidade na decoração dos CNTs comparado com a água. Com THF as nanopartículas de cobre apresentaram morfologia facetada com tamanho de partícula na ordem de 29 nm, enquanto usando água, as nanopartículas de cobre apresentaram morfologia esférica com tamanho inferior a 20 nm. As nanopartículas de cobre não vinculadas aos nanotubos mostraram tamanho médio de 100 nm.

4. Medições realizadas por difração de raios X das amostras produzidas pelos dois métodos de sinterização indicam a presença de cobre metálico puro. No entanto, reoxidação pode ocorrer, como foi detectado por EDS e EELS. A interface Cu-C avaliada por EELS indicaria a presença de cobre metálico.
5. As pastilhas produzidas por SPS atingiram maiores valores de densidade relativa (94-98,8%) comparado com a sinterização convencional (87-94%). Os nanocompósitos sinterizados, apresentam heterogeneidade no tamanho de grão, desde 100nm a 4 μ m. Isto pode ser interpretado como decorrente da própria heterogeneidade na deformação plástica durante a compactação especialmente no processo de sinterização convencional. Com o aumento das frações de MWCNTs o tamanho de grão diminui nos dois processos indicando que os nanotubos atuam como barreiras para o crescimento de grão. Ainda assim o tamanho é bem menor comparado com os materiais de cobre comerciais, processados termomecanicamente, cujo tamanho de grão esta na ordem de centenas de micrômetros.
6. Durante as diferentes etapas da produção dos nanocompósitos os nanotubos apresentam incremento de defeitos decorrente das variáveis de cada processo. Usando espectroscopia Raman avaliando a relação I_D/I_G foi detectado um aumento de 80% de defeitos desde a funcionalização até a produção das pastilhas sinterizadas.
7. Nas pastilhas foi observado bom grau de sinterização entre os grãos de cobre, com presença de maclas de recozimento, discordâncias e campos de deformação próximos aos lugares onde se encontraram os CNTs. Massiva difusão de nanotubos nos contornos de grão do cobre foi vista no processo SPS possivelmente devido a electromigração por aplicação de altas intensidades de corrente.
8. A incorporação de nanotubos de carbono na matriz de cobre melhora as propriedades de condutividade elétrica comparada com materiais de cobre sem nanotubos quando é usado o processo de sinterização convencional. Variando a fração em peso dos nanotubos de carbono (0,5 ; 2 e 5 % em massa), o nanocompósito com 5% em massa apresentou melhores resultados aumentando a condutividade elétrica em 98% comparado com o cobre sem nanotubos a temperatura ambiente. Quando é usado o SPS a

resistividade elétrica aumenta devido à grande segregação de nanotubos nos contornos de grão do cobre que atuam como impurezas e centros de espalhamento de elétrons.

9. A dureza dos nanocompósitos, medida por nanoindentação, foi superior nas pastilhas sinterizadas por SPS comparados com as sinterizadas convencionalmente. Os maiores valores foram obtidos com a amostra de 2 vol% MWCNTs (0,5 wt%), onde se obteve um incremento de 139 %. Esse dado indicaria um limite para incorporação de nanotubos para se obter maiores propriedades mecânicas.
10. O módulo de elasticidade calculado nos testes de nanoindentação foi menor ao cobre puro para as amostras sinterizadas convencionalmente. Para as amostras sinterizadas por SPS o módulo foi maior em 65,5 % quando contem 2 vol% MWCNTs (0,5 wt%). No entanto deve ser levado em conta que os resultados são alterados pela presença de poros, já que as pastilhas não atingiram uma densidade relativa maior a 99%.