

**Universidade Federal de Pelotas**  
**Centro de Desenvolvimento Tecnológico**  
**Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais**



**Dissertação de Mestrado**

**Comportamento em Fluência sob Variação de Temperatura e  
Condutividade Elétrica em Solicitação Cíclica de Filamentos de  
Nanotubos de Carbono**

**Franchescole Borges Cardoso**

**Pelotas, 2025.**

**Franchescole Borges Cardoso**

**Comportamento em Fluência sob Variação de Temperatura e Condutividade Elétrica em Solicitação Cíclica de Filamentos de Nanotubos de Carbono**

Dissertação de Mestrado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal de Pelotas como requisito parcial à obtenção de título de mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof. Dr<sup>a</sup>. Alice Gonçalves Osorio

Pelotas, 2025.

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas  
Catalogação da Publicação

C268c Cardoso, Frantchescole Borges

Comportamento em fluência sob variação de temperatura e condutividade elétrica em solitação cíclica de filamentos de nanotubos de carbono [recurso eletrônico] / Frantchescole Borges Cardoso ; Alice Gonçalves Osorio, orientadora. — Pelotas, 2025.

57 f. : il.

Dissertação (Mestrado) — Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro de Desenvolvimento Tecnológico, Universidade Federal de Pelotas, 2025.

1. Filamentos de nanotubos de carbono. 2. Fluência. 3. Fadiga. 4. Condutividade elétrica. I. Osorio, Alice Gonçalves, orient. II. Título.

CDD 620.11063

Elaborada por Simone Godinho Maisonave CRB: 10/1733

**Franchescole Borges Cardoso**

**Comportamento em Fluência sob Variação de Temperatura e Condutividade Elétrica em Solicitação Cíclica de Filamentos de Nanotubos de Carbono**

Dissertação aprovada, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Pelotas.

Data de Defesa: 27/06/2025

Banca examinadora:

---

Prof. Dr<sup>a</sup>. Alice Gonçalves Osorio (Orientadora)  
Doutora em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande Do Sul (UFRGS)

---

Prof. Dr<sup>a</sup>. Fernanda Mazuco Cain  
Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel)

---

Prof. Dr. Rubens Camaratta  
Doutor em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande Do Sul – UFRGS

---

Prof. Dr. Fernando Machado Machado (Suplente)  
Doutor em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande Do Sul – UFRGS

## Resumo

CARDOSO, Franchescole Borges. **Comportamento em Fluência sob Variação de Temperatura e Condutividade Elétrica em Solicitação Cíclica de Filamentos de Nanotubos de Carbono**. Orientadora: Alice Gonçalves Osório. 2025. 57 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2025.

A popularização de dispositivos eletrônicos portáteis faz com que a busca por sistemas cada vez mais flexíveis, adaptáveis e energeticamente autossuficientes se intensifique. A rigidez estrutural da eletrônica tradicional e a necessidade de fornecimento de energia a partir de baterias convencionais representam barreiras ao avanço tecnológico. Nesse cenário os nanomateriais, especialmente à base de carbono, se mostram opções promissoras para o desenvolvimento de dispositivos flexíveis cada vez mais compactos. Além disso, esses materiais são capazes de capturar a energia de fontes ambientais, como fontes luminosas, térmicas, mecânicas, etc., e transformá-las em energia utilizável, tornando-os autossuficientes. Se tratando de colheita mecânica de energia, os filamentos de nanotubos de carbono (CNTYs) tem se mostrado uma alternativa em potencial para essa aplicação. Além das suas excelentes propriedades mecânicas e elétricas, esses nanotubos na forma de filamentos macroscópicos apresentam, também, a capacidade de converter energia mecânica em elétrica, possibilitando sua utilização como sensores, atuadores, músculos artificiais, entre outros. Embora haja grande expectativa em torno desses materiais, eles ainda se encontram na fronteira do conhecimento e requerem mais estudos para uma melhor compreensão de suas características e respostas, principalmente em ambientes adversos e extremos, como solicitações dinâmicas e variação de temperatura. Nesse contexto, o presente trabalho teve como objetivo a avaliação de CNTYs em condições estáticas e dinâmicas, bem como avaliação de resposta elétrica em solicitações dinâmicas. Para isso, CNTYs foram produzidos pelo método *forest spinning*, sendo confeccionados com 5 camadas de filmes de nanotubos com largura de 55 mm, torcidos 2000 vezes por metro, e densificados com acetona. Durante o processo de torção, os filamentos foram tensionados com uma carga de 5 g. Os nanotubos foram caracterizados por microscopia e espectroscopia Raman. Posteriormente, foram avaliados por ensaios mecânicos de tração e fluência, onde a fluência foi baseada no percentual da carga de ruptura obtida nos testes de tração (50, 70 e 80% YBL) da carga de ruptura. Ainda, esses ensaios foram realizados com variação de temperatura, (25 e 50°C). Após os ensaios mecânicos, a ruptura dos filamentos foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura, buscando entender o mecanismo sofrido pelos filamentos. Além disso, a condutividade elétrica dos filamentos foi avaliada de forma *in situ*, durante ciclos definidos de fadiga, de modo a entender a influência dos estiramentos dos CNTYs sob cargas cíclicas de tração/relaxamento na sua condutividade elétrica. A produção resultou em filamentos densos, uniformes e com boa reprodutibilidade, tendo seu diâmetro médio de  $89,69 \pm 3,47 \mu\text{m}$ , ângulo de hélice médio de  $28,56 \pm 1,87^\circ$  e carga máxima sob tração em média de  $1,65 \pm 0,5 \text{ N}$ . Seu mecanismo de falha apresentou uma densificação mecânica que precede a ruptura. Inicialmente há uma eliminação de vazios na

estrutura gerando maior interação entre eles. Sob fluência os filamentos ensaiados em 50°C apresentaram tempos de falha menores se comparados aos de 25°C, atribuído a agitação térmica ocasionada pela alta temperatura. A deformação cresceu com o aumento do percentual de carga para ambas as temperaturas. Quanto ao comportamento elétrico, os ciclos de sollicitação mecânica proporcionaram melhorias na condutividade elétrica dos filamentos devido a possível aproximação dos nanotubos e eliminação de vazios na estrutura.

**Palavras-chave:** filamentos de nanotubos de carbono, fluência, fadiga, condutividade elétrica.

## ABSTRACT

### CARDOSO, Franchescole Borges. **Creep Behavior under Temperature Variation and Electrical Conductivity under Cyclic Loading of Carbon Nanotube Filaments.**

Advisor: Alice Gonçalves Osório. 2025. 57 f. Dissertation (Masters in Materials Science and Engineering) – Federal University of Pelotas, Pelotas, 2025.

The popularization of portable electronic devices intensifies the pursuit of increasingly flexible, adaptable, and energetically self-sufficient systems. The structural rigidity of traditional electronics and the need for power supply from conventional batteries represent barriers to technological advancement. In this scenario, nanomaterials, especially carbon-based ones, prove to be promising options for developing increasingly compact flexible devices. Moreover, these materials are capable of harvesting energy from environmental sources, such as light, thermal, mechanical, etc., and converting it into usable energy, making them self-sufficient. Regarding mechanical energy harvesting, carbon nanotube yarns (CNTYs) have shown potential as an alternative for this application. Besides their excellent mechanical and electrical properties, these nanotubes in the form of macroscopic yarns also exhibit the ability to convert mechanical energy into electrical energy, enabling their use as sensors, actuators, artificial muscles, among others. Although there are high expectations surrounding these materials, they are still at the frontier of knowledge and require further studies for a better understanding of their characteristics and responses, especially in adverse and extreme environments, such as dynamic loading and temperature variations. In this context, the present project aimed to evaluate CNTYs under static and dynamic conditions, as well as to assess their electrical response under dynamic loading. For this, CNTYs were produced by the forest spinning method, manufactured with 5 layers of nanotube films with a width of 55 mm, twisted 2000 times per meter, and densified with acetone. During the twisting process, the yarns were tensioned with a 5 g load. The nanotubes were characterized by microscopy and Raman spectroscopy. Subsequently, they were evaluated by tensile and creep mechanical tests, where the creep was based on the percentage of the breaking load obtained in the tensile tests (50, 70, and 80% YBL). Furthermore, these tests were performed with temperature variation (25 and 50°C). After the mechanical tests, filament fracture was evaluated by scanning electron microscopy, seeking to understand the mechanism undergone by the yarns. Additionally, the electrical conductivity of the yarns was evaluated in situ during defined fatigue cycles, to understand the influence of CNTY stretching under cyclic tensile/relaxation loads on their electrical conductivity. The production resulted in dense, uniform yarns with good reproducibility, having an average diameter of  $89.69 \pm 3.47 \mu\text{m}$ , an average helix angle of  $28.56 \pm 1.87^\circ$ , and an average maximum tensile load of  $1.65 \pm 0.5 \text{ N}$ . Their failure mechanism showed mechanical densification preceding rupture. Initially, there is an elimination of voids in the structure, generating greater interaction between them. Under creep, the yarns tested at 50°C presented shorter failure times compared to those at 25°C, attributed to the thermal agitation caused by the high temperature. Strain increased with higher load percentages for both temperatures. Regarding electrical behavior, the cycles of mechanical loading provided improvements in the

yarn's electrical conductivity due to the possible approximation of nanotubes and elimination of voids in the structure.

**Keywords:** carbon nanotube yarns, creep, fatigue, electrical conductivity.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Formas alotrópicas do carbono.....	17
Figura 2 - Número de publicações nos últimos dez anos. Dados coletados na base de dados ScienceDirect. ....	18
Figura 3 – Ilustração de um CNT sendo enrolado a partir de uma folha de grafeno .	18
Figura 4 - (a) Ilustração SWNT; (b) Ilustração MWNT.....	19
Figura 5 - Uma folha grafeno com quiralidade .....	20
Figura 6 - Tipos de CNTs de acordo com a quiralidade .....	20
Figura 7 - Método Forest Spinning .....	26
Figura 8 - Fluxograma .....	31
Figura 9 - (a) Vista lateral do aparato; (b) Vista frontal do aparato; (c) Acessório .....	32
Figura 10 - Dispositivo para a torção dos CNTY .....	33
Figura 11 - (a) Filme de CNTs; (b) Filme enrolado; (c) Torção do filamento; (d) Ilustração do processo .....	34
Figura 12 - Moldura para CPs .....	35
Figura 13 - CP para medir condutividade elétrica .....	36
Figura 14 - (a) MO CNTY com foco nas laterais; (b) MO CNTY com foco no centro; (c) MEV CNTY 1000x; (d) MEV CNTY 2000x .....	39
Figura 15 - Espectro Raman de um CNTY.....	40
Figura 16 - Curvas de tração dos CNTY .....	41
Figura 17 – Curvas dos ensaios de fluência dos CNTYs à 25°C .....	43
Figura 18 - Curvas do ensaio de fluência dos CNTYs à 50°C.....	44
Figura 19 - Dados estatísticos da deformação e tempo de falha em 25°C e 50°C....	45
Figura 20 - (a) Falha do CNTY com carga de 70% do YBL e temperatura de 25°C; (b) Falha do CNTY com carga de 70% do YBL e temperatura de 50°C.....	47
Figura 21 - Comportamento elétrico dos CNTY sob cargas cíclicas das duas amostras testadas .....	48

## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 – Dados de resistência e deformação para os ensaios de tração. ....	41
--	----

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	11
<b>2 OBJETIVO</b> .....	13
<b>2.1 Objetivos específicos</b> .....	13
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	14
<b>3.1 Eletrônica flexível e dispositivos autoalimentados</b> .....	14
3.1.1 <i>Mechanical Energy Harvesters (MEH)</i> .....	15
<b>3.2 Nanomateriais à base de carbono</b> .....	15
<b>3.3 CNTs e sua estrutura</b> .....	18
3.3.1 Síntese de CNTs .....	21
3.3.2 Propriedades e aplicações dos CNTs .....	22
<b>3.4 Carbon nanotube yarns (CNTY)</b> .....	24
3.4.1 Produção dos CNTY.....	25
3.4.2 Propriedades e aplicações dos CNTY.....	27
<b>4 METODOLOGIA</b> .....	31
<b>4.1 Desenvolvimento do aparato</b> .....	31
<b>4.2 Produção dos CNTY</b> .....	33
<b>4.3 Ensaio mecânicos</b> .....	34
<b>4.4 Condutividade elétrica <i>in situ</i></b> .....	35
<b>4.5 Microscopias</b> .....	37
<b>4.6 Espectroscopia Raman</b> .....	37
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	38
<b>5.1 Análise estrutural</b> .....	38
<b>5.2 Espectro Raman</b> .....	39
<b>5.3 Ensaio Mecânicos</b> .....	40
<b>5.4 Comportamento Elétrico sob solicitação dinâmica</b> .....	47
<b>6 CONCLUSÕES</b> .....	49
<b>7 LIMITAÇÕES DA PESQUISA</b> .....	50
<b>8 TRABALHOS FUTUROS</b> .....	51
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	52

## 1 INTRODUÇÃO

A colheita de energia abrange os processos que capturam a energia útil a partir de fontes residuais, ambientais ou mecânicas, e as convertem em energia utilizável (Pecunia *et al.*, 2023; Radousky e Liang, 2012). Dadas as diversas formas de energia, muitos mecanismos estão sendo estudados, de modo que permitam a conversão dessa energia através de materiais fotovoltaicos, piezoelétricos, termoelétricos, etc. (Pecunia *et al.*, 2023; Radousky e Liang, 2012).

Quando nos referimos à captação de energia a partir do movimento e posição de um objeto, essa geração está associada à colheita mecânica de energia (do inglês, *Mechanical Energy Harvesting* – MEH) (Radousky e Liang, 2012). Esse tipo de colheita de energia é altamente desejado para diversas aplicações, como sensores autoalimentados (Wang *et al.*, 2024), fornecimento de energia em ambiente marinho (Zhang *et al.*, 2019), monitoramento da saúde humana (Panda *et al.*, 2022), e sistemas de rastreamento (Hong *et al.*, 2023).

Devido à escala nanométrica, os nanomateriais unidimensionais exibem efeitos quânticos distintos que não são observados em materiais convencionais. Esses efeitos resultam em propriedades físicas e químicas superiores, como maior reatividade e aprimoramento das propriedades elétricas, magnéticas e ópticas, tornando-os excepcionalmente adequados para a produção desses dispositivos (Divya, Oh e Bodaghi, 2023). Fazendo parte dessa classe de materiais, estão os nanotubos de carbono (do inglês, *carbon nanotubes* – CNTs), que têm estado em evidência na comunidade acadêmica nas últimas décadas.

Esses CNTs permitem a formação de filamentos em escala macroscópica (do inglês, *carbon nanotube yarns* – CNTY), que consistem em CNTs agrupados e alinhados em uma direção, formando materiais longos, condutores, flexíveis e fortes (Clain *et al.*, 2023). Em 2017 foi evidenciada a possibilidade de geração de energia a partir do alongamento mecânico do CNTY quando solicitado em um eletrólito (Kim *et al.*, 2017). Por conta dessas características, os CNTY se tornam promissores na sua utilização como dispositivos de MEH.

Por se tratar de uma estrutura relativamente nova, estudos ainda são necessários para melhor entender o comportamento desses CNTY. Além disso, quando atuando em condições extremas, como sob solicitações dinâmico-mecânicas e/ou ambientes com variação de temperatura, muito ainda deve ser avaliado. Sua

utilização como dispositivos de MEH também apresenta a necessidade de avaliação de propriedades tanto elétricas como mecânicas.

Desse modo, o presente trabalho busca elucidar aspectos referentes ao comportamento mecânico em condições estáticas e dinâmicas, com variação de temperatura desses CNTY, bem como seu comportamento elétrico quando em solicitações cíclicas.

## **2 OBJETIVO**

O presente trabalho tem como objetivo geral avaliar o comportamento mecânico dos CNTY sob solicitação de fluência em diferentes temperaturas, bem como avaliar a condutividade elétrica desses CNTY quando em solicitações cíclicas de fadiga.

### **2.1 Objetivos específicos**

Para isso, os seguintes objetivos específicos devem ser atingidos:

- Otimização de metodologia para produção de CNTY com reprodutibilidade;
- Estudo da influência da temperatura no comportamento de fluência dos CNTY;
- Avaliação da resposta elétrica dos CNTY quando sujeitos a variação cíclica de tração;
- Avaliação do desempenho dos CNTY em solicitações mecânicas dinâmicas, buscando correlacionar as características morfológicas com o comportamento mecânico e elétrico dos filamentos

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica apresentada neste trabalho tem como objetivo analisar alguns dos principais pontos presentes no desenvolvimento da pesquisa, introduzindo alguns conceitos essenciais.

#### 3.1 Eletrônica flexível e dispositivos autoalimentados

Com o advento da tecnologia, especialmente com a introdução da internet móvel, dispositivos eletrônicos portáteis como os smartphones se tornaram indispensáveis no cotidiano (Zou *et al.*, 2018). Simultaneamente, diversos dispositivos eletrônicos portáteis e vestíveis foram desenvolvidos, aprimorando a interação humano-máquina (Xu *et al.*, 2021; Zou *et al.*, 2018). No entanto a eletrônica tradicional baseia-se em circuitos planos e rígidos, impossibilitando a produção de dispositivos que se adaptem a objetos irregulares, como roupas e a pele (Zou *et al.*, 2018).

Além das limitações estruturais, um dos principais desafios desses dispositivos é sua alimentação energética. O uso de baterias convencionais não apenas restringe a flexibilidade e a miniaturização dos sistemas, mas também apresenta desvantagens como vida útil limitada e potenciais impactos ambientais (Xu *et al.*, 2021).

Diante desse cenário, a eletrônica flexível abre caminhos para o desenvolvimento de tecnologias renováveis e de baixo impacto ambiental, com a capacidade de manter o desempenho de dispositivos mesmo estando sujeito a grandes deformações, além de viabilizar a produção de dispositivos autossuficientes.

Uma abordagem inovadora para viabilizar essa autossuficiência energética é o uso de dispositivos de colheita de energia (do inglês *Energy Harvesters* – EH) que convertem a energia capturada, a partir de fontes ambientais ou mecânicas, em energia utilizável de forma limpa e renovável. Nanomateriais à base de carbono tem sido uma opção eficaz para a produção desses dispositivos devido as suas propriedades extraordinárias e possibilidade de aplicações em diversas áreas de estudo (Gowthaman *et al.*, 2023; Speranza, 2021).

Dentre as diferentes estratégias de colheita de energia estão os dispositivos MEH que capturaram a energia de movimentos mecânicos e vibrações. Eles serão discutidos no tópico a seguir.

### 3.1.1 Mechanical Energy Harvesters (MEH)

A energia mecânica é uma fonte infinita de energia e pode ser encontrada em qualquer lugar. Dentre suas funções, essa fonte pode ser utilizada para geração de eletricidade graças aos dispositivos de MEH.

Os MEH são dispositivos que coletam energia mecânica do ambiente, como vibrações e deformações, e a convertem em energia elétrica. Eles trabalham sob estresse mecânico, podendo ainda sofrer variações dependendo do meio onde estão expostos. A energia gerada pode ser utilizada para alimentar dispositivos eletrônicos de baixa potência. Esses dispositivos geralmente usam sistemas eletromagnéticos, eletrostáticos e piezoelétricos, sendo os sistemas piezoelétricos os mais promissores (Brusa, Carrera e Delprete, 2023). Sistemas piezoelétricos são baseados na capacidade de alguns materiais de criar uma diferença de potencial quando sujeito a estresse mecânico como vibrações, deformações ou pressão (Brusa, Carrera e Delprete, 2023).

Diversos materiais apresentam características piezoelétricas e podem ser usados nesses dispositivos, sendo eles naturais ou sintéticos. Dentre esses materiais estão: quartzo, turmalina, titanato zirconato de chumbo (PZT), titanato de bário ( $\text{BaTiO}_3$ ), óxido de zinco ( $\text{ZnO}$ ), ácido poli-l-lático (PLLA), fluoreto de polivinilideno (PVDF), etc. (Brusa, Carrera e Delprete, 2023).

Recentes avanços trazem a possibilidade de produzir dispositivos de MEH baseados em CNTs, onde destaca-se a produção dos CNTY (Hu *et al.*, 2023). Estes operam em mecanismos distintos da piezoelectricidade tradicional.

Como discutido anteriormente, os CNTY são materiais promissores para a produção de dispositivos MEH devido a possibilidade de geração de energia a partir de estiramentos quando imerso em um eletrólito. Sua baixa densidade e alta resistência mecânica os tornam ideais para produção de dispositivos autossuficientes e flexíveis.

Posteriormente os CNTY serão abordados com mais detalhes, onde serão discutidos aspectos como sua produção, características e aplicações. Ainda, será abordado o mecanismo responsável pela geração de energia.

## 3.2 Nanomateriais à base de carbono

Dentre diversos elementos químicos, o carbono desempenha papel fundamental. Ele fornece a base para a vida na natureza devido à sua capacidade única de formar uma vasta gama de compostos orgânicos essenciais, e devido suas diferentes hibridizações, permite que as estruturas se organizem de diferentes formas, com diferentes ligações químicas e orientações (Gowthaman *et al.*, 2023; Speranza, 2021), permitindo que o carbono possua diferentes formas alotrópicas.

Observando cronologicamente, até 1980, o carbono era conhecido nas suas formas de diamante, grafite e carbono amorfo. Em 1985 uma nova forma do carbono foi descoberta por Kroto e colaboradores, denominado fulereno (do inglês *fullerene*), com forma semelhante a uma bola de futebol (Kroto *et al.*, 1985). Em 1991 outra forma do carbono foi elucidada por Iijima, denominada CNT, com estrutura cilíndrica e formado por diversos CNTs concêntricos (*multi-walled nanotube* – MWNT) (Iijima, 1991). Apesar da elucidação feita por Iijima, os CNTs já haviam sido observados anteriormente, em 1952 (Radushkevich e Lukyanovich, 1952) e em 1976 (Oberlin, Endo e Koyama, 1976), fazendo com que até os dias de hoje seja discutido a quem se deve ao crédito pela descoberta (Monthieux e Kuznetsov, 2006). Dois anos mais tarde, em 1993, foram evidenciados os CNT de parede simples (do inglês *single-walled nanotube* – SWNT) por pesquisadores da NEC e da IBM, trabalhando de forma independente (Bethune *et al.*, 1993; Iijima e Ichihashi, 1993). Além do citado, outra forma do carbono bastante conhecida é o óxido de grafeno (do inglês *graphene oxide* – GO) que foi descoberto em 2004 por Novoselov e colaboradores, com seu formato de folhas individuais de grafeno com grupos funcionais (Novoselov *et al.*, 2004). Também em 2004, foram descobertos os pontos quânticos de carbono (do inglês *carbon quantum dots* - CQD). Xu e colaboradores observaram essas nanopartículas que são definidas como pontos quânticos por terem tamanho inferior a 10 nm (Xu *et al.*, 2004).

Esses materiais são geralmente classificados de acordo com suas dimensões básicas, sendo eles: 0D (fulerenos, CQD); 1D (CNTs); 2D (GO); 3D (diamante, grafite).

Na Figura 1 é mostrada a classificação das formas alotrópicas do carbono de acordo com suas dimensões.

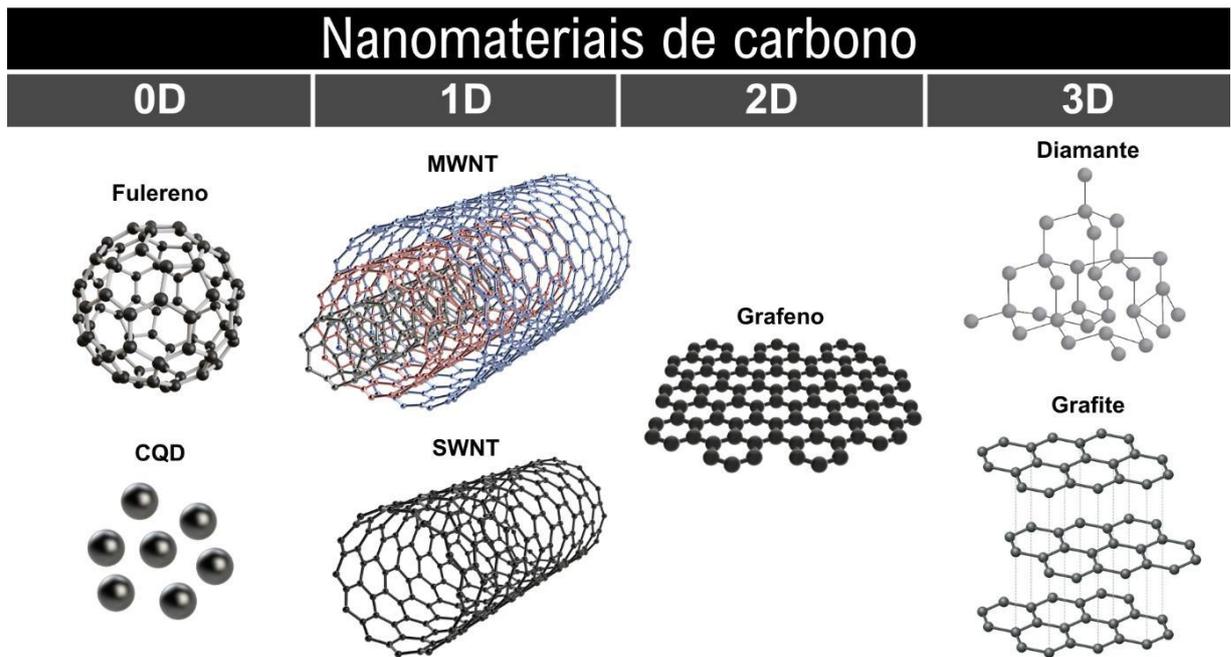


Figura 1 - Formas alotrópicas do carbono. (Fonte: Autor)

Como comentado anteriormente, nanomateriais de carbono tem atraído significativa atenção devido às suas excelentes propriedades eletrônicas, ópticas, térmicas, mecânicas e químicas e que oferecem a possibilidade de grandes avanços na ciência e no desenvolvimento de novas tecnologias (Choudhary, Hwang e Choi, 2014). Esse interesse por nanomateriais de carbono é observada com o crescimento no número de publicações nos últimos dez anos relacionados a esses materiais, conforme mostrado a Figura 2.

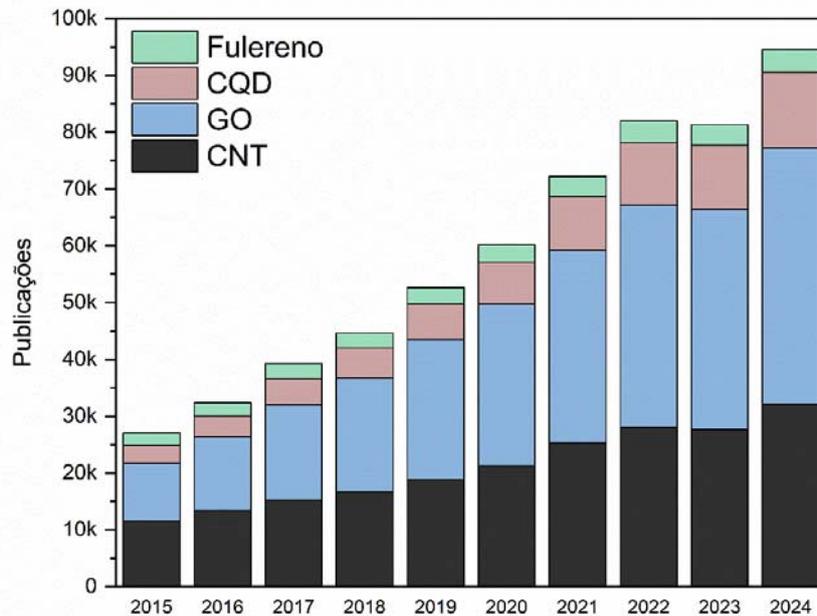


Figura 2 - Número de publicações nos últimos dez anos. Dados coletados na base de dados *ScienceDirect*.

Dentre os materiais à base de carbono, os CNTs se destacam para produção de dispositivos de colheita de energia, mais especificamente dispositivos de MEH, pela sua possibilidade da formação de CNTY.

### 3.3 CNTs e sua estrutura

Os CNTs são estruturas cilíndricas ocas compostas por átomos de carbono que podem ser abordadas como uma ou mais folhas de grafeno enroladas, como ilustrado na Figura 3.

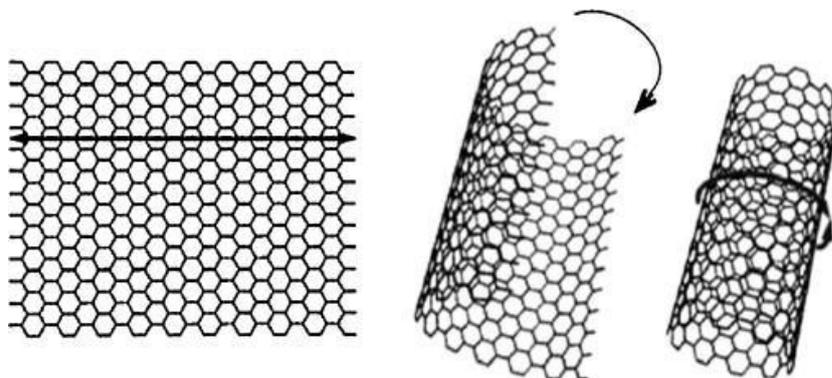


Figura 3 – Ilustração de um CNT sendo enrolado a partir de uma folha de grafeno (Sheshmani, Ashori e Arab Fashapoyeh, 2013).

Os CNTs podem ser divididos em dois grupos de acordo com o número de paredes em sua estrutura, ou seja, o número de CNTs concêntricos presentes. São denominados CNTs de parede simples (do inglês *single-walled nanotube* – SWNT) quando formados por uma folha de grafeno enrolada, onde seu diâmetro varia entre 1 – 2 nm (Bethune *et al.*, 1993; Iijima e Ichihashi, 1993; Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021). Quando formados por duas ou mais folhas de grafeno enroladas, são denominados CNTs de paredes múltiplas (do inglês *multi-walled nanotube* – MWNT), onde seu diâmetro pode variar entre 2 – 50 nm (Iijima, 1991; Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021). A Figura 4 mostra as estruturas dos dois tipos de CNTs.

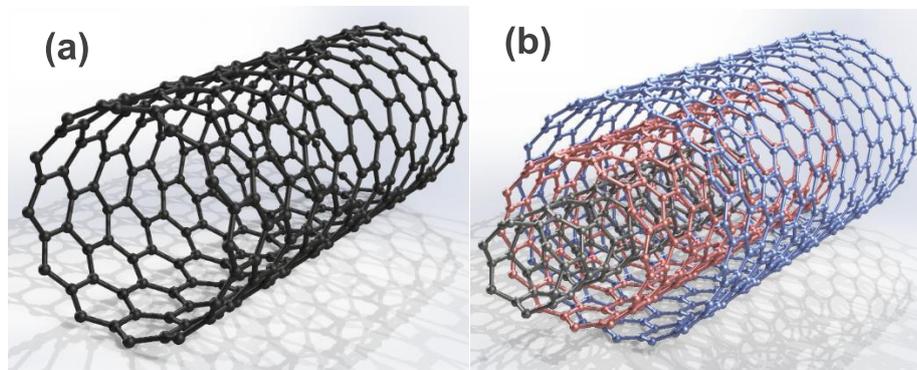


Figura 4 - (a) Ilustração SWNT; (b) Ilustração MWNT. (Fonte: Autor)

Outro conceito importante em relação aos CNTs é a quiralidade, que pode ser entendida como a forma que a folha de grafeno se enrola (Choudhary, Hwang e Choi, 2014). O CNT é uma modificação de uma folha de grafeno e, para entender sua estrutura, primeiro precisamos observar a estrutura do grafeno, apresentada na Figura 5.

A rede de grafeno é composta por dois vetores base,  $a_1$  e  $a_2$ . O vetor base  $a_1$  é definido como  $(\sqrt{3}, 0)$  e o vetor base  $a_2$  como  $(\sqrt{3}/2, 3/2)$ . Ambos são avaliados como  $|a_1| = |a_2| = \sqrt{3}a$ , onde “a” representa o comprimento da ligação C – C, que é de 0,142 nm. A célula unitária do grafeno contém dois átomos, X e Y, também representados na Figura 5. Quando os centros de dois hexágonos são conectados através de adições vetoriais, eles são referidos como vetor quiral (Doh e Lee, 2016; Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021).

A estrutura é formada por átomos de carbono hibridizados em  $sp^2$ , onde cada carbono possui três vizinhos e forma ligações separadas por  $120^\circ$ , gerando anéis hexagonais semelhantes a um favo de mel (Speranza, 2021).

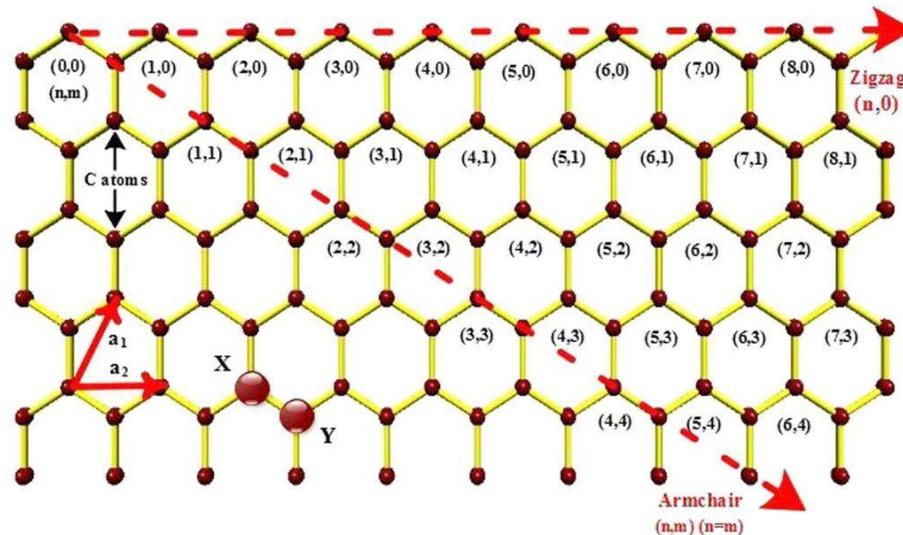


Figura 5 - Uma folha grafeno com quiralidade  $(n,m)$  (Rathinavel, Priyadarshini e Panda, 2021).

A quiralidade nos permite conhecer as propriedades elétricas dos CNTs e é expressa por dois números inteiros  $n$  e  $m$  que formam as diferentes estruturas, sendo elas *zig-zag* (quando  $m = 0$ ), *armchair* (quando  $n = m$ ), e quirais quando diferente das configurações anteriores (Choudhary, Hwang e Choi, 2014; Rathinavel, Priyadarshini e Panda, 2021). A Figura 6 mostra os tipos de CNTs de acordo com o vetor quiral.

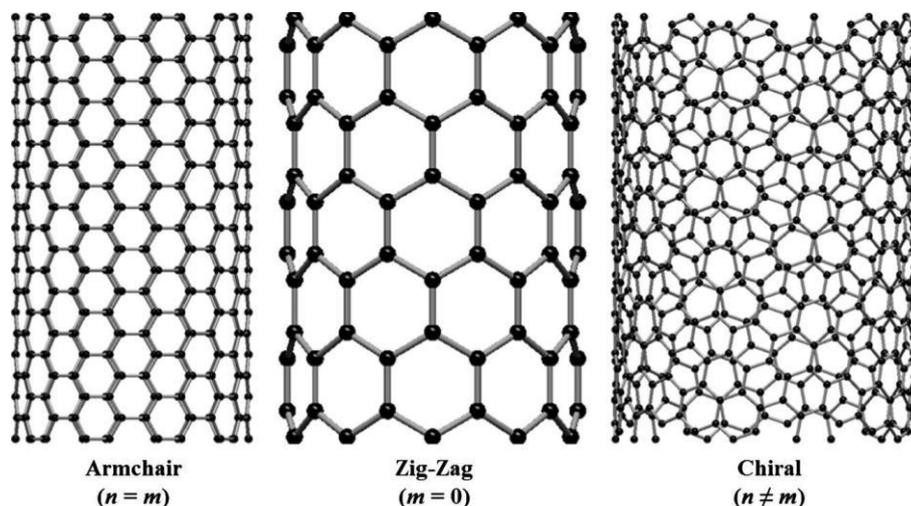


Figura 6 - Tipos de CNTs de acordo com a quiralidade (Doh e Lee, 2016).

Compreender os conceitos de quiralidade e número de paredes é importante no contexto dos CNTY, pois suas propriedades elétricas e mecânicas são influenciadas por esses fatores.

### 3.3.1 Síntese de CNTs

Desde a elucidação feita por Iijima em 1991, os CNTs têm sido sintetizados por diferentes métodos. Três métodos de síntese se destacam para a sua produção, sendo eles: a descarga por arco elétrico e ablação a laser, considerados métodos de altas temperaturas, e deposição química de vapor (do inglês *Chemical Vapor Deposition* – CVD) que faz uso de temperaturas mais amenas (Choudhary, Hwang e Choi, 2014; Gowthaman *et al.*, 2023; Terrones, 2003).

A descarga por arco elétrico foi o primeiro método utilizado para a síntese desses materiais, quando Iijima, durante a produção de fulerenos, por acidente obteve pela primeira vez os MWNT (Iijima, 1991; Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021; Speranza, 2021). O processo consiste em colocar dois eletrodos de grafite de alta pureza a uma curta distância em uma atmosfera inerte. Uma descarga elétrica é produzida entre eles, fazendo com que o grafite do ânodo evapore e condense no cátodo ou nas paredes do reator, formando uma fuligem que contém os MWNT e SWNT (Choudhary, Hwang e Choi, 2014; Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021; Speranza, 2021; Terrones, 2003). Geralmente, catalisadores como Fe-Ni, Co-Ni, Co-Cu, Ni-Cu, Fe-No, Ni-Ti, Ni-Y, etc., são utilizados para a produção de SWNT, enquanto para os MWNT a síntese pode ser realizada sem a presença de catalisadores (Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021; Speranza, 2021).

O método de ablação a laser foi utilizado para a produção de CNTs pela primeira vez em 1995 e consiste na evaporação de um alvo de grafite a partir de um laser pulsado que incide sobre ele em um reator de alta temperatura e na presença de um gás inerte. Os CNTs produzidos são condensados em uma região resfriada do reator (Choudhary, Hwang e Choi, 2014). Esse método possui algumas vantagens em relação à descarga por arco elétrico, como a produção de CNTs de alta pureza e o maior controle de diâmetro (Choudhary, Hwang e Choi, 2014). É um método bastante semelhante à descarga por arco elétrico, porém o aquecimento do grafite contendo catalisadores é feita por um laser. Devido ao uso de eletrodos altamente puros e a

potência do laser, esse é o método mais caro e apresenta, também, a menor taxa de produção (Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021).

Tanto o processo de descarga por arco elétrico quanto a ablação à laser produzem CNTs com alta qualidade estrutural, porém com alto consumo de energia devido à necessidade de altas temperaturas para a evaporação de eletrodos sólidos de carbono. Além disso, nesses métodos os CNTs crescem sem uma direção preferencial e necessitam de etapas de purificação.

Outro método muito popular para síntese de CNTs é o CVD. O método consiste na decomposição de hidrocarbonetos como metano, acetileno, etano, etileno ou álcoois (Choudhary, Hwang e Choi, 2014; Speranza, 2021; Terrones, 2003), com posterior deposição do carbono na forma de CNTs. O processo ocorre com a passagem do hidrocarboneto em fase vapor em um reator com temperatura entre 600 – 1200 °C, fazendo com que ele seja decomposto (Kumar e Ando, 2010). O carbono oriundo da decomposição se deposita em partículas catalisadoras presentes no ambiente até a saturação, fazendo com que ocorra o crescimento dos CNTs (Speranza, 2021). Geralmente são usadas partículas metálicas como Fe, Co e Ni como catalisadores (Choudhary, Hwang e Choi, 2014; Kumar e Ando, 2010; Speranza, 2021; Terrones, 2003). Uma grande vantagem desse processo é que, trabalhando nos parâmetros de síntese e substrato, pode-se obter CNTs alinhados verticalmente (conhecido como florestas) que apresentam boa qualidade estrutural e pureza, devido a possibilidade de crescer os CNTs sobre um filme nanométrico de catalisador (Gowthaman *et al.*, 2023).

Comparando os métodos, o CVD é o processo mais simples e econômico que os demais mencionados, possibilitando a produção dos CNTs em menor pressão e temperatura. Ainda, o CVD possui maior rendimento e produz CNTs com maior pureza. Quanto à cristalinidade, os métodos de arco elétrico e laser são superiores aos CNTs produzidos por CVD (Kumar e Ando, 2010).

### 3.3.2 Propriedades e aplicações dos CNTs

Devido ao seu tamanho diminuto e sua estrutura formada por ligações covalentes carbono-carbono  $sp^2$ , os CNTs apresentam diversas propriedades interessantes.

Sua estrutura única, formada por esse tipo de ligação garante a eles uma alta resistência mecânica e alto módulo de elasticidade, tornando-os um dos materiais mais fortes e rígidos já conhecidos (Ali *et al.*, 2024; Choudhary, Hwang e Choi, 2014; Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021; Speranza, 2021).

Essas características os tornam interessantes para aplicações como reforços estruturais em compósitos. A inclusão de CNTs em compósitos cimentícios aprimora as propriedades elétricas, térmicas e mecânicas, permitindo a detecção de estresse e deformação em tempo real (Li *et al.*, 2023). No contexto de fabricação de compósitos resinosos fotossensíveis, Guo e colaboradores demonstraram que a adição de CNTs resulta em um aumento significativo no módulo elástico e resistência à flexão (Guo *et al.*, 2024).

Quanto às suas propriedades térmicas, assim como nos outros materiais não metálicos, o transporte térmico ocorre por condução de fônons. Esse tipo de condução é influenciado por diversos fatores, como número de modos ativos de fônons, espalhamento da superfície de contorno, caminho livre médio para fônons e espalhamento inelástico de Umklapp (Han e Fina, 2011). Além disso, a condutividade térmica dos CNTs depende da sua estrutura, bem como diâmetro, defeitos, impurezas, quiralidade, entre outros (Han e Fina, 2011).

Exibem também um fenômeno chamado transporte balístico, tendo o movimento dos elétrons em apenas uma direção, devido a isso, são ótimos condutores elétricos, com alta capacidade de transporte de corrente (Ali *et al.*, 2024). Além disso, sua estrutura de bandas eletrônicas é determinada pela quiralidade, onde: quando  $n = m$  se apresenta como um metal, e quando  $n - m = 3j$  ( $j$  é um número inteiro diferente de zero) se apresenta como um semicondutor (Ali *et al.*, 2024; Choudhary, Hwang e Choi, 2014; Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021).

Essas propriedades possibilitam o uso de CNTs no campo de conversão e armazenamento de energia, como em heteroestruturas, onde a incorporação de clusters polioxometalato em CNTs unidimensionais resulta em uma capacidade específica excepcional e uma notável estabilidade em supercapacitores, revelando o potencial dessas estratégias na fabricação de materiais de armazenamento de energia de alto desempenho (Zhu *et al.*, 2023).

No âmbito de aplicações em supercapacitores, Ramesh e colaboradores exploraram a fabricação de compósitos de óxido de níquel/CNTs. A pesquisa evidencia um aumento significativo na capacitância e estabilidade eletroquímica,

destacando a eficácia desses materiais para aplicações em armazenamento de energia (Ramesh *et al.*, 2024).

Rani e colaboradores contribuíram para o campo de armazenamento e conversão de energia, enfocando o uso de finas superfícies de aglomerado de CNTs (denominado *buckypaper*). O artigo destaca o papel crucial dessa estrutura composta em diversas aplicações, desde baterias até células biocombustíveis, ressaltando a importância do *buckypaper* como solução para armazenamento e conversão de energia (Rani *et al.*, 2023).

Os CNTs também se destacam na fotônica devido à elevada não-linearidade óptica de terceira ordem, ao rápido tempo de recuperação da absorção saturável não-linear e à operação em larga banda (Abraham, Thomas e Kalarikkal, 2022).

Sua ação óptica é influenciada pelo seu tamanho e natureza metálica ou semicondutora (Rathinavel, Priyadharshini e Panda, 2021). Tal característica é demonstrada em estudo conduzido por Xiao e colaboradores, onde o crescimento de CNTs em fibras ópticas confere melhorias na resposta óptica não linear (Xiao *et al.*, 2023). Além disso, as propriedades ópticas não lineares permitem aplicações em lasers, emissores de alto campo, absorvedores saturáveis e moduladores eletro-ópticos. Ainda, a seletividade de comprimento de onda dos CNTs permite aplicações práticas, incluindo LEDs, bolômetros, dispositivos de memória optoeletrônica, etc. (Abraham, Thomas e Kalarikkal, 2022).

Adicionalmente, os CNTs apresentam aplicabilidade como adsorventes de contaminantes emergentes em águas residuais. de Azevedo e colaboradores exploraram a interação entre CNTs e o anti-inflamatório diclofenaco, destacando a eficácia desses CNTs na rápida remoção do contaminante (de Azevedo *et al.*, 2023).

Além das aplicações mencionadas, os avanços na pesquisa de CNTs têm revelado aplicações promissoras no desenvolvimento de CNTY. Eles demonstram propriedades interessante para diversas áreas científicas, onde diferentes estudos estão sendo conduzidos com os CNTY possuindo as mais diversas aplicações (Clain *et al.*, 2023; Doner *et al.*, 2023; Kim *et al.*, 2020; Lee *et al.*, 2022; Park *et al.*, 2024).

Os tópicos a seguir serão focados nos CNTY, onde suas características e aplicações serão abordadas.

### **3.4 Carbon nanotube yarns (CNTY)**

Como foi visto, os CNTs apresentam diversas propriedades excepcionais e de grande interesse para a comunidade científica. Sua utilização depende, no entanto, de métodos de transformação em materiais com fácil manipulação. Segundo Li et al. (2011), se conseguirmos alcançar a escalabilidade dos nanomateriais de carbono, teremos uma transição para uma sociedade industrializada com carbono (Li *et al.*, 2011).

Dentre as possibilidades, destaca-se a fabricação dos CNTY, que consistem em filamentos em escala macroscópica compostos por CNTs alinhados e altamente compactados, podendo ter módulo específico e resistência específica mais elevados do que os filamentos de carbono comercial e poliméricos. Os CNTY podem ser mais flexíveis que algumas fibras poliméricas e possuírem maior energia de ruptura do que algumas fibras comerciais. Além disso, assim como os CNTs, eles também apresentam boas condutividades elétricas e térmicas (Lu *et al.*, 2012).

Os tópicos a seguir abordarão os métodos de produção, propriedades e aplicações dos CNTY.

#### 3.4.1 Produção dos CNTY

Atualmente, existem diversos métodos para a produção dos CNTY onde três se destacam como principais, sendo eles: *forest spinning*, *direct spinning* e *wet-spinning* (Watanabe *et al.*, 2022).

No método de *forest spinning* os CNTY são produzidos a partir de florestas de CNTs, onde, devido às interações de Van der Waals e sua baixíssima densidade, os CNTs alinhados verticalmente, quando “puxados” da floresta, vão se ligando aos vizinhos pelas forças de Van der Waals formando uma teia, que posteriormente é torcida gerando o filamento (Choo *et al.*, 2012; Miao, 2013). Esse é um processo relativamente simples e pode ser feito de forma manual ou automatizado. O processo é mostrado na Figura 7.

Segundo Choo e colaboradores, o método não é o mais adequado para produção em massa, pois os CNTs estão depositados em um substrato plano de silício (*wafer*), limitando o tamanho e, conseqüentemente, a produção contínua (Choo *et al.*, 2012).

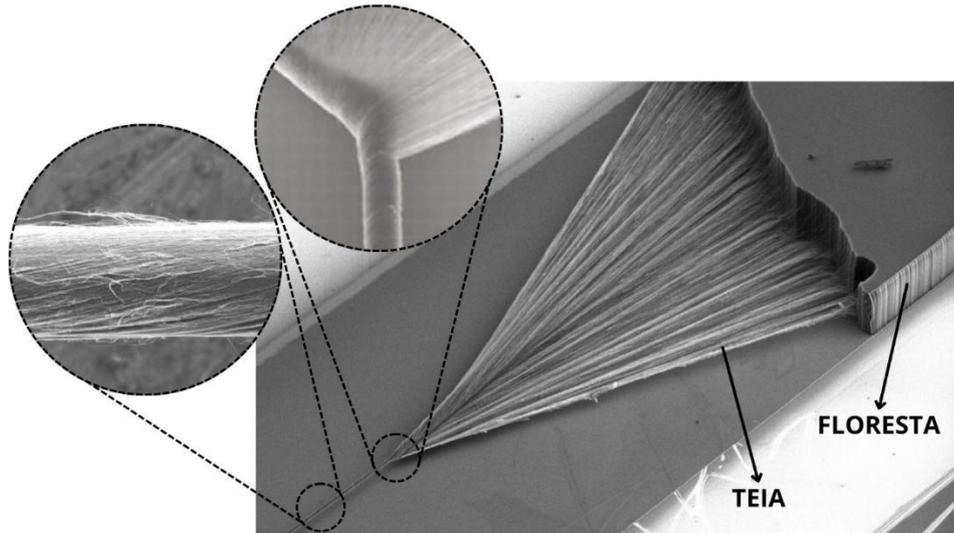


Figura 7 - Método *Forest Spinning* (Adaptado de Miao, 2013).

O método de *direct spinning* é realizado através do processo CVD. Neste processo, um catalisador, geralmente ferroceno, é introduzido em um reator. A pirólise do catalisador resulta na liberação de partículas de ferro e carbono, que são fundamentais para o crescimento dos CNTs. Os CNTs são sintetizados a partir de um precursor hidrocarboneto, que é misturado com hidrogênio. Durante a reação, forma-se um aerogel de CNTs que é puxado para fora do forno formando um filamento, que é então enrolado (Tran, 2014). Existe a possibilidade, no entanto, de o ferroceno servir como fonte de catalisador (Fe) e carbono para o processo, nesse caso os CNT irão depositar nas paredes do reator ou em algum substrato de elevada área superficial, que pode ser retirado continuamente do reator (Osorio e Bergmann, 2013).

O crescimento dos CNTs geralmente ocorre a partir de partículas do catalisador com diâmetros entre 1 e 10 nm. No entanto, para a produção de SWNT, é necessário que as partículas catalisadoras não cresçam mais do que 2 nm (Smail, Boies e Windle, 2019).

O crescimento dos CNTs é rápido e pode ser alimentado por uma variedade de hidrocarbonetos. Este método tem uma alta taxa de produção (20 – 30 m/min) e é ideal para a produção em massa de CNTY (Choo *et al.*, 2012).

Outro método interessante é o *wet-spinning*, que é um método altamente empregado para a produção de filamentos poliméricos, porém com a possibilidade de produzir tanto os filamentos compostos de polímero/CNT, bem como filamento contendo somente CNT. O processo pode ser realizado com qualquer tipo de CNT, uma vez que o material é introduzido em uma dispersão líquida antes de ser

processado. Começa com a preparação de uma solução concentrada de CNTs em um solvente adequado. A solução é então injetada através de uma fiação que está imersa em um banho líquido onde ocorre a coagulação dos CNTs e a formação de um CNTY sólido (Jestin e Poulin, 2014).

Para a produção dos CNTY, o método envolve um processo de formação de uma fase líquida cristalina de CNT em solução ácida e geralmente resulta em CNTY altamente alinhados e densos. Entretanto, para a formação dessa fase, é necessário um processo demorado de agitação mecânica para assegurar a completa dispersão dos CNTs, seguido por uma etapa de purificação destinada a eliminar carbono amorfo e catalisadores residuais (Lee *et al.*, 2019).

Além dos métodos de produção, tratamentos posteriores podem ser realizados visando melhorar a qualidade estrutural dos CNTY pela compactação e alinhamento, bem como a eliminação de vazios na estrutura. Dentre os tratamentos utilizados, existe a densificação através de torção e com a adição de solventes (Jung *et al.*, 2018).

Diversos solventes podem ser utilizados, tendo como fator chave a polaridade. Segundo Li e colaboradores (2012), esse parâmetro está diretamente relacionado à uma eficiente infiltração do solvente, devido as interações atrativas de dipolo induzido entre os CNTs (Li *et al.*, 2012). Ainda por Li e colaboradores (2012), dentre os solventes observados, a acetona se mostra uma boa escolha por conta do acréscimo gerado nas propriedades e pela sua fácil manipulação (Li *et al.*, 2012).

#### 3.4.2 Propriedades e aplicações dos CNTY

Assim como nos CNTs individuais, os CNTY apresentam propriedades excelentes, porém, devido a possíveis defeitos estruturais causados por diversos fatores, os valores ainda se mostram bem abaixo do que os esperados.

Os fatores que influenciam nas propriedades dos CNTY variam conforme as escalas. Quando em escala nanométrica, as propriedades mecânicas e estruturais estão relacionadas ao CNT individual e parâmetros como diâmetro e comprimento do tubo, espessura de parede, etc. Na microescala, o arranjo, emaranhamento e as transferências de cargas entre CNTs são os fatores que influenciam nas propriedades. Já na macroescala os principais fatores contribuintes são o ângulo de torção e o diâmetro do filamento (Lu *et al.*, 2012).

Para Jung et al. (2018), um dos parâmetros mais influentes para prever a resistência mecânica dos CNTY é a interação entre os CNTs, que é responsável pela dissipação da energia de propagação de trincas baseada na falha por deslizamento (Jung et al., 2018).

Devido seu mecanismo de falha, os CNTY possuem alta resistência mecânica e suportam cargas por períodos prologados. A falha é caracterizada inicialmente pelo alinhamento dos CNTs e eliminação dos vazios, seguido por seu deslizamento parcial resultando na ruptura das forças de Van der Waals responsáveis por sua coesão. No entanto, os CNTs demonstram a capacidade de se reorganizar, restaurando as forças de Van der Waals e recuperando sua resistência antes da falha completa do CNTY (Clain et al., 2023). Além disso, com a eliminação dos vazios durante o estiramento, os CNTY são densificados, aumentando a área de contato entre os CNTs, consequentemente, aprimorando não somente suas propriedades mecânicas, como suas propriedades elétricas. No estudo de Clain et al. (2023), essa melhoria foi observada com o aumento da condutividade elétrica (Clain et al., 2023).

Devido aos fatores mencionados anteriormente, na literatura são encontrados valores variados para as propriedades mecânicas dos CNTY.

Quando avaliadas as propriedades mecânicas estáticas, são encontradas faixas de valores para a resistência a tração de 0,2 – 330 GPa (Hyeon et al., 2019; Jayasinghe et al., 2011; Kim, Suh e Kang, 2021; Sabelkin et al., 2012; Tran et al., 2009; Zhang, Atkinson e Baughman, 2004; Zhang, Xiefei et al., 2007). Os valores encontrados para o módulo elástico estão entre 1,3 – 320 GPa (Evora et al., 2018; Gigax, Bradford e Shao, 2017; Hyeon et al., 2019; Jayasinghe et al., 2011; Kim, Suh e Kang, 2021; Kwon et al., 2015; Lima et al., 2011; Misak et al., 2013; Sabelkin et al., 2012; Tran et al., 2009; Truong, Lee e Suh, 2016; Zhang, Atkinson e Baughman, 2004; Zhang et al., 2010; Zhang, X. et al., 2007; Zhang, Xiefei et al., 2007; Zhao et al., 2010). Quanto à deformação dos CNTY, apresentam uma faixa de 2 – 60% (Gigax, Bradford e Shao, 2017; Hyeon et al., 2019; Jayasinghe et al., 2011; Kim, Suh e Kang, 2021; Kwon et al., 2015; Lima et al., 2011; Misak et al., 2013; Sabelkin et al., 2012; Tran et al., 2009; Truong, Lee e Suh, 2016; Zhang, Atkinson e Baughman, 2004; Zhang, X. et al., 2007; Zhang, Xiefei et al., 2007; Zhao et al., 2010)

Quanto ao comportamento mecânico dinâmico dos CNTY, em estudo realizado por Misak e colaboradores, a fadiga foi avaliada utilizando a frequência de 0,1 Hz e em diversos níveis de carga de ruptura na tração (*Yarn Break Load* – YBL). Para esses

ensaios foram utilizados fios compostos por CNTY enrolados juntos, ou seja, composto por 30 fios (30-CNTY), 60 fios (60-CNTY) e 100 fios (100-CNTY). Os resultados mostraram que em 70% YBL, os CNTY suportaram 3.300.000, 1800 e 150 ciclos para 30-CNTY, 60-CNTY e 100-CNTY, respectivamente (Misak *et al.*, 2013). Em outro estudo, conduzido por Clain e colaboradores, a resposta à fluência dos CNTY foi avaliada com a variação de 50%, 70% e 80% do YBL, resultando em ~ 9, 10 e 11 dias até a falha, respectivamente (Clain *et al.*, 2023). Apesar de resultados animadores, ainda não existem muitos trabalhos que esclareçam a resposta dos CNTY sob cargas dinâmicas.

Outra característica interessante é a possibilidade de geração de energia elétrica a partir de estiramentos em CNTY enrolados como “molas”, onde o estiramento é responsável pela alteração na sua capacitância eletroquímica (Wang *et al.*, 2022). O mecanismo (denominado colheita de energia piezoônica) envolve a alteração da camada dupla elétrica e a cinética dos íons devido à deformação mecânica dos feixes de CNTs. Kim (2024) propõe que com o estiramento dos CNTY os CNTs são comprimidos gerando uma diminuição na distância entre eles, e ocasionando na sobreposição das camadas difusas e eventualmente nas camadas de Stern. A sobreposição das camadas leva a dessorção dos íons, ocasionada pelas forças repulsivas. Como resultado desse processo, a capacitância eletroquímica diminui, levando ao aumento do potencial (Kim *et al.*, 2024).

Essas características combinadas fazem dos CNTY uma escolha promissora para uma variedade de aplicações. Ainda, sua capacidade de resistência e recuperação em condições dinâmicas e possibilidade de geração de energia, fornecem a oportunidade de utilização em dispositivos sujeitos a ciclos de carga e descarga, bem como os dispositivos de MEH.

Tendo em vista algumas das excelentes propriedades dos CNTY, eles surgem com potencial utilização em diversas aplicações.

Por exemplo, Doner e colaboradores exploram a aplicação dos CNTY na geração de energia por meio de ondas termoelétricas, que são baseadas no processo de transferência de calor que ocorrem pela combustão de combustíveis químicos com a ajuda de nanomateriais. Resultados mostraram que fios de MWNT-PVA podem gerar sinais elétricos a partir de combustíveis sólidos, obtendo uma média de 1 mV mesmo sem o uso de catalisadores, destacando seu potencial para conversão termoelétrica em sistemas autoalimentados (Doner *et al.*, 2023).

No campo dos dispositivos MEH, Kim e colaboradores destacam os CNTY como excelentes candidatos para substituir baterias em dispositivos médicos implantáveis, tendo em vista sua flexibilidade, possibilidade de funcionamentos em diferentes eletrólitos e de não ser necessário uma fonte de polarização externa (Kim *et al.*, 2020).

Além disso, Park e colaboradores buscam o aprimoramento do desempenho eletroquímico de músculos artificiais utilizando os CNTY. O estudo sugere que esses filamentos podem proporcionar uma gama de diâmetros fundamentais para aprimorar significativamente o desempenho desses dispositivos (Park *et al.*, 2023).

Por fim, Lee e colaboradores apresentaram a ideia inovadora de fios bifuncionais de CNT. Através da utilização de uma tecnologia de *biscrolling*, esses CNTY puderam incorporar até 90% em peso de um material hospedeiro, resultando em um filamento capaz de desempenhar dois papéis significativos, tendo tanto propriedades paramagnéticas (respondendo mecanicamente a um campo elétrico) quanto pseudocapacitivas (podendo armazenar energia) (Lee *et al.*, 2022).

## 4 METODOLOGIA

Nesse t3pico ser3 relatada a metodologia utilizada para o desenvolvimento do trabalho. As etapas do trabalho est3o mostradas no fluxograma da Figura 8.

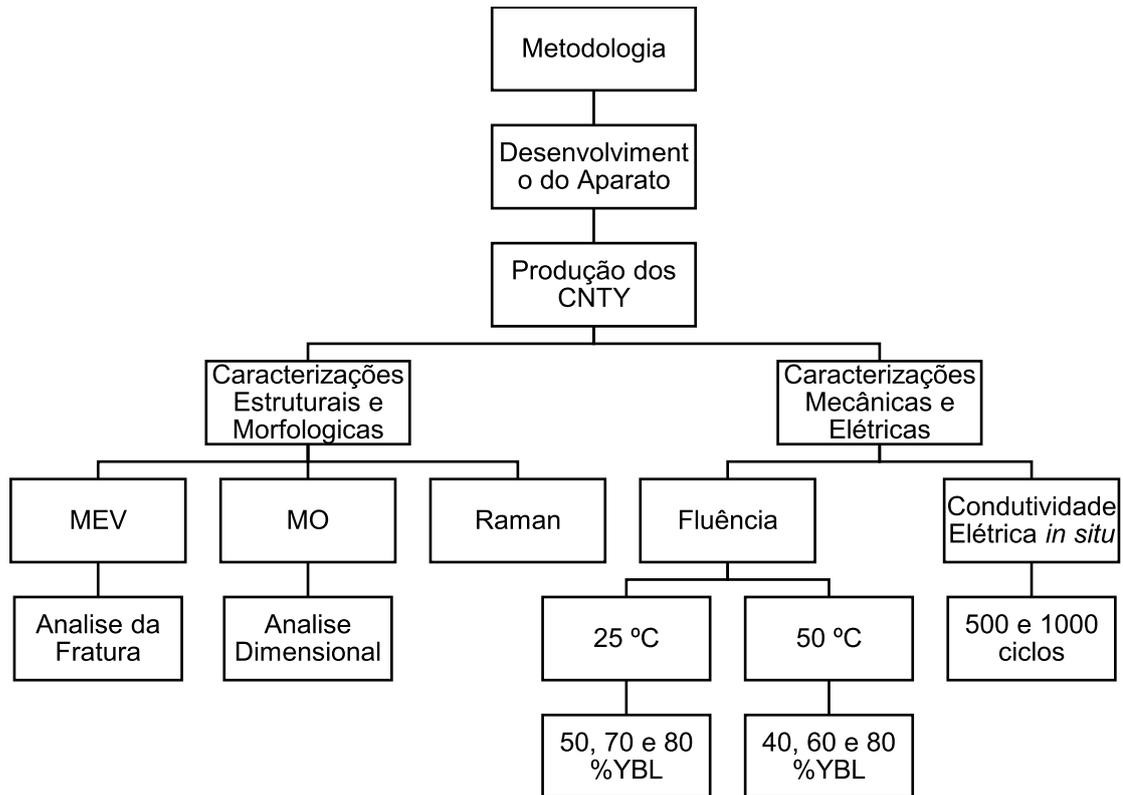


Figura 8 – Fluxograma (Fonte: Autor)

### 4.1 Desenvolvimento do aparato

A fase inicial do trabalho se deu com a prepara33o de um aparato que facilitasse a produ33o dos CNTY de forma individual. Ele foi confeccionado em *Medium Density Fiberboard* - MDF com espessura de 1,5 cm e uma mesa com regulagem de altura em alum3nio.

Na Figura 9 3 mostrado o aparato com vista lateral em (a), e vista frontal em (b), onde 3 poss3vel observar a sua formata33o.

A base e as hastes foram cortadas com formato retangular com medidas de 12 x 8,5 cm e 5 x 7 cm respectivamente. Foram feitos cortes circulares na parte superior das hastes para servir de suporte para um bast3o de vidro.

As peças foram coladas com fita dupla face, onde as hastes ficaram perpendiculares em relação à base em uma das extremidades. Na outra extremidade foi colada à mesa elevadora servindo de suporte para a floresta de CNTs. A disposição de cada elemento está mostrada na 9 (a) e (b).

A outra parte do aparato (Figura 9 (c)) foi confeccionado também em MDF, com espessura de 0,5 cm e o auxílio de grampos, conforme mostrado na Figura 9 (c). As hastes foram cortadas com formato retangular, sendo uma maior com medidas de 50 x 2,5 cm e duas menores com medidas de 15x 2,5 cm. Os grampos foram utilizados para a união das peças, resultando em um acessório com formato em “F”, possibilitando alterar a distância entre as hastes menores, e consequentemente o tamanho do filamento.

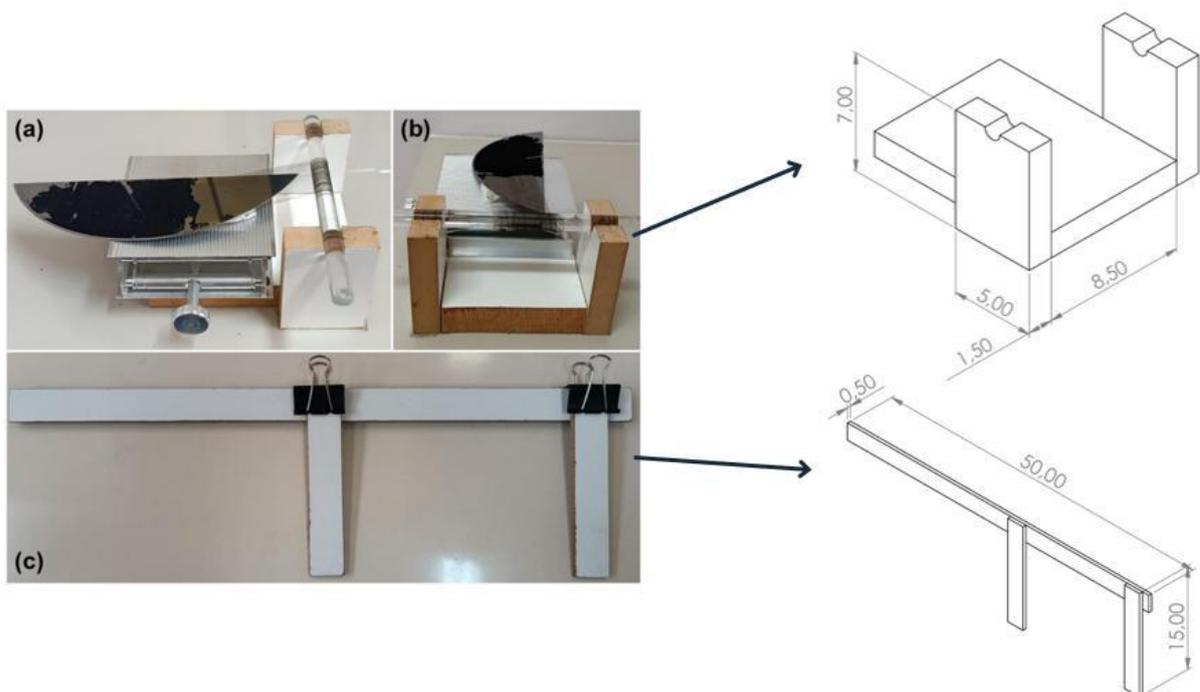


Figura 9 - (a) Vista lateral do aparato; (b) Vista frontal do aparato; (c) Acessório. (Fonte: Autor)

Além disso, foi necessário o desenvolvimento de um dispositivo para realizar a torção dos filamentos. Esse dispositivo foi confeccionado utilizando uma haste com garra, um motor com potenciômetro e um contador de giros.

Os materiais utilizados foram conectados e dispostos em uma estrutura de aço conforme mostrado na Figura 10.

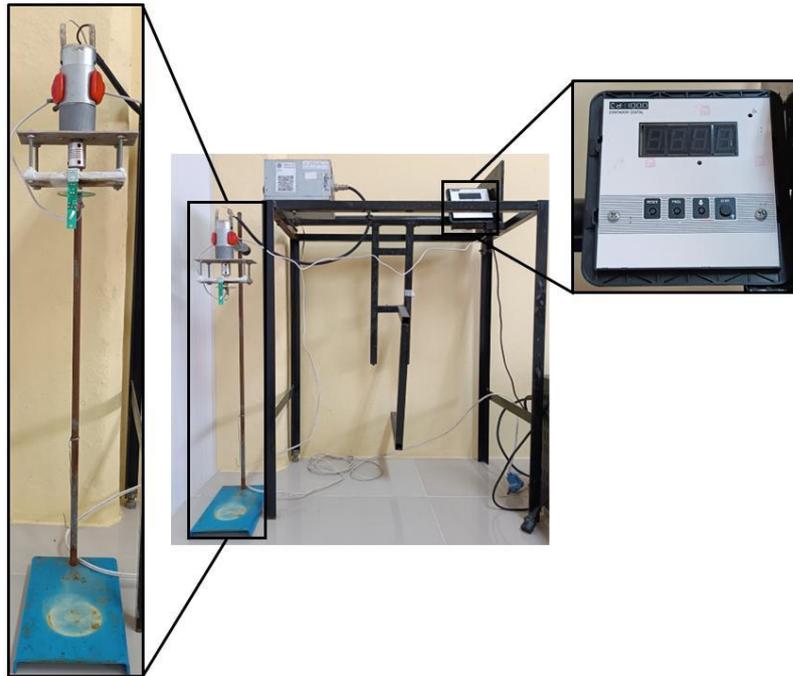


Figura 10 - Dispositivo para a torção dos CNTY. (Fonte: Autor)

## 4.2 Produção dos CNTY

Para a produção dos CNTY foram utilizadas florestas de MWNT fornecidas pela empresa LINTEC Corporation (Richardson, EUA). Eles foram produzidos de acordo com a metodologia de (Mazuco Clain et al., 2023), com 5 camadas com largura de 55 mm (Figura 11.a) sobrepostas. Cada camada foi “puxada” da floresta e CNTs alinhados com comprimento de 250 mm formando filmes, e colados uma a uma em fita dupla face de carbono em suas extremidades. Com auxílio de dois pinos colados na fita de carbono, os CNTY foram enrolados com movimento simultâneo nas duas extremidades (Figura 11.b). Posteriormente os CNTY foram pendurados verticalmente com uma carga de 5 g e densificados com acetona P.A., devido a sua eficiência, e principalmente pela sua fácil manipulação (Figura 11.c).

Após a densificação os CNTY foram torcidos com 2000 torções/metro. A ilustração do processo é mostrada na Figura 11.d.

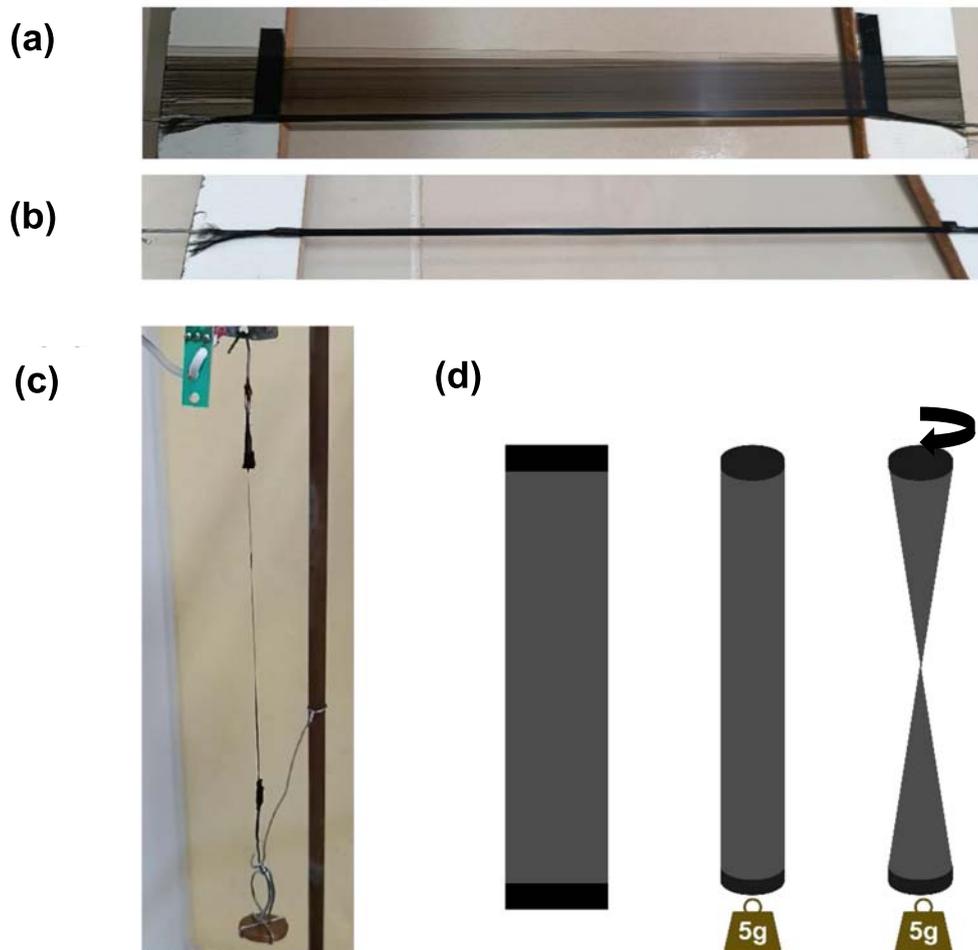


Figura 11 - (a) Filme de CNTs; (b) Filme enrolado; (c) Torção do filamento; (d) Ilustração do processo.

(Fonte: Autor)

### 4.3 Ensaio mecânicos

Os ensaios mecânicos de tração e fluência foram realizados em parceria com o Laboratório de Análise de Tensões (POLICAB), vinculado à Universidade Federal do Rio Grande (FURG), onde, a partir dos resultados de tração, foram definidos os carregamentos para o ensaio de fluência. Foi utilizado um equipamento Instron, modelo 3344, com célula de carga de 500 N e garras pneumáticas.

As solicitações de fluência foram realizadas com uma taxa de deformação de 0,2 mm/s até atingir a força do ensaio. Os ensaios foram realizados variando a carga mecânica e a temperatura. Inicialmente, foram definidos três níveis de carga correspondentes a 50%, 70% e 80% do YBL, aplicados sob duas condições de temperatura: 25 °C e 50 °C. No entanto, devido a problemas operacionais, os valores

reais de carga aplicados a 50 °C ficaram abaixo dos planejados, sendo aproximadamente 40%, 60% e 80% do YBL.

Todas os ensaios foram realizados em triplicata, excluindo o valor com maior dispersão.

Para a realização dos ensaios, foi necessária a confecção de corpos de prova (CPs) que facilitassem o manuseio. Ao todo, foram produzidos 18 CNTY, a partir dos quais foram obtidos dois CPs por amostra: um destinado ao ensaio de tração e outro ao de fluência.

Os CNTY foram confeccionados em molduras de papel 180 g/m<sup>2</sup> com área útil de 60 mm, conforme ilustrado na Figura 12.

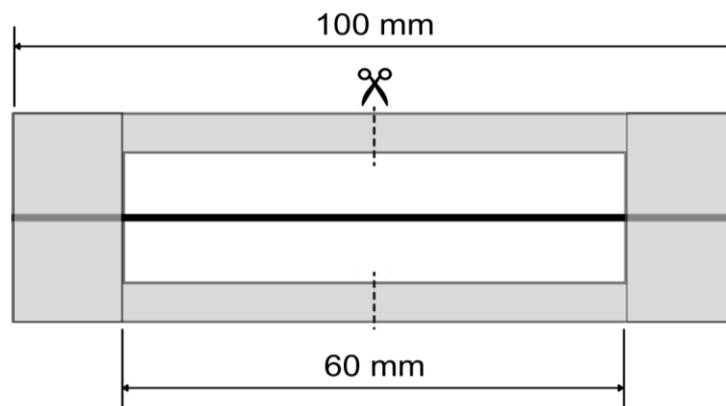


Figura 12 - Moldura para CPs. (Fonte: Autor)

#### 4.4 Condutividade elétrica *in situ*

Para avaliar *in situ* a condutividade elétrica dos filamentos sob carregamento cíclico, foram ensaiadas duas amostras em condições de fadiga controlada. Os experimentos foram conduzidos em parceria com o POLICAB, utilizando o equipamento Instron ElectroPuls E3000.

O carregamento foi aplicado de forma senoidal, em controle por força, variando entre 10 % e 70 % de YBL e com frequência de 0,2 Hz. Adotou-se a mesma rampa de aceleração empregada nos ensaios de fluência, fixando-a em 0,2 mm/s.

Durante todo o regime cíclico, a resistência elétrica foi monitorada em tempo real por meio de um multímetro digital Hikari HM-2400, configurado para aquisição automática de dados a cada 5 s.

A condutividade elétrica foi calculada através da Equação 1:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (1)$$

onde  $\sigma$  representa a condutividade elétrica (S/m) do CNTY e  $\rho$  é a resistividade ( $\Omega \cdot m$ ).

A resistividade é relacionada à resistência por meio da Equação 2:

$$\rho = \frac{R \cdot A}{L} \quad (2)$$

onde R representa a resistência ( $\Omega$ ) dos fios, A área ( $m^2$ ) e L o comprimento do filamento (m).

O comprimento do filamento utilizado foi de 60 mm (0,06 m) e a área 0,00396  $mm^2$  ( $3,96 \cdot 10^{-9} m^2$ ). Essa área foi calculada através de medições de diâmetro das amostras destinadas ao ensaio.

Para a avaliação da condutividade elétrica dos CNTY *in situ*, foi necessária a confecção de corpos de prova (CPs) que garantissem o melhor contato possível entre as pontas de prova e o filamento.

O formato dos CPs foi idealizado conforme a Figura 13, seguindo o mesmo modelo apresentado na Figura 12, mas com fios de cobre conectados às extremidades dos filamentos, permitindo a posterior conexão ao multímetro.

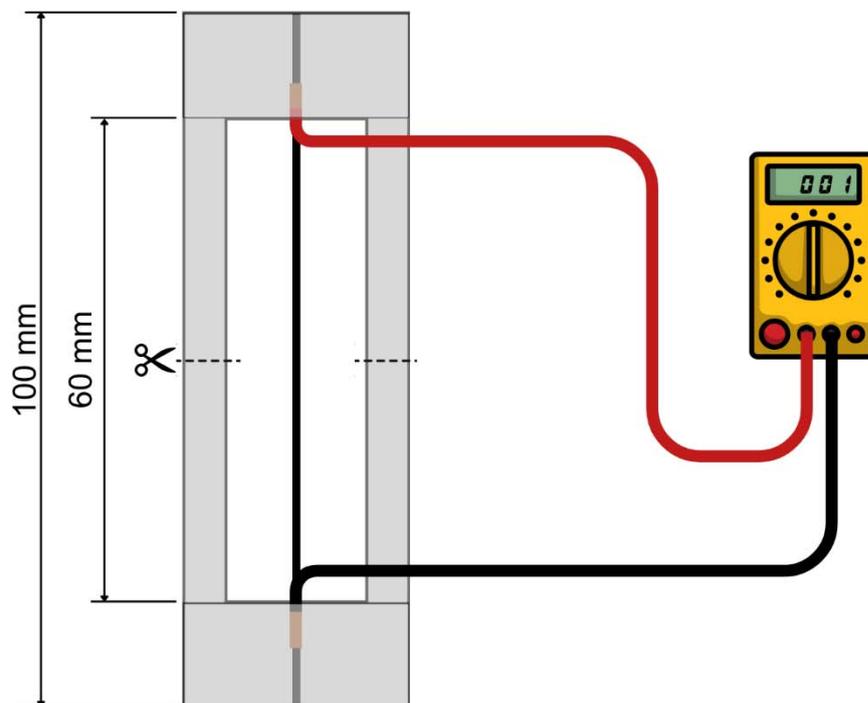


Figura 13 - CP para medir condutividade elétrica. (Fonte: Autor)

#### **4.5 Microscopias**

As análises de MO foram conduzidas no Laboratório de Pesquisa em Materiais (LPM), da Universidade Federal de Pelotas (UFPel), utilizando um microscópio Olympus, modelo BX41M. Para essa caracterização, foram utilizadas as mesmas amostras submetidas aos ensaios mecânicos.

As análises por MEV foram realizadas em dois laboratórios distintos. As observações iniciais, realizadas antes dos ensaios mecânicos, ocorreram no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER), da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), utilizando um microscópio eletrônico de varredura Zeiss, modelo EVO MA10. Para isso, as amostras foram preparadas mediante o corte de pequenos segmentos dos filamentos, os quais foram fixados em stubs metálicos com fita de carbono dupla face. As análises das regiões fraturadas após os ensaios mecânicos foram conduzidas no Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-SUL), vinculado à Universidade Federal do Rio Grande (FURG), utilizando o microscópio eletrônico de varredura Jeol, modelo JSM-6610LV.

A partir das micrografias obtidas por MO, foram realizadas medições do diâmetro e do ângulo de hélice (ou ângulo de torção) dos CNTY com o auxílio do software ImageJ. As medições seguiram o critério de três medidas por amostra, sendo elas no centro e nas extremidades de cada amostra

#### **4.6 Espectroscopia Raman**

A espectroscopia Raman foi realizada nas instalações do Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), vinculado à UFPel. Foi utilizado o equipamento da marca Oxford Instruments modelo alpha300 R, com laser de 532 nm.

Assim como para o MEV, a amostra foi preparada com um pequeno segmento do filamento colado com fita de carbono dupla face sobre uma superfície de silício.

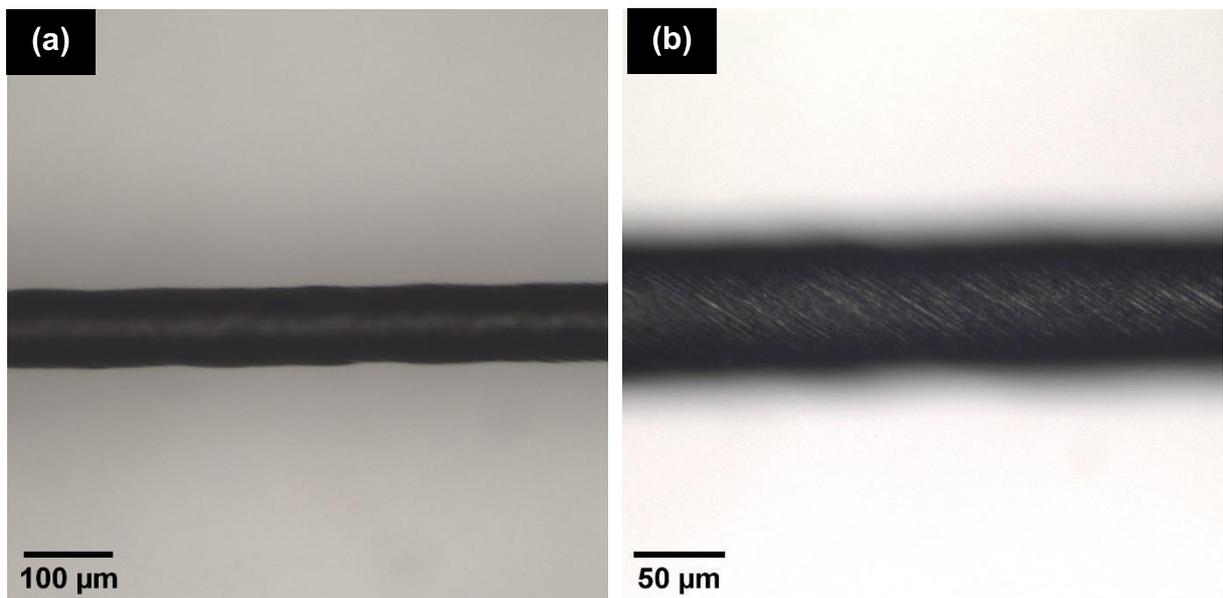
Essa técnica fornece informações valiosas quanto a cristalinidade do material, o que está diretamente relacionado ao comportamento tanto mecânico quanto elétrico.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Análise estrutural

As micrografias dos CNTY, conforme mostrado na Figura 14, possibilitam a compreensão estrutural do filamento, bem como medições de parâmetros estruturais importantes como diâmetro do filamento e ângulo de hélice.

Analisando as imagens, é possível observar um filamento denso e uniforme em toda sua extensão. A partir das medições, os CNTY resultaram em um diâmetro e ângulo de hélice médio de  $89,69 \mu\text{m}$  e  $28,56^\circ$  respectivamente. Os dados apresentaram um desvio padrão de  $3,47 \mu\text{m}$  para o diâmetro, e  $1,87^\circ$  para o ângulo. Esses dados demonstram similaridade em todos os CNTY produzidos, indicando que a produção foi realizada de forma uniforme e garantindo confiabilidade estrutural para todos os CNTY.



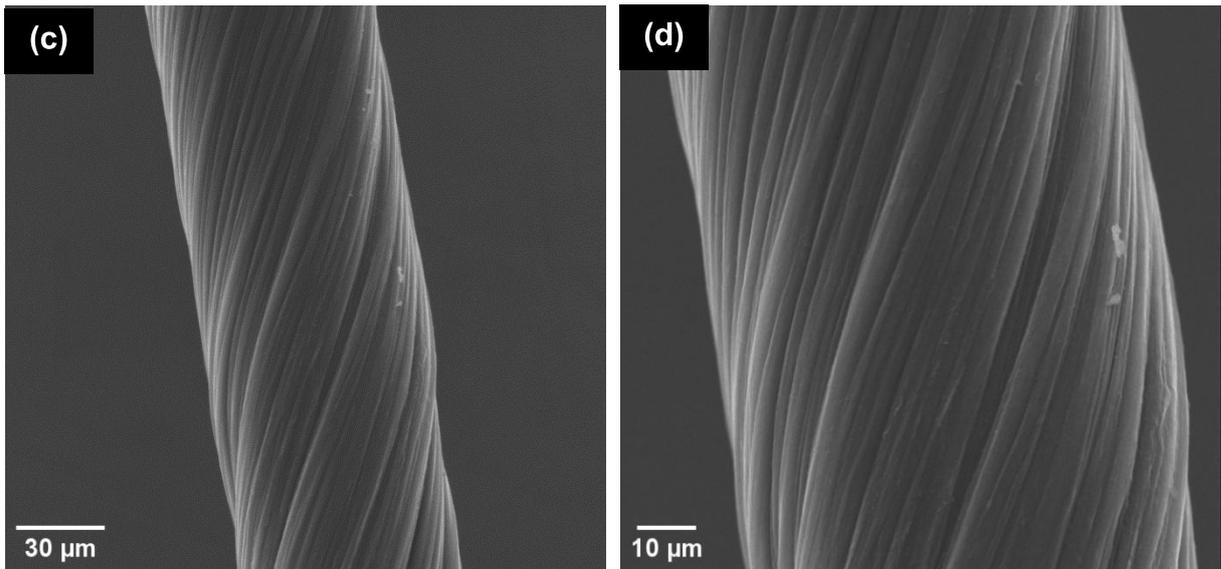


Figura 14 - (a) MO CNTY com foco nas laterais; (b) MO CNTY com foco no centro; (c) MEV CNTY 1000x; (d) MEV CNTY 2000x. (Fonte: Autor)

## 5.2 Espectro Raman

No espectro mostrado na Figura 15 são observadas as bandas características de materiais carbonosos, onde: D (banda de desordem, em  $\sim 1330 \text{ cm}^{-1}$ ), G (banda gráfica, associada a vibrações tangenciais de carbono  $sp^2$ , em  $\sim 1560 \text{ cm}^{-1}$ ), e G' ou 2D (do processo de dois fônons de segunda ordem, em  $\sim 2660 \text{ cm}^{-1}$ ) (de Azevedo, et al., 2023).

Quanto à relação  $I_D/I_G$ , um aumento no seu valor corresponde uma alta proporção de carbono  $sp^3$  indicando maior número de defeitos na estrutura (Mazuco Clain et al., 2023). No trabalho foi obtido o valor de  $I_D/I_G \sim 0,98$ , próximo de valores observados na literatura, e representa um valor intermediário de defeitos na estrutura do material.

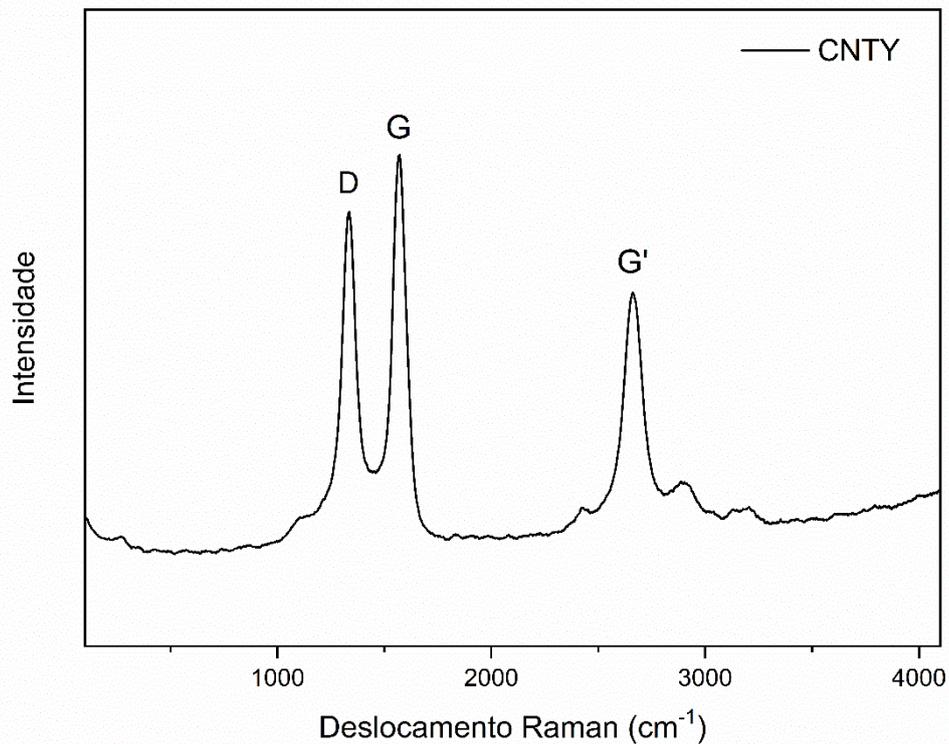


Figura 15 - Espectro Raman de um CNTY. (Fonte: Autor)

### 5.3 Ensaio Mecânicos

As curvas de tração dos CNTY mostradas na Figura 16, apresentam um comportamento não linear desde o início da deformação, típico para materiais fibrosos. Com a aplicação da carga de tração, os nanotubos presentes na estrutura do material tendem a se alinhar, ocorrendo uma densificação mecânica nos filamentos, e conseqüentemente a eliminação de vazios presentes na estrutura.

Observa-se que a taxa de deformação diminui durante o ensaio, corroborando com o mecanismo de deslizamento dos nanotubos da estrutura e eliminação de espaços vazios.

Os testes de tração resultaram em uma carga máxima média de 1,69 N, com um desvio padrão de 0,48 N. Considerando o processo de produção manual, o desvio padrão apresentado indica uma boa reprodutibilidade na produção dos CNTY.

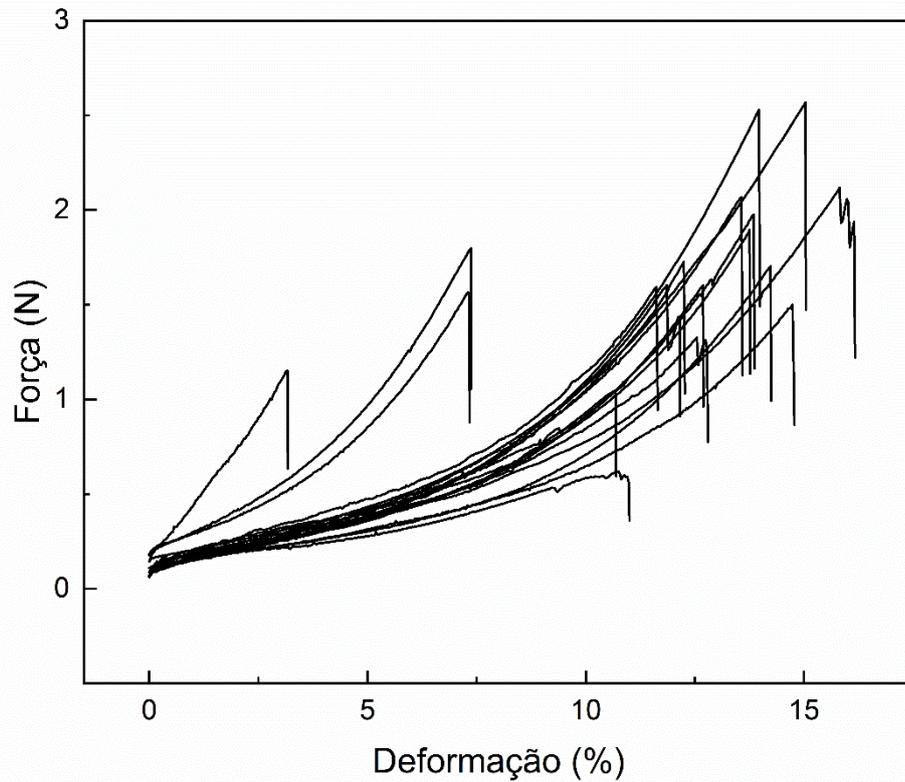


Figura 16 - Curvas de tração dos CNTY. (Fonte: Autor)

A Tabela 1 contém os valores de resistência máxima à tração e deformação máxima para todas as dezoito amostras ensaiadas.

Tabela 1 – Dados de resistência e deformação para os ensaios de tração. (Fonte: Autor)

Amostra	Res. Máx. (N)	Def. Máx. (mm)	Amostra	Res. Máx. (N)	Def. Máx. (mm)
1	0.62	6.55	10	1.70	9.47
2	1.60	7.18	11	1.98	8.42
3	1.50	8.98	12	1.73	7.45
4	1.89	8.31	13	1.15	2.29
5	1.60	7.68	14	1.57	6.31
6	2.12	9.57	15	2.53	9.47
7	1.80	5.57	16	1.33	7.63
8	2.57	10.38	17	1.05	6.49
9	2.07	9.30	18	1.59	7.06
<b>Média</b>				1.69	7.67
<b>Dev. Pad.</b>				0.48	1.90

As Figuras 17 e 18 apresentam o comportamento sob fluência dos CNTY em condições de temperatura de 25°C e 50°C, respectivamente.

Observa-se um comportamento semelhante para todas as amostras, onde no primeiro estágio existe uma grande deformação inicial, durante a rampa de aplicação da tensão. Após a estabilização da tensão (patamar) é visível a presença de um segundo estágio onde a deformação se mantém estável, com taxa de deformação tendendo a zero, até a ruptura para as amostras em 25°C, já para as de 50°C observa-se um acréscimo discreto na deformação até a falha.

Acredita-se que, assim como nas curvas de tração, a deformação inicial que ocorre no primeiro estágio está relacionada a eliminação de vazios presentes na estrutura, com o deslizamento e reorganização dos nanotubos. Essa movimentação permite uma melhor organização e alinhamentos dos nanotubos de carbono, gerando uma maior interação entre eles.

No segundo estágio, para os CNTY sob 25°C, a estrutura não permite maior organização, a movimentação está restrita e os nanotubos estão ligados por interações de Van der Waals e força de atrito aumentada por essa aproximação entre os nanotubos. Acredita-se que a falha do filamento ocorra quando a tensão de ruptura dessas ligações secundárias é atingida, junto com a força de atrito, causando uma ruptura catastrófica.

Algumas amostras apresentam saltos de deformação ocasionados por problemas operacionais no ensaio, com interrupções no teste e relaxamento dos filamentos, que ao serem tensionados novamente alcançavam uma deformação maior que a anterior devido a recuperação e reorganização dos feixes de nanotubos. Apesar de serem ocasionado por problemas operacionais, esse resultado indica um comportamento de recuperação estrutural dos CNTs, quando a carga é retirada.

Quando sob 50°C, existe uma ativação causada pela temperatura que leva a um aumento inicial do contato entre os nanotubos, promovendo maior interação entre eles. Observa-se, também, um aumento gradual da deformação nessas amostras diferente das amostras avaliadas a 25°C, propõem-se que a ativação térmica ocasione uma maior vibração atômica e densidade de ligações secundárias entre os nanotubos ocasionando em uma menor deformação final. O atrito também costuma ser diminuído pela ação da temperatura (Xuan *et al.*, 2025), o que pode ter auxiliado nesse aumento de deformação.

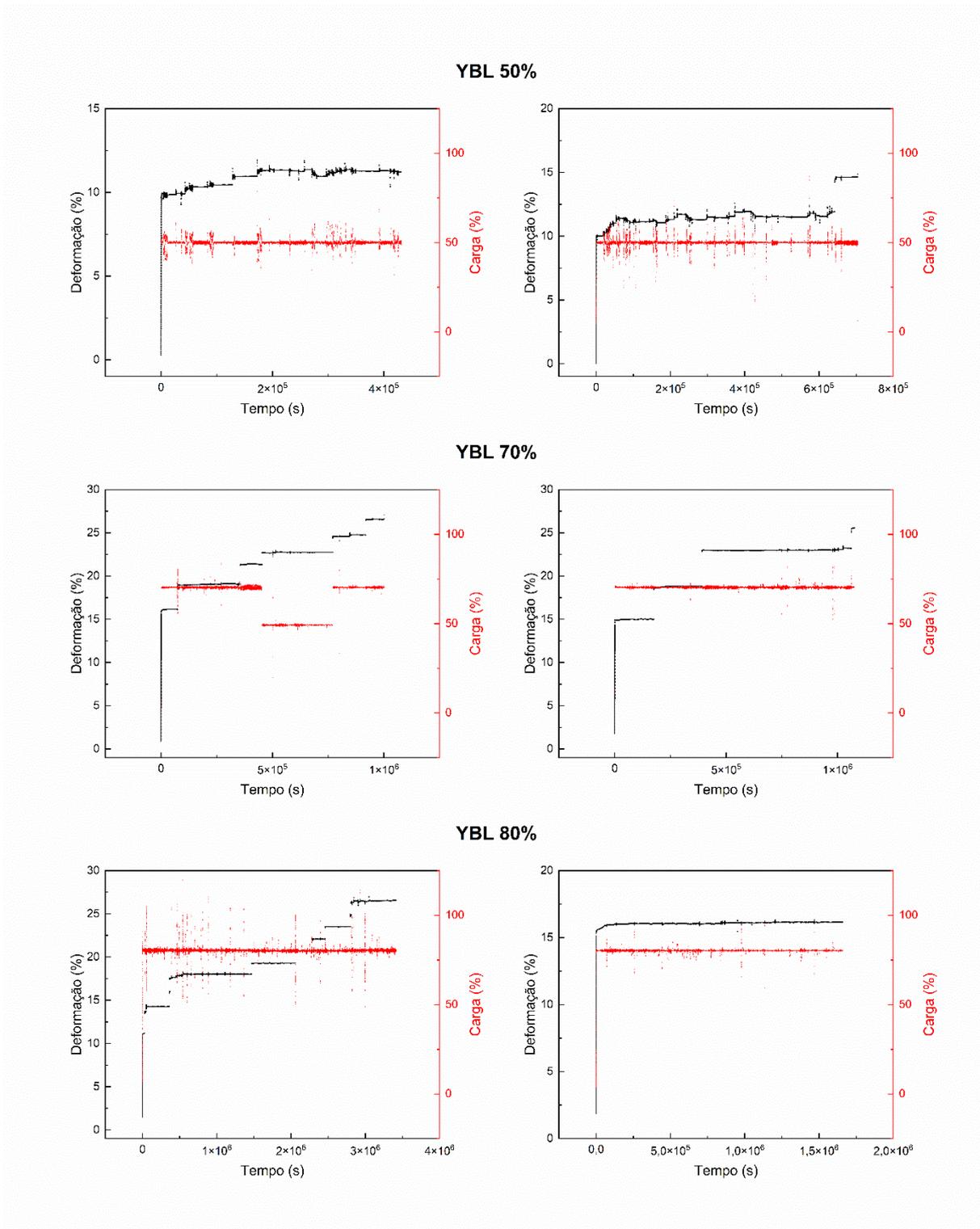


Figura 17 – Curvas dos ensaios de fluência dos CNTYs à 25°C. (Fonte: Autor)

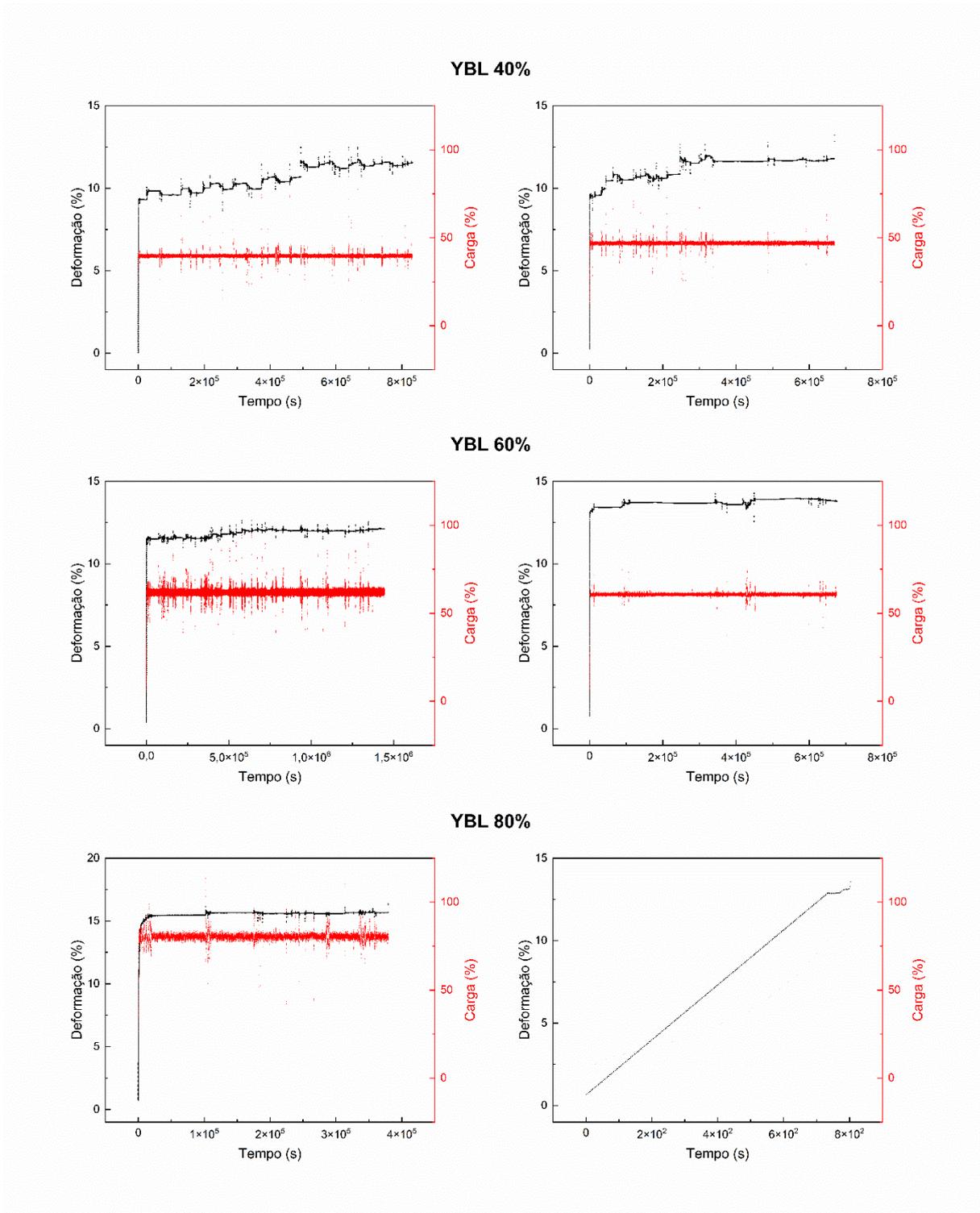


Figura 18 - Curvas do ensaio de fluência dos CNTYs à 50°C. (Fonte: Autor)

Na Figura 19 são apresentados os dados estatísticos das amostras sob fluência em diferentes temperaturas, levando em consideração o tempo necessário até a falha e a deformação.

O comportamento em 25°C é semelhante ao comportamento já observado por Clain e colaboradores, onde o tempo para a falha cresce de acordo com o percentual da carga aplicada (Clain *et al.*, 2023). Acredita-se que a aplicação de uma carga no início do ensaio proporciona uma melhor organização, com eliminação rápida de vazios e maior contato entre os nanotubos individuais, resultando em maior tempo para a ruptura das interações de van der Waal e geração de atrito.

Sob a temperatura de 50°C há uma tendência de diminuição no tempo de falha, o que já era esperado, devido a ativação causada pela temperatura que atua como um catalisador para que os fenômenos ocorram, antecipando a falha do material. Sabe-se que a força de atrito diminui com o aumento da temperatura o que, nesse caso, acaba por diminuir o tempo de falha do filamento pois o atrito funciona como uma força de ancoragem, aumentando a resistência desses filamentos.

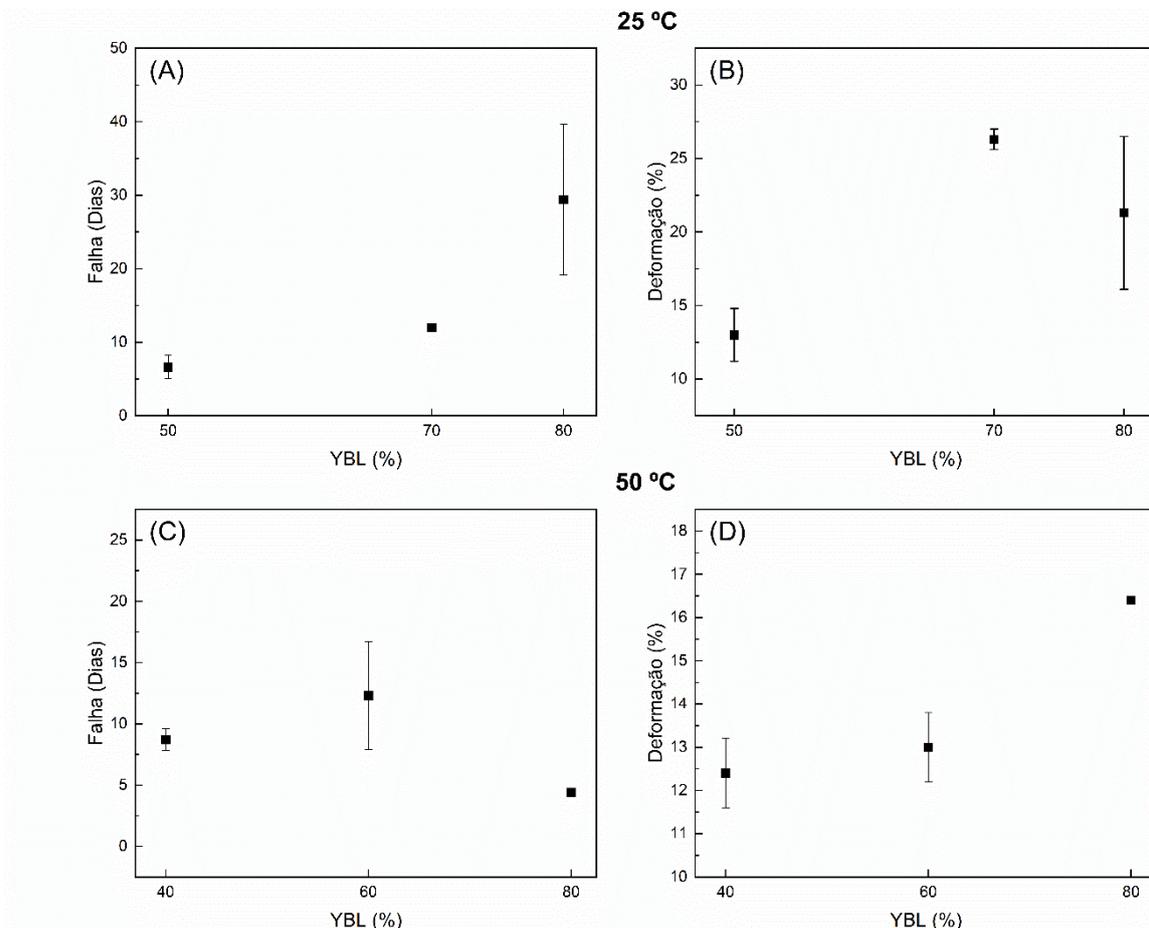


Figura 19 - Dados estatísticos da deformação e tempo de falha em 25°C e 50°C. (Fonte: Autor)

As Figuras 19 (b) e (d) mostram o comportamento dos CNTYs a 25 e 50°C, respectivamente, com relação a sua deformação total em função do YBL. Verifica-se que em ambas temperaturas os filamentos apresentaram aumento na deformação, com o aumento do YBL aplicado. Este resultado corrobora as discussões precedentes, onde a carga inicial é o principal responsável pela reorganização dos nanotubos na estrutura. Conseqüentemente, incrementos na carga levam a uma maior capacidade de reorganização e, por extensão, a deformações mais acentuadas do filamento.

A Figura 20 apresenta as micrografias da região de ruptura dos filamentos submetidos a 70% do YBL, sendo que em (a) o CNTY foi ensaiado a 25 °C e em (b) a 50 °C.

Na Figura 20(a), observa-se uma ruptura com maior agrupamento dos nanotubos, porém com maior desorganização ao longo do filamento e perda de torção. Acredita-se que a maior deformação observada nessas amostras tenha contribuído para essa desorganização estrutural pós-ruptura. Além disso, a falha por nanotubos agrupados evidencia uma possível recuperação dos mesmos que forma, falhando em tempos diferentes, aumentando assim a deformação.

Já na Figura 20(b), observa-se uma ruptura mais irregular e unitária, porém com maior organização ao longo do filamento, sem perda da torção. Esse comportamento pode estar associado à temperatura mais elevada, e corrobora com as discussões anteriores, nas quais se observou uma deformação menor e distribuída de forma gradual ao longo do tempo.

Apesar disso, a ruptura a 50 °C ocorreu em um tempo menor em comparação à amostra a 25 °C, o que indica uma falha mais abrupta do ponto de vista temporal. A falha indicada por nanotubos menos agrupados corrobora com a menor deformação e menor tempo para falha desses filamentos, pois quanto mais individual a falha, menor é a possibilidade de recuperação das ligações secundárias a tempo de recuperar sua resistência.



Figura 20 - (a) Falha do CNTY com carga de 70% do YBL e temperatura de 25°C; (b) Falha do CNTY com carga de 70% do YBL e temperatura de 50°C. (Fonte: Autor)

#### 5.4 Comportamento Elétrico sob solicitação dinâmica

O comportamento dos CNTY sob cargas cíclicas de tração/relaxamento está apresentado na Figura 21 (a) para 1000 ciclos e (b) para 500 ciclos.

Nota-se uma diminuição nos valores de resistência elétrica (curva preta) e conseqüentemente um aumento nos valores de condutividade elétrica (curva vermelha).

Assim como discutido anteriormente nos ensaios mecânicos de tração e fluência, os carregamentos cíclicos gerados pelo ensaio de fadiga ocasionam uma reorganização na estrutura, o que está diretamente relacionado a esse comportamento.

Ao tensionar e relaxar o filamento repetidas vezes, os nanotubos individuais da estrutura podem se reorganizar eliminando os poros e garantindo um melhor contato. Essa maior compactação na estrutura é traduzida eletricamente na redução da resistência elétrica.

Nota-se uma tendência de aumento na condutividade elétrica à medida que o número de ciclos aumenta. Esse crescimento é mais acentuado no início, mas continua ao longo do tempo, até que o filamento atinja seu estado mais denso.

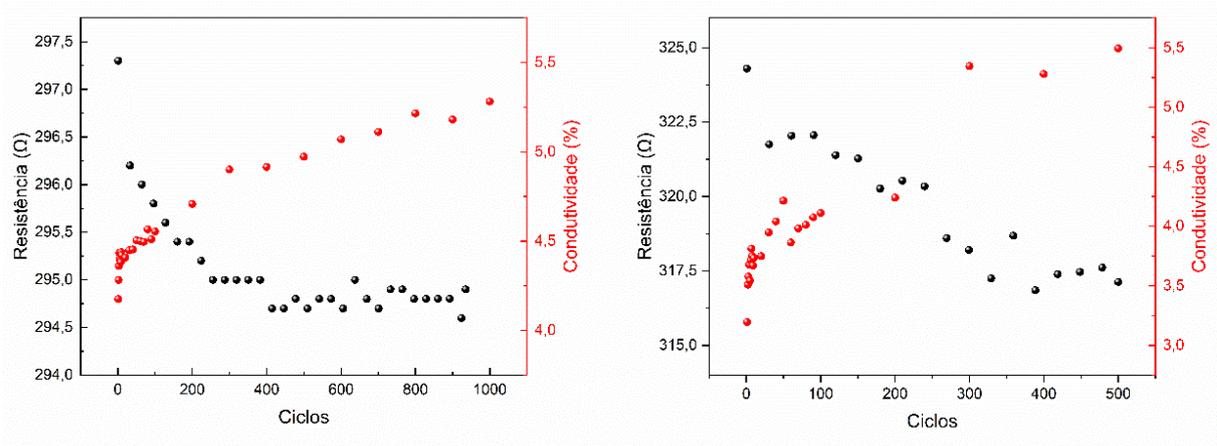


Figura 21 - Comportamento elétrico dos CNTY sob cargas cíclicas das duas amostras testadas. (Fonte: Autor)

Esses resultados corroboram com os resultados acima apresentados, evidenciando que, em um primeiro momento, para estruturas macroscópicas de filamentos de CNTs, há uma eliminação de poros e alinhamento dos nanotubos, com conseqüente aumentos da interação entre eles. Essa interação auxilia, então, na condutividade elétrica dos filamentos.

## 6 CONCLUSÕES

Considerando os objetivos específicos estabelecidos, podemos concluir que:

- Foi possível o desenvolvimento de um aparato que possibilitasse a produção dos CNTY de forma confiável e reprodutiva;
- Os CNTY exibiram boa uniformidade estrutural, com diâmetro médio de  $89,69 \pm 3,47 \mu\text{m}$  e ângulo de hélice de  $28,56 \pm 1,87^\circ$ . Os baixos desvios padrão comprovam a reprodutibilidade do processo de fabricação;
- Os ensaios de tração resultaram em carga máxima média de  $1,69 \pm 0,48 \text{ N}$ , validando a coesão estrutural;
- Sob fluência, podemos concluir que o aumento de  $25^\circ\text{C}$  para  $50^\circ\text{C}$  reduz o tempo até a falha, evidenciando sensibilidade térmica;
- Sob ciclagem mecânica, a condutividade elétrica aumenta devido à compactação progressiva da estrutura (redução de vazios e melhor contato entre nanotubos).

Com base nos resultados obtidos, propõem-se que as solicitações mecânicas promovem a reorganização estrutural dos filamentos via deslizamento de nanotubos individuais. Esse processo induz alinhamento, eliminação de vazios e maior interação, resultando simultaneamente no aprimoramento das propriedades mecânicas (devido ao aumento do atrito e da densidade de ligações secundárias) e elétricas (pela redução da porosidade e aumento da interação).

## 7 LIMITAÇÕES DA PESQUISA

Durante a realização desta pesquisa, algumas limitações importantes foram identificadas e impactaram o andamento do trabalho. A principal delas diz respeito à dificuldade na realização das caracterizações, uma vez que os equipamentos necessários estavam localizados em diferentes cidades, exigindo deslocamentos e logística complexa. As caracterizações mecânicas foram conduzidas na FURG, em Rio Grande, enquanto as análises estruturais demandaram o uso de infraestrutura tanto na própria FURG quanto na UFRGS, em Porto Alegre. Essa descentralização dificultou o agendamento e a execução contínua dos ensaios. Além disso, os ensaios de fluência são ensaios que demandam muito tempo, o que limitou a possibilidade de repetição de testes que apresentaram algum problema operacional. Essa limitação foi ainda mais evidente nas amostras submetidas à temperatura de 50 °C, que exigiram uma carga mais baixa, comprometendo parcialmente a resposta esperada e dificultando a coleta de dados mais robustos. Soma-se a isso a necessidade de um número elevado de amostras para garantir confiabilidade estatística, o que aumentou significativamente o tempo de preparo, execução dos ensaios e análise dos resultados.

## 8 TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão para trabalhos futuros, propõe-se:

1. Repetição dos ensaios realizados e aplicação de ferramentas estatísticas para análise dos dados;
2. Realização de ensaios de fluência em temperaturas mais elevadas do que as utilizadas neste estudo;
3. Investigação do potencial de geração de energia dos CNTY por meio de caracterizações eletroquímicas específicas, como técnicas de voltametria, de modo a explorar aplicações em dispositivos autoalimentados;
4. Incorporação de materiais hospedeiros na estrutura interna dos filamentos, com o objetivo de aumentar a eficiência na conversão e transporte de carga, potencializando seu desempenho em sistemas de geração de energia.

## REFERÊNCIAS

ABRAHAM, J.; THOMAS, S.; KALARIKKAL, N. **Handbook of Carbon Nanotubes**. Cham: Springer International Publishing, 2022.

ALI, Z. *et al.* Critical review on the characterization, preparation, and enhanced mechanical, thermal, and electrical properties of carbon nanotubes and their hybrid filler polymer composites for various applications. **Composites Part C: Open Access**, v. 13, p. 100434, 1 mar. 2024.

AZEVEDO, C. F. DE *et al.* Comprehensive adsorption and spectroscopic studies on the interaction of carbon nanotubes with diclofenac anti-inflammatory. **Chemical Engineering Journal**, v. 454, p. 140102, 15 fev. 2023.

BETHUNE, D. S. *et al.* Cobalt-catalysed growth of carbon nanotubes with single-atomic-layer walls. **Nature**, v. 363, n. 6430, p. 605–607, jun. 1993.

BRUSA, E.; CARRERA, A.; DELPRETE, C. A Review of Piezoelectric Energy Harvesting: Materials, Design, and Readout Circuits. **Actuators**, v. 12, n. 12, p. 457, 8 dez. 2023.

CHOO, H. *et al.* Fabrication and Applications of Carbon Nanotube Fibers. **Carbon letters**, v. 13, n. 4, p. 191–204, 31 out. 2012.

CHOUHARY, N.; HWANG, S.; CHOI, W. Carbon Nanomaterials: A Review. *Em: Handbook of Nanomaterials Properties*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014. p. 709–769.

CLAIN, F. M. *et al.* Creep and electrical properties of carbon nanotube yarns for long-term applications. **Carbon Trends**, v. 13, p. 100313, 1 dez. 2023.

DIVYA, S.; OH, T. H.; BODAGHI, M. 1D nanomaterial based piezoelectric nanogenerators for self-powered biocompatible energy harvesters. **European Polymer Journal**, v. 197, p. 112363, 10 out. 2023.

DOH, J.; LEE, J. Prediction of the mechanical behavior of double walled-CNTs using a molecular mechanics-based finite element method: Effects of chirality. **Computers & Structures**, v. 169, p. 91–100, 1 jun. 2016.

DONER, N. *et al.* Energy Generation through Thermopower Waves using Multi-walled Carbon Nanotube Yarn. **Fuel**, v. 331, p. 125906, 1 jan. 2023.

EVORA, M. C. *et al.* Single-step process to improve the mechanical properties of carbon nanotube yarn. **Beilstein Journal of Nanotechnology**, v. 9, n. 1, p. 545–554, 13 fev. 2018.

GIGAX, J. G.; BRADFORD, P. D.; SHAO, L. Radiation-induced mechanical property changes of CNT yarn. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 409, p. 268–271, 15 out. 2017.

GOWTHAMAN, N. S. K. *et al.* Zero-, one- and two-dimensional carbon nanomaterials as low-cost catalysts in optical and electrochemical sensing of biomolecules and environmental pollutants. **Microchemical Journal**, v. 194, p. 109291, 1 nov. 2023.

GUO, A. *et al.* Digital light processing of multi-walled carbon nanotubes-reinforced photosensitive resin composites: Effects on microstructures and mechanical properties. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 28, p. 434–445, 1 jan. 2024.

HAN, Z.; FINA, A. Thermal conductivity of carbon nanotubes and their polymer nanocomposites: A review. **Progress in Polymer Science**, v. 36, n. 7, p. 914–944, jul. 2011.

HONG, L. *et al.* Research on low-frequency FBG accelerometer based on double curved beam reed. **Optics Communications**, v. 543, p. 129615, 15 set. 2023.

HU, X. *et al.* Recent Advances in Carbon Nanotube-Based Energy Harvesting Technologies. **Advanced Materials**, v. 35, n. 49, 19 dez. 2023.

HYEON, J. S. *et al.* Electrochemical graphene/carbon nanotube yarn artificial muscles. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 286, p. 237–242, 1 maio 2019.

IJIMA, S. Helical microtubules of graphitic carbon. **Nature**, v. 354, n. 6348, p. 56–58, nov. 1991.

IJIMA, S.; ICHIHASHI, T. Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter. **Nature**, v. 363, n. 6430, p. 603–605, 17 jun. 1993.

JAYASINGHE, C. *et al.* Spinning yarn from long carbon nanotube arrays. **Journal of Materials Research**, v. 26, n. 5, p. 645–651, 14 mar. 2011.

JESTIN, S.; POULIN, P. Wet Spinning of CNT-based Fibers. *Em: Nanotube Superfiber Materials*. [s.l.] Elsevier, 2014. p. 167–209.

JUNG, Y. *et al.* How can we make carbon nanotube yarn stronger? **Composites Science and Technology**, v. 166, p. 95–108, 29 set. 2018.

KIM, H. *et al.* Electrical energy harvesting from ferritin bisrolled carbon nanotube yarn. **Biosensors and Bioelectronics**, v. 164, p. 112318, 15 set. 2020.

KIM, J.-G.; SUH, D.; KANG, H. Large variation in Young's modulus of carbon nanotube yarns with different diameters. **Current Applied Physics**, v. 21, p. 96–100, 1 jan. 2021.

KIM, K. J. *et al.* Understanding Piezoionic Effects in Chemo–Mechanical Energy Harvesting by Carbon Nanotube Yarn Twists. **Advanced Energy Materials**, 8 mar. 2024.

KIM, S. H. *et al.* Harvesting electrical energy from carbon nanotube yarn twist. **Science**, v. 357, n. 6353, p. 773–778, 25 ago. 2017.

KROTO, H. W. *et al.* C<sub>60</sub>: Buckminsterfullerene. **Nature**, v. 318, n. 6042, p. 162–163, nov. 1985.

- KUMAR, M.; ANDO, Y. Chemical Vapor Deposition of Carbon Nanotubes: A Review on Growth Mechanism and Mass Production. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v. 10, n. 6, p. 3739–3758, 1 jun. 2010.
- KWON, C. H. *et al.* Torsional behaviors of polymer-infiltrated carbon nanotube yarn muscles studied with atomic force microscopy. **Nanoscale**, v. 7, n. 6, p. 2489–2496, 14 fev. 2015.
- LEE, D. W. *et al.* Bifunctional carbon nanotube yarns fabricated using biscrolling technology for pseudocapacitors and paramagnetic actuators. **Sensors and Actuators A: Physical**, v. 342, p. 113623, 1 ago. 2022.
- LEE, J. *et al.* Direct spinning and densification method for high-performance carbon nanotube fibers. **Nature Communications**, v. 10, n. 1, p. 2962, 4 jul. 2019.
- LI, L. *et al.* Carbon nanotube (CNT) reinforced cementitious composites for structural self-sensing purpose: A review. **Construction and Building Materials**, v. 392, p. 131384, 15 ago. 2023.
- LI, S. *et al.* Enhancement of carbon nanotube fibres using different solvents and polymers. **Composites Science and Technology**, v. 72, n. 12, p. 1402–1407, 23 jul. 2012.
- LI, W. *et al.* Spinning Carbon Nanotube Nanothread under a Scanning Electron Microscope. **Materials**, v. 4, n. 9, p. 1519–1527, 29 ago. 2011.
- LIMA, M. D. *et al.* Biscrolling Nanotube Sheets and Functional Guests into Yarns. **Science**, v. 331, n. 6013, p. 51–55, 7 jan. 2011.
- LU, W. *et al.* State of the Art of Carbon Nanotube Fibers: Opportunities and Challenges. **Advanced Materials**, v. 24, n. 14, p. 1805–1833, 10 abr. 2012.
- MIAO, M. Yarn spun from carbon nanotube forests: Production, structure, properties and applications. **Particuology**, v. 11, n. 4, p. 378–393, ago. 2013.
- MISAK, H. E. *et al.* Tension–tension fatigue behavior of carbon nanotube wires. **Carbon**, v. 52, p. 225–231, fev. 2013.
- MONTHIOUX, M.; KUZNETSOV, V. L. Who should be given the credit for the discovery of carbon nanotubes? **Carbon**, v. 44, n. 9, p. 1621–1623, ago. 2006.
- NOVOSELOV, K. S. *et al.* Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. **Science**, v. 306, n. 5696, p. 666–669, 22 out. 2004.
- OBERLIN, A.; ENDO, M.; KOYAMA, T. Filamentous growth of carbon through benzene decomposition. **Journal of Crystal Growth**, v. 32, n. 3, p. 335–349, mar. 1976.
- OSORIO, A. G.; BERGMANN, C. P. Effect of surface area of substrates aiming the optimization of carbon nanotube production from ferrocene. **Applied Surface Science**, v. 264, p. 794–800, 1 jan. 2013.
- PANDA, S. *et al.* Piezoelectric energy harvesting systems for biomedical applications. **Nano Energy**, v. 100, p. 107514, 1 set. 2022.

PARK, C.-L. *et al.* Carbon nanotube yarn with small outer diameter to maximize the electrochemical performance of artificial muscles. **Carbon**, v. 220, p. 118775, fev. 2024.

PECUNIA, V. *et al.* Roadmap on energy harvesting materials. **Journal of Physics: Materials**, v. 6, n. 4, p. 042501, 1 out. 2023.

RADOUSKY, H. B.; LIANG, H. Energy harvesting: an integrated view of materials, devices and applications. **Nanotechnology**, v. 23, n. 50, p. 502001, 21 dez. 2012.

RADUSHKEVICH, L. V.; LUKYANOVICH, V. M. The Structure of Carbon Forming in Thermal Decomposition of Carbon Monoxide on an Iron Catalyst. **Russian Journal of Physical Chemistry**, n. 26, p. 88–95, 1952.

RAMESH, S. *et al.* Nanostructurally fabrication of nickel oxide-interfaced carbon nanotubes for supercapacitors and exploration of electrochemical correlation via computer vision techniques and artificial intelligence. **Journal of Energy Storage**, v. 82, p. 110429, 30 mar. 2024.

RANI, M. *et al.* Recent advancement and challenges in multifunctional carbon nanotube buckypaper and its composites for energy storage and conversion applications. **Journal of Energy Storage**, v. 73, p. 109063, 15 dez. 2023.

RATHINAVEL, S.; PRIYADHARSHINI, K.; PANDA, D. A review on carbon nanotube: An overview of synthesis, properties, functionalization, characterization, and the application. **Materials Science and Engineering: B**, v. 268, p. 115095, 1 jun. 2021.

SABELKIN, V. *et al.* Tensile loading behavior of carbon nanotube wires. **Carbon**, v. 50, n. 7, p. 2530–2538, jun. 2012.

SHESHMANI, S.; ASHORI, A.; ARAB FASHAPOYEH, M. Wood plastic composite using graphene nanoplatelets. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 58, p. 1–6, jul. 2013.

SMAIL, F.; BOIES, A.; WINDLE, A. Direct spinning of CNT fibres: Past, present and future scale up. **Carbon**, v. 152, p. 218–232, 1 nov. 2019.

SPERANZA, G. Carbon Nanomaterials: Synthesis, Functionalization and Sensing Applications. **Nanomaterials**, v. 11, n. 4, p. 967, 9 abr. 2021.

TERRONES, M. Science and Technology of the Twenty-First Century: Synthesis, Properties, and Applications of Carbon Nanotubes. **Annual Review of Materials Research**, v. 33, n. 1, p. 419–501, ago. 2003.

TRAN, C. D. *et al.* Improving the tensile strength of carbon nanotube spun yarns using a modified spinning process. **Carbon**, v. 47, n. 11, p. 2662–2670, set. 2009.

TRAN, C.-D. Dry Spinning Carbon Nanotubes into Continuous Yarn. *Em: Nanotube Superfiber Materials*. [s.l.] Elsevier, 2014. p. 211–242.

TRUONG, T. K.; LEE, Y.; SUH, D. Multifunctional characterization of carbon nanotube sheets, yarns, and their composites. **Current Applied Physics**, v. 16, n. 9, p. 1250–1258, 1 set. 2016.

- WANG, L. *et al.* Self-sustained and self-wakeup wireless vibration sensors by electromagnetic-piezoelectric-triboelectric hybrid energy harvesting. **Applied Energy**, v. 355, p. 122207, 1 fev. 2024.
- WANG, Z. *et al.* More Powerful Twistron Carbon Nanotube Yarn Mechanical Energy Harvesters. **Advanced Materials**, v. 34, n. 27, 31 jul. 2022.
- WATANABE, T. *et al.* Comprehensive Characterization of Structural, Electrical, and Mechanical Properties of Carbon Nanotube Yarns Produced by Various Spinning Methods. **Nanomaterials**, v. 12, n. 4, p. 593, 10 fev. 2022.
- XIAO, Q. *et al.* Optical Fibers Embedded with As-Grown Carbon Nanotubes for Ultrahigh Nonlinear Optical Responses. **Advanced Materials**, v. 35, n. 35, 18 set. 2023.
- XU, C. *et al.* Portable and wearable self-powered systems based on emerging energy harvesting technology. **Microsystems & Nanoengineering**, v. 7, n. 1, p. 25, 17 mar. 2021.
- XU, X. *et al.* Electrophoretic Analysis and Purification of Fluorescent Single-Walled Carbon Nanotube Fragments. **Journal of the American Chemical Society**, v. 126, n. 40, p. 12736–12737, 1 out. 2004.
- XUAN, Y. Y. *et al.* Effect of elevated temperatures on wear and frictional performance of Pineapple Leaf Fiber-Reinforced natural rubber composites with the addition of multi-walled carbon nanotubes. **Polymer Composites**, 8 abr. 2025.
- ZHANG, D. *et al.* Multi-grating triboelectric nanogenerator for harvesting low-frequency ocean wave energy. **Nano Energy**, v. 61, p. 132–140, 1 jul. 2019.
- ZHANG, M.; ATKINSON, K. R.; BAUGHMAN, R. H. Multifunctional Carbon Nanotube Yarns by Downsizing an Ancient Technology. **Science**, v. 306, n. 5700, p. 1358–1361, 19 nov. 2004.
- ZHANG, Q. *et al.* Dry spinning yarns from vertically aligned carbon nanotube arrays produced by an improved floating catalyst chemical vapor deposition method. **Carbon**, v. 48, n. 10, p. 2855–2861, ago. 2010.
- ZHANG, XIEFEI *et al.* Strong Carbon-Nanotube Fibers Spun from Long Carbon-Nanotube Arrays. **Small**, v. 3, n. 2, p. 244–248, 5 fev. 2007.
- ZHANG, X. *et al.* Ultrastrong, Stiff, and Lightweight Carbon-Nanotube Fibers. **Advanced Materials**, v. 19, n. 23, p. 4198–4201, 3 dez. 2007.
- ZHAO, H. *et al.* Carbon nanotube yarn strain sensors. **Nanotechnology**, v. 21, n. 30, p. 305502, 30 jul. 2010.
- ZHU, S. *et al.* One-dimensional heterostructures of polyoxometalate-encapsulated carbon nanotubes for enhanced capacitive energy storage. **Cell Reports Physical Science**, v. 4, n. 6, p. 101446, 21 jun. 2023.
- ZOU, M. *et al.* Flexible devices: from materials, architectures to applications. **Journal of Semiconductors**, v. 39, n. 1, p. 011010, 1 jan. 2018.

