

Efecto del contenido de Mo en las propiedades de composites grafito-MoC sinterizados por Spark Plasma Sintering

Juan Piñuela-Noval^{1,2}, Daniel Fernández-González¹, Marta Suárez¹, Luis Felipe Verdeja², Adolfo Fernández¹

¹Centro de Investigación de Nanomateriales y Nanotecnología (CINN), Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), Universidad de Oviedo (UO), Principado de Asturias (PA), Avda. de la Vega, 4-6, 33940, El Entrego, Asturias.

²Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Escuela de Minas, Energía y Materiales, Universidad de Oviedo, Calle Independencia, 13, 33004, Oviedo, Asturias.

Ingeniería y Arquitectura - Programa de Doctorado en Materiales

Contacto: j.pinuela@cinn.es / uo238525@uniovi.es

XI Jornadas de Doctorado 2022
8 de julio de 2022



Introducción

El grafito es un material carbonoso caracterizado por tener buena conductividad térmica y eléctrica cuando se encuentra adecuadamente sinterizado. Es precisamente la conductividad térmica junto con su bajo coeficiente de expansión térmica los que hacen a este material interesante para aplicaciones de gestión energética como los disipadores de calor. No obstante, sus propiedades térmicas, eléctricas y mecánicas pueden ser insuficientes para usos específicos (colimadores), siendo necesaria una segunda fase (Mo, Al, Cu, ...) a fin de obtener composites grafito-metal con unas mejores prestaciones técnicas. En particular, los composites de grafito-molibdeno han sido objeto de estudio durante años debido a la mejora en las propiedades termo-mecánicas conferidas por los carburos de este metal (MoC y Mo₂C).

Objetivo

Investigación del uso de la síntesis coloidal y la sinterización por Spark Plasma Sintering (SPS) para la obtención de nanocompuestos de base gráfica con distintas cantidades de carburos de molibdeno (2,5, 5 y 10% vol. de Mo) y titanio (1% vol.) para la mejora de las propiedades eléctricas, térmicas y mecánicas.

Método

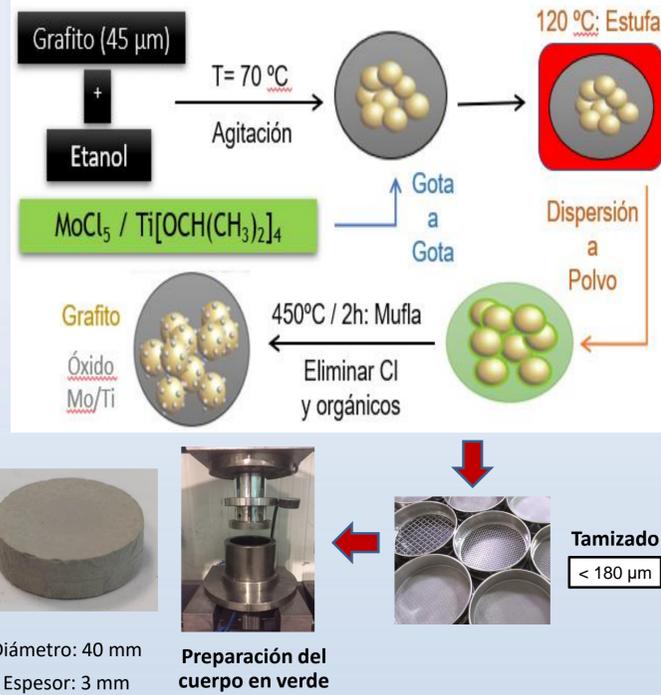
Síntesis Coloidal

Es una técnica de bajo coste que permite la nucleación homogénea de nanopartículas sobre la superficie del grafito, controlando las condiciones de reacción a partir de precursores en disolución (MoCl₅ y Ti[OCH(CH₃)₂]₄).

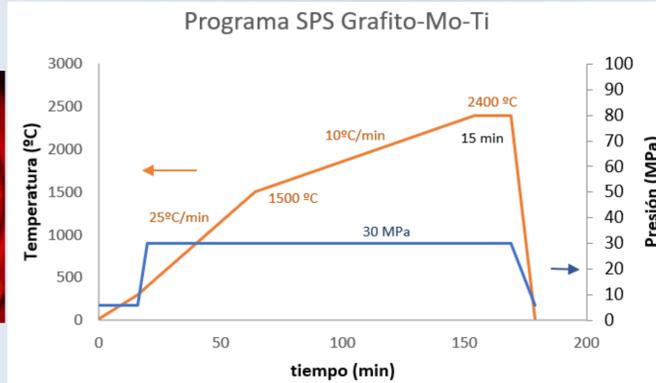
Spark Plasma Sintering

Tecnología estudiada para la obtención de materiales de altas prestaciones. La aplicación simultánea de presión uniaxial y calentamiento mediante paso de corriente eléctrica a través del material y/o del molde en el que está colocado, permite reducir los tiempos y temperaturas de procesamiento necesarios para densificar el material cerámico.

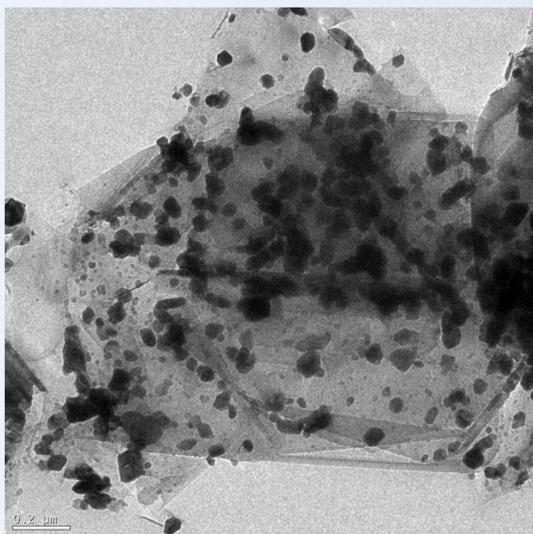
Síntesis Coloidal



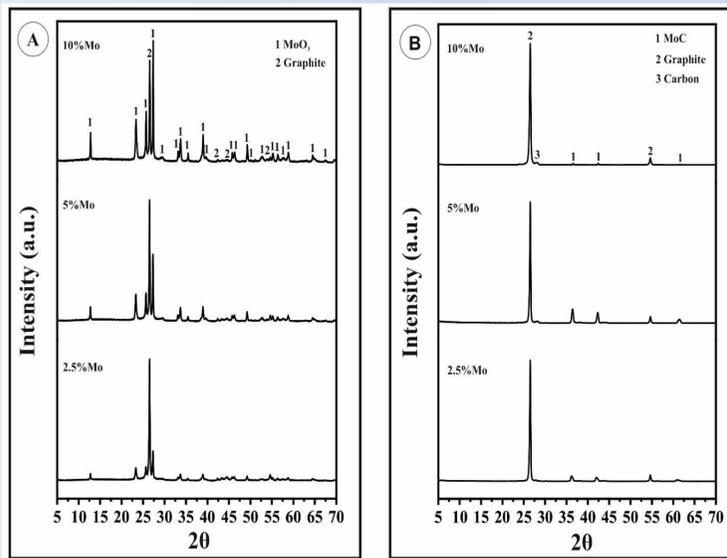
SPS de laboratorio (Sotrono, Asturias)



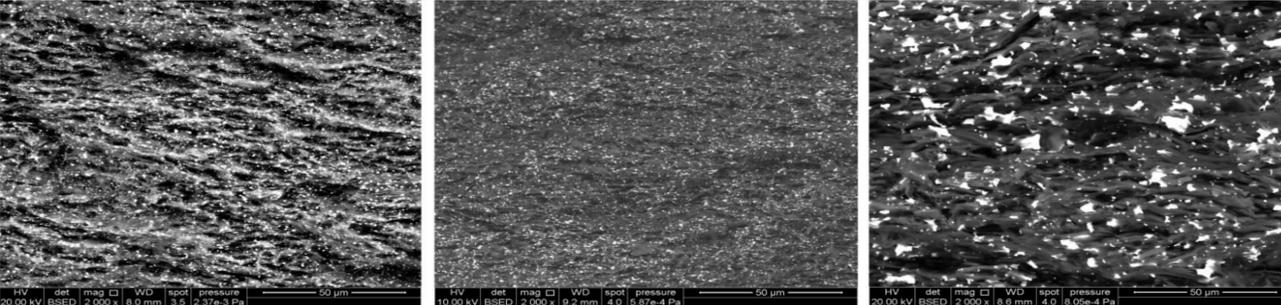
HRTEM



DRX



FESEM



Resultados

DRX

Identificación de fases antes (A) y después (B) del SPS. El Ti no aparece al estar por debajo del límite de detección en cuanto a cantidad. α-MoC es el carburo estable por la adición de Ti.

Caracterización microestructural

HRTEM imagen: Grafito (Gris) - MoC (negro). Adecuada dispersión, partículas de carburo de molibdeno adheridas a la superficie del grafito.

FESEM imágenes: MoC adecuadamente distribuido. Mayor tamaño de partícula de molibdeno según el contenido.

Propiedades

Mejores resultados en la dirección in-plane, hacia donde están orientadas las partículas de grafito (perpendicular a la presión realizada antes y durante la sinterización).

Propiedades (dirección in-plane)	Grafito + x %vol. Mo + 1 %vol. Ti		
	2,5	5	10
Densidad relativa (%)	82,32	86,05	85,24
Resistencia a flexión (MPa)	36,13	44,90	53,45
Módulo de Young (GPa)	114,23	203,51	224,92
Conductividad Eléctrica (MS/m)	0,14	0,21	1,07
Conductividad Térmica (W/mK)	4,00	79,76	255,35

Referencias

- Guardia-Valenzuela, J., Bertarelli, A., Carra, F., Mariani, N., Bizzaro, S. and Arenal, R. (2018). Development and properties of high thermal conductivity molybdenum carbide - graphite composites. *Carbon* (135), 72-84.
- Gutiérrez-González, C.F., Suarez, M., Pozhidaev, S., Rivera, S., Peretyagin, P., Solís, W., Díaz, L.A., Fernández, A. and Torrecillas, R. (2016). Effect of TiC addition on the mechanical behaviour of Al₂O₃-SiC whiskers composites obtained by SPS. *Journal of the European Ceramic Society* (36), 2149-2152.
- Suárez, M., Fernández-González, D., Díaz, L.A., Borrell, A., Moya, J.S. and Fernández, A. (2021). Synthesis and processing of improved graphite-molybdenum-titanium composites by colloidal route and spark plasma sintering. *Ceramics International* (47), 30993-30998.
- Suárez, M., Fernández-González, D., Gutiérrez-González, D.F., Díaz, L.A., Borrell, A., Moya, J.S., Torrecillas, R. and Fernández, A. (2022). Effect of green body density on the properties of graphite-molybdenum-titanium composite sintered by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society* (42), 2048-2052.

Discusión

El incremento del contenido de Mo tiene gran influencia en las propiedades del composite, en especial en la de 10 % vol. Mo. Las propiedades eléctricas y térmicas, relacionadas por la Ley Wiedemann-Franz, mejoran con el contenido en molibdeno. El Mo metal muestra valores de conductividad eléctrica de 20 MS/m y térmica de 140 W/mK, y al mezclarlo y sinterizarlo con el grafito conduce a una mejora de las propiedades de este, dando lugar a un compuesto con buenas propiedades termomecánicas combinadas con ligereza.

Distribución adecuada del MoC gracias a la técnica de síntesis coloidal, mejorando los resultados obtenidos en otros estudios mediante mezcla mecánica.

Estos nanocomposites alcanzan propiedades similares a los obtenidos por sinterización a temperaturas superiores y con una mayor presión para la preparación del cuerpo en verde. Indica la viabilidad para el escalado industrial del proceso.

Agradecimientos

Juan Piñuela Noval agradece al Programa "Severo Ochoa" de Ayudas para la investigación y docencia del Principado de Asturias la financiación para la realización de las Tesis Doctoral (Ref: BP20 041).

Este estudio fue apoyado por la CONVOCATORIA DE AYUDAS PARA GRUPOS DE INVESTIGACIÓN DE ORGANISMOS DEL PRINCIPADO DE ASTURIAS DURANTE EL PERÍODO 2021-2023 (Ref: IDI/2021/000106), al proyecto titulado "Síntesis, preparación y caracterización de materiales multifuncionales".