

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

Juan Piñuela-Noval<sup>1,2</sup>, Daniel Fernández-González<sup>1</sup>, Marta Suárez<sup>1</sup>, Luis Felipe Verdeja<sup>2</sup>, Adolfo Fernández<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centro 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.

<sup>2</sup>Departamento 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](mailto:j.pinuela@cinn.es) / [uo238525@uniovi.es](mailto: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 Mo<sub>2</sub>C).

## 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

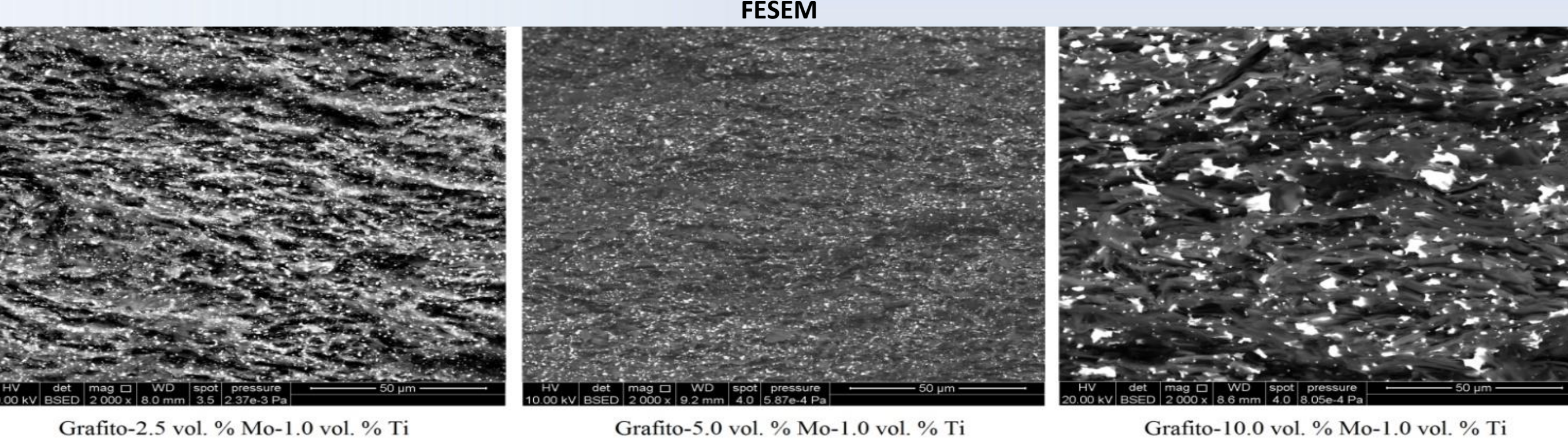
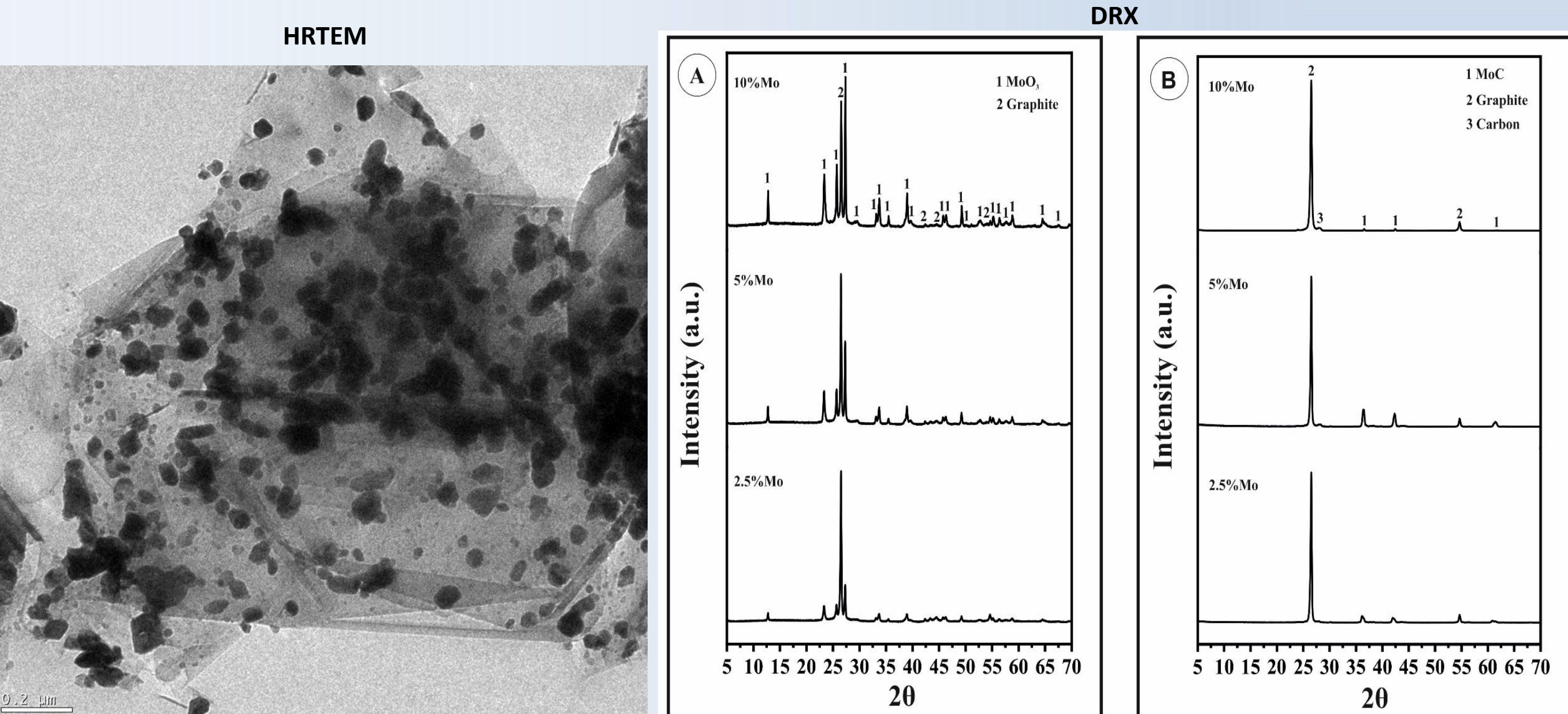
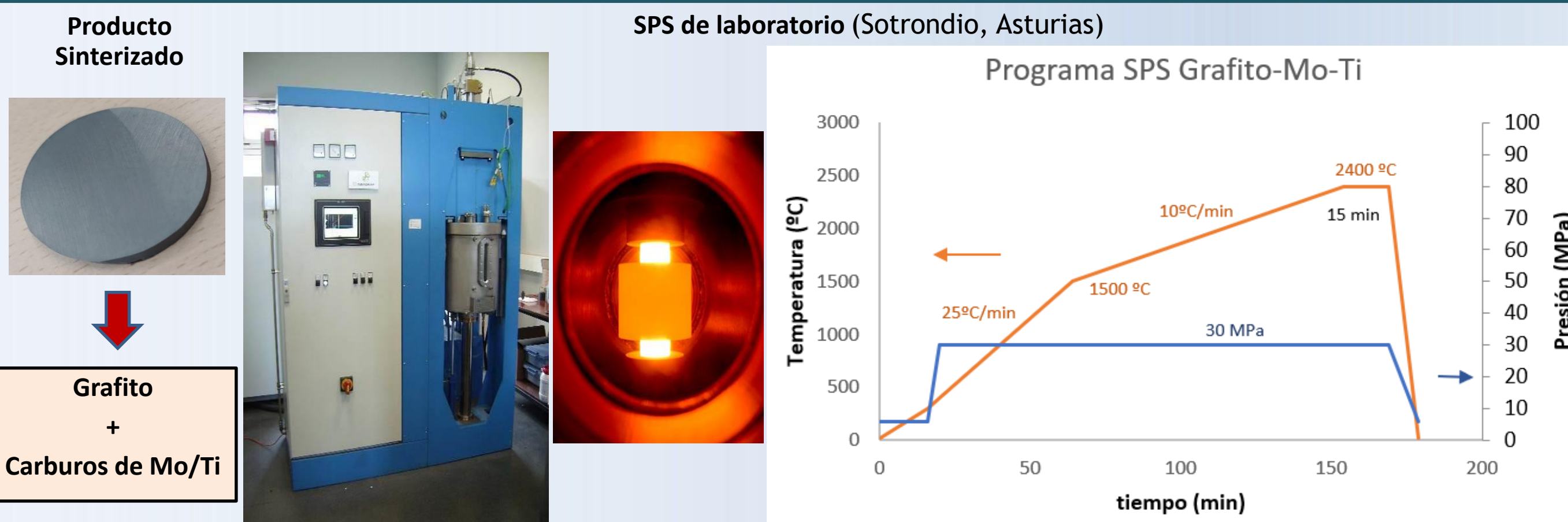
### Síntesis Coloidal

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 (MoCl<sub>5</sub> y Ti[OCH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>4</sub>).

### 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



## 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-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".