

# ANÁLISE DO EFEITO DO TEMPO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA NA PRODUÇÃO DO COMPÓSITO Mo-30%Cu<sup>1</sup>

Fábio Luis Knewitz<sup>2</sup>

Camila Torres<sup>2</sup>

Wilberth Harold Deza Luna<sup>3</sup>

Lirio Schaeffer<sup>4</sup>

## Resumo

Compósitos para contatos elétricos produzidos por metalurgia do pó combinam as características de materiais refratários como o molibdênio, com materiais de alta condutividade como o cobre. O presente trabalho teve como objetivo principal a aplicação da técnica de moagem de alta energia visando produzir pós compósitos de Mo-30%Cu e estudar o processo de produção deste tipo de pó durante a moagem. A evolução da estrutura durante a síntese e o efeito da variação do tempo de moagem foi estudada por meio de MEV, EDS e análise granulométrica por dispersão a laser. A síntese do compósito Mo-30Cu, partindo dos pós de Mo e Cu, foi realizada para tempos de moagem de 1 hora, 4 horas, 8 horas, 16 horas e 32 horas. Com o decorrer do tempo de moagem ocorreu a diminuição do tamanho de partículas. O tempo de moagem a partir do qual se obteve o menor tamanho de partícula foi de 32 horas, onde o tamanho alcançado foi de 10,79 µm.

**Palavras-chave:** Compósito Mo-Cu; Moagem de alta energia; Sinterização.

## SINTERING OF COMPOSITE POWDER Mo-30%Cu PREPARED BY HIGH ENERGY MILLING

### Abstract

Composites for electric contacts produced by powder metallurgy combine the characteristics of refractory materials such as molybdenum, with high-conductivity material such as copper. This work had as its main objective the implementation of the technique of high-energy milling aiming to produce composite powders of Mo-30% Cu and study the process of producing this type of powder during milling. The evolution of the structure during synthesis and the effect of the change in the time of milling was studied by SEM, EDS and particle size analysis by laser dispersion. The synthesis of composite Mo-30Cu, starting from powders of Mo and Cu, was performed for milling times of 1, 4, 8, 16 and 32 hours. The results show that with time of milling the decrease in particles size occurred, which shows the viability to obtain this composite. The time of milling with the smallest particle size, was 32 hours, where the size achieved was 10.79 µm

**Keywords:** Composite Mo-Cu; High energy milling; Sintering.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Eng. Metalúrgico, mestrando, Laboratório de Transformação Mecânica, Departamento de Metalurgia, UFRGS

<sup>3</sup> Msc. Eng. Metalúrgico, doutorando, Laboratório de Transformação Mecânica, Departamento de Metalurgia, UFRGS

<sup>4</sup> Prof. Dr. Eng. Laboratório de Transformação Mecânica, Departamento de Metalurgia, UFRGS

# 1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, novos materiais que possuam alta tenacidade, alta dureza e boa usinabilidade, têm recebido atenção de muitos pesquisadores, e métodos eficazes têm sido aplicados, a fim de melhorar as propriedades desses novos materiais.<sup>(1)</sup>

Para um material ser utilizado como contato elétrico, ele deve possuir características como alta condutividade elétrica para minimizar o aquecimento devido à passagem de corrente, alta condutividade térmica para dissipar o calor gerado pelo arco e pela passagem de corrente elétrica, estabilidade química para evitar a formação de camadas isolantes de óxidos, sulfetos e outros, e alta resistência ao arco voltaico. Os pontos de fusão e ebulição do material devem ser altos o suficiente para minimizar a erosão pelo arco voltaico, a transferência de metal e a soldagem. A dureza deve ser alta para proporcionar boa resistência ao desgaste. Finalmente, o custo do contato elétrico deve ser baixo.<sup>(2)</sup>

O cobre é um dos materiais mais importantes para aplicações térmicas e elétricas. Tem maior condutividade térmica e elétrica e um menor coeficiente de expansão térmica (CTE) do que o alumínio. Infelizmente, a expansão térmica do cobre é cerca de quatro vezes superior a dos semicondutores de silício.<sup>(3)</sup>

O molibdênio é um metal refratário de interesse para aplicações que envolvam altas temperaturas, por possuir alto ponto de fusão (2.623°C), no entanto, isto torna extremamente difícil seu processamento por fundição. Devido a baixa sinterabilidade de sistemas com metais refratários, pós ultrafinos (com tamanho de partícula abaixo de 10 µm) são comumente produzidos para melhorar este parâmetro.<sup>(4)</sup>

O compósito Mo-Cu é utilizado geralmente para fins elétricos e térmicos como dissipadores de calor e condutores elétricos. Este compósito apresenta excelente condutividade térmica e elétrica combinada com baixo coeficiente de expansão térmica (CTE), que torna este material amplamente utilizado na indústria eletroeletrônica, eletromecânica, militar, aeroespacial, entre outros.<sup>(5,6)</sup>

A tecnologia da metalurgia do pó baseia-se na compactação de pós em moldes metálicos e sinterização da peça por aquecimento controlado. O resultado é um produto com a forma desejada, bom acabamento de superfície, composição química e propriedades mecânicas controladas.<sup>(7)</sup> O processo da metalurgia envolve quatro etapas fundamentais: obtenção, mistura, compactação e sinterização dos pós.

Na maioria das aplicações de alta performance são necessários materiais com alta densidade e microestrutura homogênea. Peças de Mo-Cu são geralmente fabricadas por sinterização em fase líquida de pós compactados de Mo-Cu ou por infiltração e sinterização de cobre. Para compostos de Mo-Cu com teor relativamente baixo de Cu, a completa densificação é difícil de alcançar por sinterização em fase líquida ou pelo processo de infiltração.<sup>(8)</sup> Infiltração é um processo de duas etapas em que o cobre fundido é introduzido em uma estrutura porosa de molibdênio sinterizada anteriormente. Além disso, o processo de infiltração do cobre é limitado, pois não resulta em uma microestrutura homogênea, o que é prejudicial para as propriedades mecânicas dos materiais.<sup>(9)</sup>

A moagem de alta energia é um meio pelo qual é possível produzir misturas homogêneas além de produzir também pós ultrafinos.<sup>(2)</sup> Durante a moagem das misturas dos pós uma importante quantidade de deformação plástica das partículas

metálicas é produzida, seguida por fratura, levando a um refinamento contínuo da microestrutura.<sup>(10)</sup>

A utilização de pós ultrafinos e homogêneos podem melhorar efetivamente a sinterabilidade deste material, especialmente na sinterização em fase líquida de sistemas como o Mo-Cu em que o mecanismo dominante na sinterização é o rearranjo das partículas.<sup>(3,4)</sup>

Este trabalho faz um estudo sobre pós compósitos Mo-30%Cu preparados por moagem de alta energia em um moinho tipo atritor. Durante a moagem, amostras de pós foram coletadas após 1 hora, 4 horas, 8 horas, 16 horas e 32 horas para investigar a evolução da estrutura durante a síntese e o efeito da variação do tempo de moagem. Para caracterização dos pós produzidos foram realizadas microscopia eletrônica de varredura (MEV), EDS e granulometria por dispersão a laser. Os resultados mostram que com o decorrer do tempo de moagem ocorreu a diminuição do tamanho das partículas.

## **2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 Preparação das Amostras**

Pós elementares de molibdênio (pó irregular, <400 *mesh*) e cobre (pó dendrítico, < 325 *mesh*), foram utilizados neste experimento. Após a caracterização dos materiais de partida, foi preparada a mistura na proporção de 70% de Mo e 30% de Cu.

Para obtenção de misturas homogêneas e máxima formação de partículas compósitas foi utilizado um moinho do tipo atritor. Os pós de trabalho foram pesados e moídos via úmida em hexano, utilizando esferas de aço e velocidade rotacional de 800 rpm sob atmosfera de hidrogênio. Amostras de pós foram coletadas após diferentes tempos de moagem: 1 hora, 4 horas, 8 horas, 16 horas e 32 horas.

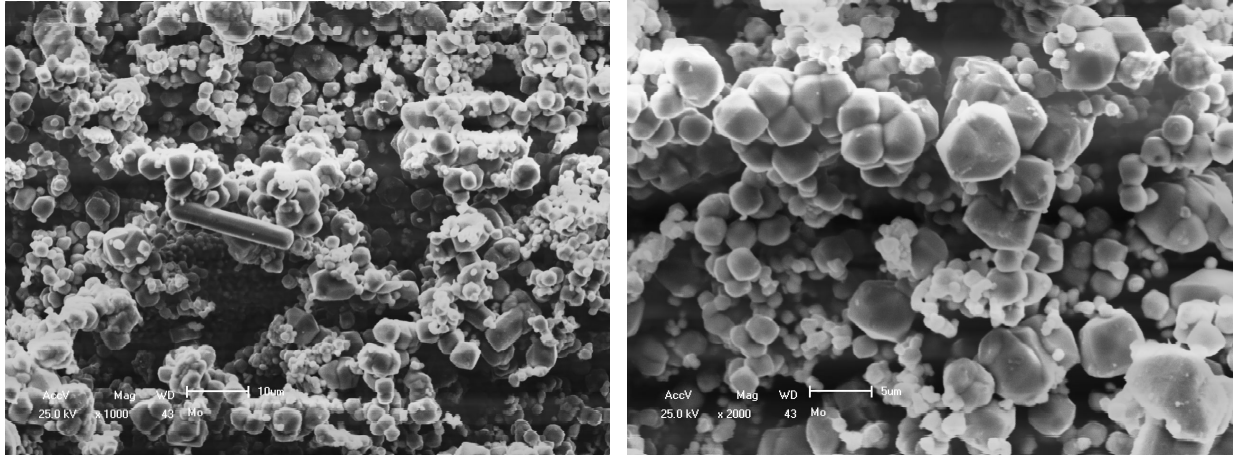
### **2.1 Técnicas de Caracterização**

Os pós de trabalho foram caracterizados quanto a sua morfologia por microscópio eletrônico de varredura e tamanho de partícula por análise granulométrica por dispersão a laser. Os pós cominuídos foram caracterizados quanto ao tamanho e distribuição de tamanho de partícula e composição química. Para analisar o tamanho de partículas foi utilizado um granulômetro por dispersão a laser CILAS 1064 e um microscópio eletrônico de varredura marca Shimatzu modelo SSX-550.

## **3 RESULTADOS**

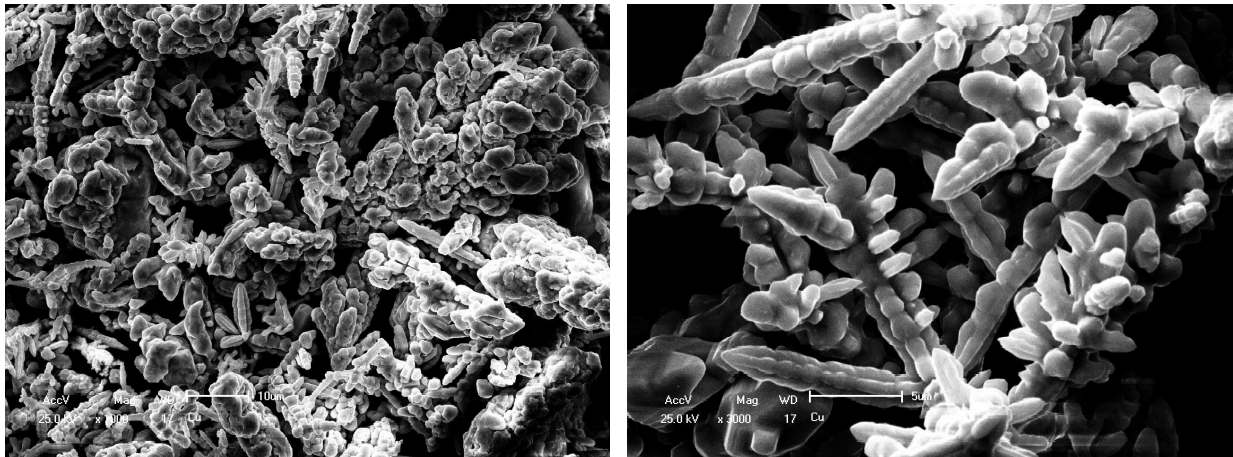
### **3.1 Caracterização dos Pós de Partida**

A Figura 1 mostra a micrografia do pó de molibdênio obtida por microscopia eletrônica de varredura, exibindo a forma típica, a distribuição de tamanho de partícula e o estado de aglomeração do material. Observa-se para o molibdênio uma morfologia arredondada e tamanhos de partículas bastante heterogêneos.



**Figura 1.** Micrografia do pó de molibdênio. Aumento de 1.000x e 2.000x respectivamente.

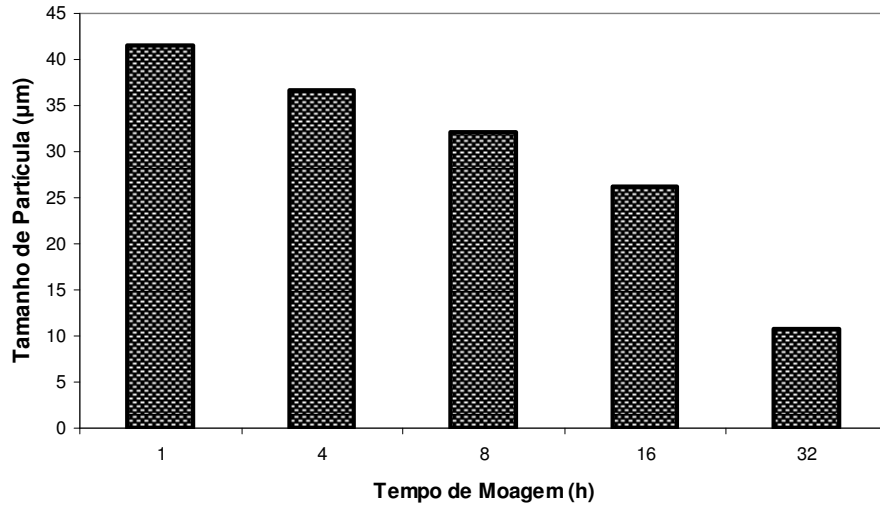
Na Figura 2 são apresentadas as micrografias do pó de cobre. Nas micrografias do pó obtidas por microscopia eletrônica de varredura é possível observar a forma típica, a distribuição de tamanho de partícula e o estado de aglomeração do material. Nota-se para o cobre, que as partículas possuem morfologia dendrítica com tamanhos de partículas bastante homogêneos.



**Figura 2.** Micrografia do pó de cobre. Aumento de 1.000x e 3.000x respectivamente.

### 3.2 Efeito do Tempo de Moagem no Tamanho de Partícula

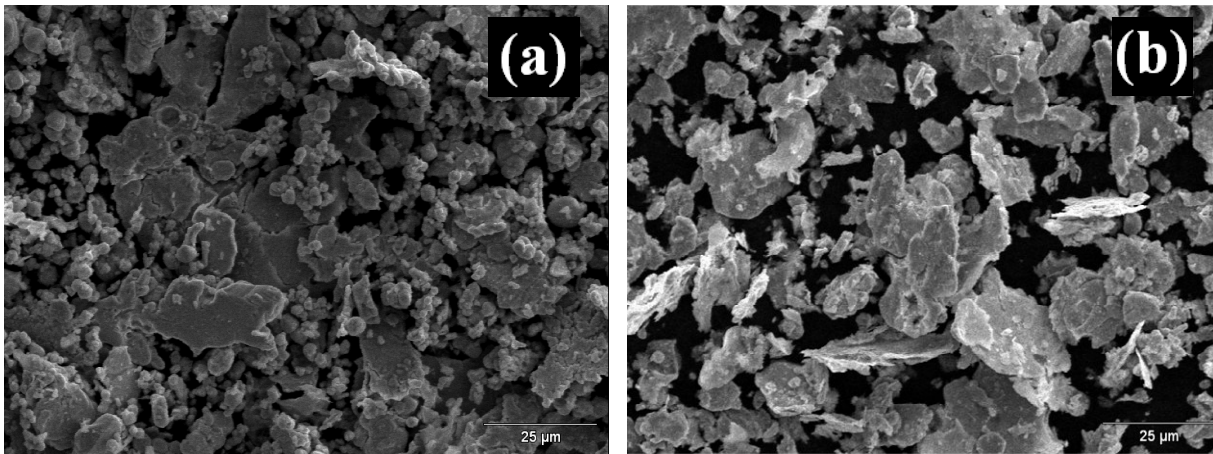
O gráfico da Figura 3 mostra a relação entre o tamanho de partícula e o tempo de moagem. Pode-se verificar que a medida que o tempo de moagem aumenta o tamanho de partícula torna-se menor.

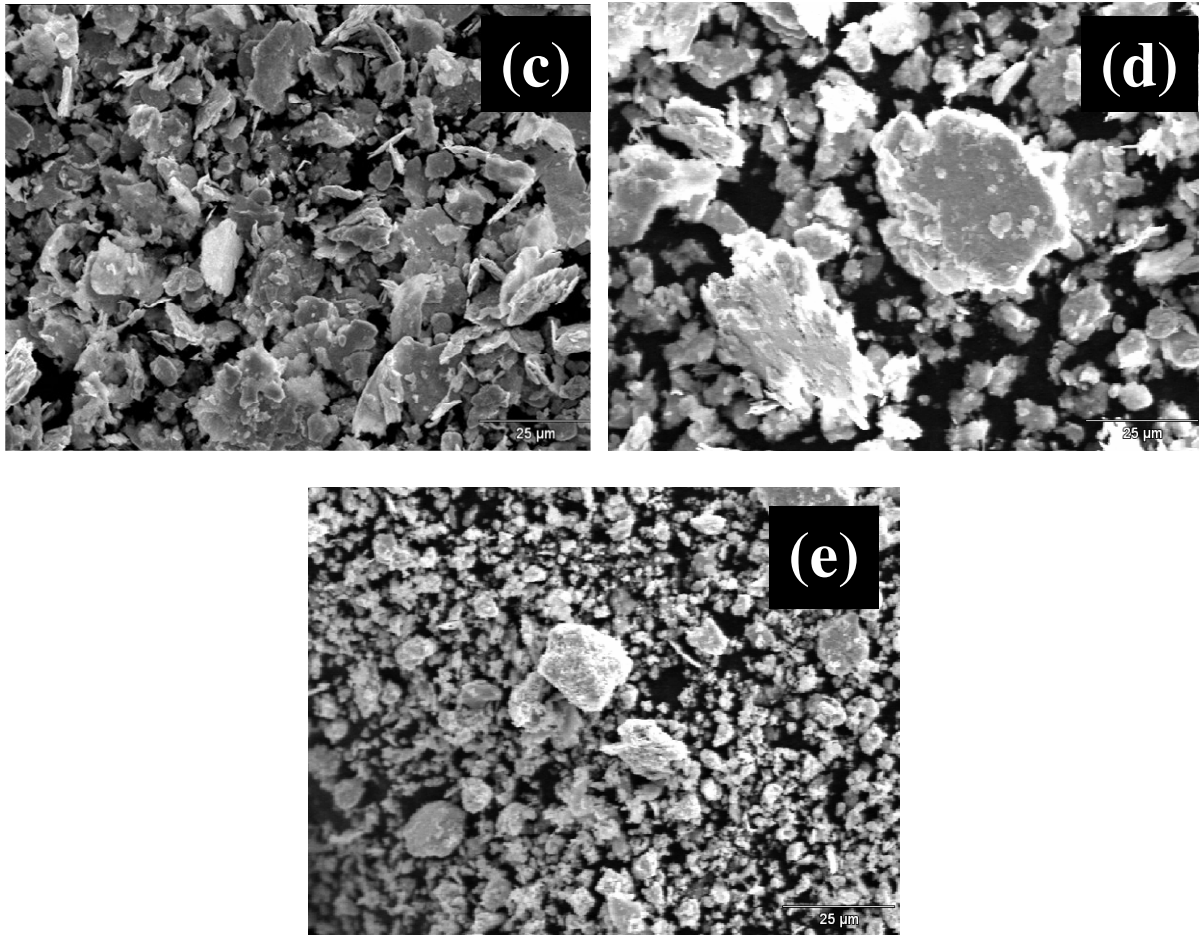


**Figura 3.** Gráfico do tamanho de partícula em função do tempo de moagem.

### 3.3 Evolução Morfológica das Partículas de Pó do Compósito

A técnica escolhida para obtenção do compósito proposto Mo-30%Cu permite avaliar a morfologia das partículas com o tempo de moagem. A evolução morfológica pode ser observada na Figura 4 (a)-(b).



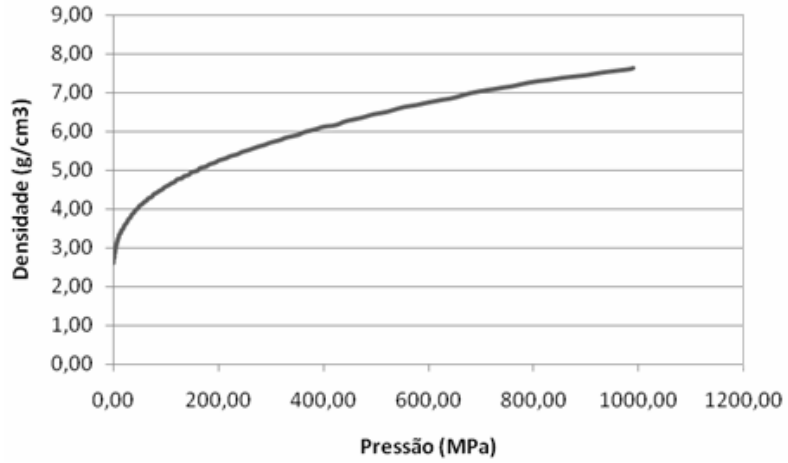


**Figura 4.** Micrografia do pó de Mo-30%Cu, moído por: (a) 1 hora, (b) 4 horas, (c) 8 horas, (d) 16 horas e (e) 32 horas.

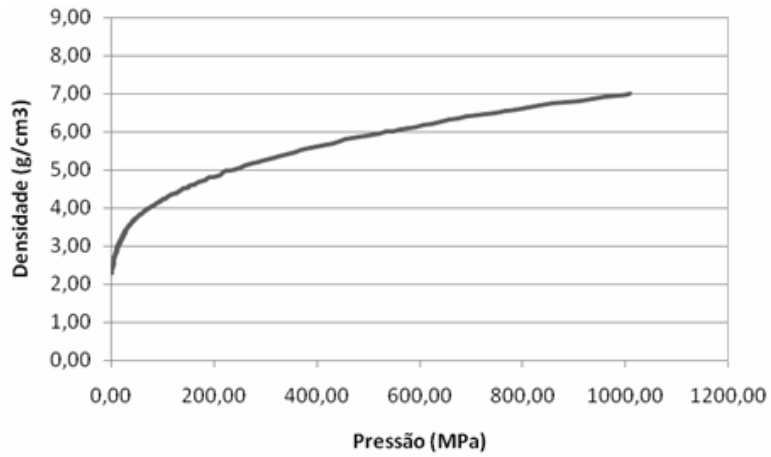
Nestas micrografias, observa-se inicialmente a formação de aglomerados com tamanhos que variam entre 5 µm a 20 µm misturados com partículas menores do que 5 µm. O tamanho, tanto das partículas como dos aglomerados, são menores do que o tamanho das partículas dos elementos utilizados para obter os compósitos produzidos.

### **3.4 Ensaio de Compressibilidade**

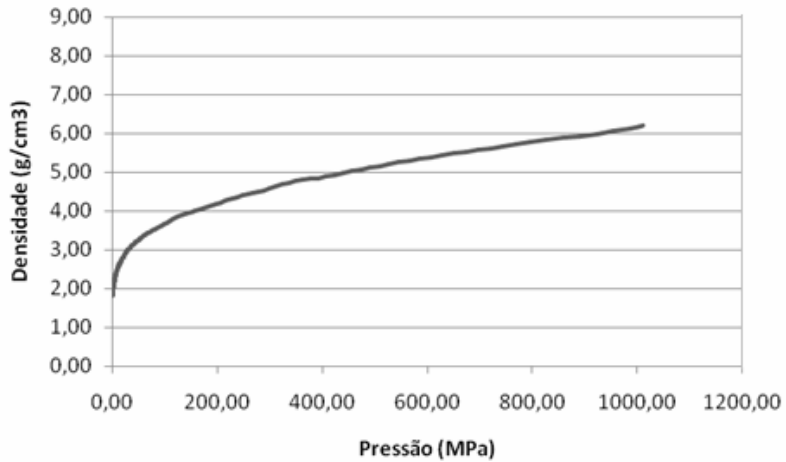
Nas Figuras 5 a 9 são apresentados os resultados do ensaio de compressibilidade das amostras. As medidas de compressibilidade indicaram uma maior densificação para a mistura de 1 hora (Figura 5) em função da aplicação de pressão, característica benéfica visto que tende a aumentar a durabilidade do ferramental utilizado ou aumentar a compactação da mistura.



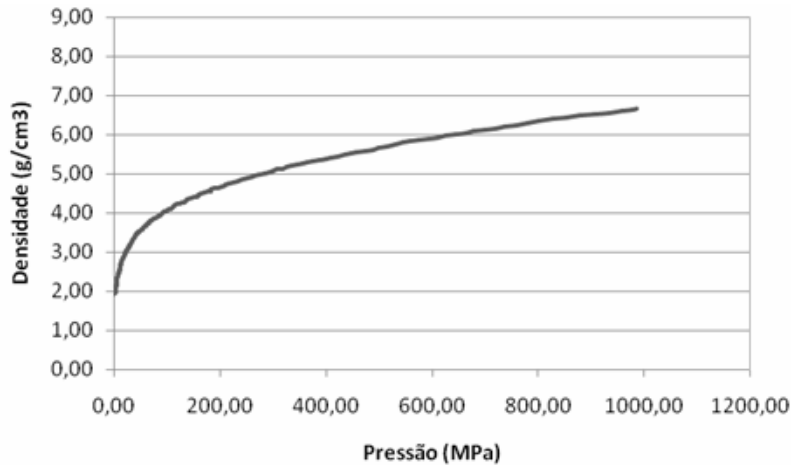
**Figura 5:** Curva de compressibilidade da mistura moída por 1 hora.



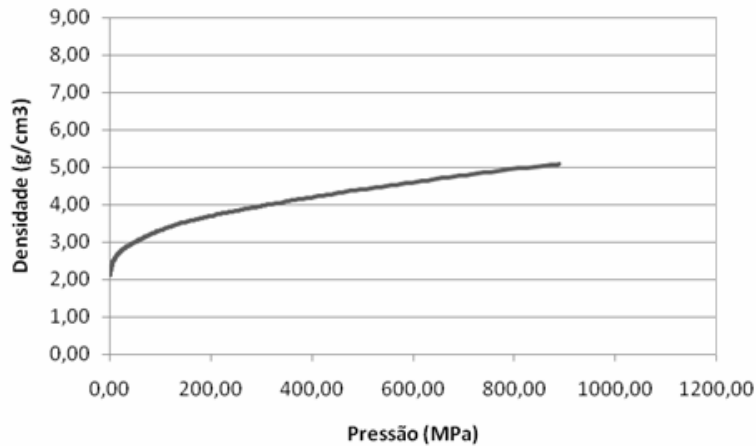
**Figura 6:** Curva de compressibilidade da mistura moída por 4 horas.



**Figura 7:** Curva de compressibilidade da mistura moída por 8 horas.



**Figura 8:** Curva de compressibilidade da mistura moída por 16 horas.



**Figura 9:** Curva de compressibilidade da mistura moída por 32 horas.

## 4 DISCUSSÃO

No gráfico da figura 3 pode-se verificar que a medida que o tempo de moagem aumenta o tamanho de partícula torna-se menor. Isso indica que o mecanismo de moagem sobrepõe o efeito de soldagem observado em moagem de alta energia, devido ao processo ocorrer em via úmida que diminui o calor gerado pelo processo

Comparando as micrografias nas figuras 4 (a)-(e) verificamos uma redução do tamanho de partículas agregadas com o decorrer da moagem. Isto mostra que é possível controlar razoavelmente bem a redução do tamanho de partícula através do tempo de moagem.

A morfologia das partículas influencia a compressibilidade do pó. Partículas com morfologia achatada melhoram a capacidade de deformação durante a compactação. Assim, a maior densidade relativa é alcançada pelo pó moído por 1 hora, resultado de sua morfologia achatada, que reflete numa área específica maior e que conseqüentemente aumentou a união mecânica entre as partículas.



## 5 CONCLUSÃO

Com o aumento do tempo de moagem ocorreu a diminuição do tamanho de partícula seguida de formação de aglomerados com tamanho menores do que os elementos utilizados na obtenção dos compósitos. Além disso, os resultados mostraram que o controle do tamanho de grão do pó compósito pode ser feito razoavelmente pelo tempo de moagem.

Todas as misturas apresentaram a curva típica de compressibilidade, onde a densidade aumenta com o aumento da pressão de compactação. Um menor tamanho de partícula causa uma diminuição da compressibilidade para o compósito estudado.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e a CAPES.

## REFERÊNCIAS

- 1 JOHNSON J. L.; GERMAN R. M. Role of Solid-State Skeletal Sintering during Processing of Mo-Cu Composites. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 32, n. 3, p. 605-613, 2001.
- 2 HEZHOU Y., XING Y. L., HANPING H. Fabrication of Metal Matrix Composites by Metal Injection Molding - A Review. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 200, p. 12-24, 2008.
- 3 MARTÍNEZ V. P., AGUILAR C., MARIN J., ORDOÑEZ S., CASTRO F. Mechanical Alloying of Cu-Mo Powder Mixtures and Thermodynamic Study of Solubility. *Materials Letters*, v. 61, p. 929-933, 2007.
- 4 SONG P., CHENG J., WAN L., ZHAO J., WANG Y., CAI Y. Preparation and Characterization of Mo-15 Cu Superfine Powders by a Gelatification-Reduction Process. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008.
- 5 LI Y., QU X., ZHENG Z., LEI C., ZOU Z., YU S. Properties of W-Cu Composite Powder Produced by a Thermo-Mechanical Method. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v. 21, p. 259-264, 2003.
- 6 SCHUBERT TH., TRINDADE B., WEIßGÄRBER T., KIEBACK B. Interfacial Design of Cu-Based Composites Prepared by Powder Metallurgy for Heat Sink Applications. *Materials Science and Engineering A*, v. 475, p. 39-44, 2008.
- 7 CAI S., MA X., TANG H., ZHAO W., YAN J., ZHAO B., QIAO Z. Preparation of W-Al-Mo Ternary Alloys by Mechanical Alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 430, p. 77-80, 2007.
- 8 JOHNSON J. L., GERMAN R. M. Powder metallurgy processing of Mo-Cu for Thermal Management Applications”, *International Journal of Powder Metallurgy*, v. 35, n. 8, p. 39-48, 1999.
- 9 *Metals Handbook – Desk Edition*, American Society for Metal, ASM, Ohio, 1985.
- 10 BRITO F. I. G.; MEDEIROS K. F.; LOURENÇO J. M. Um Estudo Teórico Sobre a Sinterização na Metalurgia do Pó. *Holos*, v. 3. p. 204-211, 2007.