



## EFEITO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA, REALIZADA EM MOINHO PLANETÁRIO, NA SINTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO W-Cu.

### Franciné Alves da Costa

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais, Trav. R. nº 400 – Cidade Universitária, 05508-970, São Paulo, SP, Brasil. E-mail: [francineac@yahoo.com](mailto:francineac@yahoo.com)

### Francisco Ambrózio Filho

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais, Trav. R. nº 400 – Cidade Universitária, 05508-970, São Paulo, SP, Brasil. E-mail: [fambrosi@net.ipen.br](mailto:fambrosi@net.ipen.br)

### Angelus Giuseppe Pereira da Silva

Universidade Estadual Norte Fluminense, Laboratório de Materiais Avançados, Av. Alberto Lamego, 28015-620, Campos de Goytacazes, RJ, Brasil. E-mail: [angelus@uenf.br](mailto:angelus@uenf.br)

### Uílame Umbelino Gomes

Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Física, 59072-970, Natal, RN, Brasil. E-mail: [umbelino@dfte.ufrn.br](mailto:umbelino@dfte.ufrn.br)

**Resumo.** *O pó compósito W-Cu produzido por Moagem de Alta Energia (Mechanical Alloying - MA) apresenta elevada sinterabilidade, em comparação com a forma tradicional de preparação destes pós, devido à melhor dispersão e homogeneidade dos constituintes frágil (W) e dúctil (Cu). Todavia, um elevado teor de Cu pode dificultar a dispersão das partículas de W na matriz de Cu e a sua fragmentação. Neste trabalho, uma liga de composição W-42 % em peso de Cu foi estudada. Para se verificar a influência do tempo de moagem nas características do pó e na cinética de sinterização, moagens foram realizadas por 2 e 50 h. Amostras destes pós foram sinterizadas em estado sólido e em fase líquida, obtendo-se estruturas com alta homogeneidade e com densidade final relativa máxima de 96 %, quando o pó de W-42%pCu moído por 50 h foi utilizado. As microestruturas das amostras sinterizadas foram analisadas por microscopia ótica e eletrônica de varredura e o comportamento de contração das mesmas foi analisado através das curvas dilatométricas.*

**Palavras-chave:** *Moagem de alta energia, Compósito W-Cu, Sinterização e Partículas Compósitas W-Cu.*

## 1. INTRODUÇÃO

O compósito W-Cu tem sido convencionalmente produzido por infiltração de Cu líquido nos poros de um esqueleto de W pré-sinterizado, tendo como principal aplicação material para contatos elétricos e resistência de eletrodos de solda (Desforges, 1979; ASM Committee, 1979 e Lassner e Schubert, 1999). As atrativas propriedades térmicas e elétricas das ligas de W-Cu têm conduzido a um crescente interesse deste material em outras aplicações, tais como, substrato para semicondutor, dissipadores de calor e empacotamento microeletrônico (German et al., 1994). Todavia, o processo de infiltração apresenta limitações na obtenção dos dispositivos usados para estas aplicações, de

modo que, há restrição na forma dos corpos infiltrados (forma simples) e necessidade de etapas de pós-processamento, além da limitação do conteúdo de Cu e da freqüente presença de heterogeneidade e porosidade nos corpos infiltrados, o que impede a aplicação desta técnica para obtenção destes dispositivos.

A técnica de sinterização com fase líquida de um compacto de W e Cu apresenta-se como alternativa para obtenção desses dispositivos, os quais exigem formas complexas, visto que, esta permite o processamento a temperaturas mais baixas e corpos com formas próximas às formas finais de uso (Da Costa et al., 2000 e Gomes et al., 2001). Entretanto, esta técnica enfrenta dificuldades na obtenção de uma estrutura densa e homogênea, devido à mútua insolubilidade dos seus componentes e a baixa molhabilidade do W pelo Cu líquido (Upadhyaya e German, 1998; Da Costa, 2000 e Gomes et al., 2000).

Apesar destas dificuldades para se processar o compósito W-Cu pela técnica de sinterização com fase líquida pode-se obter peças com densidade final muito próxima da densidade teórica e uma estrutura homogênea e com tamanho de cristalitos nanométricos, quando se prepara o pó de W-Cu pelo processo de *Mechanical Alloying* (Moon et al., 1995; Kim e Moon, 1997; Kim et al., 1998; Kim et al., 1999). Este método de processamento de pó permite a síntese de pós compósitos W-Cu ultrafinos ou nanoestruturados, o que conduz a pós homogêneos e com componentes bem misturados. Isto melhora a sinterabilidade do sistema W-Cu, particularmente, em sinterização por fase líquida (Hong et al., 1993 e Moon et al., 1997).

Neste trabalho, o comportamento de sinterização de uma liga de W-Cu com alto teor de Cu, 42 % em peso de Cu, foi investigada utilizando-se o processo de moagem por bolas de alta energia (*Mechanical Alloying*) para preparar o pó e a técnica de sinterização com fase líquida para consolidar os corpos compactados. Uma microestrutura homogênea, com menor tamanho de partículas de W e densidade final próxima da densidade teórica, foi alcançada com pó de W-Cu processado por 50 horas e sinterizado a 1200°C. A análise do comportamento de contração das amostras foi realizada através da obtenção das curvas dilatométrica.

## **2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

### **2.1. Processo de Moagem**

Um pó de tungstênio (Wolfram B.H. – Áustria) e outro de Cu com tamanho médio de partícula de 2,03 µm e 10 µm, respectivamente, foram usados como materiais iniciais. O pó de Cu foi obtido por atomização e sua faixa de tamanho de partícula varia de 4-30 µm.

Os pós de W e Cu foram moídos a úmido com ciclohexano em um moinho planetário (*FRITSCH PULVERISETTE 7*). O recipiente e os corpos de moagens eram de metal duro para evitar contaminação durante o processo de moagem. As bolas possuíam um diâmetro de 14,3 mm e peso igual a 25 g, sendo usadas quatro bolas na moagem. A velocidade de moagem empregada foi de cinco unidades, na escala de 1 a 10 empregada no equipamento. Após a moagem, os pós eram secados e granulados para auxiliar o processo de compactação.

Foram preparadas duas ligas com composição W-42%pCu. O processamento dos pós das ligas W42CuP2 e W42CuP50 foi realizado por tempos de 2 e 50 h de moagem, respectivamente. A razão de pó para as bolas usadas na moagem do pó da liga W42CuP2 foi de 2:10 e a do pó da liga W42CuP50 de 3:10. A letra P, empregada como simbologia nas duas ligas, expressa o tipo de moinho (planetário) usado para processar os pós de W-Cu e o número que o sucede designa o tempo de moagem.

As características dos pós produzidos através de moagem por bolas de alta energia foi observadas por microscopia eletrônica de varredura e a verificação de contaminação dos mesmos por impurezas, advindas dos choques das bolas com o pó de W-Cu e destas com o recipiente de moagem, foi investigada através da técnica de espectroscopia por energia dispersiva (EDS).

## 2.2. Evolução do Comportamento de Densificação

A pressão de compactação empregada nas amostras do pó da liga W42CuP2 foi de 221 MPa. Este pó foi compactado em uma matriz uniaxial de simples ação, a qual continha um diâmetro de 6,06 mm. Já as amostras do pó da liga W42CuP50 foram compactadas em uma matriz com diâmetro de 9,74 mm e a uma pressão de 216 MPa.

As amostras foram sinterizadas em forno resistivo e o seu processo de contração foi estudado através das medidas dilatométricas obtidas em um dilatômetro de marca *NETZSCH TASC 414/2*. Uma taxa de aquecimento de 10°C/min. e uma atmosfera de sinterização com fluxo de H<sub>2</sub> passante foram usadas na realização de todos os experimentos. As amostras do pó da liga W42CuP2 foram sinterizadas por 1 h em isoterma. A Tabela (1) apresenta as condições dos experimentos de sinterização realizados tanto no forno resistivo como no dilatômetro e as medidas de densidade e de densificação das amostras da liga W42CuP2.

Tabela 1. Condições de sinterização, medidas de densidade e de densificação das amostras da liga W42CuP2. As amostras foram sinterizadas por 1 hora em isoterma.

Temperatura de Sinterização (°C)		Densidade Verde Relativa %	Densidade do Sinterizado Relativa %	Densificação (DS-DV) %
Dilatômetro	Forno Resistivo			
----	740	72	71	-1
----	830	74	73	-1
----	920	74	74	0
----	1020	73	75	2
----	1060	76	78	2
----	1100	75	79	4
----	1160	71	82	11
1200	----	75 68*	89 89*	14 21*

\*A pressão de compactação usada nestas amostras foi de 216 MPa e a matriz empregada possuía diâmetro de 9,74 mm.

Os experimentos de sinterização das amostras do pó da liga W42CuP50 foram realizados com sinterização interrompida, exceto as amostras dilatométricas que também foram sinterizadas por 1 h em isoterma. A Tabela (2) mostra as condições de sinterização no forno resistivo e no dilatômetro e as medidas de densidade e de densificação das amostras da liga W42CuP50.

Tabela 2. Condições de sinterização, medidas de densidade e de densificação das amostras da liga W42CuP50. As amostras foram sinterizadas sem tratamento térmico em isoterma, exceto as realizadas no dilatômetro que foram tratadas por 1 hora em isoterma.

Temperatura de Sinterização (°C)		Densidade Verde Relativa %	Densidade do Sinterizado Relativa %	Densificação (DS-DV) %
Dilatômetro	Forno Resistivo			
----	1050	59	68	9
----	1170	59	91	32
----	1200	60	94	34
1200	----	59	96	37

As medidas de densidade das amostras verde e das sinterizadas foram realizadas pelo método geométrico (massa/volume), onde o volume é determinado por medidas das dimensões das amostras através de um micrômetro digital. As estruturas das amostras sinterizadas, após o processo metalográfico (embutimento, lixamento e polimento), são observadas através de microscopia ótica e

eletrônica de varredura. A dilatométrica foi empregada para se medir a variação da dimensão linear das amostras durante a sinterização como uma função do tempo e da temperatura. Valores positivos mostrados nas curvas de contração medem o inchamento da amostra.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1. Morfologia do Pó Processado por Moagem de Alta Energia

A Figura (1) mostra o pó da liga W42CuP2, o qual foi moído por 2 horas, onde as partículas grandes em forma de placas e de cor escura são de Cu e as partículas pequenas e de cor branca são de W. A microestrutura do pó da liga W42CuP2 apresenta uma mistura de partículas de W elementares com partículas de Cu deformadas. Observa-se também, incorporação de partículas de W às partículas de Cu, de forma que a morfologia deste pó mostra uma baixa dispersão entre as partículas primárias e uma insignificante interação entre a matriz dúctil (Cu) e o componente frágil (W). Isto se deve ao curto tempo de moagem por bolas de alta energia, o qual é insuficiente para proporcionar interação entre os componentes iniciais.

O processo de interação da matriz dúctil com o componente frágil conduz a formação de uma nova partícula compósita W-Cu. Esta interação ocorre através da incorporação das partículas de W pelas partículas de Cu durante o processo de deformação, encruamento e fratura, soldagem a frio das partículas composta por Cu e W e fragmentação, tanto das partículas composta por Cu e W como das partículas de W, promovendo uma alta dispersão do componente frágil na matriz dúctil, a obtenção de uma fase nanocristalina (W) e a redução do tamanho das partículas compósitas W-Cu. O refinamento das partículas e dos cristalitos, além do aumento de tensão da rede cristalina, proporcionado pelo processo de moagem por bolas de alta energia, pode induzir uma solubilidade parcial do Cu na rede cúbica do W, bem como, do W na rede fcc do Cu. (Suryanarayana e Froes, 1990, Gaffet et al., 1991 e Huang et al., 1994).

No pó da liga W42CuP50, produzido por 50 horas, observa-se a presença de partículas com tamanho e forma completamente diferentes das partículas primárias ou das partículas do pó da liga W42CuP2, conforme mostrado na Fig. (2). As partículas deste pó são formadas por partículas de W e Cu, de forma que não se observa nenhuma partícula de W livre e nem grandes partículas de Cu. Apesar do pó da liga W42CuP50 ser formado por partículas compósitas W-Cu, estas ainda apresentam um tamanho de partícula maior que o das partículas primárias, indicando a possibilidade de não ter havido a fragmentação das partículas de W durante o processo de moagem ou que ocorreu um pequeno refinamento destas partículas.

O elevado tamanho das partículas compósitas W-Cu do pó de W42CuP50 deve-se ao alto teor de Cu presente na liga, pois quanto maior o volume de Cu mais tempo de moagem é necessário para promover o encruamento da matriz de Cu e, conseqüentemente, a fragmentação e o refinamento de ambas, partículas compósitas W-Cu e partículas de W.

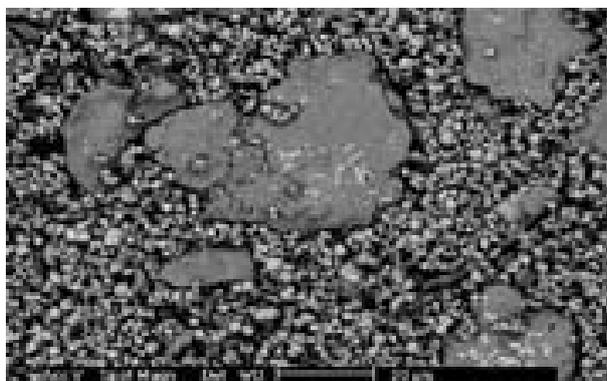


Figura 1. Micrografia eletrônica de varredura do pó da liga W42CuP2.

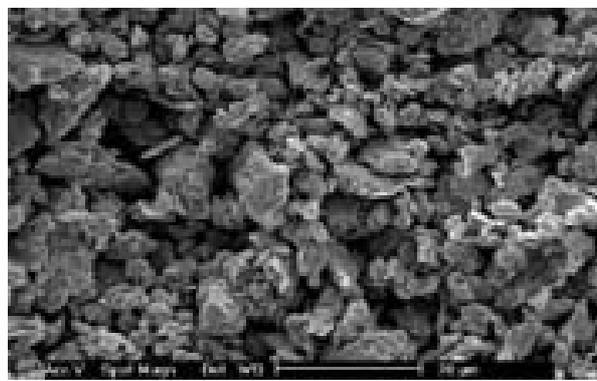


Figura 2. Micrografia eletrônica de varredura do pó da liga W42CuP50.

### 3.2. Densidade das Amostras Sinterizadas

As Figuras (3) e (4) mostram as curvas das medidas de densidade e de densificação das amostras sinterizadas para as ligas W42CuP2 e W42CuP50. A curva de densificação da liga W42CuP2 mostra que durante a sinterização em fase sólida, antes da fusão do Cu, as amostras alcançam baixa densificação. Após a fusão do Cu ocorre o maior volume de contração da estrutura deste tipo de material, porém, a mesma é insuficiente para produzir densificação acima de 89 % da densidade teórica. É observado que o tempo de moagem e a obtenção de partículas compósitas W-Cu contribuem significativamente para o aumento de densificação do compósito W-Cu, tanto durante a sinterização por fase sólida, antes da fusão do Cu, como no estágio de sinterização por fase líquida, conforme visto na Fig. (4).

O pó moído por 2 horas apresenta maior densidade das amostras sinterizadas em estado sólido durante o aquecimento que o pó processado por 50 horas de moagem. Todavia, obteve-se uma maior densificação das amostras quando o pó foi produzido por maior tempo de moagem. A maior densidade alcançada pelo pó da liga W42CuP2 durante a sinterização em fase sólida está relacionada a maior densidade verde alcançada por este pó. Tudo isso ocorre devido ao tamanho das partículas de Cu, visto que, quanto maior o tamanho de partículas menor a superfície específica e o atrito provocado pela fricção entre as partículas, ocasionado pela menor área de contato entre estas. Esse processo conduz a um maior empacotamento do pó e a uma maior densidade durante a compactação do material; à maior deformabilidade do pó de Cu, a qual permite um maior ajuste na forma do compacto, melhorando o empacotamento do corpo verde; e a maior pressão de compactação usada para compactar este pó, a qual deve ter contribuído para proporcionar uma maior aproximação entre as partículas e elevado a densidade verde das amostras deste pó.

Apesar das amostras da liga W42CuP50 apresentarem uma menor densidade em sinterização por fase sólida, alcançaram maior densificação, tanto neste estágio como no estágio de sinterização por fase líquida, onde as amostras sinterizadas a 1200°C atingiram 96 % da densidade teórica (Fig. (3)). A menor densidade obtida por este pó em sinterização por fase sólida foi causada pela baixa densidade verde que é consequência da baixa compressibilidade do mesmo. Já o alto nível de densificação das amostras da liga W42CuP50, deve-se a obtenção de partículas compósitas W-Cu, onde há maior interação das partículas W na matriz de Cu; a um certo nível de fragmentação das partículas de W promovido pelo processo de moagem, o qual conduz a uma maior dispersão destas partículas dentro da matriz de Cu; e ao número de contatos Cu-Cu, visto que todas as partículas são formadas por uma superfície de Cu com partículas de W em seu interior. Tudo isso contribui para um maior e homogêneo rearranjo das partículas de W na matriz de Cu, fazendo com que os pós de W-Cu, constituídos por partículas compósitas W-Cu, possam alcançar maior densificação, tanto em sinterização por fase sólida como em fase líquida.

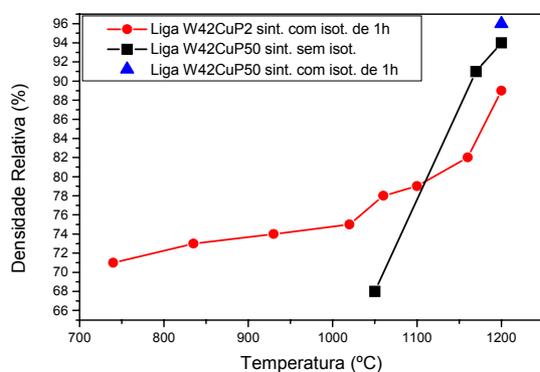


Figura 3. Densidade das amostras das ligas W42CuP2 e W42CuP50 em função da temperatura de sinterização.

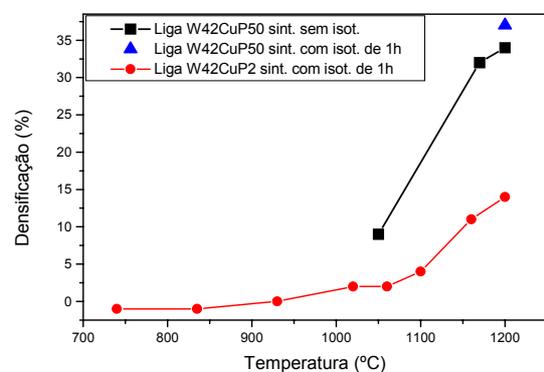


Figura 4. Densificação das amostras das ligas W42CuP2 e W42CuP50 em função da temperatura de sinterização.

### 3.3. Evolução da Contração das Amostras

A Figura (5) mostra a contração linear durante a sinterização dos pós de W42CuP2 e W42CuP50. A estrutura compactada do pó de W42CuP2 expande até 750°C. Acima dessa temperatura a estrutura começa a contrair. Já a estrutura compactada do pó de W42CuP50 apresenta expansão até 600°C. A partir dessa temperatura a estrutura inicia o processo de contração. A taxa de contração aumenta com a elevação da temperatura. Sobre o ponto de fusão do cobre, 1084°C, a contração da estrutura compactada do pó de W42CuP2 alcança 20% da contração total. Ao contrário desse pó, a contração da estrutura compactada do pó de W42CuP50 alcança 32% da contração total. Essa é a contribuição da sinterização em estado sólido para densificação dos pós de W-42%pCu. Acima do ponto de fusão do cobre a estrutura contrai rapidamente até atingir 1200°C. Sobre essa temperatura a contração da estrutura do pó de W42CuP2 alcança 77% da contração total. Diferentemente, a estrutura do pó de W42CuP50 alcança 97% da contração total. A contribuição da sinterização por fase líquida para densificação do pó de W42CuP50 é de 65% da contração total, enquanto a contribuição do pó de W42CuP2 é de apenas 57% da contração total. Quando o cobre funde ocorre um intenso rearranjo das partículas de W, principalmente quando elas estão na forma de partículas compósitas W-Cu. Durante o tratamento em isoterma a estrutura dos pós continua contraindo. A estrutura do pó moído por duas horas alcança 23% da contração total nesse estágio de sinterização. A contração da estrutura do pó moído por cinquenta horas alcança apenas 3% da contração total durante esse mesmo estágio de sinterização.

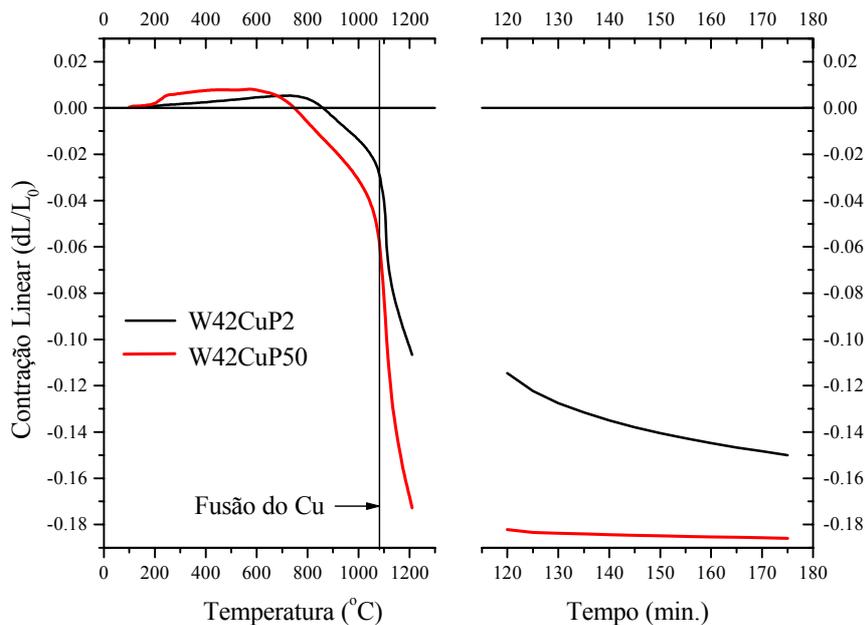


Figura 5. Contração linear das ligas W42CuP2 e W42CuP50 versus a temperatura e o tempo de sinterização.

### 3.4. Comportamento Microestrutural

A Figura (6) mostra a evolução da microestrutura das amostras da liga W42CuP2 com a temperatura de sinterização. Todas as amostras foram tratadas por 60 min. em isoterma de sinterização. As microestruturas das amostras da liga W42CuP2, ambas sinterizadas em fase sólida durante o aquecimento e em fase líquida, apresentam as mesmas semelhanças do seu pó. Nestas, as partículas de W se encontram ao redor dos grandes lagos de Cu, os quais são originados das grandes partículas de Cu deformadas pelo processo de moagem.

Todas as amostras sinterizadas da liga W42CuP2 exibiram uma heterogeneidade na sua microestrutura formada por lagos de Cu e aglomerados de partículas de W. As microestruturas sinterizadas a 1100°C apresentaram um maior tamanho e volume de poros. Estes são causados pela infiltração do Cu líquido por entre as partículas de W livres logo após o surgimento do líquido. O Cu líquido deixa o espaço vazio, antes ocupado em forma de partícula, ao se infiltrar por entre as partículas de W, produzindo um grande volume de poros por toda a estrutura. Todavia, com o prosseguimento da sinterização, o líquido volta a preencher estes espaços vazios, proporcionando a contração da estrutura e a formação dos lagos de Cu presente na estrutura da liga W42CuP2.

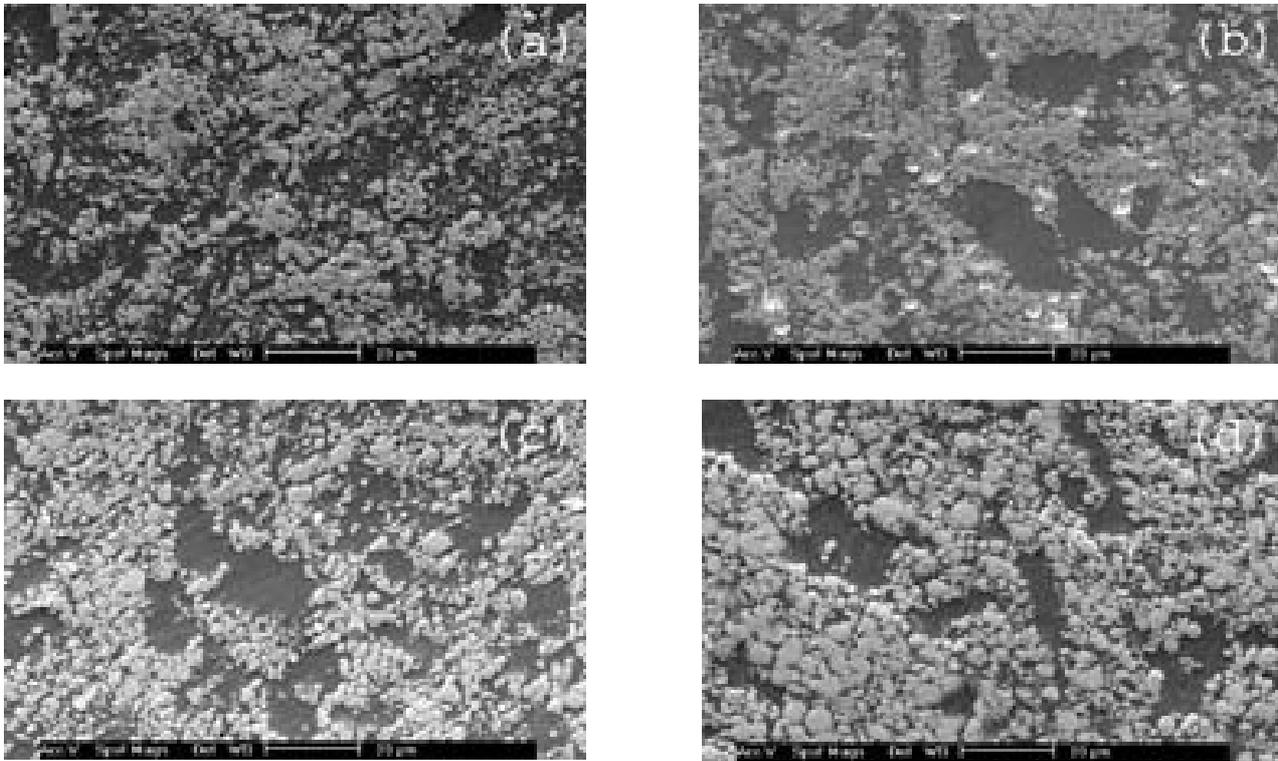


Figura 6. Seqüência de micrografias eletrônicas de varredura da liga W42CuP2 sinterizadas (a) 1060°C, (b) 1100°C, (c) 1160°C) e (d) 1200°C.

A Figura (7) mostra a evolução da microestrutura das amostras da liga W42CuP50 com a temperatura de sinterização. A Figura (7d) foi tratada por 60 min. em isoterma enquanto as outras foram consolidadas por sinterização interrompida. As amostras desta liga sinterizadas em estado sólido durante o aquecimento apresentam uma microestrutura formada por partículas compósitas W-Cu e grandes poros interconectados. Pode-se observar na microestrutura da Fig. (7a) que grande quantidade de partículas de W primárias estão presente no interior das partículas compósitas W-Cu, confirmando que o tempo de moagem não foi suficiente para conduzir a um refinamento das partículas compósitas W-Cu e das partículas de W. Entretanto, o processo de moagem já foi suficiente para promover uma certa fragmentação das partículas de W dentro da matriz de Cu.

Uma microestrutura mais homogênea, com menor tamanho de partículas de W e dos lagos de Cu, é obtida com o uso do pó de W-Cu moído por 50 horas. O tratamento em isoterma das amostras da liga W42CuP50 não altera a morfologia da microestrutura deste material e contribui com apenas 3 % da densificação total das amostras sinterizadas a 1200°C. O tamanho e o volume dos poros e dos lagos de Cu exibidos pela estrutura desta liga, consolidada tanto por sinterização interrompida como tratada em isoterma a 1200°C, são menores do que aquelas apresentadas na estrutura da liga W42CuP2 sinterizada a 1200°C por 60 minutos.

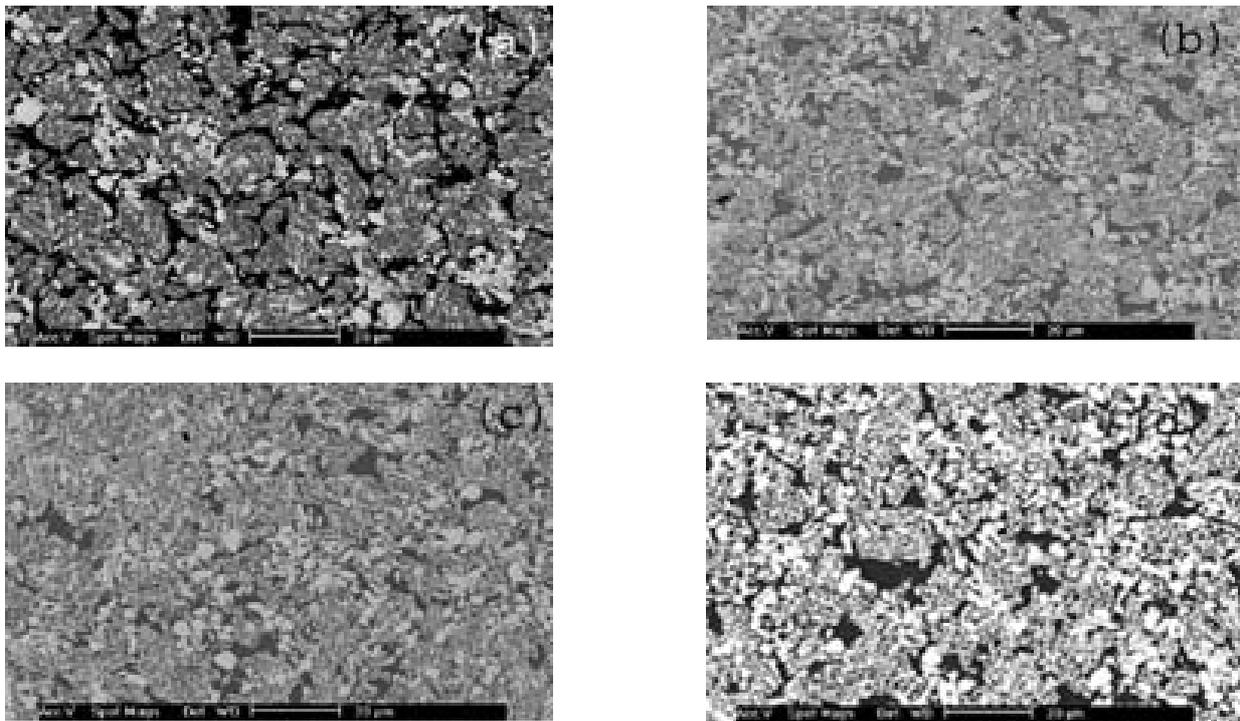


Figura 7. Seqüência de micrografias eletrônicas de varredura da liga W42CuP50 sinterizadas (a) 1050°C, (b) 1170°C e (c-d) 1200°C.

### 3.5. Ausência de Contaminante

A Figura (8) mostra os elementos presentes no pó de W-Cu após 50 horas de moagem. A existência somente de picos de W e de Cu na amostra de liga W42CuP50, exibidos no EDS da Fig. (8), mostra a ausência de impureza proveniente da contaminação durante o processo de moagem do pó de W-Cu. Esta constatação confirma os resultados observados nas microestruturas e nas curvas de contração dilatométricas, os quais mostram que a grande densificação alcançada pelas partes sinterizadas deve-se ao aumento de sinterabilidade do pó de W-Cu. O aumento de sinterabilidade deste pó foi proporcionado pela alta homogeneização e dispersão das partículas de W na matriz de Cu produzida pelo processo de moagem por bolas de alta energia.

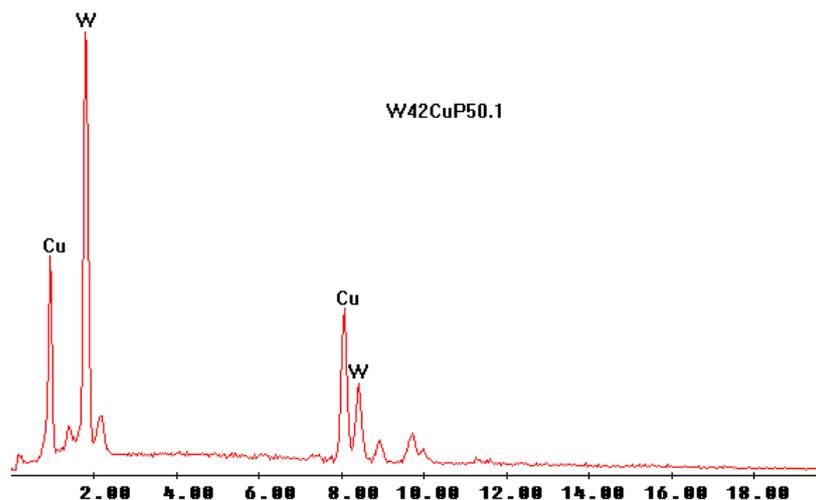


Figura 8. Espectroscopia por energia dispersiva (EDS) realizada em uma amostra sinterizada a 1200°C por 60 min. mostrando o perfil do pó moído por 50h.

## 4. CONCLUSÕES

O processo de moagem de alta energia promove o aumento de sinterabilidade do pó de W-Cu através da maior dispersão e do maior refinamento da fase frágil (W) na matriz de Cu.

O alto teor de Cu impede a obtenção de um maior refinamento das partículas de W no pó de W-Cu processado por 50h.

A presença de impurezas auxiliares da sinterização advindas da contaminação do pó de W-Cu pelo processo de moagem não foi constatada, de forma que, o estágio de solução-reprecipitação ou o processo de ativação da sinterização não contribuiu para densificação do sistema W-Cu.

Uma estrutura homogênea e com densidade final próxima da densidade teórica pode ser alcançada quando se obtém o pó de W-Cu em moinho planetário por 50h.

Uma temperatura de apenas 1200°C é necessária para se alcançar uma densidade de 96 % da densidade teórica de uma liga de W-Cu, contendo 42 % em peso de Cu, quando o seu pó é preparado por 50 horas em moinho de alta energia do tipo moinho planetário.

## 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP pelo suporte financeiro, ao Dr. Daniel Rodrigues do Instituto de Pesquisas Tecnológicas - USP pela realização das dilatometrias e ao Físico Nildemar Ferreira do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – USP pelas micrografias eletrônica de varredura.

## 6. REFERÊNCIAS

- ASM Committee on Electric Contact Materials, 1979, “Electric Contact Materials”, pp. 662-694.
- Da Costa, F. A., 2000, “Estudo da Sinterização de Ligas de W-Cu”, Dissertação (Mestrado em Materiais e Estruturas Especiais) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 171 pp.
- Da Costa, F.A.; Da Silva, A. G. P. e Gomes, U. U., 2000, “Influência da Dispersão dos Pós de W e Cu no Processo de Sinterização do Compósito W-Cu Realizado em Moinho Planetário”, Anais do Cong. de Eng. Mecânica (CONEM2000), HC9030, pp. 306-14.
- Desforges, C. D., 1979, “Sintered materials for electrical contacts”, Powder Metallurg, nº 3, pp. 138-44.
- Gaffet, E.; Louison, C.; Harmelin, M. and Faudot, F., 1991, “Metastable phase transformations induced by ball-milling in the Cu-W system”, Materials Science and Engineering, A134, pp. 1380-4.
- German, R. M.; Hens, K. F. and Johnson, J. L., 1994, “Powder Metallurgy Processing of Thermal Management Materials for Microelectronic Applications”. The Inter. J. of Powder Metallurgy, v. 30, nº 2, pp. 205-16.
- Gomes, U. U.; Da Costa, F.A. e Da Silva, A.G.P., 2001, “On Sintering of W-Cu Composite Alloys”, In: Proceedings of the 15° Int. Plansee Seminar, Ed. Metallwerk Plansee,. Vol. 1, RM 24, pp. 177-89.
- Gomes, U. U.; Da Costa, F.A. e Da Silva, A.G.P., 2000, “Influence of the Dispersion Technique on the Formation of the W-Cu Powder and on the Sintering Kinetics of W-Cu Composite Alloys”, Seventh Annual Int. Conf. On Composites Eng., pp. 281-2.
- Hong, M. H. et al., 1993, “Densification Behavior of Ball-Milled W-Cu Composite Powder”, In: Proceedings of the 13° Inter. Plansee Seminar, Ed. Metallwerk Plansee,. v. 1, pp. 451-60.
- Kim, J. C.; Ryu, S.-S.; Lee, H. and Moon I-H., 1999, “Metal Injection Molding of Nanostructured W-Cu Composite Powder”, The Inter. Journal of Powder Metallurgy, v. 35, nº 4, pp. 47-55.
- Kim, J. C.; Ryu, S.-S.; Y. D. Kim and Moon I-H., 1998, “Densification Behavior of Mechanically Alloyed W-Cu Powder by the Double Rearrangement Process”, Escripta Materialia, v. 39, nº 6, pp. 669-76.

- Kim, J. C. and Moon, I. H., 1997, "Sintering of Nanostructured W-Cu Alloys Prepared by Mechanical Alloying", NanoStructured Materials, v. 10, n° 2, pp. 283-90.
- Lassner, E. and Schubert, W.-D., 1999, "Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds", Ed. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, pp. 270-281.
- Moon, I. H.; Ryu, S. S. and Kim, J. C., 1997, "Sintering Behaviour of Mechanical Alloyed W-Cu Composite Powder". In: Proc. of the 14° Inter. Plansee Seminar, Ed. Metallwerk Plansee, v. 1, pp. 16-26.
- Moon, I.-H.; Lee, H.; Ryu, S.-S. e Kim, Y, D., 1995, "Reduction Treatment of MA W-Cu Composite Powder for MIM Application", Proc. of the third Int. Conf. On Tungsten and Refractory Metals, Mclean, VA, USA, pp. 5-23 a 5-33.
- Suryanarayana, C. and Froes, F.H., 1990, "Nanocrystalline titanium-magnesium alloys through mechanical alloying", J. Materials Res., vol. 5, n° 9, pp. 1880-6.
- Upadhyaya, A. and German, R. M., 1998, "Densification and Dilation of Sintered W-Cu Alloys", the Int. J. of Powder Metallurgy., v. 34, n° 2, pp. 43-55,.

## **THE INFLUENCE OF HIGH ENERGY MILLING IN A PLANETARY MILL ON THE SINTERING OF A W-Cu COMPOSITE ALLOY**

### **Franciné Alves da Costa**

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais, Trav. R. n° 400 – Cidade Universitária, 05508-970, São Paulo, SP, Brasil. E-mail: [francineac@yahoo.com](mailto:francineac@yahoo.com)

### **Francisco Ambrózio Filho**

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais, Trav. R. n° 400 – Cidade Universitária, 05508-970, São Paulo, SP, Brasil. E-mail: [fambrosi@net.ipen.br](mailto:fambrosi@net.ipen.br)

### **Angelus Giuseppe Pereira da Silva**

Universidade Estadual Norte Fluminense, Laboratório de Materiais Avançados, Av. Alberto Lamego, 28015-620, Campos de Goytacazes, RJ, Brasil. E-mail: [angelus@uenf.br](mailto:angelus@uenf.br)

### **Uílame Umbelino Gomes**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Física, 59072-970, Natal, RN, Brasil. E-mail: [umbelino@dfte.ufrn.br](mailto:umbelino@dfte.ufrn.br)

***Abstract** The W-Cu composite powder produced by mechanical alloying (MA) has increased sinterability in comparison to powder conventionally produced. This is explained by the better dispersion of the fragile (W) and ductile (Cu) phases in the powder. However high copper contents hide the fragmentation of the tungsten particles and a good dispersion. In this work a composite powder of a W-42w/oCu alloy was prepared by mechanical alloying and sintered. The influence of the milling time, between 2 and 50 hours, on the powder was investigated. Samples were sintered by both liquid and solid state sintering. Highly homogeneous structures and relative density as high as 96% were obtained with the powder milled for 50 hours. The structure of the samples are analyzed by optical and scanning electronic microscopy and the shrinkage behaviour of the structure during sintering is measured by dilatometry.*

**Key words:** high energy milling, W-Cu composite alloys, sintering, W-Cu composite particles