

ESTUDO PRELIMINAR DO EFEITO DO B₄C NA SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS A BASE DE Al₂O₃ - B₄C



Ana Elis Lopes Claudio,
Humberto Gracher Riella,
Coordenadora para Projetos Especiais
Michelangelo Durazzo
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares



A evolução microestrutural da cerâmica alumina-carbeto de boro foi estudada em função da temperatura de sinterização e do teor de carbeto de boro. A presença do carbeto de boro tem uma influência marcante na sinterabilidade da alumina, foi observada uma diminuição da densidade dos compactados com o aumento do teor de carbeto de boro devido, provavelmente, à formação de óxidos voláteis. A considerável dispersão nos resultados obtidos neste trabalho, pode ser explicada pela formação de fases Al₂OC e Al₈B₄C₇.

1. INTRODUÇÃO:

Pastilhas de Al₂O₃ - B₄C são utilizadas em reatores nucleares, com o objetivo de aumentar o ciclo de queima do combustível (1, 2).

No final da década de 70, o governo dos Estados Unidos proibiu a comercialização de tecnologia de reprocessamento, fazendo com que novos materiais fossem inseridos no caroço do reator com a finalidade de prolongar a vida útil do combustível. Tais materiais devem apresentar características nucleares especiais, como: alta seção de choque de absorção de neutrons e produtos de transmutação com baixa seção de choque de absorção de neutrons. Materiais com estas características são chamados absorvedores queimáveis.

Através de um trabalho conjunto entre a Coordenadoria para Projetos Especiais (COPESP) e o Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), procurou-se estudar a sinterização de cerâmicas Al₂O₃ - B₄C, enfocando-se sua evolução microestrutural para concentrações de 1,6 a 15% em peso de B₄C.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

Misturas de pós contendo 1; 1,6; 2; 3; 4; 5; 7,5; 10 e 15% em peso de carbeto de boro, foram preparadas utilizando-se duas granulometrias distintas: pó A (1 a 7 µm) e pó B (44 a 53 µm), fornecidos pela ESK - Elektroschmelzwerk Kempton GmbH, Alemanha. A homogeneização dos pós foi realizada a úmido, por um tempo de 20 minutos, utilizando-se moinho de bolas. A mistura foi adicionada uma solução 2,5% em peso de álcool polivinílico. Após homogeneização, o material foi seco a 100°C por 2 horas e moído em moinho de bolas durante 10 minutos. Este foi então peneirado em #100, abertura 147 µm. A compactação foi realizada utilizando-se uma prensa hidráulica de ação simples e matriz flutuante. A pressão de compactação variou de 2 a 4 tf/cm². Os resultados de compactação, apresentados na figura 1, demonstraram que pressões superiores a 3,5 tf/cm² não resultaram em aumento significativo da densidade de pastilhas compactadas, para as duas faixas granulométricas de carbeto de boro estudadas.

Deste modo, pastilhas compactadas com pressão de 3,5 tf/cm², foram sinterizadas em um forno da marca ASTRO, modelo 1000-3580-FP20, com resistência, mufla e cadinhos de grafita.

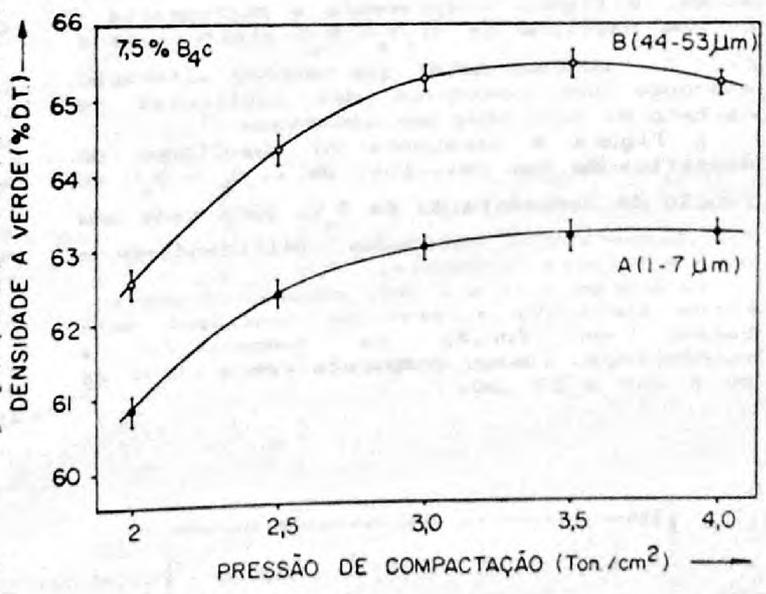
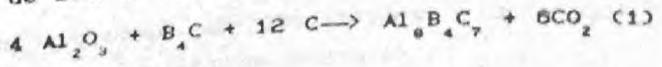


Figura 1: Curva de Compactação de Pastilha Al₂O₃-B₄C (7,5% em peso)

Primeiramente, foi realizado um teste à 1900°C durante 1 hora em atmosfera de hélio objetivando-se avaliar o limite superior da temperatura de trabalho. Observou-se que para esta temperatura as pastilhas de alumina com diferentes concentrações de carbeto de boro diferiram. Com o auxílio da difração de raios-X em amostras sinterizadas à 1800°C, identificou-se a presença do composto Al₈B₄C₇ figura 2 (3). Supõe-se que a formação deste composto provavelmente ocorra de acordo com a reação (1):



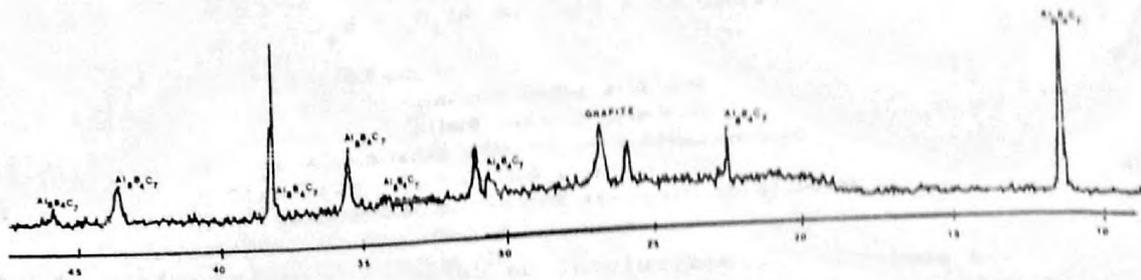


Figura 2 : Difratoograma do composto $Al_8B_4C_7$,
 Pastilha com 15 % B_4C ,
 Sinterizada à $1800^\circ C$.

Os cristais de $Al_8B_4C_7$ apresentam uma coloração amarelada, estrutura hexagonal e um ponto de fusão de $1900^\circ C$ [3]. A deformação das pastilhas de alumina dopadas com carbeto de boro, observada para temperaturas de $1900^\circ C$ e $1800^\circ C$, provavelmente foi resultante da formação dos cristais de $Al_8B_4C_7$.

Em pastilhas sinterizadas à $1700^\circ C$ não foi possível identificar a formação dos cristais acima, a figura 3 apresenta a micrografia de uma pastilha de $Al_2O_3 - B_4C$ sinterizada a $1700^\circ C$, podemos notar que nenhuma alteração aparente nos contornos das partículas de carbeto de boro pode ser observada.

A figura 4 apresenta os resultados de densificação das pastilhas de $Al_2O_3 - B_4C$ em função da concentração de B_4C , para cada uma das temperaturas estudadas, utilizando-se o pó A e B respectivamente.

Para o pó A (1 a 7 μm), observa-se que a curva apresenta valores de densidade mais baixos em função da temperatura e concentração quando comparada com a curva do pó B (44 a 53 μm).

De maneira geral, os resultados acima apresentados estão de acordo com os obtidos por Radford [4].

Pós finos de carbeto de boro tendem a formar óxidos voláteis de boro que recobrem a superfície das partículas de alumina reduzindo sua atividade. Estes óxidos de boro seriam provenientes de filmes finos de B_2O_3 presentes na superfície das partículas de B_4C ou por oxidação de B_4C .

Pode-se observar através da figura 5 que a temperatura de sinterização não exerce influência significativa na densificação das pastilhas de $Al_2O_3 - B_4C$, na faixa de 1400 a $1600^\circ C$. Acima de $1600^\circ C$, observa-se um rápido aumento das densidades, confirmando-se as observações de [4]. De modo geral o pó mais fino A, apresentou elevada dispersão de resultados, se comparada com o pó B.

A diminuição da granulometria do pó de B_4C , conduz a um evidente aumento na dispersão dos resultados indicando que a atividade do pó é um fator decisivo na formação da fase $Al_8B_4C_7$.

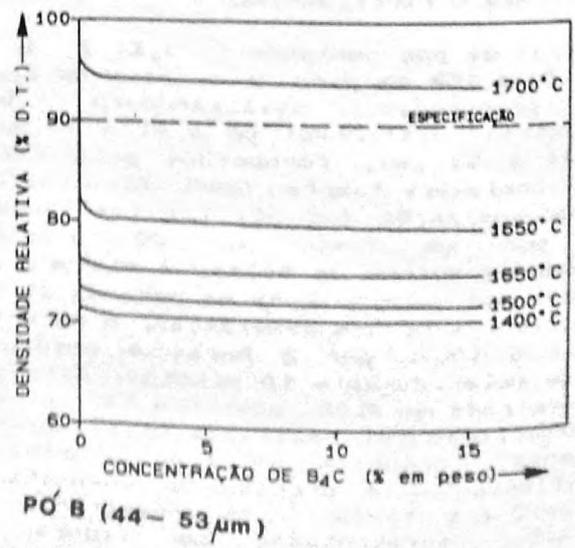
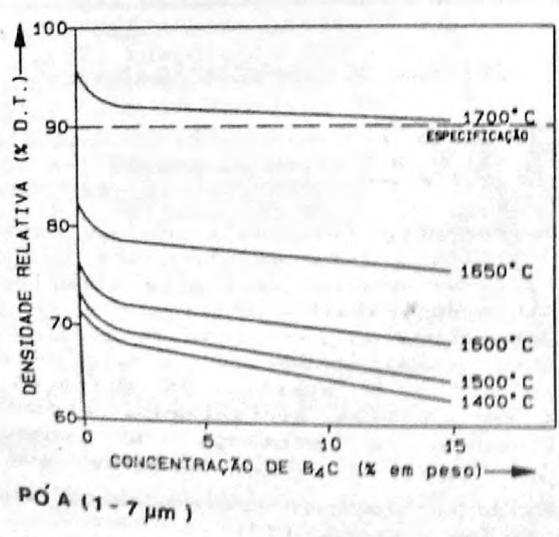
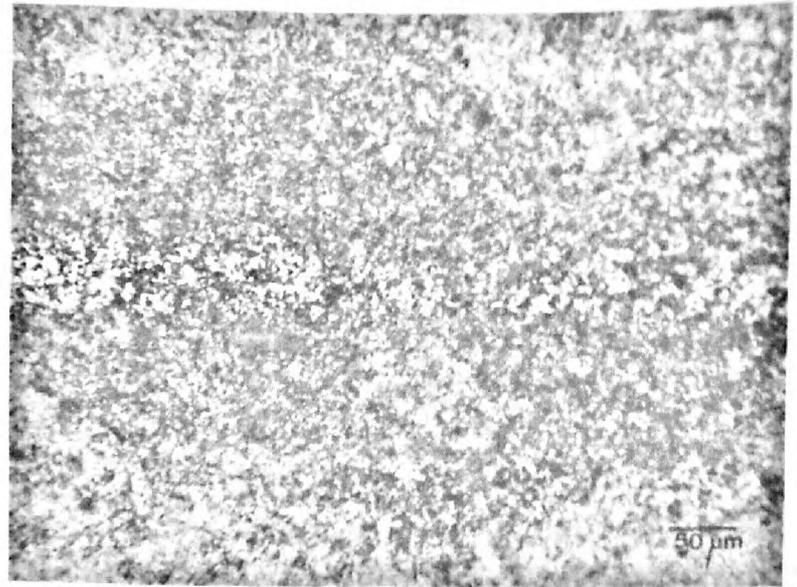
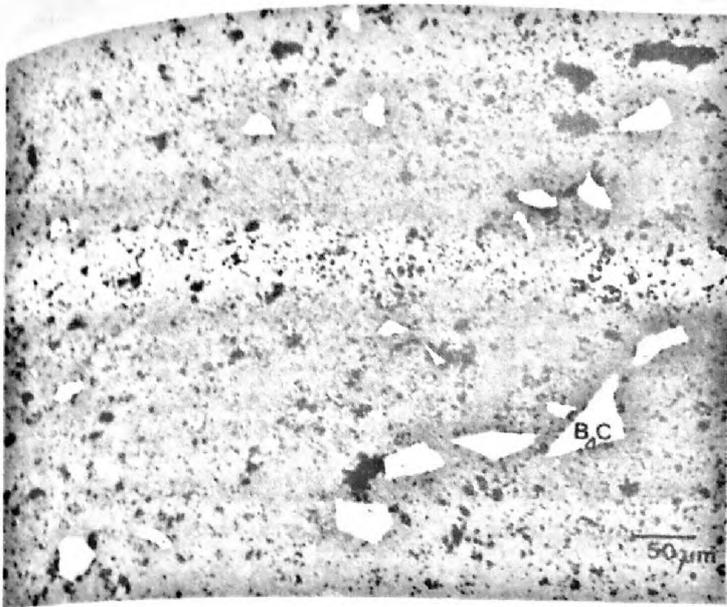


Figura 4 : Densificação de pastilhas de $Al_2O_3 - B_4C$ em função da concentração e da granulometria



PÓ B (44 a 53 μm)

PÓ A (1 a 7 μm)

Figura 3 : Micrografia de pastilhas de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{B}_4\text{C}$, sinterizadas a 1700°C por 1 hora, em atmosfera de hélio.

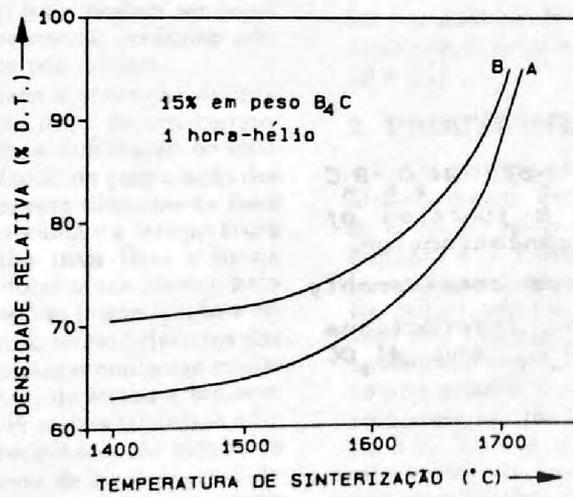


Figura 5 : Efeito da temperatura de sinterização na sinterabilidade da cerâmica $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{B}_4\text{C}$.

3. CONCLUSÕES:

Carbeto de boro diminui a sinterabilidade da alumina e esta diminuição está relacionada com a granulometria do pó de B_4C .

A sinterização de pastilhas de alumina dopadas com boro em cadinho de grafita, acima de $1700^\circ C$ levam a formação de uma fase, identificada através de difração de raios - X como $Al_8B_4C_7$.

4 REFERÊNCIAS:

- [1] ANDERSON, W. K. and THEILACKER, J. S. "Neutron Absorber Materials for Reactor Control" USAEC, Naval Reactors Handbook (1962).
- [2] BURIAN, R. J., FROMM, E. O. and GATES J. E. "Effect of High Boron Burnups on B_4C and ZrB_2 Dispersions in Al_2O_3 and Zircaloy-2" BMI-1627, April (1963)
- [3] INOUE, Z., TANAKA, H. and INOMATA, Y. "Synthesis and X-ray Crystallography of Aluminium Boron Carbide, $Al_8B_4C_7$ ". J. Mat. Sci., 15 (1980), 3036 - 3040.
- [4] RADFORD, K. C. "Sintering $Al_2O_3-B_4C$ Ceramics". J. Mat. Sci., 18 (1983), 669-678.

SUMMARY

Microstructural development of $Al_2O_3-B_4C$ ceramics has been studied as a function of sintering temperature and B_4C concentration.

The presence of B_4C influences considerably the sinterability of alumina. Informations about the formation of $Al_8B_4C_7$ and Al_2OC have also been presented.