

## DETERMINAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA PRESSÃO E TEMPERATURA NO PROCESSO DE Prensagem A QUENTE DE CARBETO DE BORO

Francisco Cristovão Lourenço de Melo  
Centro Técnico Aeroespacial - IAE/AMR  
12.228/904 - São José dos Campos - SP - Brasil

José Carlos Bressiani  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nuclearés  
IPEN/CNEN/SP - Cidade Universitária  
05347 - C.P. 11049 - São Paulo - SP - Brasil

Joaquim Vieira  
Universidade de Aveiro  
Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro  
3800 - Aveiro - Portugal

### Resumo

Neste trabalho estudou-se a influência das variáveis composição, pressão e temperatura durante o processo de prensagem a quente de carbeto de boro aditivado com  $Al_2O_3$ , C e  $B_2O_3$ . Os resultados demonstram ser possível obter uma densificação acima de 96% da densidade teórica em temperaturas da ordem de  $1800^{\circ}C$  e uma pressão de 20 MPa.

### THE INFLUENCE OF BOTH PRESSURE AND TEMPERATURE PARAMETERS ON THE HOT-PRESSING PROCESS OF BORON CARBIDE

### Abstract

The presente work shows the influence of the composition, pressure and temperature on the hot-pressing process of boron carbide, with  $Al_2O_3$ , C and  $B_2O_3$  used as sintering aids. By this way it was possible to obtain a densification greater than 96% of the theoretical density at temperatures around  $1800^{\circ}C$  under the pressure of 20 MPa.

## 1 - INTRODUÇÃO

O carbeto de boro ( $B_4C$ ) é um material com grandes possibilidades de uso em engenharia pois reúne propriedades, tais como; alto ponto de fusão, alta dureza, baixo peso específico, boas propriedades mecânicas e alta seção de choque para neutrons térmicos. As principais aplicações são como ferramentas de corte, abrasivos, blindagem balística e como material absorvedor de neutrons.

A utilização de componentes de  $B_4C$  é bastante limitada devido, principalmente, as dificuldades oriundas do processo de sinterização ocasionadas pelas fortes ligações covalentes entre os átomos.

Para se produzir componentes de  $B_4C$  com alta densidade e geometria simples, normalmente utiliza-se do processo de prensagem a quente (Hot Pressing). Neste processo normalmente se utilizam pós puros com tamanho de partícula menor que  $2\mu m$ , temperaturas elevadas ( $2100^\circ - 2200^\circ C$ ), pressões de compactação variando entre 30-40 MPa em moldes de grafite (1-2). Outra alternativa é a utilização de aditivos de sinterização, onde é possível obter-se alta densificação em temperaturas entre  $1750$  a  $1900^\circ C$  e pressões de compactação de 20 MPa, sem prejuízo das propriedades mecânicas à temperatura ambiente (3-5).

Neste trabalho, utilizou-se a técnica experimental da "prensagem a quente assistida por dilatometria" (6) para se avaliar a influência das variáveis pressão e temperatura no processo de prensagem a quente de carbeto de boro aditivado com  $Al_2O_3$ , C e  $B_2O_3$ .

## 2 - MATERIAIS E MÉTODOS

Utilizou-se neste trabalho o pó de  $B_4C$  - F1200 da Hermann C. Starck, com área específica de  $7,9 m^2/g$ ,  $B_2O_3$  - Merck de grau de pureza P.A,  $Al_2O_3$  da Union Carbide previamente moído em moinho de alta energia com  $9,1 m^2/g$  e uma resina fenólica tipo Novolaca da Alba Indústrias Químicas S/A.

As composições estudadas podem ser visualizadas na Tabela 1.

Para preparação das composições BC-02 e BC-03, dissolveu-se a resina em acetona e a seguir misturou-se o  $B_4C$ , formando uma suspensão, a qual sofria um processo de evaporação da acetona a  $40^\circ C$  sob agitação. A seguir o material foi granulado e prensado corpos de prova de  $4x5x40mm$ . A secagem da acetona e a cura da resina foi feita em uma estufa, seguida de um tratamento de carbonização a  $1000^\circ C$  em atmosfera de argônio num forno tubular.

As barrinhas obtidas eram então britadas, moídas (composição BC-02) e o pó misturado ao  $B_2O_3 + Al_2O_3$  obtendo-se assim a composição BC-03.

Corpos de prova medindo 25mm de diâmetro e 5mm de espessura foram produzidos por prensagem a quente em molde de grafite e aquecimento indutivo com a temperatura variando de  $1700$  a  $1850^\circ C$  e a pressão de 10 a 30 MPa. A superfície interna do molde, os espaçadores e os punções de grafite foram pintados com nitreto de boro em suspensão alcoólica para prevenir reações com o grafite. O controle da temperatura foi feito por pirometria óptica com precisão de  $\pm 10^\circ C$ . Utilizou-se a técnica da prensagem a quente

assistida por dilatometria com aquisição direta da deformação em função do tempo e temperatura para o estudo da cinética de sinterização.

A caracterização dos materiais foram feitas avaliando-se a densidade pelo método de Arquimedes, a microestrutura por microscopia eletrônica de varredura e foi determinado a microdureza Vickers em superfície polida.

### 3 - RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1 - Influência da Composição

A influência da composição na prensagem a quente foi estudada utilizando-se os pós preparados com as composições - BC-01, BC-02 e BC-03 com uma pressão de 20 MPa e um ciclo térmico que envolve um aquecimento de 30° C/min e um patamar de 1800° C/60 min.

Os resultados podem ser vistos na figura 1, onde se observa a pouca tendência de densificação para a composição BC-01 e para a composição de BC-02. Já com a composição BC-03, foi possível obter-se até 96% da densidade teórica. Baseado neste resultado utilizou-se então composição BC-03 para o estudo da influência da pressão e da temperatura na prensagem a quente.

#### 3.2 - Influência da Temperatura

Utilizando-se uma pressão de 20 MPa avaliou-se a influência da temperatura na densidade final dos compactos produzidos com a composição BC-03.

Na figura 2(A) pode-se observar uma insignificante densificação para temperaturas até 1750° C. Fica evidente também a rápida densificação para o material sinterizado a 1850° C. Observando-se agora as figuras 2(B) e 2(C) que mostram respectivamente a taxa de densificação em função do tempo e da densidade observa-se que a velocidade máxima de densificação ocorre no início do patamar e é crescente com o aumento da temperatura.

As superfícies fraturadas resultantes podem ser observadas na figura 3, onde pode-se ver claramente a evolução da densificação no material e a pouca porosidade residual nos materiais sinterizados a 1800° C/60 min e 1850° C/30 min, respectivamente figuras 3(C) e 3(D).

#### 3.3 - Influência da Pressão

Utilizando-se uma taxa de aquecimento de 30° C/min e um patamar de 1800° C/60 min avaliou-se a influência da pressão na densidade final dos compactos produzidos com a composição BC-03.

Na figura 2(D) estão ilustradas as curvas da variação da densidade em função do tempo para quatro pressões diferentes. Estas curvas mostram que a pressão acelera a densificação e que para uma pressão de 10 MPa a densificação final foi muito pequena, este fato pode ser melhor observado na figura 2(E) onde pode-se ver que a velocidade máxima de densificação ocorre

praticamente no mesmo tempo para todas as pressões, porém com intensidades crescentes.

Na figura 2(F) pode-se ver a variação da velocidade em função da densidade, sendo possível observar que com o aumento da pressão os máximos de velocidade se dão em densidades mais altas.

A superfície de fratura destes materiais podem ser observadas na figura 3(E), 3(C), 3(F) e 3(G) respectivamente 10 MPa, 20 MPa, 25 MPa e 30 MPa. Pode-se observar que uma baixa de pressão de compactação (figura 3(E)), tem efeito similar a uma baixa temperatura (figuras 3(A) e 3(B)) na densidade final dos compactos, porém com tamanho de grão maiores. Nos compactos produzidos com 20, 25 e 30 MPa observou-se pouca porosidade residual.

### 3.4 - Determinação da Microdureza

Determinou-se a microdureza Vickers em superfície polidas utilizando uma carga de 2000 g e um tempo de aplicação de 15 segundos. Os resultados podem ser vistos na Tabela 2, onde pode-se observar que a dureza é crescente com a densificação e que o material prensado a quente possui uma dureza muito maior que o sinterizado sem pressão, mesmo utilizando-se uma temperatura de sinterização bem maior (cerca de 350° C).

## 4 - CONCLUSÃO

De acordo com os resultados deste estudo é possível concluir que:

- A temperatura de prensagem a quente tem muita influência na densidade final dos compactos, sendo possível atingir mais de 96% de densidade teórica a 1850° C/30 min. Fato similar ocorre com a pressão, onde altas pressões são desejadas. Vale lembrar, no entanto, que a utilização de pressões e temperaturas mais elevadas, normalmente encarecem o processo.

- A influência da pressão e temperatura na velocidade de densificação sugerem que está ocorrendo sinterização via fase líquida e que o mecanismo envolvido é o de rearranjo.

- As medidas de microdureza comprovaram a eficácia dos aditivos utilizadas na composição BC-03, onde se obteve valores de até 3700 kg/mm<sup>2</sup> num material prensado a quente a 1850° C.

## 5 - AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Dr. Rui Silva do Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro da Universidade de Aveiro e ao Eng<sup>o</sup> João Renato Martins do CTA/IAE/AMR pela colaboração neste trabalho.

**6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. THEVENOT, F., Boron Carbide - A Comprehensive Review. J. Euro Ceram. Society, 6 (1990) 205-225.
2. ANGERS, R. and BEAUVY, Hot-Pressing of Boron Carbide. Ceramics International, Vol. 10, nº 2, (1983) 49-55.
3. TELLE, R. and PETZOW, G., Mechanisms in the Liquid-Phase Sintering of Boron Carbide With Silicon Based Melts. Mater. Sci. Monogr., 38A(1987) 916-973.
4. VASILOS, T. and DUTTA, S.K., Low Temperature Hot-Pressing of Boron Carbide and its Properties. Am.Ceram.Soc.Bull, 53(1973) 453-454.
5. MELO, F.C.L., BRESSIANI, J.C., and VIEIRA, J., Hot Pressing and Pressureless Sintering of Boron Carbide. Trabalho apresentado no 8<sup>th</sup> International Symposium on Ceramics, Rimini Italy, 1992.
6. BROOK, R.J., GILBERT, E., HIND, D. and VIEIRA, J., Hot Pressing Dilatometry in the Study of Sintering Mechanisms, Mater.Sci.Monogr., 14(1982) 585-590.

TABELA 1 - COMPOSIÇÕES ESTUDADAS

COMPOSIÇÃO	B <sub>4</sub> C (%)	C (%)	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
BC-01	100			
BC-02	90,13	4,74	4,78	-
BC-03	78,10	4,33	4,36	8,67

TABELA 2 - MICRODUREZA VICKERS EM FUNÇÃO DA DENSIDADE RELATIVA

MATERIAL	DENSIDADE RELATIVA (%)	MICRODUREZA (Kgf/mm <sup>2</sup> )
BC-03 (1700°C/60 min)	70,0	120
BC-03 (1750°C/60 min)	72,0	260
BC-03 (1800°C/60 min)	96,0	2700
BC-03 (1850°C/30 min)	96,0	3700
*BC-03 (2200°C/60 min)	97,0	2100

\* Material sinterizado sem pressão em atmosfera de Ar.

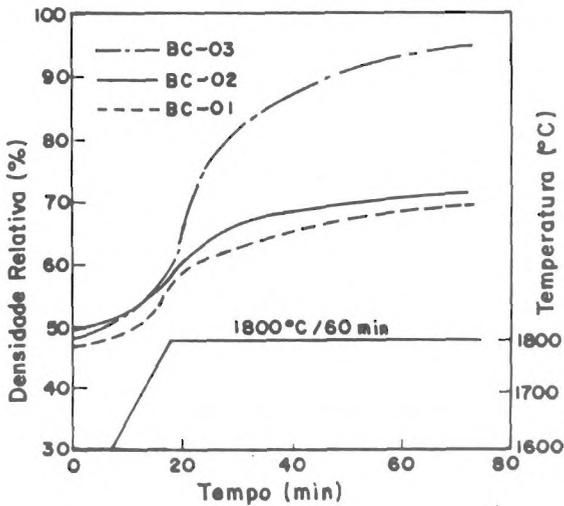
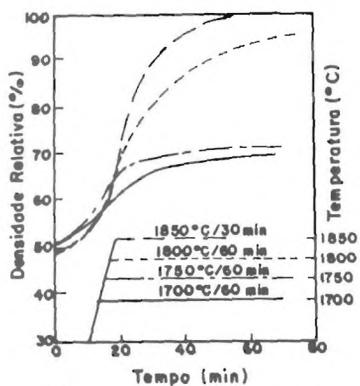
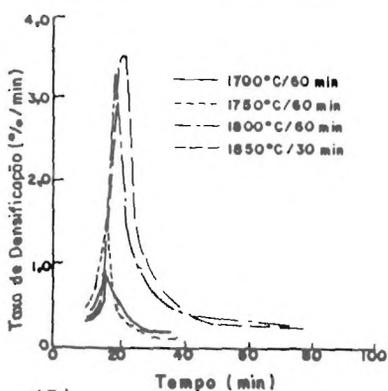


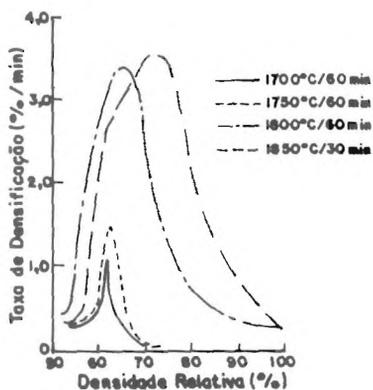
Figura 1 - Influência da composição.  
Densidade relativa em função do tempo.



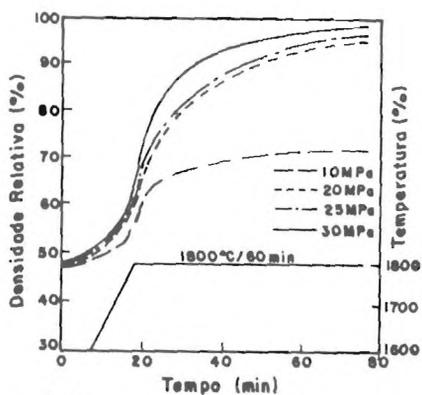
(A)



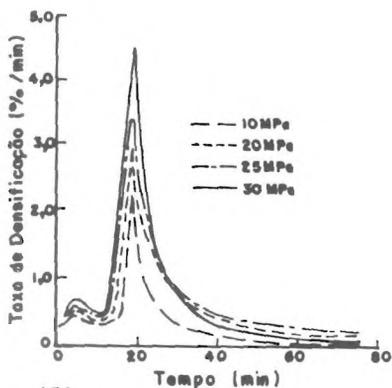
(B)



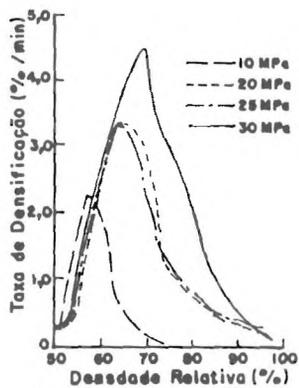
(C)



(D)

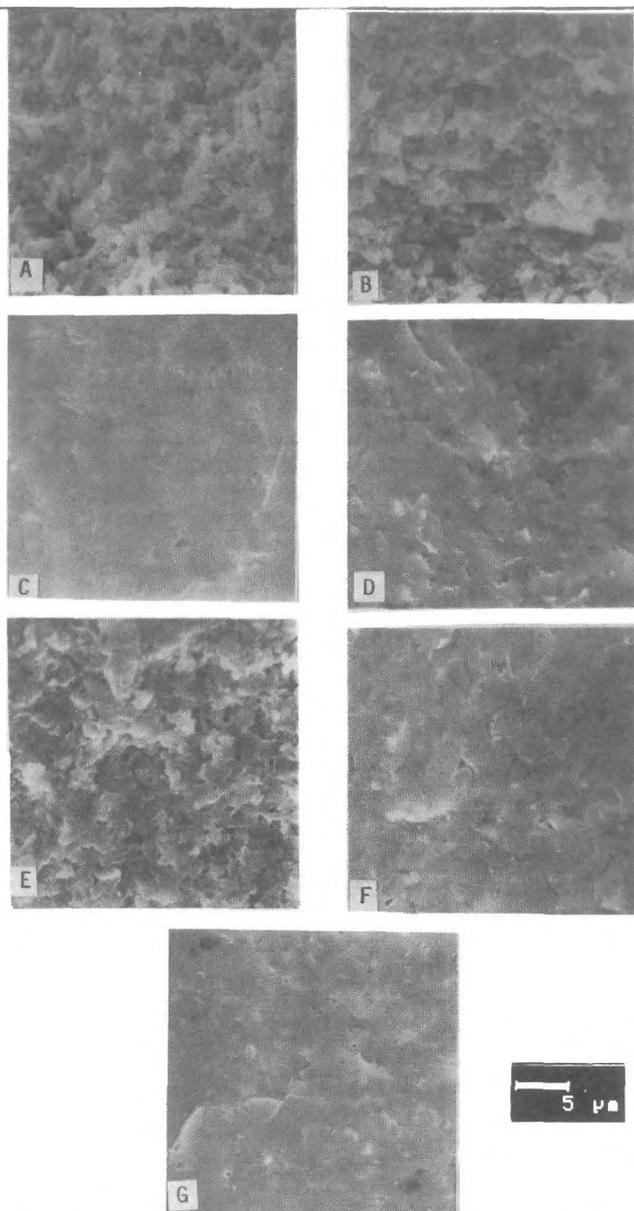


(E)



(F)

Figura 2 - Influência da temperatura e pressão no processo de prensagem a quente



**Figura 3 - Superfície de fratura do material prensado a quente com a composição BC-03. 3(A) 1700° C/60 min/20MPa; 3(B) 1750° C/60min/20 MPa; 3(C) 1800° C/60min/20 MPa; 3(D) 1850° C/30min/20 MPa; 3(E) 1800° C/60min/10 MPa; 3(F) 1800° C/60min/25 MPa; 3(G) 1800° C/60min/30 MPa;**