

**CARACTERIZAÇÃO DE FASES EM CARBETO DE BORO DENSIFICADO**

Ana H. A. Bressiani, F.C.L. de Melo\* e J. C. Bressiani

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN - CNEN/SP

05422-970 C.P. 11049 - São Paulo - SP

\* Centro Técnico Aeroespacial - IAE-AMR

12.228-904 São José dos Campos- S.P.

Carbeto de boro é um material com diversas aplicações estruturais, mas de difícil densificação - havendo a necessidade do uso de aditivos de sinterização<sup>[1]</sup>. Este trabalho faz parte de um estudo de densificação de carbeto de boro com diferentes aditivos, onde as amostras são caracterizadas por difratometria de raios X, microscopia óptica e eletrônica de varredura<sup>[2,3,4]</sup>. Para avaliação detalhada das fases formadas durante a sinterização ( distribuição e fases em pequenas quantidades ) foram escolhidas 2 amostras para observação por microscopia eletrônica de transmissão. A preparação das amostras foi feita por desbaste mecânico ( dimpler ) e iônico ( canhão de íons - Ar / 6kV ), sendo bastante demorada devido a alta dureza do material. A caracterização cristalina das fases foi realizada por difração eletrônica de área selecionada em MET JEM 200-C e a identificação dos diagramas com auxílio do programa DIFPAT desenvolvido no Metals Technology Laboratories, Energy Mines and Resources, Ottawa, Canada.

As amostras analisadas foram : 1. HPBCAIB - com composição 82,64 B<sub>4</sub>C; 4,33 C; 4,36 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 8,67 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - % em peso, prensada uniaxialmente a quente a 1800 °C / 20 MPa / 1 h e densidade relativa de 96% e, 2. SPBC com composição de 95 B<sub>4</sub>C e 5 C - % em peso, sinterizada a 2200 °C / 1 h e densidade relativa de 97%.

Na amostra obtida por prensagem a quente ( HPBCAIB) foram identificadas as fase - Al<sub>18</sub>B<sub>4</sub>O<sub>33</sub> e grafite, além do B<sub>4</sub>C, por difração de raios X<sup>[4]</sup>. Por microscopia eletrônica de transmissão observa-se tamanho de grãos bem reduzido ( dm ~ 5 μm ) e fase secundária nos contornos de grão e pontos triplos ( figura 1 ). Por difração de área selecionada foram identificadas as seguintes fases secundárias : Al<sub>18</sub>B<sub>4</sub>O<sub>33</sub> ( rede ortorrômbica, a = 0,7687 nm; b = 1,5013 nm e c = 0,5564 nm ) e α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( rede hexagonal, a = 0,4758 nm e c = 1,2991 nm ) - em grandes quantidades, e boro metálico ( rede tetragonal, a = 1,010 nm e c = 1,428 nm ) em poucos pontos triplos.

Na amostra SPBC foram identificadas as fases  $B_4C$  e grafite por difratometria de raios X. Nessa amostra, por MET (figura 2) observa-se crescimento sensível dos grãos em relação à amostra HPBCAIB, mas sem crescimento anormal dos grãos, devido a presença de excesso de grafite - que permite a densificação e a redução do crescimento anormal dos grãos [5]. Por difração de elétrons de área selecionada observa-se a presença de  $Al_{18}B_4O_{33}$ ,  $Al_2O_3$ ,  $B_2O_3$  (rede cúbica,  $a = 1,0055$  nm) e carbono (rede hexagonal,  $a = 0,2463$  nm e  $c = 0,6714$  nm).

A presença de compostos contendo alumínio na amostra SPBC, e de quantidade desses mesmos compostos acima do esperado devido a adição de  $Al_2O_3$  na amostra HPBCAIB é proveniente da contaminação dos insumos pelos meios de moagem utilizados.

Exemplos das fases cristalinas observadas são apresentados a seguir: fig. 3 - grão de carbeto de boro,  $B = [1 -1 -2]$ ; fig. 4 - grafite nos contornos de grão, parcialmente orientada; fig. 5 -  $Al_{18}B_4O_{33}$ ,  $B = [-2,4,-3]$ ; fig. 6 -  $Al_2O_3$ ,  $B = [0 4 3]$  e fig. 7 -  $B_2O_3$ ,  $B \approx [1 -1 0]$ .

#### Agradecimentos

Os autores agradecem aos programas PADCT / FINEP e RHAIE pelo suporte financeiro de parte deste trabalho.

#### Referências

- [1]. Thévenot, F. Boron Carbide - A comprehensive Review. State of the Art. J. of Eur. Ceram. Soc. 6 (1990) 655-61.
- [2]. Melo, F.C.L.; Silva, C.R.M e Bressiani, J.C. Estudo da sinterização de carbeto de boro. Anais do 34 congresso Brasileiro de Cerâmica, 322-327 (1990), Blumenau.
- [3]. Melo, F.C.L.; Silva, C.R.M.; Bressiani, J.C. e Bressiani, Ana H.A. Caracterização microestrutural de carbeto de boro. Anais do 11 Cbecimat, Águas de Lindóia, SP, a ser publicado.
- [4]. Melo, F.C.L. Efeito de aditivos na sinterização de carbeto de boro, Tese de doutorado, IPEN - 1994 - São Paulo, SP.
- [5]. Henney, J.W. and Jones, J.W.S. Sintered of boron carbide containing free carbon, Brit. Pot. 2, 014, 193 (1978).



2μm



