

PREPARAÇÃO MICROESTRUTURAL E DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHOS DE POROS E
GRAOS EM PASTILHAS DE B₄C SINTERIZADAS

MICROSTRUCTURAL PREPARATION AND PORE AND GRAIN SIZE
DISTRIBUTIONS OF B₄C SINTERED PELLETS

Selma Soares Correa Silva
Mirian Fernandes Sepulveda
Ana Maria Matildes dos Santos

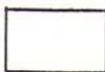
Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - CDTN
Comissão Nacional de Energia Nuclear - CNEN
Rua Prof. Mário Werneck s/nº - Cidade Universitária - Pampulha
Caixa Postal 1941 - CEP 30161 - Belo Horizonte - MG - Brasil

RESUMO

Este trabalho apresenta uma técnica de preparação microestrutural 50 vezes mais rápida que a convencional para pastilhas sinterizadas de carbeto de boro, empregando-se discos de malha de aço e seda sintética combinados com pasta de diamante. O método de Saltykov foi empregado nas medidas das distribuições de tamanhos de poros e grãos.

ABSTRACT

A fifty times faster microstructural preparation technique for B₄C sintered pellets, which uses steel mesh and synthetic silk discs with diamond paste, is shown. The Saltykov's method was used for the measurements of the pore and grain size distributions.



1. INTRODUÇÃO

O carbeto de boro é um importante material tecnológico, sendo muito empregado na área nuclear. Dentre muitas de suas propriedades pode-se citar sua excepcional dureza, seu baixo peso específico e sua elevada seção de choque de absorção de neutrons [1].

Como as propriedades físicas dos materiais dependem em larga extensão das propriedades microestruturais, a análise da microestrutura torna-se uma ferramenta essencial para o controle da qualidade na fabricação do carbeto de boro. Para esta análise são necessárias as determinações das distribuições de tamanhos de poros e de grãos.

Uma dificuldade que ocorre para a análise da microestrutura do carbeto de boro é a preparação microestrutural. Por causa da extrema dureza do carbeto de boro a preparação microestrutural convencional usada em laboratórios de ceramografia não é conveniente. Além desta ser de difícil execução, introduz danos inaceitáveis na superfície da amostra.

Neste trabalho são mostradas as etapas de preparação microestrutural mais adequadas para pastilhas sinterizadas de carbeto de boro e também as determinações das distribuições de tamanhos de poros e de grãos empregando o método de Saltykov [2].

2. PREPARAÇÃO MICROESTRUTURAL

2.1 Estrutura de Poros

Devido à alta dureza do B_4C , a preparação microestrutural deste material pelo método convencional como desbaste e lixamento em lixas de carbureto de silício torna-se quase impraticável, levando-se cerca de 12 a 24 horas apenas para o lixamento na série 100 destas lixas. Foi desenvolvida uma técnica de lixamento e polimento com discos de malha de aço e seda sintética combinados com pasta de diamante, cujo resultado reduziu em mais de 50 vezes o tempo necessário para a preparação microestrutural. A Tabela 1 apresenta as etapas de preparação de pastilhas de B_4C sinterizadas na faixa de temperatura de 2000° a $2250^\circ C$ com densidade teórica na faixa de 91,5 a 98,8%.



Tabela 1 - Etapas de Preparação Microestrutural de Pastilhas de B₄C Sinterizadas

ETAPA	DISCO	PASTA DE DIAMANTE (μm)	VELOCIDADE DA POLITRIZ (R.P.M)	TEMPO (min)
1	DP-NET	15	100	5
2	DP-PLAN	15	80	3
3	DP-DUR	7	80	2
4	DP-MOL	3	80	3

2.2 Estrutura de Grãos

A revelação da estrutura de grãos foi realizada com ataque eletrolítico. Utilizou-se uma solução de hidróxido de sódio 5% sob uma tensão de 5 volts e corrente de 80 mA. O tempo necessário para o ataque foi de 20 a 25 segundos.

3. DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHOS

As distribuições de tamanhos de poros e de grãos foram obtidas empregando-se o método de Saltykov [2]. Com este método é possível determinar a distribuição de tamanhos a partir da distribuição das áreas das seções de corte dos elementos microestruturais tais como os poros e os grãos.

As medidas das distribuições das áreas das seções de corte dos poros e dos grãos foram realizadas em analisador granulométrico semi-automático TGZ 3. O número de elementos microestruturais por unidade de volume para cada classe de tamanho e a fração volumétrica correspondente foram calculados conforme descrito em [3].

3.1 Poros

Para a medida da distribuição de tamanhos de poros, as amostras foram preparadas, conforme descrito na seção 2.1, e fotografadas com microscópio eletrônico de varredura. Foram tomadas micrografias com aumentos de 100X, 300X e 500X. Para otimizar o número de micrografias por amostra, os fotogramas foram copiados com uma ampliação de 2X.



3.2 Grãos

Para a medida da distribuição de tamanhos de grãos, as amostras foram atacadas para revelação da estrutura de grãos conforme descrito na seção 2.2. Em seguida, foram fotografadas com microscópio ótico. Foram tomadas fotos com aumento de 100x e os fotogramas foram copiados com uma ampliação de 2x.

4. RESULTADOS

A Figura 1 mostra uma microestrutura típica de uma pastilha de B₄C preparada conforme descrito na seção 2.1.

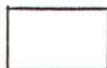
A Figura 2 apresenta uma estrutura típica de poros observada no microscópio eletrônico de varredura para análise de porosidade e a Figura 3 uma estrutura típica de grãos observada no microscópio ótico.

Os gráficos das distribuições de tamanhos de poros e de grãos de uma pastilha de B₄C com 90,4% da densidade teórica são mostrados nas Figuras 4 e 5.

5. CONCLUSAO

Foi desenvolvida uma técnica de preparação microestrutural de pastilhas sinterizadas de carbeto de boro empregando-se discos de malha de aço e seda sintética combinados com pasta de diamante, cujo resultado reduziu em mais de 50 vezes o tempo de preparação microestrutural.

Nota: As pastilhas de B₄C sinterizadas foram obtidas no IPEN/CNEN.



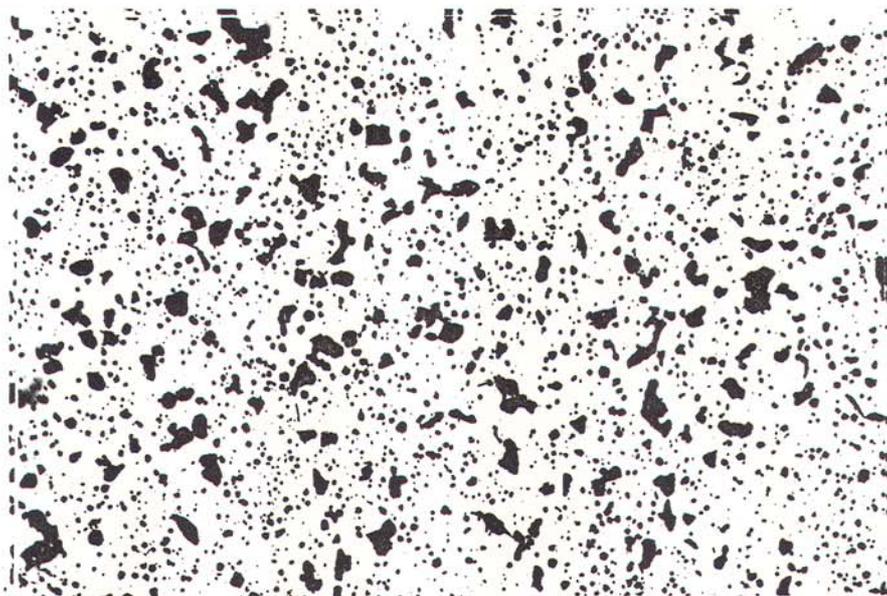


Figura 1 - Micrografia ótica típica de uma pastilha de B4C sinterizada, após a etapa de polimento.

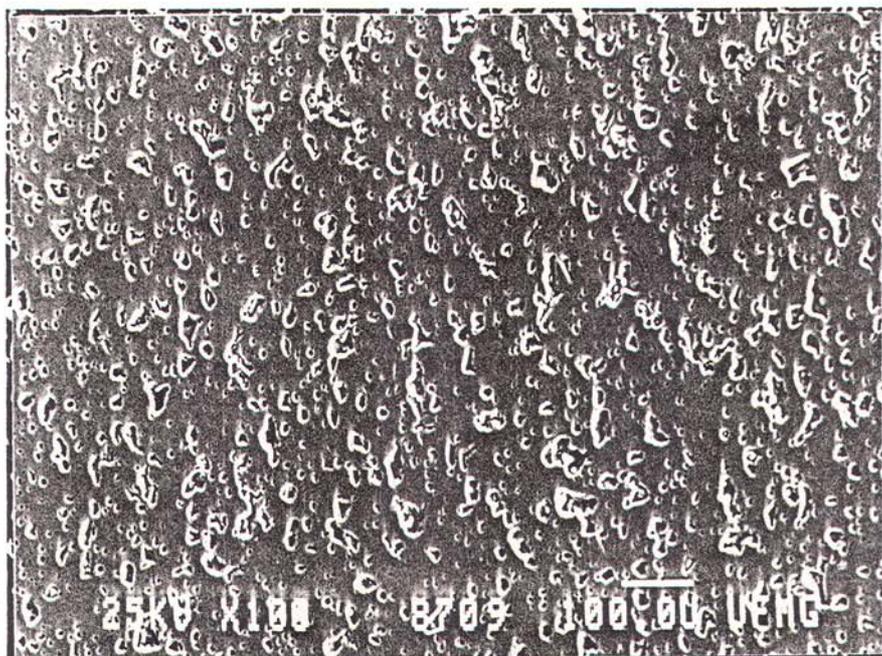


Figura 2 - Micrografia eletrônica mostrando a estrutura de poros.



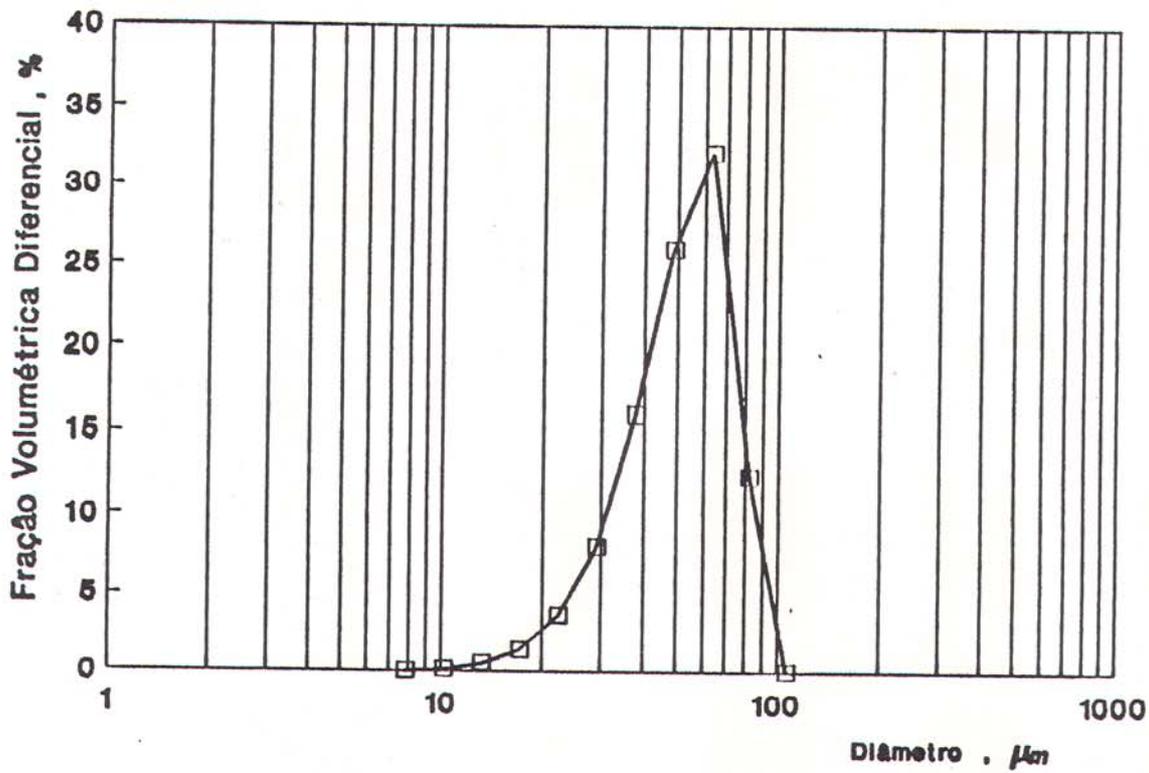
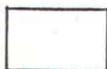


Figura 5 - Distribuição de tamanhos de grãos.



6. REFERENCIAS

- [1] KUZENKOVA, M.A. et al. Structure and Properties of Sintered Boron Carbide. Powder Metallurgy International, v. 12(1): 11-13, nº 1, 1980.

- [2] DeHOFF, R.T. & RHINES, F.N. Quantitative Microscopy. McGraw Hill Book Company, New York, 1968.

- [3] LAMEIRAS, F.S. et al. Aplicação do Método de Saltykov para Determinação da Distribuição Volumétrica de Poros e Grãos. Anais do XXXV Congresso Brasileiro de Cerâmica e III Iberoamericano de Cerâmica, Vidro e Refratário, Vol. 1, p. 623-630, Belo Horizonte, MG, Brasil, 1991.

