

Tema: Diagramas de fases e transformações de fases

## ESTABILIDADE DOS BORETOS $Nb_2B_3$ E $Nb_5B_6$ \*

Belmira Benedita de Lima<sup>1</sup>  
 Gabriel Hideki Shinkawa<sup>2</sup>  
 Carlos Angelo Nunes<sup>3</sup>  
 Gilberto Carvalho Coelho<sup>4</sup>

### Resumo

Estudos no sistema Nb-B mostram a fase  $Nb_5B_6$  com formação peritética a partir do líquido, porém sua estabilidade abaixo de 2.000°C não é comprovada experimentalmente. Há também dúvidas sobre a ocorrência da fase  $Nb_2B_3$  neste binário. Este trabalho tem como objetivo o estudo da estabilidade das fases  $Nb_5B_6$  e  $Nb_2B_3$  nas temperaturas de 1.400°C e 1.800°C. Amostras com composições nas estequiometrias  $Nb_5B_6$  e  $Nb_2B_3$  foram produzidas através de fusão a arco assim como confeccionadas a partir de misturas de pós de B e NbB. Pastilhas com composição  $Nb_5B_6$  foram produzidas com e sem adição de semente da fase  $Nb_5B_6$ . Os tratamentos térmicos em 1.400°C foram realizados por até 10h enquanto aqueles em 1800°C por até 1h, todos em atmosfera estática de argônio. As microestruturas das amostras, tanto no estado bruto de fusão como após tratamento térmico, foram caracterizadas por difração de raios X (XRD). Os resultados confirmam a formação fase  $Nb_5B_6$  a partir do líquido e nas amostras produzidas via metalurgia do pó. A fase  $Nb_2B_3$  não é observada nas amostras no estado bruto de fusão e nas amostras produzidas via metalurgia do pó tratadas termicamente a 1.800°C, porém, esta fase se estabiliza nas amostras produzidas via metalurgia do pó tratadas a 1.400°C, indicando sua estabilidade com formação peritética a partir das fases  $Nb_3B_4$  e  $NbB_2$ , abaixo de 1.800°C

**Palavras-chave:** Sistema Nb-B; Diagrama de fases; Intermetálicos; Boretos

### STABILITY OF THE BORIDES $Nb_2B_3$ AND $Nb_5B_6$

#### Abstract

Studies on the Nb-B system show that  $Nb_5B_6$  is stable and forms peritectically from the liquid and  $Nb_3B_4$ , however, its stability below 2,000°C is not undoubtedly proven. The stability of  $Nb_2B_3$  is also uncertain in this binary system. The present work aims to investigate the stability of both borides,  $Nb_5B_6$  and  $Nb_2B_3$ , at 1,400°C and 1,800°C. Samples with stoichiometric compositions of these borides were produced through arc melting as well as through mixtures of B and NbB powders. Pellets with  $Nb_5B_6$  composition were produced with and without  $Nb_5B_6$  seed addition. The heat treatments at 1,400°C were performed for 10 h while those at 1,800°C for 1h, all in a static argon atmosphere. The microstructures of the samples, both as-cast and after heat treatment, were characterized by X-ray diffraction (XRD). The results confirm the  $Nb_5B_6$  formation from liquid and in samples produced by powder metallurgy.  $Nb_2B_3$  is not observed in the as-cast samples neither in samples produced via powder metallurgy and heat treated at 1,800°C. However, this phase is stabilized in samples produced by powder metallurgy and heat treated at 1,400°C, indicating its formation by a peritectoid reaction from  $Nb_3B_4$  and  $NbB_2$ , below 1,800°C.

**Keywords:** Nb-B System; Phase diagram; Intermetallics; Borides

- <sup>1</sup> Engenheira Industrial Química, Dr<sup>a</sup>, Pesquisador, Depto. Eng. Materiais, Escola de Engenharia de Lorena (EEL), Universidade de São Paulo (USP), Lorena, São Paulo, Brasil.
- <sup>2</sup> Engenharia de Materiais, Estudante, Depto. Eng. Materiais, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, São Paulo, Brasil.
- <sup>3</sup> Engenheiro Metalúrgico, Dr., Professor, Departamento de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, São Paulo, Brasil.
- <sup>4</sup> Engenheiro Metalúrgico, Mestrado Profissional em Materiais, Centro Universitário de Volta Redonda, Dr., Professor, Depto. Eng. Materiais, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, São Paulo, Brasil.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

O diagrama Nb-B mostrado na Figura 1 foi calculado por Witusiewicz *et al.* [1,2] apresenta a estabilidade de seis boretos ( $NbB_2$ ,  $Nb_2B_3$ ,  $Nb_3B_4$ ,  $Nb_5B_6$ , NbB e  $Nb_3B_2$ ). A estabilidade das fases  $NbB_2$ ,  $Nb_3B_4$ ,  $Nb_5B_6$ , NbB e  $Nb_3B_2$  é unânime [1-9,11]. Estudos mostram a estabilidade da fase  $Nb_5B_6$  [4,8-10] com formação peritética a partir do líquido [4,9], porém sua estabilidade abaixo de 2000°C não foi definitivamente comprovada experimentalmente por Borges [9]. Há também dúvidas sobre a estabilidade da fase  $Nb_2B_3$  [4,9].

Nos experimentos realizados por Borges [9,11] com o objetivo de reavaliar o sistema Nb-B, foram observadas as fases  $NbB_2$ ,  $Nb_3B_4$ ,  $Nb_5B_6$ , NbB e  $Nb_3B_2$ . A fase  $Nb_5B_6$  só foi observada em amostras obtidas via fusão a arco e permaneceram nestas mesmas amostras com aproximadamente a mesma fração volumétrica após tratamentos térmicos a 1700°C por 16h. Desta mesma forma, Bolmgren e Lundstrom também observaram a fase  $Nb_5B_6$  em ligas fundidas obtidas a partir de misturas de pós de Nb e B e esta fase permaneceu presente nas amostras após tratamentos térmicos realizados na faixa de 1300°C-1700°C. Amostras produzidas via metalurgia do pó a partir de misturas dos elementos puros e tratadas a 1900°C por 4h e 16h [9] não apresentaram  $Nb_5B_6$  em suas microestruturas.

Bolmgren e Lundstrom [4] tentaram produzir a fase  $Nb_2B_3$ . Contudo, nenhum sinal desta fase foi detectado em ligas com tal estequiometria, após tratamentos térmicos na faixa de 1300°C-1700°C. Em estudos realizados por Borges [9], esta fase não foi encontrada em amostras fundidas a arco e nem em amostras produzidas via metalurgia do pó, a partir de misturas dos elementos puros, tratadas a 1900°C por 4 e 16 h. No entanto, Okada *et al.* [8] obtiveram a fase  $Nb_2B_3$  através do fluxo de Cu a 1700°C.

O objetivo deste trabalho é verificar experimentalmente a estabilidade das fases  $Nb_5B_6$  e  $Nb_2B_3$ .

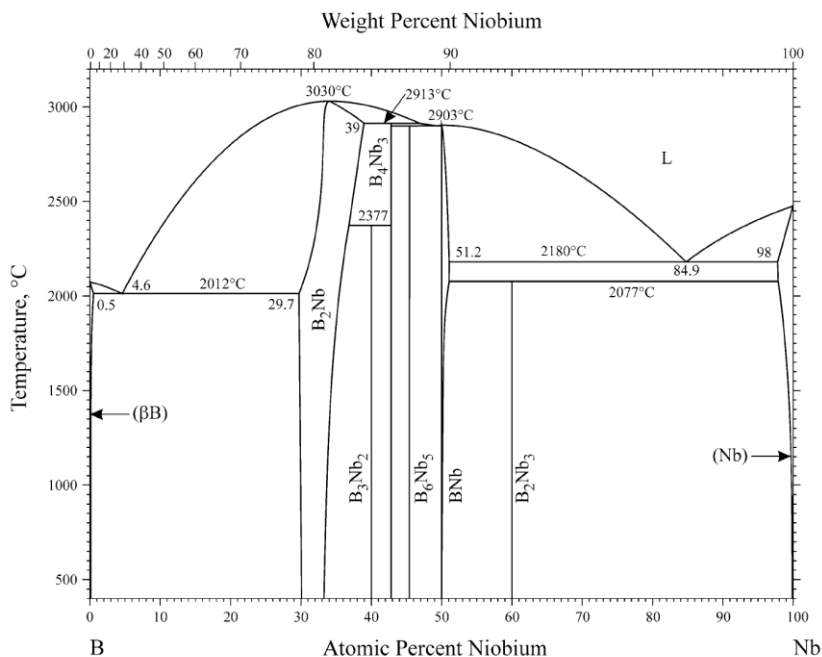


Figura 1. Diagrama de fases Nb-B calculado por Witusiewicz *et al.* [1,2]

\* Contribuição técnica ao 69<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14<sup>o</sup> ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho, amostras com composições nas estequiometrias  $Nb_5B_6$  e  $Nb_2B_3$  foram produzidas através de fusão a arco dos elementos puros assim como a partir de misturas de pós de B e NbB.

### 2.1 Preparação de Ligas por Fusão a Arco

Ligas fundidas a arco foram produzidas a partir de chapas de Nb (mín. 99,8%) e pedaços de B (mín. 99,5%). As fusões foram realizadas em um forno a arco com eletrodo de tungstênio não consumível, sob atmosfera de argônio usando cadinho de cobre refrigerado a água. Cada liga foi fundida por 5 vezes para garantir homogeneidade composicional e microestrutural. Antes de cada etapa de fusão, a amostra é virada no cadinho e uma amostra de titânio é fundida em um cadinho lateral visando eliminar contaminação por  $O_2/H_2O/N_2$  residuais eventualmente presentes na atmosfera do forno. Após as fusões, as massas das amostras foram medidas para verificar possíveis perdas ocorridas durante este processo. As amostras não foram analisadas quimicamente após fusão e suas composições finais foram estimadas atribuindo-se as perdas de massa totalmente ao boro.

### 2.2 Preparação de Amostras por Metalurgia do Pó

Tanto os lingotes de NbB fundidos a arco como B em pedaços (mín. 99,5%) foram quebrados em pilão de aço até obter pó com diâmetro menor que  $149\ \mu\text{m}$ . Um ímã foi utilizado para remover do pó obtido, as possíveis partículas de ferro provenientes do pilão de aço. Em seguida, os pós foram cominuídos em um almofariz de ágata até atingir tamanho menor que  $44\ \mu\text{m}$ .

A partir da mistura destes pós, foram produzidas pastilhas com composições nas estequiometrias  $Nb_5B_6$  e  $Nb_2B_3$ . Todas as massas foram pesadas em uma balança analítica com precisão de 0,1mg. Todas as pastilhas foram prensadas uniaxialmente a frio em matriz de aço de 5mm de diâmetro, sob carga de 4 tonf (tonelada-força), resultando em pastilhas de 3 mm a 5 mm de espessura e com massas entre 1,0 g e 2,0g. Todas as pastilhas preparadas foram tratadas termicamente a  $1400^\circ\text{C}$  e  $1800^\circ\text{C}$  sob atmosfera estática de argônio usando elementos resistivos de Nb. Para a temperatura de  $1400^\circ\text{C}$ , após 8 h de tratamento as pastilhas foram moídas até granulometria menor que  $44\ \mu\text{m}$  e, em seguida, prensadas novamente e tratadas por mais 2h. Para a temperatura de  $1800^\circ\text{C}$ , as pastilhas foram tratadas por 30 min em uma única etapa.

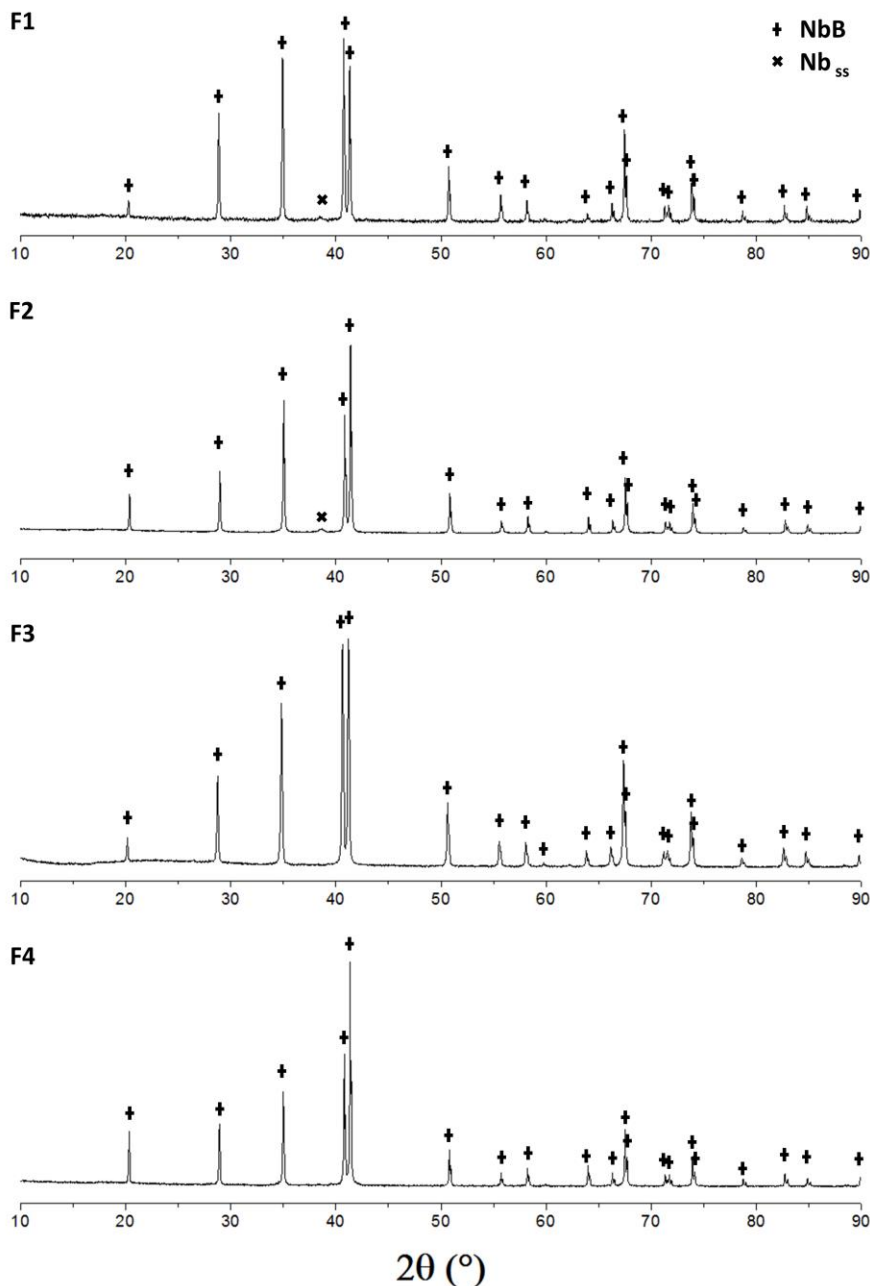
### 2.3 Caracterização Microestrutural

As fases presentes nas microestruturas das amostras no estado bruto de fusão e tratadas termicamente foram identificadas por difração de raios X (XRD). Os difratogramas foram obtidos a partir de pó passante em peneira de abertura  $44\ \mu\text{m}$  em medidas realizadas em temperatura ambiente, sob radiação  $\text{CuK}\alpha$ , tensão de 40kV, corrente de 30mA; passo angular de  $0,02^\circ$  e tempo de contagem por ponto de 150 segundos, utilizando um difratômetro PANalytical modelo Empyrean. As fases presentes foram identificadas por comparação com difratogramas simulados através do programa PowderCell [11] a partir dos dados cristalográficos publicados por Pearson e Calvert [12].

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 mostra os difratogramas de raios X das ligas fundidas com composição 50%at.Nb50%at.B (ligas F1, F2, F3 e F4). Nas ligas F1 e F2 observa-se um pico ( $2\theta \sim 38,7^\circ$ ) extra aos da fase NbB que corresponde aos planos (110) do Nb. A fração volumétrica estimada para o Nb nestas amostras é menor que 1%. As ligas F3 e F4 apresentaram-se monofásicas. A presença de Nb nas ligas F1 e F2 foi considerada nos cálculos das massas para confecção das pastilhas nas estequiometrias Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub> e Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub>.



**Figura 2.** Difratograma de raios X das ligas F1, F2, F3 e F4 de composição 50%at.Nb50%at.B.

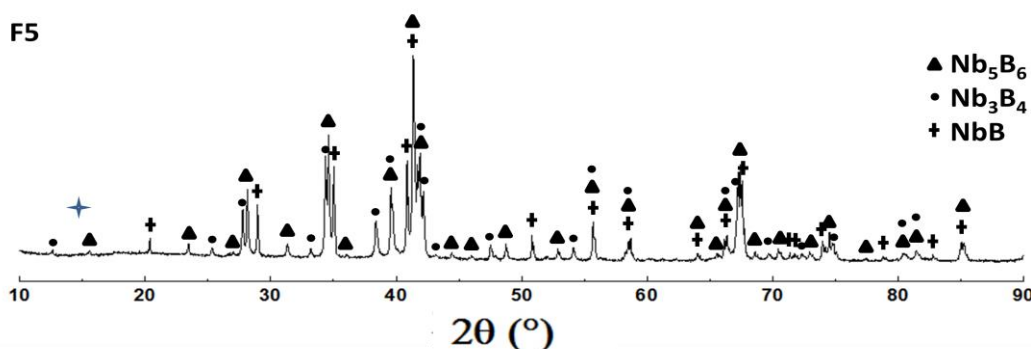
\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

### 3.1 Estabilidade da Fase Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub>

Para o estudo da estabilidade da fase Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub>, foram inicialmente produzidas 4 amostras com composição 45,5%at.Nb-54,5%at.B, 1 via fusão a arco (F5) e 3 pastilhas a partir da mistura de pós de NbB e B (P1, P2 e P3).

#### 3.1.1 Amostras preparadas por fusão a arco

A Figura 3 apresenta o difratograma da liga fundida (F5) que indica a existência de três fases em sua microestrutura, identificadas como Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub> e NbB. A presença da Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub> nesta amostra confirma a sua formação a partir do líquido, conforme observado por Bolmgren e Lundstrom [4] e Borges *et al.* [9], em amostras obtidas via fusão a arco.



**Figura 3.** Difratograma de raios X da liga F5 de composição 45,5%at.Nb-54,5%at.B fundida.

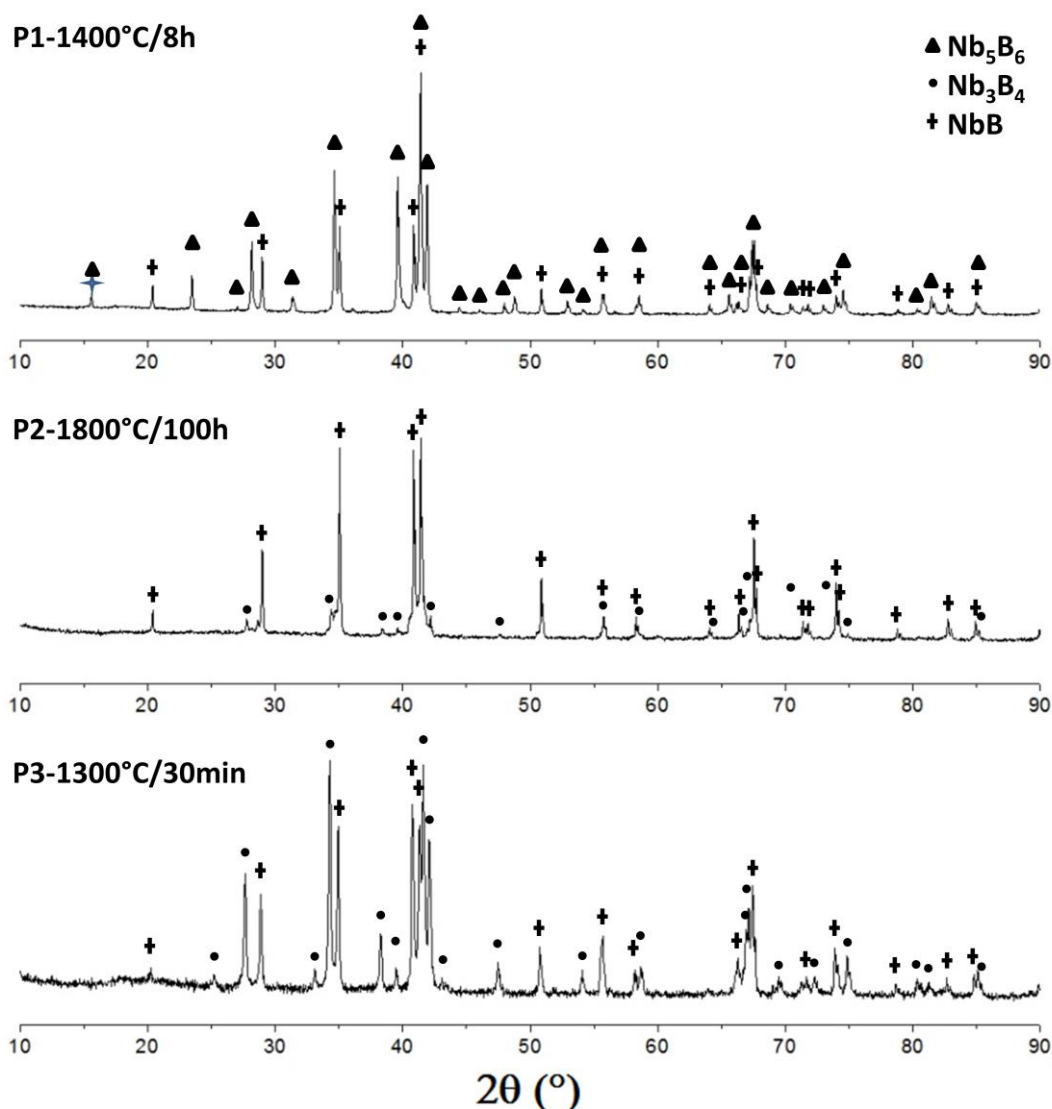
#### 3.1.1 Amostras preparadas por metalurgia do pó

A Figura 4 apresenta os difratogramas de raios X das pastilhas P1-1400°C/8h, P2-1800°C/100h e P3-1300°C/30min. Todas as pastilhas foram preparadas a partir de misturas de pós de NbB+B. No entanto, o pó de NbB que compõe as misturas iniciais das pastilhas são provenientes de diferentes ligas, isto é, o pó de NbB da mistura inicial da pastilha P3-1300°C/30min é proveniente da liga F1, da pastilha P1-1400°C/8h é proveniente da liga F3 e o da pastilha P2-1800°C/100h é proveniente da liga F4.

A análise das pastilhas P2-1800°C/100h e P3-1300°C/30min indicam a presença de duas fases em suas microestruturas, NbB e Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub>. Os picos referentes ao boro presente nos pós iniciais não são detectados nas condições do experimento. Assim, é observado que durante o tratamento térmico ocorreu a dissolução do B e a formação da fase Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub>. A análise da pastilha P1-1400°C/8h indica também a existência de duas fases na sua microestrutura, NbB e Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub>. Assim, é observado que durante o tratamento térmico ocorreu a dissolução do B e a formação da fase Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub>. Desta forma, considerando que todas as pastilhas foram produzidas a partir de misturas de pós de NbB+B na mesma estequiometria, como pode-se explicar o equilíbrio das fases NbB+Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub> nas pastilhas P2-1800°C/100h e P3-1300°C/30min e o equilíbrio das fases NbB+Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub> nas pastilhas P1-1400°C/8h?

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.





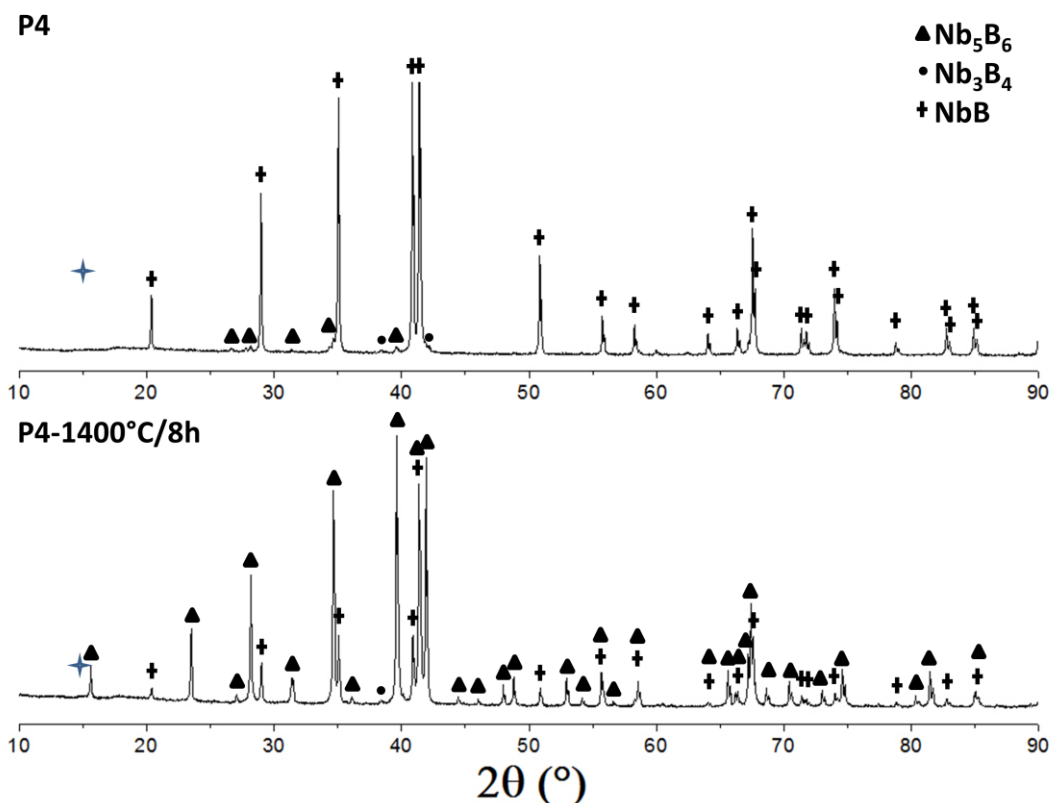
**Figura 4.** Difratogramas de raios X das pastilhas P1-1400°C/8h, P2-1800°C/100h e P3-1300°C/30min.

Como discutido anteriormente, a liga F1, Figura 2, é composta pelas fases NbB e Nb. Considerando o diagrama de fases Nb-B da Figura 1, conclui-se que durante o processo de fusão desta liga a sua composição foi ligeiramente deslocada para a região rica em Nb devido a perda de B. Então, pode-se afirmar que a mistura inicial da pastilha P3-1300°C/30min não apresenta sementes da fase  $Nb_5B_6$ . No entanto, nos difratogramas das ligas F3 e F4, cujos pós foram utilizados para confecção das pastilhas P1-1400°C/8h e P2-1800°C/100h, apesar de aparentemente monofásicas, não exclui a possibilidade de uma pequena quantidade de  $Nb_5B_6$  nestas amostras, que podem servir de sementes. Assim, uma explicação plausível para os resultados encontrados seria a existência de sementes de  $Nb_5B_6$  na pastilha P1-1400°C/8h e sua ausência na pastilha P2-1800°C/100h. Estes resultados estão condizentes com os de Borges [9] que utilizou pós de Nb e B em amostras com composição 45,45%at.Nb54,55%at.B tratadas a 1900°C/4h e observou somente a presença das fases NbB e  $Nb_3B_4$ . Portanto, a ausência de  $Nb_5B_6$  a partir de misturas de pós elementares pode ser atribuída à dificuldade de nucleação da fase  $Nb_5B_6$  no estado sólido.

\* Contribuição técnica ao 69<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14<sup>o</sup> ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

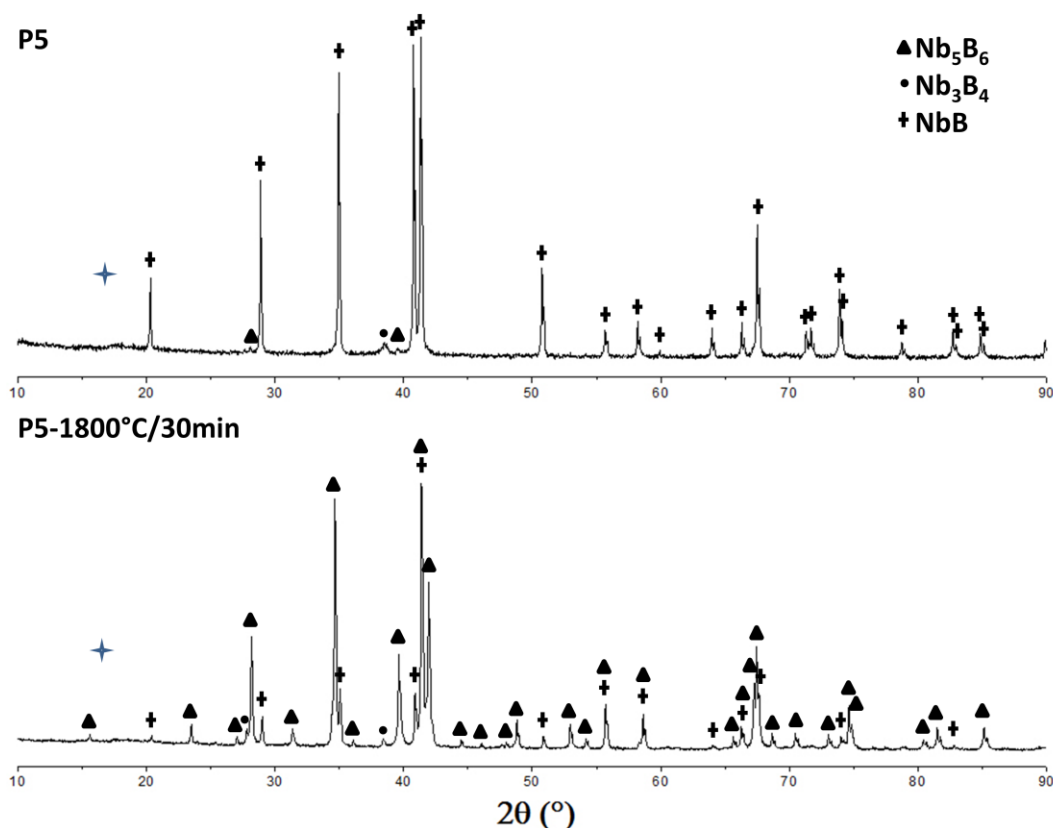
Para confirmar esta hipótese, duas pastilhas foram preparadas com adição de sementes da fase  $Nb_5B_6$  (P4 e P5). Esta fase foi adicionada à mistura dos pós de NbB e B a partir do pó da liga 45,5%at.Nb54,5%at fundida a arco (F5). Depois de preparadas as pastilhas P4 e P5, elas foram tratadas a 1400°C e 1800°C.

As Figuras 5 e 6 apresentam os difratogramas de raios X dos pós das pastilhas P4 e P5 antes e após tratamentos térmicos. Os difratogramas dos pós das pastilhas sem tratamento apresentam os picos referentes à fase NbB e outros de baixa intensidade relativos às fases  $Nb_5B_6$  e  $Nb_3B_4$ . Os difratogramas das pastilhas P4-1400°C/8h e P5-1800°C/30min indicam a existência de três fases em suas microestruturas, identificadas como  $Nb_3B_4$ ,  $Nb_5B_6$  e NbB. Observa-se nos difratogramas após tratamento, picos de baixa intensidade referente à fase  $Nb_3B_4$  sugerindo que a pequena quantidade desta fase presente nos pós das misturas iniciais ou formada durante o tratamento não foi completamente solubilizada. No entanto, é observado que durante o tratamento térmico ocorreu um aumento significativo na intensidade dos picos referentes à fase  $Nb_5B_6$  e, simultaneamente, a diminuição da intensidade dos picos referentes à fase NbB, indicando que ela é estável nas temperaturas dos tratamentos térmicos e confirmando a hipótese discutida acima.



**Figura 5.** Difratogramas de raios X das pastilhas P4 antes e após tratamento térmico a 1400°C por 8h.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



**Figura 6.** Difratogramas de raios X das pastilhas P5 antes e após tratamento térmico a 1800°C por 30min.

### 3.2 Estabilidade da Fase $Nb_2B_3$

Para o estudo da estabilidade da fase  $Nb_2B_3$ , foram produzidas 1 liga via fusão a arco (F6) e 2 pastilhas confeccionadas a partir de misturas de  $Nb+B$  (P6 e P7), todas com composição 40%at.Nb-60%at.B. As pastilhas foram tratadas termicamente a 1800°C por 30 min. (P6) e a 1400°C por 8h e 10h (P7).

A Figura 7 apresenta o difratograma de raios X da liga F6, que indica a existência de quatro fases em sua microestrutura, identificadas como  $NbB_2$ ,  $Nb_3B_4$ ,  $Nb_5B_6$  e  $NbB$ . A ausência da fase  $Nb_2B_3$  na microestrutura desta liga está de acordo com o diagrama da Figura 1 que mostra que ela não é formada a partir do líquido.

A Figura 8 apresenta o difratograma de raios X da pastilha P6-1800°C/30min, tendo em sua microestrutura as fases  $NbB_2$  e  $Nb_3B_4$ . Assim, é observado que durante o tratamento térmico ocorreu a dissolução da fase  $NbB$  e a formação das fases  $NbB_2$  e  $Nb_3B_4$ . Estes experimentos confirmam os resultados obtidos por Bolmgren e Lundstrom [4] e por Borges *et al.* [9], onde a fase  $Nb_2B_3$  não foi encontrada em amostras obtidas via fusão a arco nem em amostras obtidas via metalurgia do pó a partir de misturas dos elementos puros e tratadas a 1900°C por 4 e 16h. Estes resultados sugerem que a fase  $Nb_2B_3$  não é estável acima de 1800°C ou que é também necessária a adição de sementes de  $Nb_2B_3$  para que seu crescimento possa ser observado durante o tratamento.

\* Contribuição técnica ao 69<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14<sup>o</sup> ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



Contudo, as pastilhas P7-1400°C/8h e P7-1400°C/10h, Figura 8, apresentam em suas microestruturas as fases NbB<sub>2</sub>, Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub>, Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub> e Nb. A presença de Nb pode estar associada à perda de B na região superficial da amostra que não foi removida antes de sua caracterização por difração de raios X. Observa-se que durante o tratamento térmico a 1400°C ocorreu a dissolução da fase NbB e a formação das fases NbB<sub>2</sub>, Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub> e Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub>. Quando compara-se a intensidade dos picos referentes às diversas fases, observa-se uma redução na intensidade dos picos referentes às fases NbB<sub>2</sub> e Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub> acompanhado de um aumento na intensidade dos picos referentes a fase Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub>, indicando sua estabilidade a 1400°C. Okada *et al.* [8], os primeiros a reportarem a estabilidade desta fase, produziram cristais através do fluxo de Cu a 1700°C, temperatura também inferior a 1800°C.

Estes resultados estão de acordo com a Figura 1 e confirmam a estabilidade da fase Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub> com formação peritética, NbB<sub>2</sub> + Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub> ↔ Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub>. No entanto, esta reação peritética deve ocorrer entre 1700°C e 1800°C e não a 2377°C conforme indicado na Figura 1.

#### 4 CONCLUSÃO

A fase Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub> foi encontrada nas amostras fundidas e nas amostras produzidas via metalurgia do pó tratadas termicamente no intervalo de 1300°C a 1800°C, confirmando a sua formação peritética L + Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub> ↔ Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub> e sua estabilidade em baixas temperaturas.

A fase Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub> não foi encontrada nas amostras fundidas e nas amostras produzidas por metalurgia do pó tratadas termicamente a 1800°C. No entanto, a sua formação foi observada em pastilhas tratadas termicamente a 1400°C. Estes resultados confirmam a formação peritética da fase Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub>, NbB<sub>2</sub> + Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub> ↔ Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub>, em temperatura entre 1700°C e 1800°C.

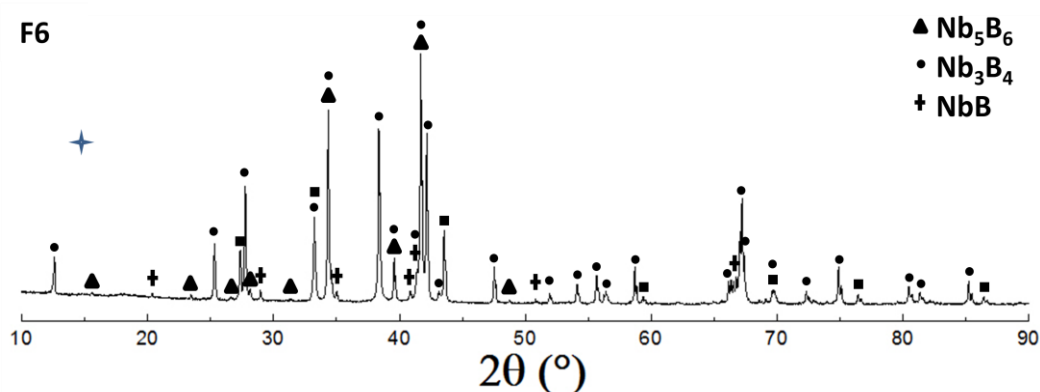
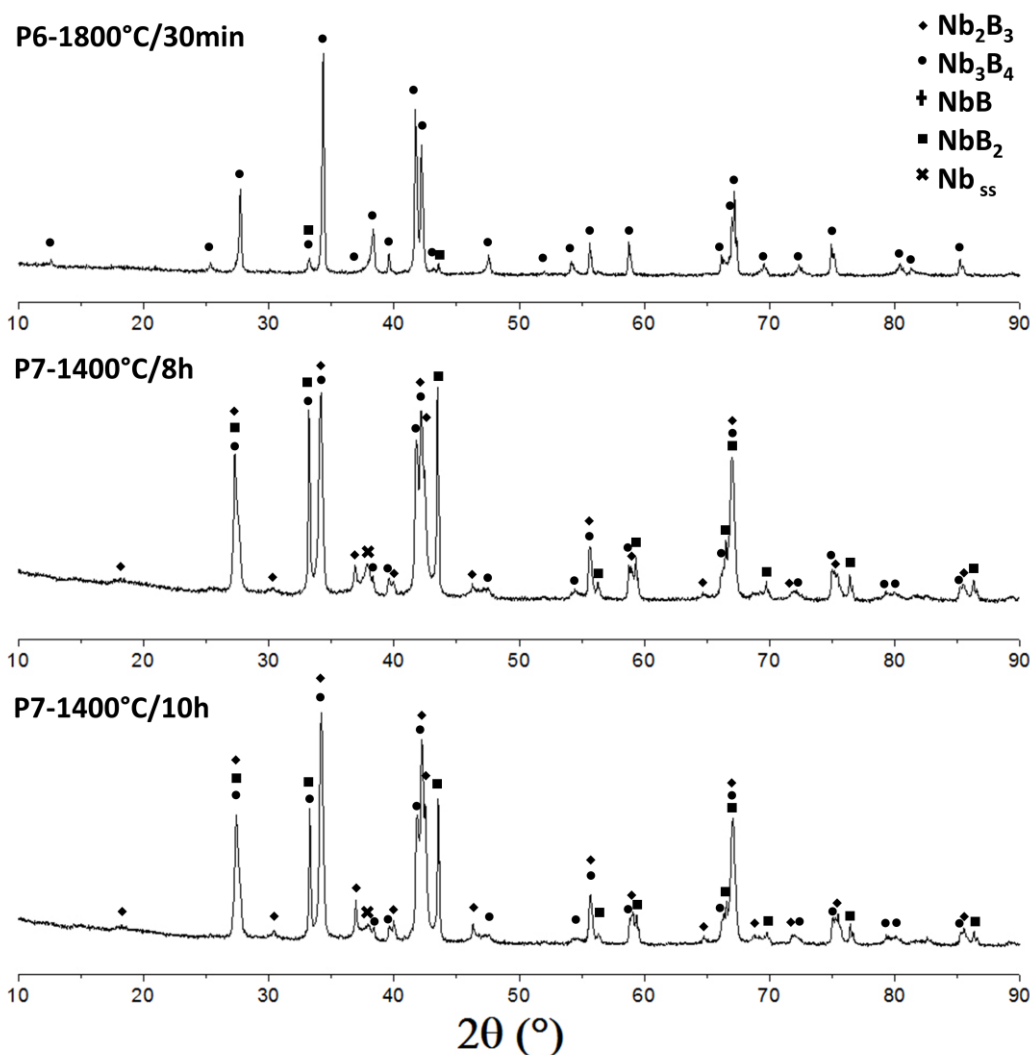


Figura 7. Difratoograma de raios X da liga 40%at.Nb60%at.B fundida.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



**Figura 8.** Difratogramas de raios X das pastilhas P6-1800°C/30min, P7-1400°C/8h e P7-1400°C/10h.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo apoio através do processo 2014/12982-5 para participação no 69<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM – Internacional e a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), 2014, pelo apoio através do projeto Capes-Cofecub 665/10. Os autores também agradecem ao Sr. Geraldo do Prado (*in memoriam*) pelo apoio na condução da parte experimental do trabalho.

## REFERÊNCIAS

- 1 Witusiewicz VT, Bondar AA, Hecht U, Rex S, Velikanova TYa. The Al-V-Nb-Ti System, I. Re-assessment of the Constituent Binary Systems B-Nb and B-Ti on the Basis of New Experimental Data. *J. Alloys Compd.* 2008; 448: 185-194.
- 2 Okamoto H. B-Nb (Boron-Niobium), Supplemental Literature Review: Section III. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion.* 2010; 31: 208-209.

\* Contribuição técnica ao 69<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14<sup>o</sup> ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

- 3 Nowotny H, Benesovsky F, Kieffer RZ. Beitrag zum Aufbau der Systeme Niob-Bor und Tantal-Bor (in German). Z. Metallkd. 1959; 50: 417-423.
- 4 Bolmgren H, Lundstrom TJ. A New Binary Boride Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub>. J. Less-Common Metals. 1990; 159: 25-27.
- 5 Rudy E. Compounds of Phase Diagram Data. Air Force Materials Lab., Wright Patterson, AFB, OH, AFML-TR-65-2. Part V, 1969; 21: 127-130.
- 6 Norton JT, Blumenthal H, Sindeband SJ. Structure of Diborides of Titanium, Zirconium, Columbium, Tantalum and Vanadium. Trans. AIME. 1949, 185: 749-751.
- 7 Tang Z, Kramer MJ, Akinc M. Evaluation of Phase Equilibria in the Nb-Rich Portion of Nb-B System. Intermetallics. 2008; 16: 255-261.
- 8 Okada S, Hamano K, Lundstrom T, Higashi I. Crystal Growth of the New Compound Nb<sub>2</sub>B<sub>3</sub> and the Borides NbB, Nb<sub>5</sub>B<sub>6</sub>, Nb<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, and NbB<sub>2</sub> Using the Copper-Flux Method. (10th International Symposium on Boron, Borides and Related Compounds, 1990, Albuquerque, NM, USA), 1991; 231: 456-459.
- 9 Borges Jr LA. Estudo Experimental do Sistema Nióbio-Boro. [Dissertação de Mestrado em Engenharia de Materiais]. Lorena: Faculdade de Engenharia Química de Lorena; 2001.
- 10 Borges Jr LA, Nunes CA, Coelho GC, Suzuki PA. New Data on Phase Equilibria in the Nb-Rich Region of the Nb-B System. Journal of Phase Equilibria. 2003; 24, 2: 140-146.
- 11 Kraus W, Nolze G. PowderCell (2.3). Berlim: Fed. I. Res. Test, 1999.
- 12 Pearson P, and Calvert LD. Person's Handbook of Crystallographics Data for Intermetallic Phases. 2<sup>nd</sup>. Ed. Metals Park: ASM International, 1991

---

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.