

ESTUDOS PRELIMINARES DA SINTERIZAÇÃO DO NITRETO CÚBICO DE BORO EMPREGANDO LIGANTES À BASE DE TITÂNIO

Juliana Moura Valpassos¹

Alan Monteiro Ramalho²

Guerold Bobrovitchii³

Sérgio Neves Monteiro³

Resumo

O nitreto cúbico de boro (cBN) é uma forma alotrópica sintética do nitreto de boro, que é obtida sob condições de altas pressões e altas temperaturas (HPHT), geralmente a partir do nitreto hexagonal de boro (hBN). Compactos sinterizados de cBN são produzidos sinterizando cBN e ligantes também em condições de altas pressões e altas temperaturas na faixa de 6,0 GPa-8,0 GPa e entre 1800 K-2300 K, em tempos que variam a até 30 minutos. No presente trabalho, compósitos de cBN com ligantes a base de titânio (Ti20B10Si e Ti30Al) em 10% foram sinterizados em parâmetros de 8,0 GPa e 2000 K. Análises por MEV apresentaram uma estrutura parcialmente sinterizada. A dureza e resistência ao desgaste foram estudadas demonstrando resultados promissores. As propriedades tribológicas dos compósitos foram avaliadas em situações reais de trabalho, usinando um aço AISI 4140 endurecido a 54HRc.

Palavras-chave: Nitreto cúbico de boro; Sinterização; Titânio.

PRELIMINARY STUDIES ON THE SINTERING OF CUBIC BORON NITRIDE USING TITANIUM-BASED BINDERS

Abstract

Cubic boron nitride (cBN) is a synthetic allotropic form of boron nitride that is obtained under high pressure and high temperature (HPHT) conditions, usually from hexagonal boron nitride (hBN). Cubic boron nitride compacts are produced by sintering cBN with binder under HPHT with pressure in the range of 6.0 GPa-8.0 GPa and temperature about 1800 K-2300 K, during up to 30 minutes. In the present work, composites of cBN with titanium-based binders (Ti20B10Si and Ti30Al) with cBN ratio of 90% were sintered under HPHT conditions, 8.0 GPa and 2000 K. SEM analysis observations showed a porous less, partially sintered structure. Hardness and wear resistance were studied demonstrating good results. Tribologic properties investigations were performed using a turning machine and an AISI 4140 hardened steel cylinder, in real work conditions without cooling.

Key words: Cubic boron nitride; Sintering; Titanium.

1 INTRODUÇÃO

O nitreto cúbico de boro (cBN) é somente superado pelo diamante em termos de dureza, como material comercialmente aplicado na indústria. Seu principal uso está relacionado à usinagem sob altas velocidades de materiais ferrosos, de difícil usinabilidade, tais como aços de elevada dureza (acima de 50 HRc) e ferros fundidos não maleáveis, atuando em um campo onde as ferramentas tradicionais diamantadas não atuam, promovendo também uma alta qualidade superficial podendo eliminar operações de retífica.

O cBN é uma forma alotrópica sintética do nitreto de boro, obtida pelo método da síntese do nitreto hexagonal de boro (hBN), composto este também obtido artificialmente. A obtenção de pastilhas sinterizadas de cBN dá-se via compactação de pós de cBN sob alta pressão (> 7,0 GPa) e altas temperaturas (acima de 1873 K) em tempos de até 30 minutos.⁽¹⁾ O pó de cBN é misturado a um ligante, e submetido aos parâmetros de sinterização, no interior de uma matriz especial, denominada dispositivo de alta pressão (DAP).

¹ Aluna de graduação do curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais de Universidade Estadual do Norte Fluminense.

² D.Sc., Professor Titular da Universidade Salgado de Oliveira (UNIVERSO), Engenheiro Mecânico do Setor de Materiais Superduros, Laboratório de Materiais Avançados, Universidade Estadual do Norte Fluminense.

³ Prof. Titular do Setor de Materiais Superduros, do Laboratório de Materiais Avançados, da Universidade Estadual do Norte Fluminense.

A sinterização do cBN tem sido objeto de extensivos estudos, devido às excelentes propriedades químicas, físicas (de especial interesse sua estabilidade térmica a temperaturas de 1.473 K e inércia química) e propriedades mecânicas. Diversos autores,^(2,3) têm avaliado a influência da fase ligante e seu resultado nas propriedades finais do compósito. Ligantes à base de compostos de titânio têm demonstrado especial interesse de diversos pesquisadores^(3,4) por elevar as propriedades mecânicas, por exemplo resistência ao desgaste e dureza.

Neste trabalho, são discutidos os resultados de pastilhas de cBN processadas, utilizando como ligantes Ti-20Si-10B e Ti-30Al. Os experimentos foram realizados em DAP do tipo bigorna com concavidade. Os parâmetros utilizados foram de 8,0 GPa e 2000 K. Os resultados de sinterização são avaliados em termos de dureza Vickers, microscopia eletrônica de varredura, microscopia óptica e perda da capacidade de usinagem pelo torneamento de aço de alta dureza.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os pós utilizados nas misturas reativas para o desenvolvimento deste trabalho estão ilustrados na Tabela I. O pó de nitreto cúbico de boro foi fornecido pelo instituto ISK (Ucrânia). O ligante "A" foi obtido a partir da mistura em moinho de bolas (modelo Fritsch P-5) em atmosfera de argônio em camisa de aço inoxidável e esfera de aço endurecido (10 mm de diâmetro) durante 20 minutos. O ligante "B" foi preparado a partir da mistura úmida em etanol dos pós de seus elementos em almofariz e pistilo por 20 minutos.

Tabela I. Apresentação dos materiais de partida.

Pó	Composição	Granulometria
cBN	cBN	4 μm , aprox.
Ligante A	70%p Ti, 20%p Si, 10%p B	< 100, < 15, < 125 μm , respectivamente
Ligante B	70%p Ti e 30%p Al	< 50 μm

As misturas reativas foram preparadas a partir de 10% de ligante. A mistura dos pós de cBN com cada ligante também foi realizada em almofariz e pistilo por via úmida (etanol) durante 30 minutos. Cada mistura reativa foi submetida a compressão uniaxial de 500 MPa em matriz de aço e compactos de 5 mm de diâmetro e 5 mm de altura foram preparados. Seguiu-se com a secagem a 353 K por uma hora em estufa. Cápsulas de calcita foram utilizadas como meio comprimível no DAP, utilizando tubos aquecedores de grafite com 7 mm de altura e parede de 2 mm de espessura, que foram centralizados na cápsula. A mistura reativa foi então colocada no interior do tubo e encerrada com dois discos de 50% de calcita + grafite. A disposição final da montagem pode ser visualizada na Figura 1.

A regulagem da temperatura e da pressão utilizadas no presente trabalho foram calibradas conforme a referência.⁽⁵⁾

Um dispositivo de alta pressão do tipo bigorna com concavidade toroidal foi utilizado para gerar os parâmetros de sinterização. Foi utilizada uma prensa hidráulica especial de 630 t

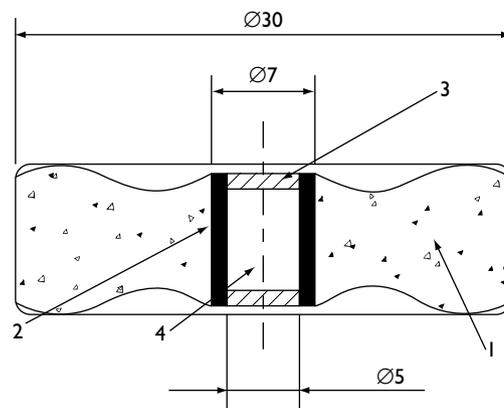


Figura 1. Esquema do dispositivo para o processo de sinterização. 1 – Cápsula; 2 – tubo aquecedor; 3 – discos; e 4 – mistura.

modelo DOI38B – Ryazantiyashpressmach (Rússia). As amostras foram pressurizadas a 8,0 GPa à temperatura ambiente e então aquecidas a 2.100 K durante 15 minutos em regime cíclico. Ao final do processo, a fonte de calor foi desligada e a pressão aliviada suavemente. Foram então produzidos insertos de 5 mm de diâmetro e 4 mm de altura.

2.1 Caracterização das Amostras

As amostras sinterizadas foram polidas para obtenção de uma superfície plana para os ensaios de dureza utilizando uma politriz semi-automática (modelo Struers DP10) com pasta de diamante com granulometria de 6 μm . Indentações Vickers foram obtidas utilizando medidor modelo Panambra Pantec RBSM com cargas de 45 g e 30 g.

Técnicas de microscopia óptica (modelo Neophot32) e eletrônica de varredura (modelo JEOL JSM 6460LV) foram utilizadas para avaliar a superfície de fratura, marcas das indentações e aspectos relevantes acerca do estado de sinterização das amostras.

2.2 Metodologia dos Testes de Usinagem

Os testes de usinagem foram executados utilizando um torno semi-automático modelo Romi Tormax. Estes testes seguiram a seguinte seqüência de passos:

- pesagem do inserto;
- fixação do inserto no porta-ferramenta e ajuste dos parâmetros da máquina;
- torneamento de faceamento (desbaste);
- limpeza ultra-sônica do inserto e pesagem;

- torneamento de faceamento (acabamento); e
- limpeza ultrasônica do inserto e pesagem.

Esta seqüência foi utilizada para a obtenção dos parâmetros de desgaste nas operações de desbaste e acabamento apresentados no item posterior. Estes parâmetros são avaliados em função da perda de massa pela ferramenta. A Tabela 2 apresenta os parâmetros aplicados nas operações de desbaste e acabamento em conformidade com parâmetros aplicados na indústria⁽⁶⁾ para o aço em questão em condições de usinagem sem refrigeração. O cilindro que foi submetido aos testes era de aço AISI 4140 endurecido a 54 HRc com 55 mm de diâmetro externo e 45 mm de diâmetro interno.

Tabela 2. Parâmetros de usinagem aplicados.

	Velocidade de corte (mm/min)	Avanço (mm/rev)	Profundidade de corte (mm)
Desbaste	40	0,5	0,5
Acabamento	65	0,1	0,3

3 RESULTADOS

3.1 Análise Microestrutural

O uso de ligante nas pastilhas de cBN, sob o aspecto da análise microestrutural, está relacionado à formação de uma fase contínua entre as partículas de cBN, o que fornecerá as características mecânicas necessárias aos compósitos. Atualmente, aceita-se que os ligantes dissolvem parte das partículas de cBN, formando boretos e nitretos como fase contínua.⁽¹⁾ Obviamente que nem todos os elementos químicos são capazes de dissolver as partículas de cBN durante a aplicação de altas pressões e temperaturas e, com isso, contribuir para a sinterização do nitreto cúbico de boro.

As Figuras 2a e 2b apresentam a superfície de fratura de amostras de ambos os grupos. Analisando a Figura 2b, observa-se uma interação deficiente entre os grãos de cBN, formando assim uma estrutura não-homogênea. Pode-se concluir, a partir desse fato, que o ligante não teve uma boa molhabilidade com os grãos de cBN. Maiores investigações precisam ser realizadas a fim de

estudar o nível de sinterização atingido neste caso. Contudo, é observada a presença de poros esféricos, indicando que existe um certo grau de sinterização.

As amostras do grupo “A”, por outro lado, apresentam uma maior homogeneidade em sua estrutura e uma melhor molhabilidade entre os grãos de cBN e a fase matriz contínua. Na Figura 2a, não são visualizados poros em aumentos de 5000 vezes. É importante enfatizar a presença de uma nova estrutura, inexistente antes da sinterização, que se mostra como curtas e finas fibras, sendo esta morfologia típica em cristais de nitreto de silício. Esta estrutura é encontrada em toda a superfície das amostras desse grupo e precisa ser mais bem estudada. É possível que esta nova fase, nestas amostras, possa atuar como um reforçador da matriz, conferindo melhores propriedades a esses compósitos.

3.2 Ensaio de Dureza na Escala Vickers

Micrografias das superfícies das indentações de uma amostra do grupo A podem ser visualizadas nas Figuras 3a e 3b. Algumas medições puderam ser feitas e estas apresentaram valores desde 20 GPa a 40 GPa, variando desde amostras diferentes e também na mesma amostras em diferentes localizações. Esse fato pode estar relacionado à:

- não-homogeneidade na amostra que pode ser causada ou por heterogeneidade na mistura dos pós ou por gradientes de pressão e/ou temperatura no DAP; e
- baixa tenacidade apresentada pelo compósito, tanto nas indentações quanto nas operações de polimento.

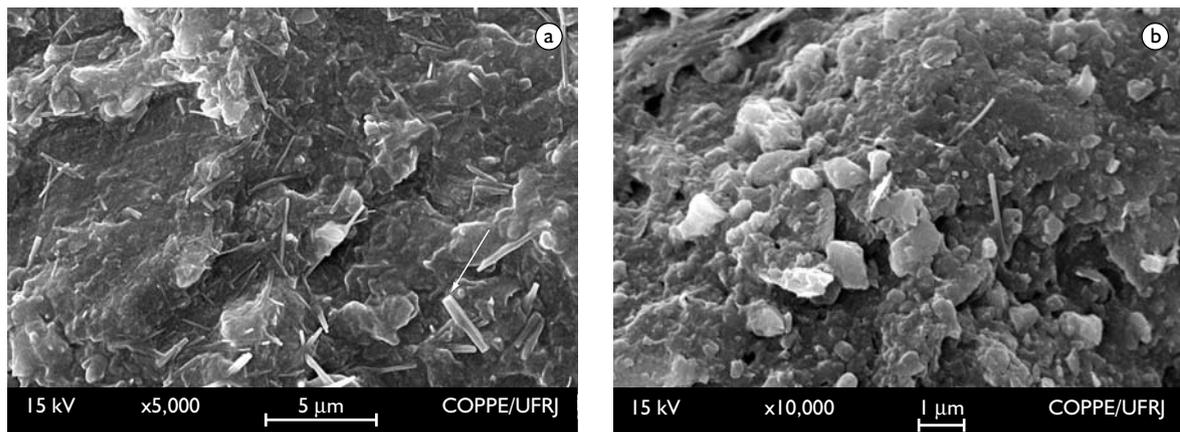


Figura 2. Micrografia obtida por MEV, apresentando as microestruturas após sinterização dos grupos de amostras com ligante a) “A”; e b) “B”.

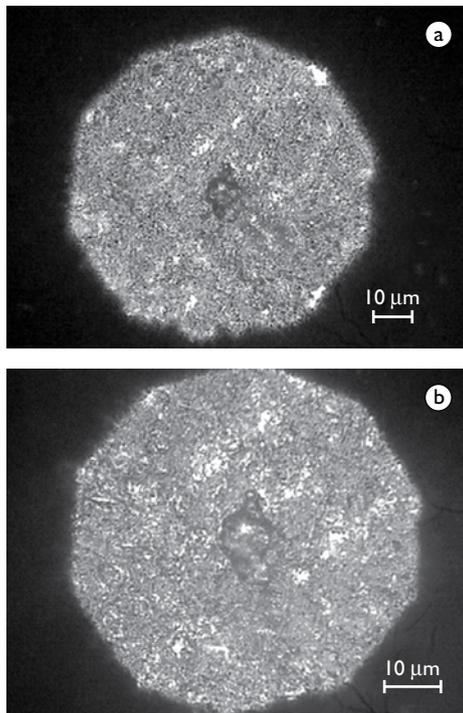


Figura 3. Micrografias ópticas das indentações obtidas em amostras do grupo A. Aumento: a) 500x; e b) 800x.

3.3 Testes de Usinagem

Três insertos de cada grupo foram utilizados para realização dos testes de usinagem, utilizando o processo de torneamento. Os insertos não foram preparados em geometrias utilizadas na indústria. A fim de obter melhor qualidade superficial, é importante preparar estes insertos em testes futuros. Neste trabalho, os parâmetros de desgaste da ferramenta foram avaliados nas operações de desbaste e acabamento em termos de perda de massa do inserto. Além disso, também foram investigada as temperaturas limites da ferramenta durante cada operação.

Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 3. Amostras do grupo B apresentaram valores de temperatura e perda de massa menores que do grupo A, em uma primeira análise. Contudo, observando as temperaturas atingidas por amostras de ambos os grupos, pode perceber que um estudo estatístico precisa ser realizado em virtude do grupo B apresentar parâmetros mais dispersos. Neste contexto, amostras do grupo A apresentam resultados mais estreitos e, portanto, mais confiáveis.

Tabela 3. Parâmetros de temperatura e perda de massa para análise de desgaste da ferramenta.

	Desbaste	Acabamento	Perda de massa
	Temperatura (°C)		
A	212-227	168-195	0,0013
B	78-182	104-249	0,0007

4 CONCLUSÕES

É importante ressaltar que este ainda é um trabalho inicial, com caráter exploratório, e investigações mais profundas devem ser realizadas, além de melhorar a metodologia de análise. Reações

que ocorrem no processo de sinterização, assim como a investigação da influência da porcentagem de ligante, são de crucial importância no estudo da sinterização. Além disso, a obtenção de uma máxima homogeneidade no processo de mistura de pós para a mistura reativa é outro aspecto que deve ser mais bem estudado. Há uma influência direta do processo de mistura nas propriedades finais apresentadas pelos compósitos. Contudo, podem-se avaliar certos aspectos prévios acerca do presente trabalho.

Os valores de dureza obtidos neste trabalho estão em conformidade com outras pesquisas, ao menos neste caráter exploratório. Por outro lado, é importante assinalar as dificuldades que foram encontradas ao realizar os testes. As marcas de indentação não foram bem visualizadas devido a arestas e vértices fraturados. As superfícies submetidas aos testes não apresentaram boa planicidade mesmo aumentando o tempo de polimento e, em geral, com o seu aumento, as amostras passavam a exibir uma grande quantidade de crateras o que inviabilizava os testes. A metodologia de preparação das amostras para ensaios de dureza deve ser substituída com o objetivo de resolver esse problema. Ainda um outro ponto deve ser ressaltado: as medidas não eram homogêneas em toda a superfície. Em uma mesma amostra foram encontrados valores muito dispersos. Isso pode ser atribuído à heterogeneidade das amostras, além das incertezas de medição.

Porém, as amostras do grupo A mostraram melhores resultados, e novas fases formadas durante a sinterização precisam ser mais bem estudadas. Além dos aspectos microestruturais, as amostras do grupo A também se apresentaram melhores nos ensaios de usinagem por promoverem parâmetros menos dispersos. Outro importante ponto a ressaltar é que as amostras não foram preparadas para as geometrias das ferramentas industriais.

Aparentemente, foi obtida uma boa qualidade superficial do cilindro usinado; porém, uma análise da qualidade superficial por um medidor de rugosidade também precisa ser realizada a fim de quantificar este aspecto.

Agradecimentos

Os autores do presente trabalho agradecem às seguintes instituições: CNPq, pelo apoio financeiro; COPPE-UFRJ, pelas análises de MEV.

REFERÊNCIAS

- 1 WENTORF jr., R. Cubic boron nitride synthesis and applications. In: NEW DIAMOND SCIENCE AND TECHNOLOGY INTERNATIONAL CONFERENCE, 2., 1990. Pittsburgh: Materials Research Society, 1991. p. 1029-37.
- 2 BENKO, E.; KLIMCZYK, P.; MACKIEWICZ, S.; BARR, T.I.; PISKORSKA, E. cBN-Ti₃SiC₂ composites. **Diamond and Related Materials**, v. 13, n. 3, p. 521-4, Mar. 2004.
- 3 KLIMCYVK, P.; BENKO, E.; LAWNICZAK-JABLONSKA, K.; PISKORSKA, E.; HEINONEN, M.; ORMANIEC, A.; GORCZYNSKA-ZAWISLAN, W.; URBANOVITCH, V.S. Cubic boron nitride-Ti/TiN composites: hardness and phase equilibrium as function of temperature. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 382, n. 1-2, p. 195-205, Nov. 2004.
- 4 RONG, X.Z.; TSURUMI, T.; FUKUNAGA, O.; YANO, T. High pressure sintering of cBN-TiN-Al composite for cutting tool application. **Diamond and Related Materials**, v. 11, n. 2, p. 280-6, Feb. 2002.
- 5 RAMALHO, A.M. **Metodologia de seleção de materiais e tecnologia de fabricação das cápsulas deformáveis utilizadas nos processos de síntese / sinterização dos materiais superduros**. 2003. 204 f. Dissertação (Doutorado em Engenharia dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense.
- 6 DINIZ, A.E.; MARCONDES, F.C.; COPPINI, N.L. **Tecnologia da usinagem dos materiais**. 4. ed. São Paulo: Artliber, 2003.

Recebido em: 28/01/07

Aceito em: 22/11/07

Proveniente de: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 61., 2006, Rio de Janeiro, RJ. São Paulo: ABM, 2006.