

PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS INTERMETÁLICOS VIA APLICAÇÃO CÍCLICA DE PRESSÃO E TEMPERATURA NO SISTEMA TiB₂-Ni-Al¹

Luiz Antônio Fonseca Pessanha Junior²
Ana Lúcia Diegues Skury³
Renan da S. Guimarães⁴
Guerold Serguevitch Bobrovnitichif⁵
Sergio Neves Monteiro⁶

Resumo

Compósitos intermetálicos são excelentes candidatos para aplicações em ambientes oxidantes e agressivos. No presente estudo, pós de diboreto de titânio, alumínio e níquel foram sinterizados em condições de altas pressões e altas temperaturas. Os compósitos obtidos foram caracterizados em termos de microestrutura, propriedades mecânicas. Embora os compósitos tenham apresentado dureza acima de 10 GPa, os compósitos não apresentaram níveis de densificação satisfatória. Todavia, os resultados demonstram que com a melhoria do processo de sinterização estes valores poderão ser otimizados.

Palavras-chave: Sinterização; Metal mecânica; Propriedades; Intermetálicos.

TiB₂-Ni-Al SINTERING VIA CYCLIC APPLICATION OF THE PRESSURE AND TEMPERATURE PARAMETERS

Abstract

Intermetallic composites are excellent candidates for applications in aggressive environments and oxidants. In this study, powders of titanium diboride, aluminum and nickel were sintered under conditions of high pressure and high temperatures. The composites obtained were characterized in terms of the microstructure and mechanical properties. Although the composite are presented 10 GPa hardness above, the composite did not have satisfactory levels of densification. However, the results show that the improvement of the sintering process these values may be optimized.

Key words: Inserts; Superhard materials; High pressure.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Doutorando em Ciência e Eng. Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF), RJ, Brasil.

³ DSc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Lamav, CCT, UENF, RJ, Brasil.

⁴ Técnico, Lamav, CCT, UENF, RJ, Brasil.

⁵ PhD, Engenharia Metalúrgica, Lamav, CCT, UENF, RJ, Brasil.

⁶ PhD, Engenharia Mecânica, Lamav, CCT, UENF, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

A combinação de alto ponto de fusão, alta dureza, elevado módulo de elasticidade, excelente condutividade elétrica e coeficiente de expansão térmica relativamente baixo, tornam o diboreto de titânio (TiB_2) um importante material para aplicações de alta performance^[1-4], particularmente como ferramentas de corte. Os dados reportados na literatura^[5-6] demonstram que a densificação do TiB_2 é muito difícil e complexa, sendo a elevada energia das ligações químicas entre o Ti e o B o principal fator responsável pela dificuldade em obter corpos bem sinterizados.

Várias técnicas tem sido aplicadas para a sinterização do TiB_2 ^[1-7], sendo a aplicação de altas temperaturas e longos tempos de sinterização as principais características destas técnicas. Com estas condições, invariavelmente observa-se o crescimento anormal dos grãos que, por sua vez, deterioram as propriedades mecânicas dos compósitos.

Segundo dados da literatura^[8] a aplicação de alta pressão e altas temperaturas é uma técnica atraente para a produção de compactos bem consolidados. Entretanto, os parâmetros utilizados são bem severos. Sulima e colaboradores^[9], aplicando, por 60s, pressões da ordem de 7 GPa e temperatura de 1.500°C, obtiveram cerâmica de TiB_2 sem trincas e com elevada densidade.

Visando o aumento da sinterabilidade vários metais de transição, tais como ferro, níquel e cobalto têm sido usados como aditivos^[10-13]. Entretanto, a presença de fases metálicas nos contornos de grão após o processo de sinterização não é desejável para obtenção de cerâmicas duras e rígidas. A solução encontrada tem sido a aplicação de uma segunda fase composta por não-metálicos. Quando pequenas quantidades de carbono são adicionadas a sinterabilidade do diboreto melhora devido à eliminação da camada de óxido originalmente existente na superfície dos pós de partida^[14]. Por outro lado, a utilização do Nitreto de silício^[15], carbeto de silício^[16] e nitreto de alumínio^[8], foi mais eficiente em relação a sinterabilidade. Assim sendo, é interessante analisar o comportamento da densificação do diboreto em presença de outros aditivos.

No presente trabalho são apresentados resultados relativos ao estudo preliminar da obtenção de compósitos obtidos no sistema TiB_2 -Ni-Al. Ressalta-se aqui que este é um trabalho inovador, uma vez que não foram encontrados dados na literatura que produzam compactos bem consolidados a partir da metodologia aplicada neste trabalho.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para a obtenção da mistura de partida, os pós de TiB_2 (70%), Ni(15%) e Al (15%) foram submetidos ao processo de mistura em um misturador manual do tipo Y por cerca de 30 minutos. Após o processo de mistura, procedeu-se ao processo de preparação da célula de reação, a qual é composta por uma cápsula de calcita, bucha de grafite e mistura reativa. Para execução do processo de sinterização em altas pressões e altas temperaturas (APAT) foi utilizada a prensa de 630 toneladas. A calibração da pressão e temperatura foi realizada por procedimentos previamente descritos na literatura^[16-19]. Para a produção dos compósitos foi utilizado o sistema cíclico de aplicação dos parâmetros do processo de sinterização^[17]. Para cada sinterização foram utilizados 3 ciclos, sendo todos os processos monitorados via software específico (Software Scada)^[16]. Após o processo de sinterização as amostras foram retiradas da célula de reação, limpas e preparadas para a

caracterização. A densidade dos compactos foi determinada via aplicação do método de Arquimedes. Os testes de microdureza foram realizados em Microdurometro da Shimadzu, Modelo MHV-2 ver.2.04, aplicando carga de 19,614N e tempo de indentação 10 segundos. A microestrutura dos compactos foi observada em microscópio confocal a laser em microscópio Lext-Olympus.

3 RESULTADOS

Conforme mencionado, todos os processos de sinterização foram monitorados via software. A partir dos dados armazenados é possível a construção das curvas de sinterização, as quais permitem a análise qualitativa do processo. Na Figura 1 está apresentado um gráfico com o comportamento típico observado durante a sinterização das amostras.

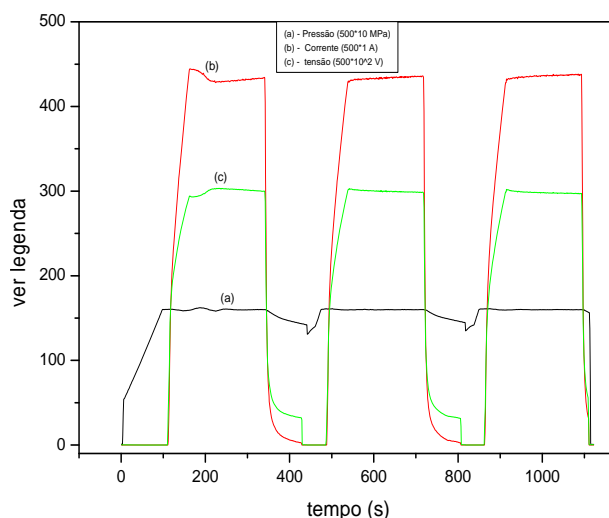


Figura 1. Comportamento dos parâmetros durante o processo de sinterização.

Foram sinterizadas 10 amostras em formato cilíndrico com diâmetro de 4,2 a 4,8 mm, e altura de 3,8 a 4,2 mm. Algumas das amostras podem ser observadas na Figura 2.



Figura 2. Amostras sinterizadas obtidas a partir da sinterização com 3 ciclos.

A densidade média das amostras foi de $3,08 \text{ g/cm}^3$ o que corresponde a um nível de 97% de densificação. Na determinação da microdureza das amostras foi encontrado um valor médio de 10,2 GPa. Na Figura 3 estão apresentados os resultados provenientes da análise dos compósitos. A composição de fases do compósito está apresentada na Figura 4. As fases claras referem-se aos compostos formados pela interação entre o nitrogênio e o alumínio.

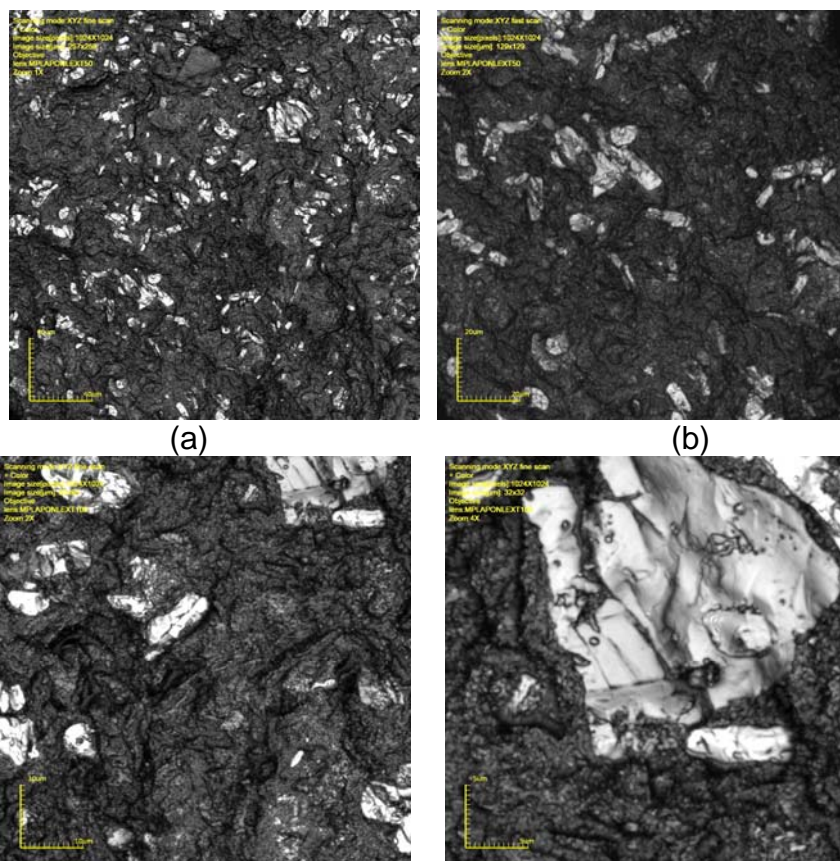


Figura 3. Região de fratura. (a) aspecto geral; (b) detalhe das partículas- partes claras correspondem aos compostos formados por Al e N.

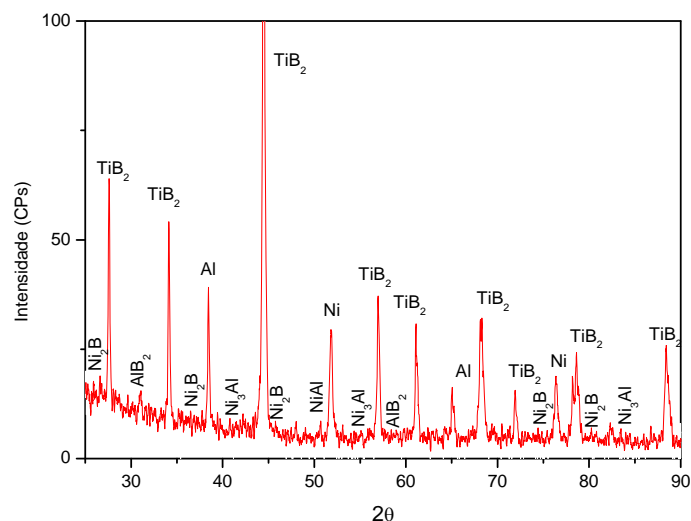


Figura 4. Difratoograma com composição de fases típica dos compósitos.

4 DISCUSSÃO

Todos os processos de sinterização foram executados sob potência elétrica constante. Entretanto, no decorrer do processo de sinterização, a formação de novas fases ou alterações estruturais nos componentes que compõem a mistura de partida são esperadas. Isto implica na variação da resistência elétrica da mistura, a qual por sua vez, irá provocar alterações tanto na corrente elétrica quanto na voltagem. Observando-se o gráfico da Figura 1 constata-se que estas mudanças são

mais significativas no primeiro ciclo. A partir do segundo ciclo as variações continuam ocorrendo, porém em menor escala. Isto sugere que a formação de novas fases, oriundas da interação entre o TiB_2 e os ligantes, ocorre de forma mais intensa logo no início do processo. Tendo-se em vista os valores de densificação encontrados, pode-se inferir que o processo de sinterização não foi efetivo, uma vez que foi encontrada uma densificação em torno de 97%. Esta análise é corroborada pelos resultados encontrados pela análise da superfície de fratura das amostras, onde pode-se notar a não homogeneidade da distribuição das fases.

Por outro lado, o valor encontrado para a microdureza foi bem próximo dos valores reportados na literatura para os compósitos obtidos no mesmo sistema, porém por técnicas distintas^[20]. O baixo nível de densificação encontrado pode ser atribuído à presença do níquel e do alumínio que não reagiram, Figura 4. Isto implica em que a reação foi incompleta. Provavelmente, a presença do composto intermediário Ni_3Al esteja contribuindo para a baixa densificação encontrada.

5 CONCLUSÃO

Como conclusão deste estudo preliminar sobre a sinterização do TiB_2 Ni e Al como ligantes, pode-se dizer que o processo de sinterização via aplicação cíclica dos parâmetros é eficiente. A princípio foram obtidos compactos com boas propriedades. Entretanto, ainda são necessários estudos mais aprofundados visando encontrar as condições necessárias para obtenção de compósitos densos e bem consolidados. Isto demonstra a necessidade de continuidade dos estudos relacionados com a produção de insertos superabrasivos a partir do TiB_2 .

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer à Faperj pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 S. Baik, P.F. Becher, J. Am. Ceram. Soc. 70 (1987) 527.
- 2 V.J. Tennery, C.B. Finch, C.S. Yust, G.W. Clark, in: R.K. Viswanadham, D.J. Rowcliffe, J. Gurland (Eds.), Science of 617. Hard materials, Plenum, New York, 1983, p. 891
- 3 A. Tampieri, A. Bellosi, J. Mater. Sci. 28 (1993) 649.
- 4 M.W. Barsoum, B. Houg, J. Am. Ceram. Soc. 76 (1993), 1445
- 5 H.R. Baumgartner, R.A. Steiger, J. Am. Ceram. Soc. 67 (1984), 617
- 6 H. Pastor, in: V.I. Malkovich (Ed.), Refractory Borides, Springer, New York, 1977.
- 7 R. Teller, R.J. Brook, G. Petzow, J. Hard Mater. 2 (1991) 79.
- 8 I. Sulima, P. Figiel, M. Susniak, M. Swiatek. Archives of Materials Science and Engineering – International OCSCOWorld Press. V 33, 117-120 (2008).
- 9 I. Sulima, P. Figiel, M. Susniak, M. Swiatek, Archives of Materials Science and Engineering – International OCSCOWorld Press. V 28, 687-120 (2007).
- 10 Baumgartner, H. R. and Steiger, R. A., Sintering and properties of titanium diboride made from powder synthesized in a plasma arc heater. J. Am. Ceram. Soc., 1984, 63, 207–212.
- 11 Telle, R. and Petzow, G., Strengthening and toughening of boride and carbide hard material composites. Mater Sci. Eng. A, 1988, 105/106, 97–104.
- 12 Kang, E. S., Jang, C. W., Lee, C. H. and Kim, C. H., Effect of iron and boron carbide on the densification and mechanical properties of titanium diboride ceramics. J. Am. Ceram. Soc., 1989, 72, 1868–1872.

- 13 Ferber, M. K., Becher, P. F. and Finch, C. B., Effect of microstructure on the properties of TiB₂ ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1983, 66, C-2–C-4.
- 14 Baik, S. and Becher, P. F., Effect of oxygen contamination of densification of TiB₂. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1987, 70, 527–530.
- 15 Park, J. H., Koh, Y. H., Kim, H. E. and Hwang, C. S., Densification and mechanical properties of titanium diboride with silicon nitride as a sintering aid. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1999, 82, 3037–3042.
- 16 Torizuka, S., Sato, K., Nishio, H. and Kishi, T., Effect of SiC on interfacial reaction and sintering mechanism of TiB₂. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1995, 78, 1606–1610.
- 17 BOBROVNITCHII, G. S.; RAMALHO, A. M.; MONTEIRO, S. N.; SKURY, A. L. D. EFFECT OF CYCLING THE HIGH PRESSURE AND THE HIGH TEMPERATURE ON THE QUALITY OF CUBIC BORON NITRIDE COMPOSITES. In: Conference proceedings of the International Technical Conference on Diamond, Cubic Boron Nitride and their Applications (Intertech 2008). Orlando, Florida, Estados Unidos da América, v.1, p.1 – 10. 2008.
- 18 BOBROVNITCHII, G. S.; SKURY, A. L. D.; MONTEIRO, S. N. Effect of Cycling the High Pressure and the Temperature on the Quality of Cubic Boron Nitride Composites. *Revista Finer Points*, v.2, p.23 - 30, 2009.
- 19 SKURY, A. L. D.; SIDERIS Jr, A. J.; BASTOS, M. G. A. Investigation of Fractures, Wear and Density of Sintered Nanostructured Compacts. *Proceedings Material Symposium 2010*. Rio de Janeiro, v.1, p. 115 – 115. 2010.
- 20 S.K. Bhaumik, C. Divakar, L. Rangaraj. *Materials Science and Engineering*, A257 (1998), 341-348.