

SINTERIZAÇÃO DE PASTILHAS DE NITRETO CÚBICO DE BORO UTILIZANDO COMPOSTOS A BASE DE TITÂNIO COMO LIGANTES ¹

Juliana Valpassos ²
Alan Monteiro Ramalho ³
Guerold Bobrovnitchii ⁴
Sérgio Neves Monteiro ⁵

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 6-8 GPa e cerca de 1600-2000°C em tempos que variam a até 30 minutos. No presente trabalho, compósitos de cBN com ligantes a base de titânio (Ti₂₀B₁₀Si and Ti₃₀Al) em 10%p foram sinterizados em parâmetros de 8 GPa e 1700°C. Análises por MEV apresentaram uma estrutura parcialmente sinterizada. A dureza e resistência ao desgaste foram estudadas demonstrando resultados promissores. As propriedades mecânicas 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.

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 6-8 GPa and temperature about 1600-2000°C 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 GPa and 1700°C. SEM analysis observations showed a porous less, partially sintered structure. Hardness and wear resistance were studied demonstrating good results. The mechanical investigations were performed using a turning machine and a AISI 4140 hardened steel cylinder, in real work conditions without cooling.

Key words: Cubic boron nitride; Sintering; Titanium.

¹ Contribuição técnica apresentada na 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

² Aluna de graduação do curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais de Universidade Estadual do Norte Fluminense.

³ 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.

⁴ Prof. Titular do Setor de Materiais Superduros, do Laboratório de Materiais Avançados, da Universidade Estadual do Norte Fluminense.

⁵ Prof. Titular do Setor de Materiais Superduros, do Laboratório de Materiais Avançados, da Universidade Estadual do Norte Fluminense.

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 a usinagem sob altas velocidades de materiais ferrosos, de difícil mecanização, tais como aços de elevada dureza (acima de 50 HRC) e ferros fundidos não maleáveis, atuando num 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 que é obtida através da síntese do nitreto hexagonal de boro (hBN), composto esse também obtido artificialmente. A obtenção de pastilhas sinterizadas de cBN se dá via compactação de pós de cBN sob alta pressão (>7,0GPa) e altas temperaturas (acima de 1873K) em tempos que variam desde alguns minutos a cerca de 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).

A sinterização do cBN tem sido objeto de extensivos estudos, devido a excelentes propriedades químicas, físicas (de especial interesse sua estabilidade térmica a temperaturas de 1200°C 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 a base de compostos de titânio têm demonstrado especial interesse de diversos pesquisadores^[3,4] por elevar as propriedades mecânicas, tais como resistência ao desgaste e dureza.

Neste trabalho foram realizadas tentativas de sinterização de pastilhas de cBN, utilizando como ligantes Ti-20Si-10B e Ti-30Al. Os experimentos foram realizados em DAP do tipo bigorna com concavidade. Os parâmetros atingidos foram de 8,0GPa e 1700°C. Os resultados de sinterização foram avaliados em termos de dureza Vickers, microscopia eletrônica de varredura, microscopia ótica e perda da capacidade de usinagem pelo torneamento de aço de alta dureza.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os pós utilizados nas misturas reativas neste trabalho estão ilustrados na Tabela 1 abaixo. 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 inox e esfera de aço endurecido (10mm de diâmetro) durante 20 minutos. O ligante B foi preparado a partir da mistura úmida em etanol dos pós de seus elementos manual em almofariz e pistilo por 20 minutos

Tabela 1. Apresentação dos materiais de partida

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

As misturas reativas foram preparadas a partir de 10%p 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 5mm de diâmetro e 5mm de altura foram preparados. Seguiu-se com a secagem a 80°C por 1h em estufa. Cápsulas de calcita foram utilizadas como meio comprimível no DAP, utilizando tubos aquecedores de grafite com 7mm de altura e parede de 2mm, que foram centralizados na cápsula. A mistura reativa foi então colocada no interior do tubo e encerrada com dois discos de 50%p de calcita + grafite. A disposição final da montagem pode ser visualizada na Figura 1.

A temperatura e pressão utilizadas no presente trabalho foram calibradas conforme a referência.^[5]

Um dispositivo de alta pressão do tipo bigorna com concavidade toroidal foi utilizado no presente trabalho para gerar os parâmetros de sinterização. Foi utilizada uma prensa hidráulica especial de 630 ton modelo DO138B – Ryazantypressmach (Rússia). As amostras foram pressurizadas a 8GPa a temperatura ambiente e então aquecidas a 1700°C 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 5mm de diâmetro e 4mm de altura.

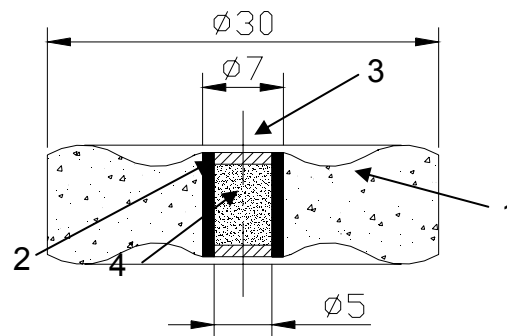


Figura 1. Disposição final da amostra para processo de sinterização. 1 – Cápsula; 2 – Tubo aquecedor; 3 – Discos; 4 – Mistura reativa (cBN + 10%p ligante).

2.2 Caracterização das Amostras

As amostras sinterizadas foram polidas para obtenção de uma superfície plana para os ensaios de dureza utilizando uma politriz semiautomática (modelo STRUERS DP10) com pasta de diamante com granulometria de 6µm. Identações de dureza Vickers foram obtidas utilizando medidor modelo PANAMBRA PANTEC RBSM com cargas de 45 e 30g.

Técnicas de microscopia ótica (modelo NEOPHOT32) e eletrônica de varredura (modelo JEOL JSM 6460LV) foram utilizadas para avaliar a superfície de fratura, marcas das identações e aspectos relevantes acerca do estado de sinterização das amostras.

2.3 Metodologia dos Testes de Usinagem

Os testes de usinagem foram executados utilizando um torno semiautomático 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 ultrasônica do inserto e pesagem;
- Torneamento de faceamento (acabamento)
- Limpeza ultrasônica do inserto e pesagem)

Esta seqüência foi seguida e repetida em prol de obter os 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, nas operações de desbaste a acabamento. A Tabela 2 mostra 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 54HRc com 55mm de diâmetro externo e 45 de diâmetro interno.

Tabela 2. Parâmetros de usinagem aplicados.

	Velocidade de corte	Avanço	Profundidade de corte
Desbaste	40 mm/min	0.5 mm/rev	0.5 mm
Acabamento	65 mm/min	0.1 mm/rev	0.3 mm

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, é aceito 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 no nitreto cúbico de boro.

As Figuras 2a e 2b apresentam a superfície de fratura de amostras de ambos os grupos. Estas micrografias representam típicas microestruturas encontradas para as amostras de cada grupo. Analisando a Figura 2b, é possível observar uma menor afinidade dos grãos de cBN e a fase matriz e uma estrutura não homogênea. Pode-se concluir a partir desse fato que o ligante não apresentou uma boa molhabilidade com os grãos de cBN. Maiores investigações precisam ser realizadas a fim de estudar melhor o nível de sinterização atingido neste caso. A presença de poros esféricos pode ser notada, indicando um certo grau de sinterização. Além disso, como será discutido adiante, essas amostras apresentaram uma relativa capacidade de corte indicando que certamente atingiram algum nível de sinterização.

As amostras do grupo A, por outro lado, apresentaram uma maior homogeneidade em sua estrutura e uma melhor molhabilidade entre os grãos de cBN e a fase matriz contínua. Na Figura 2a, poros não foram visualizados em aumentos de 5000X. 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 melhor estudada. É possível que esta nova fase, nestas amostras possa atuar como um reforçador da matriz, conferindo melhores propriedades a esses compósitos.

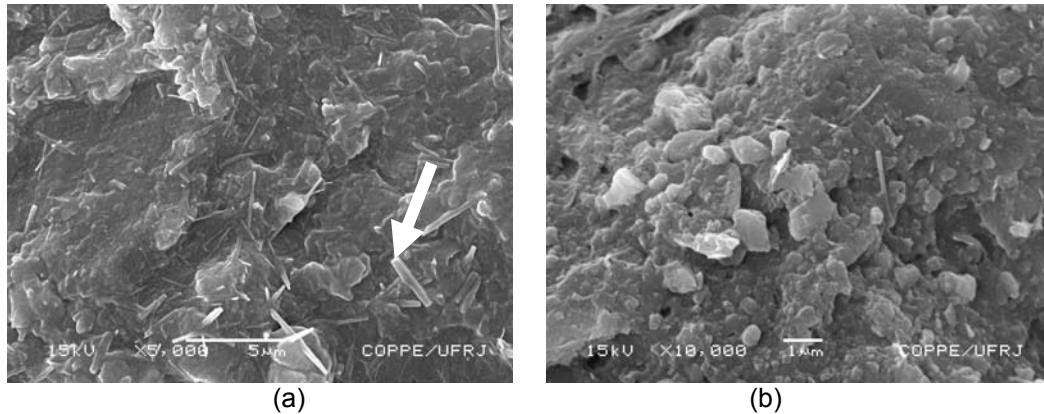


Figura 2. Micrografia por MEV mostrando estrutura típica após sinterização dos grupos de amostras com ligante (a)A e (b) B.

3.2 Dureza Vickers

Micrografias das superfícies das indentações de uma amostra do grupo A pode ser visualizada na Figura 3a e 3b. Essas marcas foram obtidas com uma carga de 30g. A irregularidade das indentações conduz a incerteza das medições, e esse efeito é melhor visualizado em maiores aumentos. Algumas medições puderam ser feitas para amostras do grupo A e estas apresentaram valores desde 20 a 40 GPa, variando desde amostras diferentes e também na mesma amostras em diferentes localizações. Esse fato pode estar relacionado a:

- 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;
- Baixa tenacidade apresentada pelo compósito tanto nas indentações quanto nas operações de polimento.

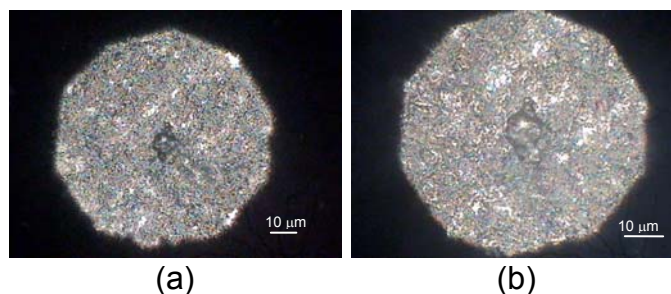


Figura 3. Micrografias óticas das indentações obtidas em amostras do grupo A. Aumento: (a)500x, (b)800x

3.3 Testes de Usinagem

Três insertos de cada grupo foram utilizados na montagem do porta-ferramenta para proceder com os testes no torno. 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 foi 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 apresentaram 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 se dão no processo de sinterização assim como a investigação da influencia 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 melhor estudado. Há uma influencia direta do processo de mistura nas propriedades finais apresentadas pelos compósitos. Contudo, pode-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 identificação 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 aumento deste, 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 valores muito dispersos foram encontrados. Isso pode ser atribuído a, além das incertezas de medição, heterogeneidade das amostras.

Micrografias eletrônicas de varredura de ambos os grupos demonstraram aspectos de sinterização. Porém, as amostras do grupo A mostraram melhores resultados, e novas fases formadas durante a sinterização precisam ser melhor

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 gostariam de agradecer aos seguintes profissionais e instituições:

- CNPq, pelo apoio financeiro;
- COPPE-UFRJ, pelas análises de MEV.

REFERÊNCIAS

- 1 Wentorf R. Jr., (1991) "Cubic Boron Synthesis and Applications", New Diamond Science and Technology, pp. 1029-1037.
- 2 E. Benko, P. Klimczyk, S. Mackiewicz, T. L. Barr, E. Piskorska, cBN-Ti₃SiC₂ Composites, Diamond and Related Materials, 521-524, 13 (2004).
- 3 P. Klimczyk, E. Benko, K. Lawniczka-Jablonska, E. Piskorska, M. Heinonen, A. Ormaniec, W. Gorczyńska-Zawisła, V. S. Urbanovitch, Cubic boron nitride-Ti/TiN composites: hardness and phase equilibrium as function of temperature, Journal of Alloys and Compounds, 195-205, 382 (2004).
- 4 X. Z. Rong, T. Tsurumi, O. Fukunaga, T. Yano, High Pressure Sintering of cBN-TiN-Al composite for Cutting Tool Application, Diamond and Related Materials, 280-286, 11 (2002).
- 5 Ramalho A M. (2003), "Metodologia de Seleção de Materiais e Tecnologia de Fabricação das Cápsulas Deformáveis Utilizadas nos Processos de Síntese / Sinterização dos Materiais Superduros", Tese de Doutorado da Universidade Estadual do Norte Fluminense, 242p.
- 6 Diniz A. E., Marcondes F. C., Coppini N. L., "Tecnologia da Usinagem dos Materiais", Ed. Artliber, 4ª Ed., 2003.