

A INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO COMPLEMENTAR SOBRE A RESISTÊNCIA À DESGASTE DA PASTILHA DE NITRETO CÚBICO DE BORO ⁽¹⁾

Guerold Bobrovnitchii ⁽²⁾

Marcelo Filgueira ⁽³⁾

Resumo

Os compósitos a base de nitreto cúbico de boro (cNB) atualmente se destacam na usinagem de metais e ligas de dureza elevada, podendo substituir a retífica. A efetividade de utilização dos compósitos de cNB depende, em geral, do estudo da tenacidade do inserto. A obtenção de pastilhas de cNB, realiza-se sob altas pressões até 8 GPa e temperaturas de até 2000°C. Em condições não hidrostáticas, as tensões internas têm valores significantes, diminuindo a vida útil da ferramenta. Para aumentar a tenacidade e a eficiência de uso foi proposto o tratamento térmico complementar em condições de vácuo sob temperaturas de até 1000°C e tempo de 1 hora. As pastilhas de cNB foram sinterizadas à pressão de 7,7 GPa e temperatura de 1600°C. A composição da pastilha utilizada foi de 65%p de cNB e 35%p de ligante. Para determinação de nível de desgaste durante usinagem foi utilizado aço 4140 com dureza de 56-58HRc. Comparando a efetividade de usinagem das pastilhas de cNB obtidas com o compósito Elbor®, pôde ser notado que o tratamento térmico complementar aumentou a capacidade de usinagem da pastilha de cNB em 40%.

Palavras-chave: Nitreto Cúbico de Boro, Sinterização, Desgaste, Tratamento térmico.

(1) Trabalho apresentado ao 61º Congresso da ABM, 24 a 27 de Julho de 2006, Rio de Janeiro/RJ.

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

(3) Prof. DSc. em Ciências dos Materiais do Setor de Materiais Superduros, do Laboratório de Materiais Avançados, da Universidade Estadual do Norte Fluminense.

1 Introdução

No momento atual na área de desenvolvimento de materiais superduros (MSD), os compósitos a base de Nitreto Cúbico de Boro (cNB) tem considerável destaque [1]. Os pesquisadores de vários países desenvolvem variadas tecnologias de obtenção do material compósito que inclui micropó de cNB e ligantes (diversos metais e ligas metais de transição). Todos esses compósitos são feitos em condições de altas pressões, de 5 a 7 Gpa, e temperaturas, de 1000 a 1800°C, nos chamados dispositivos de alta pressão (DAP) [2,4].

Os materiais compósitos obtidos por este método caracterizam-se pelo desequilíbrio de tenacidade da estrutura [3] que é garantido pela ação dos seguintes fatores:

- presença de gradientes de pressão e temperatura na câmara de compressão do DAP;
- diferença em coeficiente de expansão térmica do cNB e ligante;
- formação de novas fases com mudança de volume, como resultado da interação de componentes entre si e com cNB;
- redução rápida da pressão e temperatura.

Como a produção destes materiais compósitos realiza-se sob altas pressões, os fabricantes são dirigidos a economizar tempo do processo e diminuir o custo do DAP, e assim a redução lenta da pressão e temperatura não é implantada ainda. Essa mudança, hipoteticamente, levaria a alguma relaxação de tensões residuais no material, diminuindo assim o aparecimento de trincas que levam a diminuição da vida útil do compósito durante usinagem [4].

Foram feitas tentativas para realizar o tratamento térmico complementar (tipo revenimento) para compósitos diretamente no dispositivo de alta pressão pela diminuição da pressão em 50-80% com diminuição simultânea da temperatura [5]. Porém, a duração daquele tratamento não é suficiente (em torno de décimos de segundo) pois a mesma sinterização ocorre durante 10-20s e se torna impossível aumentar o tempo devido a perda de produtividade. Além do descrito, o tratamento realiza-se também em condições não equilibradas e por isso a efetividade do processo é baixa.

Foram realizadas as tentativas de tratar os compósitos pelo aquecimento em atmosfera não-oxidante sem pressão sob temperaturas de 1000°C que não supera o valor da temperatura de estabilidade para cNB [6].

Tal tratamento pode ser realizado em fornos a vácuo ou com atmosfera protetora (H_2 ; N_2) simultaneamente para grande quantidade de amostras. Nas pesquisas de sinterização de cNB em curso na UENF, seria interessante submeter os compósitos obtidos ao tratamento térmico complementar com objetivo de melhorar a resistência ao desgaste do material policristalino obtido.

2 Material e Métodos

A sinterização do cNB foi realizada sob pressão de 7,7Gpa e temperatura de 1600°C, utilizando ligante a base de liga TiB_2 -Fe. A composição da mistura reativa para sinterização foi de 65% de micropó de cNB fornecido pelo Instituto de Materiais Superduros da Ucrânia e 35% de ligante (75% TiB_2 + 25% Fe). As altas pressões e temperaturas durante 20s foram aplicadas mediante um dispositivo de alta pressão

tipo bigorna com concavidade toroidal com o diâmetro de 13,5mm [7]. Foram obtidas as amostras do compósito com diâmetros de 4,0 a 4,2mm e alturas de 3,5 a 4,0mm. As amostras previamente foram avaliadas visualmente pela ausência de trincas.

Para tratamento das amostras utilizou-se um forno tubular a vácuo que gerou o vácuo de 10^{-3} Pa e temperaturas de 850 a 1000°C. O tempo de tratamento foi de 1 hora com resfriamento de 2 horas.

A influência do tratamento sobre a efetividade de trabalho do compósito foi testada durante a usinagem do aço AISI 4140 com dureza 56-58 HRC, utilizando para tal um torno modelo ROMI TORMAX 20A. Os insertos foram fixados mecanicamente no suporte elaborado. Como parâmetros de usinagem foram utilizados: velocidade de corte de 90m/s; avanço 0,07 mm/rot; profundidade de corte de 0,5mm e tempo de processo de 5 min. Depois do procedimento de usinagem mediu-se o desgaste na face traseira (característica da resistência da ferramenta) e a quantidade de defeitos na aresta de corte (característica da tenacidade da estrutura e capacidade de corte da ferramenta). Para cada experimento foram utilizadas oito amostras. A medição de desgaste foi realizada sob microscopia ótica, utilizando o microscópio ótico modelo NEOPHOT32.

Para estudo da influência do tratamento térmico sobre o teor de fases e estrutura do compósito obtido, utilizou-se análise de difratograma de Raios-X com $\text{Cu } k_{\alpha}$ nas mesmas condições para cada amostra nos topos polidos do cilindro do compósito.

3 Resultados e Discussão

Como pode ser visto na tabela 1, o tratamento térmico sob as temperaturas de 900-950°C no meio inerte com duração de 15-30 min aumenta a resistência a desgaste em até 40% e diminui a quantidade de fragmentos durante a usinagem. O aumento da temperatura (1000°C) diminui a resistência, provavelmente, devido ao aumento da temperatura da estabilidade do pó de cNB em condições atuais.

Paralelamente foi estudado o compósito Elbor® fornecido pelo Instituto UVNIIASH, Sankt Petersburg, Rússia. O tratamento foi realizado a temperatura de 950°C em vácuo (10^{-3} Pa) e duração de 15 min. Dados da tabela 2 mostram que o tratamento aumenta a resistência do outro compósito e está estabelecendo das suas propriedades (segue de diminuição de valores de desgaste).

Tabela 1 – Influência da temperatura de tratamento e sua duração sobre a resistência ao desgaste do compósito de cNB.

Temperatura, °C	Duração, min	Desgaste da amostra da face traseira, mm		Quantidade de fragmentos
		Para cada experimento	Média	
Material inicial	–	0,16; 0,14; 0,14; 0,13; 0,14; 0,12; 0,13; 0,18	0,14	3
850	15	0,13; 0,14; 0,17; 0,11; 0,10; 0,12; 0,15; 0,11	0,12	3
900	15	0,10; 0,09; 0,08; 0,09; 0,08; 0,10; 0,10; 0,11	0,10	–
	30	0,07; 0,08; 0,10; 0,10; 0,09; 0,10; 0,09; 0,10	0,09	1
	60	0,11; 0,08; 0,07; 0,10; 0,09; 0,09; 0,10; 0,09	0,09	–
950	15	0,10; 0,09; 0,08; 0,12; 0,09; 0,09; 0,10; 0,09	0,10	1
1000	15	0,10; 0,11; 0,14; 0,09; 0,12; 0,13; 0,13; 0,10	0,11	1

Tabela 2 – Influência do tratamento térmico sobre a resistência do compósito Elbor®.

Desgaste da pastilha na face traseira, mm			
Antes do tratamento		Depois do tratamento	
Experimental	Média	Experimental	Média
0,12; 0,15; 0,13; 0,11; 0,10; 0,11; 0,15	0,12	0,08; 0,09; 0,09; 0,08; 0,08; 0,11; 0,08; 0,11; 0,10; 0,09	0,09

A presença das seguintes fases foi confirmada (tabela 3): cNB, TiB₂ e Fe₂B. A identificação de fases foi realizada para o cNB em conformidade com o trabalho [8], para TiB₂ e Fe₂B em conformidade com ASTM (cartões de JCPDS 2000). Todas as combinações possíveis foram testadas, utilizando o software de procura por elementos e manual de busca *Mineral Powder – Diffraction File*. Portanto, os resultados obtidos limitam-se às fichas presentes no banco de dados PDFOZ (ICDD, 1996) em software *Bruker DiffractPlus* e ao manual.

Para todas as amostras (tabela 4) observa-se a coincidência dos dados experimentais e padronizados: nas fases encontradas não existem orientações significativas vantajosas e ausência das macrotensões, ou seja, as tensões que não são equilibradas no volume de grão. Além disso, as distâncias interplanares, e conseqüentemente, também os parâmetros das redes das fases citadas não dependem de tratamento térmico complementar. Porém, os picos das reflexões de difração do Fe₂B em amostras iniciais são disformes, ou parte desta fase fica no estado próximo ao amorfo.

Tabela 3 – Intensidade relativa média (J/J_0) das reflexões difratométricas das fases Fe_2B , TiB_2 e cNB nos difratogramas dos compósitos obtidos.

Fase	hkl	Padronizado	Experimental				
			Antes do tratamento	Depois do tratamento			
				900°C, 15 min	900°C, 60 min	950°C, 15 min	1000°C, 15 min
Fe_2B	110	7	10	10	10	9	8
	200	15	10	14	12	15	15
	002	25	27	26	29	32	32
	121	100	100	100	100	100	100
	112	6	10	5	7	7	7
	220	6	10	5	7	7	7
	202	18	17	10	14	17	14
	113	18	17	10	14	17	14
	132	6	10	10	10	10	10
	400	6	10	10	10	10	10
TiB_2	001	20	17	16	16	16	20
	100	60	44	43	48	46	49
	101	100	100	100	100	100	100
	002	13	14	15	14	17	15
	110	19	19	19	21	19	21
	102	15	17	17	–	18	–
cNB	111	100	100	100	100	100	100
	200	6	8	6	8	8	8
	220	37	36	26	26	26	26

Tabela 4 – Distâncias interplanares médias (d) para fases cNB , TiB_2 e Fe_2B que encontram-se nos compósitos obtidos.

fase	hkl	d , Å (pad.)	d , Å experimental				
			Estado inicial	Depois do tratamento			
				900°C, 15 min	900°C, 60 min	950°C, 15 min	1000°C, 15 min
Fe_2B	002	2,12	2,124±0,003	2,123±0,003	2,124±0,003	2,124±0,003	2,124±0,003
	121	2,01	2,013±0,002	2,014±0,002	2,013±0,002	2,013±0,002	2,013±0,002
	202	1,63	1,635±0,001	1,635±0,001	1,635±0,001	1,635±0,001	1,635±0,001
	113						
TiB_2	101	2,033	2,034±0,002	2,035±0,002	2,035±0,002	2,035±0,002	2,035±0,002
	002	1,618	1,617±0,001	1,617±0,001	1,618±0,001	1,618±0,001	1,617±0,001
	112	1,104	1,105±0,001	1,105±0,001	1,105±0,001	1,105±0,001	1,105±0,001
cNB	111	2,09	2,085±0,002	2,087±0,002	2,087±0,002	2,088±0,002	2,086±0,002
	311	1,091	1,090±0,001	1,090±0,001	1,091±0,001	1,090±0,001	1,090±0,001
	331	0,831	0,85±0,0005	0,83±0,0005	0,83±0,0005	0,83±0,0005	0,83±0,0005

A análise de valores da tabela 5 de semilargura de reflexões difratométricas antes e depois do tratamento térmico mostra:

- Nas amostras iniciais o estado de fases não se diferencia fortemente (os valores das semilarguras coincidem com precisão de até 0,02);
- As reflexões da fase de cNB não mudam a sua largura depois do tratamento;
- A largura das reflexões das fases Fe₂B e TiB₂ diminui relativamente, e ao mesmo tempo a intensidade de linhas de TiB₂ aumenta proporcionalmente à diminuição de sua largura, ou seja, durante o tratamento a fase TiB₂ recristaliza-se parcialmente.

Tabela 5 – Largura média de reflexões nos difratogramas.

Fase	hkl	Semilargura Bd ₁ , graus				
		No estado inicial	Após tratamento			
			900°C, 15 min	900°C, 60 min	950°C, 15 min	1000°C, 15 min
Fe ₂ B	002	0,3±0,02	0,29±0,02	0,26±0,02	0,29±0,02	0,26±0,02
	121	0,3±0,02	0,29±0,02	0,29±0,02	0,26±0,02	0,27±0,02
TiB ₂	100	0,2±0,02	0,21±0,02	0,25±0,02	0,19±0,02	0,2±0,02
	101	0,26±0,02	0,25±0,02	0,27±0,02	0,22±0,02	0,25±0,02
	110	0,36±0,02	0,29±0,02	0,32±0,02	0,29±0,02	0,32±0,02
cNB	111	0,22±0,02	0,22±0,02	0,24±0,02	0,22±0,02	0,22±0,02
	331	2,1±0,02	2,1±0,02	2,11±0,02	2,1±0,02	2,11±0,02

Considerando as semilarguras de reflexões da fase TiB₂, foram feitos cálculos dos parâmetros de estrutura fina das fases por método de aproximação do perfil de reflexões difratométricas pelas funções de Gauss. Como aumento da largura instrumental foi tomada a semilargura de reflexões de TiB₂ tratado termicamente a qual se manteve praticamente constante para todos os ângulos da difração e tem o valor de $0,05 \pm 0,002^\circ$. Os cálculos mostraram que o valor das placas de TiB₂ em todas as amostras não superou $5 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$ e está dando a pequena contribuição no aumento das reflexões difratométricas desta fase. O depósito principal em aumento das reflexões estão dados pelas microalterações (deformações) que nas amostras ficavam nos limites de $(2-2,5) \cdot 10^{-3} \text{ \AA}$ e quase não dependeram de direção cristalográfica em TiB₂. Depois do tratamento térmico o nível de microalterações diminuiu-se em 10-30%.

Após tratamento térmico ocorre o aumento significativo da intensidade de reflexões difratométricas da fase Fe₂B. Este aumento, provavelmente, ocorre tanto por conta de recristalização como também de parte da fase amorfa se cristalizar.

Nas amostras iniciais, provavelmente, tem-se pequena quantidade de Fe livre (menos de 2%) que foi impossível identificar devido à sobreposição das linhas (110) α -Fe com a distância interplanar $d=2,027\text{\AA}$ sobre a linha (121)Fe₂B com $d=2,01\text{\AA}$. Neste caso, o aumento de intensidade das reflexões difratométricas pode estar ligado com a interação do cNB com o Fe livre.

4 Conclusões

Pelos estudos de raios-X foi determinado que durante a fabricação do material compósito no sistema cNB-TiB₂-Fe em resultado da interação química do ferro com cNB formou-se nova fase de Fe₂B, ou seja, na composição do material policristalino entram as fases cNB, TiB₂ e Fe₂B. A influência do tratamento térmico revela-se em alguma diminuição das tensões internas em cristalitos de TiB₂ e também em cristalização posterior da fase Fe₂B. Sobre o estado estrutural dos grãos de cNB o tratamento térmico não apresentou influência significativa.

Os dados da análise difratográfica satisfatoriamente explicam o aumento da qualidade do material compósito obtido a base de cNB sob a influência do tratamento térmico que revela-se em aumento da resistência ao desgaste dos insertos e homogeneidade de suas propriedades.

5 Referências Bibliográficas

- [1]. Yin Sheng, Lai-Ho-Yi, *High Pressure sintering of cubic boron nitride*, 5th European Symposium of Powder Metallurgy, 1978, pp.201-211
- [2]. Shipilo V.B., Rud A.E., Shishorok N.A., *Dependência entre algumas propriedades do nitreto cúbico de boro e tratamento térmico*, Journal of Superhard Materials, 1983, pp.16-19
- [3]. Pipkin N.J., Roberts D.C., Wilson W.J., *Amorite – a remarkable new cutting material*, De Beers, Industrial Diamond Review, 1980 June, pp.204-206
- [4]. Forch I., Kupcik F., *Hodnoceni rezných vlastostí polykrystalických destícer na bázi nitridu borického*, Pokroky Praskové Metalurgie VUPM, 1986 N1, pp 37-46
- [5]. Kalinino A.A., *Método da obtenção do material a partir de materiais duros e superduros e fase cementada*, Patente da USSR, 612475, ICL B21/06 de 04.04.74.
- [6]. Druy M.S. *Influência de Tratamento Térmico no vácuo sobre algumas propriedades do diamante e elbor*, Almazy, 1972, N°5, pp. 35-38
- [7]. Koltchin A.V. et al, *Dispositif pour produire um haute pression*, Patent N° 2122722, Bal. NW, French, 1972
- [8]. Kurdiumov A.V., *Os métodos de obtenção, propriedades e aplicação de nitretos*. Ed. Naukova Dumka, Kiev, 1972, p. 319

COMPLEMENTARY THERMAL TREATMENT INFLUENCY ON WEAR RESISTANCE OF CUBIC BORON NITRIDE INSERTS⁽¹⁾

Gueroold Bobrovnitchii ⁽²⁾
Marcelo Filgueira ⁽³⁾

Abstract

Cubic Boron Nitride (cNB) composites have an important role within metals and hardened alloys machining field, usually removing grinding from production processes. The effectiveness of cNB composites depends, in general, on insert toughness studies. Cubic boron nitride compacts are produced by sintering under high pressure high temperature (HPHT) conditions, up to 8 GPa and 2000°C. At non-hydrostatic parameters, internal stresses have significant values, decreasing tool life. In this study, the complementary thermal treatment (in vacuum, under temperatures up to 1000°C for 1 hour) is proposed as a way for increasing toughness and tool efficiency. The parameters used for sintering were 7.7 GPa and 1600°C, with samples composition of 65%w of cNB and 35%w of binder. Wear level was determined during machining of an AISI 4140 steel hardened to 56-58HRc. Comparing machining results of obtained samples and Elbor® composite, it could be noticed that the complementary thermal treatment improved cNB inserts machining capability in 40%.

Key-words: Cubic Boron Nitride, Sintering, Wear, Thermal treatment.

-
- (1) Manuscript presented to 61st Annual Congress of ABM, July 24th to 27th 2006 Rio de Janeiro/RJ – Brazil.
 - (2) Ph.D., Professor, Department of Superhard Materials, Laboratory of Advanced Materials, Northern Fluminense State University.
 - (3) DSc., Professor, Department of Superhard Materials, Laboratory of Advanced Materials, Northern Fluminense State University.