

SINTERIZAÇÃO DE WBN E ADITIVOS EM ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS*

Mariane Abreu Alves Campos¹
Luciana Lezira Pereira de Almeida²
Ana Lúcia Diegues Skury³
Sergio Neves Monteiro⁴

Resumo

A utilização do wBN como ferramenta de usinagem pode eliminar a necessidade de retífica das peças. Portanto, neste trabalho, os experimentos realizados tiveram por objetivo o estudo e caracterização de compósitos à base de wBN, diboreto de titânio (TiB₂) e alumínio (Al) para obtenção de pastilhas para usinagem. A composição utilizada para a investigação utilizou 70% de wBN. Os compósitos foram obtidos sob altas pressões e altas temperaturas via aplicação cíclica. As pastilhas atingiram aproximadamente 4,5 mm de diâmetro, e altura de 4,0 mm. As amostras foram caracterizadas por ensaio de dureza Vickers, microscopia eletrônica de varredura, microscopia confocal e densidade. De forma geral, os melhores resultados foram para amostras com ciclos de um minuto cada, para os três ciclos, sendo pouco dependente do valor da pressão aplicada. Foi observada dureza maior que 17GPa, baixa porosidade e um valor de densidade aparente muito próxima à teórica.

Palavras-chave: Sinterização; Nitreto wurtzítico de boro; Usinagem.

WBN AND ADDITIVES SINTERING IN HIGH PRESSURE AND HIGH TEMPERATURES

Abstract

Inserts of the wBN-based are indispensable for high-precision and high speed machining of ferrous materials and the use of wBN as machining tool can eliminate the need for grinding parts. Therefore, in this paper, the experiments aimed to the study and characterization of composites with boron nitride wurtzítico (wBN), titanium diboride (TiB₂) and aluminum (Al) to obtain inserts for the machining. The composition used for this investigation utilized 70% WBN. The composites obtained under high pressure and high temperature by cycling applications these parameters were sintered at different temperatures and pressures, from three different time cycles. The consolidated reached approximately 4.5 mm in diameter and 4.0 mm height. The samples were characterized by Vickers hardness testing, scanning electron microscopy, confocal microscopy and density test. In general, the best results for samples were with cycles of one minute each, for three cycles, with little dependence on the applied pressure value. We observed a higher hardness than 17GPa, low porosity and apparent density value near to the theoretical, than have indicated optimum properties for the compact, considerations demonstrated by microscopy. The results showed composites produced from sintering and efficient samples with attractive properties.

Keywords: Sintering; Wurtzite boron nitride; Machining.

¹ Engenheira, graduanda, bolsista, LAMAV/CCT, UENF, , Rio de Janeiro, Brasil.

² Eng. Materiais/ DSc., Pós Doutorado, LAMAV/CCT, UENF, Rio de Janeiro, Brasil.

³ Física, DSc., professor associado, LAMAV/CCT, UENF, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil.

⁴ Eng; PhD, Instituto militar de Engenharia Rio de Janeiro, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Um dos caminhos que leva ao desenvolvimento de ferramentas para usinagem de materiais ferrosos é produzir o policristal a base de wBN (modificação do Nitreto Cúbico de Boro - cBN), produto da transformação alotrópica do nitreto hexagonal de boro sob altas pressões dinâmicas.

A efetividade da produção industrial atual está intimamente ligada à aplicação de novos materiais para ferramentas, principalmente materiais superduros e de alta dureza [1]. São considerados materiais superduros aqueles que possuem dureza acima de 40 GPa. Já os materiais de alta dureza possuem dureza entre 10 a 40 GPa na escala Vickers (HV) [2]. Recentemente uma nova classe de materiais superduros tem sido industrialmente produzida a partir de materiais que apresentam tamanhos e dimensões nanométricas e que se destacam por potencializar as propriedades físicas e químicas dos materiais de partida.

A sinterização do wBN, devido ao elevado caráter covalente de suas ligações, é um processo severo uma vez que são necessárias pressões acima de 7,0 GPa para a obtenção de compactos bem consolidados [3]. Neste contexto, diversos pesquisadores [4-7] têm desenvolvido pesquisas visando à diminuição dos parâmetros de sinterização via utilização de ligantes e aditivos. Entre os ligantes utilizados, destaca-se a aplicação do alumínio e do titânio [6].

Neste trabalho, foi realizado um estudo relacionado com a caracterização e desenvolvimento de compósitos nanoestruturados à base de wBN via sinterização sob altas pressões e altas temperaturas, utilizando TiB_2 e Al como ligantes para a produção de insertos destinados à aplicação em ferramentas de corte utilizadas na indústria metal/mecânica, almejando aperfeiçoar a tecnologia de produção dos mesmos. Deste modo, foi desenvolvida a tecnologia baseada na aplicação com ciclos dos parâmetros de sinterização (pressão, temperatura e tempo).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

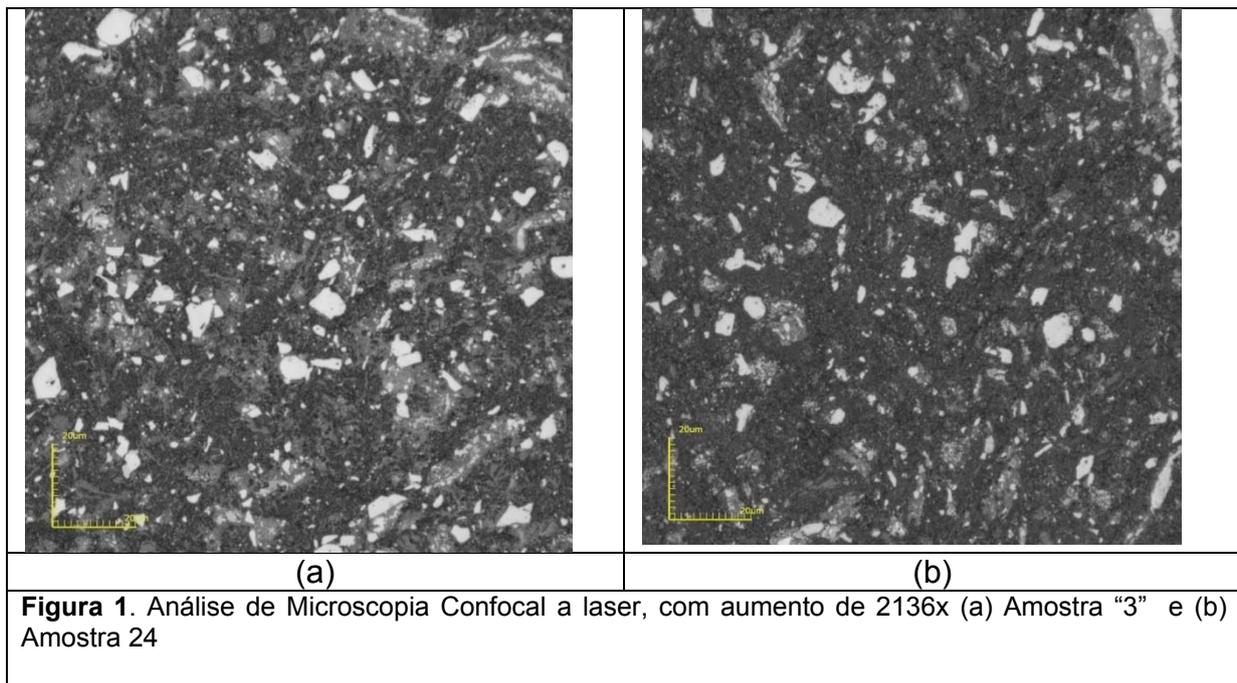
Para a obtenção da mistura de partida, os pós de wBN (70%), TiB_2 (21%) e Al (9%) foram submetidos à moagem de alta energia em moinho de bolas, Spex 8000 mixer, por um período efetivo (excetuando tempo de descanso) de moagem de 2 h. Em seguida, procedeu-se ao processo de preparação da célula de reação, 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 utilizou-se a prensa de 630 toneladas, que antes passou por processo de calibração de pressão e temperatura segundo Vianna, 2004 [8]. Para a produção dos compósitos foi utilizado o sistema cíclico de aplicação dos parâmetros do processo de sinterização, com 3 ciclos cada, com o tempo de cada ciclo de 1 minuto e pressão de 11 e 15 Mpa. Depois de retiradas da célula de reação e limpas, foram preparadas para a caracterização.

A determinação da densidade aparente dos compactos foi realizada pelo método de Arquimedes. Os ensaio de dureza foi realizado no durômetro universal da marca Pantec, modelo RBS, aplicando carga de 19,614N com tempo de indentação de 10 segundos aproximadamente. A microestrutura dos compactos foi observada em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia confocal.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As amostras foram sinterizadas em formato cilíndrico apresentaram diâmetro variando de 4,2 mm a 4,8 mm e altura de 3,8 mm a 4,2 mm. A densidade teórica das amostras é de 3,57 g/cm³ e a densidade aparente média de 3,44 g/cm³, com 6,07% de porosidade aberta. Estes valores demonstram que a sinterização foi efetiva, tendo sido alcançado um nível de densificação média de 96,51%. De acordo com dados reportados na literatura [9,10] estes resultados demonstram que os compactos obtidos exibem boas propriedades físicas e mecânicas.

A figura 1 o aspecto microestrutural das amostras 1 e 2, obtido por microscopia confocal a laser. Pode-se observar, nesta faixa de aumento, a ausência de trincas ou porosidade, demonstrando a efetividade do processo de sinterização cíclica.



Quanto ao teste de dureza Vickers, foi observado que a dureza é maior na região central da amostra do que na periferia. Segundo Rong *et al.* (2002) [6], este já é um comportamento esperado em virtude da presença dos gradientes de temperatura dentro da câmara de compressão. Dessa forma, a variação das propriedades tecnológicas dos compósitos como ferramentas de corte é também afetada pela distribuição heterogênea da temperatura no interior do compósito durante a sinterização.

Na tabela 1 estão apresentados os valores de dureza encontrados nas amostras da região central e periférica do compactado. Em relação ao resultado de dureza a amostra 1 apresentou maiores valores de dureza em relação a amostra 2.

Tabela 1. Valores de dureza utilizando o durômetro universal da marca Pantec, modelo RBS.

Localização	Dureza (GPa) Amostra 1	Dureza (GPa) Amostra 2
Central	25,43	13,39
Periferia	10,88	11,28
Média	17,72	11,26

4 CONCLUSÃO

Pode-se dizer que o processo de sinterização via aplicação cíclica dos parâmetros é eficiente levando em consideração a influência do tempo dos ciclos de sinterização, assim como o efeito da pressão e temperatura de sinterização sobre as propriedades dos compósitos. Os melhores resultados das propriedades foi a amostra 1 sinterizada com uma pressão de 11 Mpa, onde foi observada baixa porosidade e uma boa densidade, que indicaram terem ótimas propriedades os compactos. Apresentou dureza na faixa de 17,7GPa e as micrografias comprovaram a boa aderência dos grãos, inferior a 1 μ m o que demonstra que a mistura de partida realmente alcançou a escala manométrica.

Portanto, os resultados dos experimentos realizados para este trabalho apresentaram amostras com propriedades atraentes e mostraram que a sinterização para produção destes compósitos foi eficiente.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Faperj e ao CNPq pelo suporte financeiro e pela bolsa de iniciação científica.

REFERÊNCIAS

- 1 Junior, J. S., Ramalho, A. M., Bobrovnitchii, G. S. Transformação do nitreto hexagonal de boro em nitreto cúbico de boro com o catalisador magnésio. *Revista Matéria*. 2008; 13(2):258-266.
- 2 Vesprek, S. "The Search for Novel, Superhard Materials". *Journal Vacuum Science Technology*. 1999; A 17 5:2401-2420.
- 3 Hibbs, L. Jr e Wentorf, RH. Borazon e compact diamond tools, *Temp.alta*. Imprensa alta. 1974; 6: 409-413.
- 4 Wentorf, RH. Jr., Rocco, W. A. Método de Conversão Hexagonal BN em cubic BN. *JPN*. 1892; Patente Appl. nº 65392.
- 5 Rong, X. Z., Fukunaga, O. Sinterização de Nitreto cúbico de Boro com adição de alumínio em alta pressão e temperaturas elevadas, em materiais avançados 93,1/B. Ed. M. Homma et al. trans. Elsevier Science BV. *Mater. Res. Soc. Jpn*. 1994; 14(B): 1455-1458.
- 6 Rong, X. Z., Tsurumi, T., Fukunaga, O. and Yano, T. High pressure sintering of cBN-TiN-Al composite for cutting tool application. *Diamond and Related Materials*. 2002; 11(2):280-286.
- 7 Silva, V. S. A., Skury, A. L. D. Obtaining of Nanostructured Composite Material in system cBN-TiB₂. *Anais da SBPMat. IX Brazilian MRS Meeting*. 2010. Ouro Preto-MG.
- 8 Vianna, F. H. Influência do Tratamento termobárico e da célula de reação sobre o processo de síntese catalítica de diamantes no sistema Ni-Mn-C. *Monografia*. 2004. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, Campos dos Goytacazes-RJ.
- 9 Skury ALD, Monteiro CAO, GS Bobrovitchii, Monteiro, S.N., Boron nitride ceramic composite obtained by high pressure and high temperature sintering. *Materials Science Forum*, Vols 727-728, pp. 736-739, 2012
- 10 SN Monteiro, ALD Skury, MG de Azevedo, GS Bobrovnitchii. Cubic boron nitride competing with diamond as a superhard engineering material—an overview 2013. *Journal of Materials Research and Technology* 2 (1), pp. 68-7;