# SINTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS TIB<sub>2</sub>-AIN VIA PLASMA PULSADO APLICADO A FERRAMENTA DE CORTE

# LUIZ ANTÔNIO FONSECA PEÇANHA JÚNIOR

# UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ OUTUBRO – 2014

# SINTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS TIB<sub>2</sub>-AIN VIA PLASMA PULSADO APLICADO A FERRAMENTA DE CORTE

# LUIZ ANTÔNIO FONSECA PEÇANHA JUNIOR

Tese apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para obtenção de título de Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Orientadora: Prof. D.Sc. Ana Lúcia Diegues Skury

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ OUTUBRO – 2014

# SINTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS TIB<sub>2</sub>-AIN VIA PLASMA PULSADO APLICADO A FERRAMENTA DE CORTE

# LUIZ ANTÔNIO FONSECA PEÇANHA JUNIOR

Tese apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção de título de Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Aprovada em 13 de outubro de 2014

Comissão Examinadora:

Prof. Alan Ramalho (D.Sc., Engenharia e Ciência dos Materiais - UENF) – IFF.

Prof<sup>a</sup>. Márcia Giardinieri de Azevedo (D.Sc., Engenharia Química - UFRJ) - UENF.

Prof. Sérgio Neves Monteiro (D.Sc., Engenharia e Ciências dos Materiais – Universidade da Flórida) - IME.

Prof. Ângelus Giuseppe P. da Silva (D.Sc., Ciências Técnicas – Universidade Técnica de Viena) – UENF.

# DEDICATÓRIA

Aos pais, Luiz Antônio Fonseca Peçanha e Maria Conceição Heringer da Silva Fonseca Peçanha, pelo amor dedicado ao longo de toda minha vida. A esposa, Danielle Viana Batista, pelo carinho, compreensão, amor e apoio a mim ofertado desde o início desse trajeto.

Ao meu filho, Davi Batista Peçanha, por todo carinho e amor que não me deixaram desistir.

Aos avós, que na presença ou ausência, nunca deixaram meus pensamentos e sonhos.

Ao mestre e amigo, Alan Ramalho, que compartilhou do seu conhecimento em todos os momentos.

Ao professor Sérgio Neves Monteiro, que foi um mentor ao longo de toda a minha formação profissional.

Ao meu Deus, único e verdadeiro, que nunca me abandonou e até aqui me carregou em seus braços.

## AGRADECIMENTO

A orientadora, Ana Lúcia Diegues Skury, que acreditou na minha capacidade de realizar esta caminhada.

A professora Marcia Giardinieri de Azevedo, que sempre esteve solícita em momentos de dificuldades.

Ao professor Carlos Maurício Fontes Vieira, pela orientação dedicada ao longo da minha graduação e mestrado.

Ao técnico Sílvio Gonçalves Mendes, pela paciência e atenção em todos os momentos que precisei de seus conhecimentos.

Ao técnico Michel Picanço, pela sua dedicação e responsabilidade, mesmo

quando além de suas funções.

A doutoranda Zulmira Alice Soares Guimarães que operou o Microscópio Eletrônico de Varredura e possibilitou imagens de alta qualidade.

A bolsista de iniciação científica Larissa Simão, que desenvolveu suas

atividades com responsabilidade e competência.

A todos os professores do LAMAV, que desde a minha graduação e até este

momento contribuíram para o crescimento da minha vida acadêmica.

A todos os alunos e funcionários do LAMAV que, de alguma forma, contribuíram

para a conclusão desta etapa da minha vida.

# SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS

ÍNDICE DE TABELAS	
ÍNDICE DE SÍMBOLOS	
RESUMO	
ABSTRACT	
CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO II - OBJETIVOS	3
CAPÍTULO III - JUSTIFICATIVAS	4
CAPITULO IV - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
4.1. Materiais Compósitos	5
4.1.1. Classificação dos Compósitos	6
4.1.2. Compósitos Cerâmicos	7
4.2. Nitreto de Alumínio (AIN)	8
4.3. O Diboreto de Titânio (TiB <sub>2</sub> )	11
4.4. Tenacidade à Fratura de Materiais Cerâmicos	13
4.5. Sinterização	14
4.5.1. Mecanismos de Sinterização	15
4.5.2. Força Motriz	16
4.5.3. Sinterização no Estado Sólido	17
4.5.4. Sinterização no Estado Líquido	20
4.5.5. Sinterização – SPS	23
4.5.5.1. Evolução do sistema SPS	24
4.5.5.2. Configuração básica – SPS	25
4.5.5.3. Mecanismo de Sinterização por SPS	26
4.5.5.4. Aplicações do processo SPS	29

4.5.6. Sinterização do TiB <sub>2</sub>	31
4.5.7. Sinterização do AIN	32
4.6. Usinagem	35
4.6.1. Formação de Cavaco	37
4.6.2. Ferramentas de Geometria definida	40
4.6.3. Grandezas Físicas no Processo de Corte	44
4.6.4. Materiais para Ferramentas de Corte	45
4.6.4.1. Aço Rápido	46
4.6.4.2. Metal Duro	47
4.6.4.3. Cermets	49
4.6.4.4. Diamante e Nitreto Cúbico de Boro	51
4.6.4.5. Cerâmica	52
4.6.5. Revestimento para Ferramentas de Corte	54
4.6.6. Desgaste e Avarias das Ferramentas de Corte	56
4.6.6.1. Tipos de Desgaste na Ferramenta de Corte	57
4.6.6.2. Mecanismos de Desgaste	62
4.6.7. Critérios de Fim de Vida para as Ferramentas de Corte	68
4.6.8. Curva de Vida das Ferramentas	70
CAPÍTULO V - METODOLOGIA	73
5.1. Equipamentos e Materiais Utilizados	73
5.1.1. Equipamentos	73
5.1.2. Materiais	74
5.2. Procedimento Experimental	76
5.2.1. Difração de Raio-X (DRX)	76
5.2.2. Preparação metalográfica das amostras sinterizadas	76
5.2.3. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	77
5.2.4. Planejamento Experimental	78
5.2.5. Procedimento de Sinterização	78
5.2.6. Densidade Relativa	81
5.2.7. Dureza dos compósitos	83
5.2.8. Tenacidade à Fratura ( $K_{1c}$ )	84
5.2.9. Microscopia Confocal a Laser	85

5.2.10. Ensaio de Usinagem	85
5.2.11. Mensuração da rugosidade	88
5.2.12. Análise Estatística dos Ensaios de Usinagem	88
CAPÍTULO VI – RESULTADOS E DISCUSSÕES	90
6.1. Aspectos Gerais	90
6.2. Caracterização das Matérias Primas	90
6.3. Caracterização e Propriedades dos Compósitos Sinterizados	94
6.3.1. Preparação metalográfica das amostras	94
6.3.2. Difração de Raio X	95
6.3.3. Microscopia Eletrônica de Varredura	97
6.3.4. Densidade Relativa	101
6.3.5. Dureza	107
6.3.6. Tenacidade à Fratura	109
6.4. Ensaio de Usinagem	111
6.4.1. Porta Ferramenta	112
6.4.2. Ensaios de Usinagem - aço SAE 1045	113
6.4.3. Ensaios de Usinagem - aço SAE 4140	114
6.4.3.1. Curvas de Desgaste	114
6.4.3.2. Análise de Cavaco	121
6.4.3.3. Análise de Desgaste das Ferramentas	124
CAPÍTULO VII - CONCLUSÕES	130
CAPÍTULO VIII - SUGESTÕES	131
CAPÍTULO IX - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	132
CAPÍTULO X - ANEXOS	144

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 4.1. Estrutura Cristalina do Nitreto de Alumínio, similar ao da	40
wurtizita.	10
Figura 4.2. Esquema de uma rede hexagonal de TiB <sub>2</sub> com distribuição de	
átomos de boro e titânio.	11
Figura 4.3. Representação esquemática do ângulo de equilíbrio diedral $\theta$	
entre os contornos dos grãos.	16
Figura 4.4. Formação de pescoços entre particulas no processo de	
sinterização.	17
Figura 4.5. Redução linear durante o processo de sinterização.	19
Figura 4.6. Esquema dos estágios clássicos da sinterização por fase líquida	
envolvendo uma mistura de pós.	21
Figura 4.7. Dissipação de energia em escala microscópica.	24
Figura 4.8. Configuração básica de um sistema SPS.	25
Figura 4.9. Matriz de grafite e pistões posicionados na câmara de vácuo	26
Figura 4.10. Distribuição de temperatura em um componente de	
sinterização SPS.	27
Figura 4.11. Influência da temperatura de sinterização sobre a densidade	
relativa e dureza das cerâmicas TiB <sub>2</sub> sinterizadas.	30
Figura 4.12. Morfologia da fratura de cerâmica TiB <sub>2</sub> sinterizados a	
diferentes temperaturas.	31
Figura 4.13. Propriedades mecânicas de compósitos TiB <sub>2</sub> -AIN.	34
Figura 4.14. Micrografias de trincas resultantes do ensaio de microdureza	
Vickers.	35
Figura 4.15. Classificação dos processos de fabricação.	36
Figura 4.16. Modelo simplificado para formação de cavaco - corte	20
ortogonal.	30
Figura 4.17. Formas de cavaco.	40
Figura 4.18. Cunha de corte da ferramenta.	41
Figura 4.19. Elementos da cunha de corte de uma ferramenta de tornear.	42
Figura 4.20. Ângulos de cunha.	42
Figura 4.21. Formato de pastilhas e suas características.	43
Figura 4.22. Grandezas do processo de usinagem por torneamento.	44

Figura 4.23. Avarias em ferramenta de corte.	57
Figura 4.24. Principais áreas de desgaste de uma ferramenta de corte.	58
Figura 4.25. Parâmetros utilizados para medir os desgastes das	
ferramentas de corte.	59
Figura 4.26. Desgaste de flanco e de cratera.	60
Figura 4.27. Desgaste de entalhe.	61
Figura 4.28. Comportamento do desgaste de uma ferramenta de corte com	
o tempo de corte.	62
Figura 4.29. Diagrama dos mecanismos de desgaste das ferramentas de	
corte em função da temperatura.	63
Figura 4.30. Deformação Plástica devido a Elevadas Temperaturas.	64
Figura 4.31. Aresta postiça de corte.	66
Figura 4.32. Desgaste abrasivo e por adesão em ferramenta de corte.	67
Figura 4.33. Exemplo de "curva de desgaste" obtida para torneamento de	
aço com ferramenta de metal duro.	71
Figura 4.34. Exemplo de curva de vida para usinagem de aço com	
ferramenta de metal duro.	72
Figura 5.1. Matriz cilindra de grafite densificado.	80
Figura 5.2. Pistões de grafite densificado.	80
Figura 5.3. Imagens de uma das amostras sinterizadas.	81
Figura 6.1. Difratograma de raios X para o pó de partida AIN.	91
Figura 6.2. Difratograma de raios X para o pó de partida TiB <sub>2</sub> .	91
Figura 6.3. Microscopia Eletrônica de Varredura para os pós de partida.	92
Figura 6.4. Mapeamento por EDS dos pós de partida.	93
Figura 6.5. Preparação metalográfica da amostra 19AIN.	94
Figura 6.6. Difratograma das amostras sinterizadas com 70% TiB <sub>2</sub> .	95
Figura 6.7. Difratograma das amostras sinterizadas com 70% AIN.	96
Figura 6.8. Microscopia Eletrônica de Varredura após preparação	
metalográfica.	97
Figura 6.9. Morfologia de porosidade para amostras sinterizadas a 1900°C.	100
Figura 6.10. Mapeamento por EDS para amostras sinterizadas a 1700°C.	100
Figura 6.11. Mapeamento por EDS para amostra sinterizada a 1500°C.	101
Figura 6.12. Densidade relativa das amostras em função da temperatura de	
sinterização.	102

Figura 6.13. Curva da temperatura e do displace ao longo da sinterização.	104
Figura 6.14. Imagem topográfica por microscopia confocal.	105
Figura 6.15. Indentação provocada com penetrador de diamante em	
amostra sinterizada a 1900°C e com 70% de AIN.	107
Figura 6.16. Dureza das amostras em função da temperatura de	
sinterização.	108
Figura 6.17. Indentação com penetrador de diamante em amostras	
sinterizadas a 1500°C.	108
Figura 6.18. Tenacidade à fratura das amostras em função da temperatura	
de sinterização.	109
Figura 6.19. Deflexão de trinca nas amostras sinterizadas com 70% de	110
TiB <sub>2</sub> .	110
Figura 6.20. Propagação de trinca intergranular em amostra sinterizada a	
1900°C com 70% de TiB₂.	111
Figura 6.21. Porta ferramenta utilizado nos ensaios de usinagem.	113
Figura 6.22. Curva de desgaste em função do tempo de corte para amostra	
com 70% de AIN e velocidade de corte de 100 m/min.	115
Figura 6.23. Curva de desgaste em função do tempo de corte para amostra	
com 70% de AIN e velocidade de corte de 200 m/min.	116
Figura 6.24. Curva de desgaste em função do tempo de corte para amostra	
com 70% de AIN e velocidade de corte de 300 m/min.	117
Figura 6.25. Curva de vida útil em função do tempo de corte para	110
ferramentas com 70% de AIN.	110
Figura 6.26. Curvas de vida útil em função do comprimento usinado para	
amostra com 70% de AIN.	119
Figura 6.27. Superfícies usinadas utilizando amostra com 70% de TiB <sub>2</sub> .	120
Figura 6.28. Forma do cavaco utilizando ferramenta com 70% de TiB <sub>2</sub> .	122
Figura 6.29. Forma do cavaco utilizando ferramenta com 70% de AIN.	123
Figura 6.30. Aresta de corte antes do processo de usinagem.	125
Figura 6.31. Desgaste das ferramentas com 70% de TiB <sub>2</sub> .	126
Figura 6.32. Desgaste das ferramentas com 70% de AIN.	127
Figura 6.33. Detalhes do desgaste ocorrido na ferramenta com 70% de AIN.	128

# ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 4.1. Classificação dos materiais, quanto ao tamanho, forma e	
distribuição do reforço.	6
Tabela 4.2. Propriedades físicas típicas do diboreto de titânio à temperatura	
ambiente.	12
Tabela 4.3. Influência dos principais parâmetros de corte.	45
Tabela 5.1. Características técnicas do DR. Sistema SINTER LAB Jr.	74
Tabela 5.2. Descrição do AIN fornecido pelo fabricante.	75
Tabela 5.3. Descrição do TiB <sub>2</sub> fornecido pelo fabricante.	75
Tabela 5.4. Descrição das amostras sinterizadas.	79
Tabela 5.5. Densidade da água em função da Temperatura.	82
Tabela 5.6. Parâmetros de corte utilizados nos ensaios.	87
Tabela 5.7. Equações para análise estatística dos ensaios de usinagem.	89
Tabela 6.1. Coeficiente de Variação da curva de desgaste em função do	
tempo de corte para amostra com 70% de AIN e velocidade de corte de 100	
m/min.	115
Tabela 6.2. Coeficiente de Variação da curva de desgaste em função do	
tempo de corte para amostra com 70% de AIN e velocidade de corte de 200	
m/min.	116
Tabela 6.3. Coeficiente de Variação da curva de desgaste em função do	
tempo de corte para amostra com 70% de AIN e velocidade de corte de 300	
m/min.	117

# ÍNDICE DE SÍMBOLOS

θ	[rad]	Ângulo de equilíbrio diedral
Ycg		Energia no contorno do grão
γ <sub>sv</sub>		Energia sólido/vapor na superfície
ΔL		Redução linear
Lo		Comprimento linear
S		Área principal de corte
S`		Área secundária de corte
Aα		Superfície principal de corte
A`α		Superfície secundária de corte
Aγ		Superfície de saída
ар	[mm]	Profundidade de corte
f	[mm/ver]	Avanço
Vc	[mm/min]	Velocidade de corte
KT	[mm]	Profundidade da cratera
KM	[mm]	Afastamento médio da cratera
KB	[mm]	Distância da aresta principal ao final da cratera
KF	[mm]	Largura do lábio no desgaste de cratera
VB	[mm]	Desgaste de flanco médio
$VB_MAX$	[mm]	Desgaste de flanco máximo
SVγ		Deslocamento lateral do gume na direção da face
SVα		Deslocamento lateral do gume na direção do flanco
Q	[mm <sup>3</sup> /m]	Volume desgastado do material mais mole por unidade
		de distância percorrida
Κ	[0 <k<1]< td=""><td>Coeficiente adimensional de desgaste</td></k<1]<>	Coeficiente adimensional de desgaste
W	[N]	Carga normal
Н	[N/m <sup>2</sup> ]	Dureza do corpo mais macio
Т	[minutos]	Tempo de vida
b	[mm]	Comprimento efetivo da aresta de corte
h	[mm]	Espessura de corte
V <sub>60</sub>	[mm/min]	Tempo de corte equivalente a sessenta minutos
$d_{T}$	[g/cm <sup>3</sup> ]	Densidade teórica

d <sub>c</sub>	[g/cm <sup>3</sup> ]	Densidade de um monolítico denso
$d_{TiB2}$	[g/cm <sup>3</sup> ]	Densidade teórica para o diboreto de titânio
d <sub>AIN</sub>	[g/cm <sup>3</sup> ]	Densidade teórica para o nitreto de alumínio
m <sub>c</sub>	[grama]	Massa do monolítico
m <sub>ap</sub>	[grama]	Massa aparente
m <sub>TiB2</sub>	[grama]	Massa do diboreto de titânio na mistura
m <sub>AIN</sub>	[grama]	Massa do nitreto de alumínio na mistura
Rz	[µm]	Altura máxima do perfil de rugosidade
R <sub>a</sub>	[µm]	Desvio aritmético médio de rugosidade
$K_{1C}$	[MPa.m <sup>1/2</sup> ]	Tenacidade à fratura
HV	[HV]	Dureza Vickers
Р	[Kgf]	Carga de impressão
L	[mm]	Somatório dos comprimentos das trincas superficiais
$\sigma_x$		Desvio Padrão
X		Média Aritmética
C.V		Coeficiente de Variação
$X_i$		Valor medido
$F_i$		Frequência Absoluta
n		Número de Medidas

#### RESUMO

No presente trabalho, os experimentos realizados tiveram por objetivo o estudo e desenvolvimento de compósitos á base de nitreto de alumínio (AIN) e diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) para obtenção de substratos destinados a pastilhas de usinagem. Duas composições foram utilizadas para a investigação: amostras com 70% de AIN e amostras com 70% de TiB<sub>2</sub>. Os compósitos, obtidos via Sinterização por Plasma Pulsado (SPS), foram sinterizados em diferentes temperaturas (1500°C, 1600°C, 1700°C, 1800°C e 1900°C), com permanência de 10 minutos na temperatura máxima e pressão constante de 80MPa durante todo o processo. O aquecimento das misturas até atingir a temperatura de sinterização foi realizado a uma taxa de 200°C/minuto. Os consolidados atingiram aproximadamente 10,0 mm de diâmetro e 3,0 mm de altura. As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura, microscopia confocal, microanálise química realizada com espectrômetro de energia dispersa e difração de raios X. As propriedades investigadas a temperatura ambiente foram: dureza Vickers, tenacidade à fratura e determinação da densidade relativa. Os compósitos com melhor relação entre suas propriedades foram submetidos aos testes de usinagem com aço SAE 1045 e SAE 4140 temperado. Foi avaliado o desgaste das ferramentas ao longo do ensaio, o tipo de cavaco produzido e a rugosidade do material usinado. Os resultados mostraram compósitos densificados formados por uma matriz de AIN e plaquetas dispersas de TiB<sub>2</sub>. Amostras com dureza elevada e processos de tenacificação foram registradas ao longo das investigações. Com propriedades atraentes, os compósitos com 70% de AIN apresentaram resultados satisfatórios na usinagem a altas velocidades e sem refrigeração do aço liga temperado.

#### ABSTRACT

In this study, execution of experiments have had as objective the evaluation and development of aluminum nitride (AIN) and titanium diboride (TiB<sub>2</sub>) composites to obtain substrates for machining inserts. Two different compositions were used in this research for investigation: samples with 70% of AIN and others with 70% of TiB<sub>2</sub>. The composites obtained via Spark Plasma Sintering, were sintered at different temperatures (1500°C, 1600°C, 1700°C, 1800°C and 1900°C), and were kept at maximum temperature by 10 minutes at a constant pressure of 80MPa throughout process. The heating of the mixtures until reaching the sintering temperature was performed at a rate of 200°C/minute. These inserts have reached 10 mm diameter and 3 mm height, approximately. The specimens were characterized by Scanning Electron Microscopy (SEM), Confocal Microscopy, Microanalysis through of Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction. Thus, properties as Vickers hardness, fracture toughness and relative density were evaluated at ambient temperature. Afterwards, the composites with the best relation among its properties were subjected to the test of machining with hardened SAE 1045 steel and SAE 4140. The wear of the cutting tools during the process, the type of swarf produced and the rugosity of the machined material were evaluated. As a result, the dense composites formed by a matrix of AIN and dispersive platelets of TiB<sub>2</sub> presented high hardness and toughening process over the experiments. Furthermore, they were ascertained satisfied results, specifically to the insert with 70% of AIN in machining at high speed and without cooling system to the hardened alloy steel.

# **CAPÍTULO I**

# INTRODUÇÃO

No decorrer dos últimos anos a engenharia tem sido desafiada no sentido de atender à crescente demanda de fabricação, deparando-se com a necessidade de usinar materiais altamente resistentes ao corte com excelente acabamento superficial e em curto espaço de tempo. Necessidades que tornam o processo de usinagem ainda mais complexo e reduz a vida útil de suas ferramentas. Neste sentido, as inovações tecnológicas que buscam desenvolver novas ferramentas de corte aplicadas aos processos de transformação mecânica tornaram-se uma área de grande importância dentro da indústria contemporânea.

Os compósitos aparecem como uma alternativa promissora para esta aplicação, uma vez que, estes materiais permitem associar propriedades consideradas distintas e de difícil correlação.

Neste contexto, é de grande importância o estudo de materiais que possuam uma combinação de propriedades satisfatória. O nitreto de alumínio (AIN) é um dos poucos sólidos não metálicos de alta condutividade térmica. Material que já é muito utilizado na indústria microeletrônica como dispositivos ópticos e com o desenvolvimento tecnológico em seu processamento passou a ser estudado para aplicações termomecânicas, principalmente devido à associação de propriedades interessantes, destacando sua resistência mecânica e estabilidade a altas temperaturas.

A combinação de alto ponto de fusão, elevada dureza e coeficiente de expansão térmico relativamente baixo tornam o diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) um importante material para aplicações de alta performance. Entretanto, a densificação do TiB<sub>2</sub> é muito difícil e complexa devido a elevada energia das ligações químicas entre o titânio (Ti) e o boro (B) e baixo coeficiente de difusão. Assim, o transporte de massa para a ocorrência de uma boa densificação é restrito, dificultando significativamente a sinterização.

Compósitos à base de diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) e nitreto de alumínio (AIN) vêm demonstrando propriedades interessantes quando comparados aos seus materiais individuais, um exemplo é a melhor relação entre resistência mecânica e

tenacidade a fratura. Entretanto, a obtenção deste compósito por técnicas convencionais exige temperaturas elevadas e longos tempos de sinterização. Nestas condições, invariavelmente observa-se o crescimento anormal dos grãos que deterioram suas propriedades mecânicas. Como solução para este problema, técnicas alternativas de sinterização estão sendo empregadas na tentativa de reduzir os parâmetros de sinterização destes compósitos.

A Sinterização por plasma pulsado (SPS - Spark plasma sintering) vem obtendo sucesso na consolidação de materiais conhecidos por difícil sinterização. A SPS é uma técnica de consolidação de pós com aplicação simultânea de pressão uniaxial e corrente contínua pulsada através de uma amostra comprimida em matriz de grafite, tornando possíveis sinterizações a temperaturas relativamente baixas em curto espaço de tempo.

No presente trabalho, pela primeira vez, compósitos a base de TiB<sub>2</sub>-AIN foram obtidos via sinterização por plasma pulsado (SPS) com o intuito de avaliar sua aplicabilidade como ferramenta de corte.

# CAPÍTULO II

## **OBJETIVOS**

O objetivo principal deste trabalho foi desenvolver compósitos a base de TiB<sub>2</sub> – AIN aplicados como ferramenta de corte para torneamento de aço SAE 4140 temperado.

Entre os objetivos específicos deste trabalho destaca-se:

 Desenvolvimento de compósitos TiB<sub>2</sub> – AIN com temperatura e pressão relativamente baixos e em curto intervalo de tempo,

- Avaliar a densificação das amostras com 70% de TiB<sub>2</sub> quando comparadas as amostras com 70% de AIN,

- Formação de compósitos com uma estrutura de matriz de nitreto de alumínio e plaquetas dispersas de diboreto de titânio,

 Possibilitar o processo de tenacificação por deflexão e propagação intergranular de trincas com a combinação de TiB<sub>2</sub> e AIN,

 Investigar diferentes temperaturas de sinterização para obtenção de compósitos a base de TiB<sub>2</sub>-AIN densificados,

- Estudar a influência da fração de AIN e TiB2 nas propriedades do sinterizado,

 E avaliar a correlação das características microestruturais do compósito com suas propriedades mecânicas e o seu comportamento quando aplicado à ferramenta de corte.

## CAPÍTULO III

# JUSTIFICATIVAS

O presente trabalho justifica-se uma vez que, dentre os mais relevantes processos de fabricação, a usinagem representa um importante meio de produção. Sendo de grande importância o desenvolvimento de novos materiais para ferramentas de corte que possibilitem operações com alta velocidade de corte em materiais de difícil usinagem.

O grande obstáculo para o desenvolvimento de novas ferramentas está na dificuldade de associar propriedades antagônicas, que são de grande importância para o sucesso das ferramentas. Entre estas propriedades destaca-se dureza a quente e tenacidade à fratura. Compósitos a base de diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) e nitreto de alumínio (AIN) vem demonstrando propriedades interessantes, como por exemplo elevada dureza associada a uma alta tenacidade. Fenômeno possibilitado pelos processos de tenacificação obtidos com a combinação destes dois elementos.

## **CAPÍTULO IV**

# **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### 4.1. Materiais Compósitos

Com o avanço tecnológico os requisitos exigidos aos materiais comuns não atendem a todas as exigências da indústria. Um exemplo é a indústria aeronáutica que busca cada vez mais materiais com baixa densidade, rigidez, resistência à abrasão, tenacidade e ao mesmo tempo em que não sofram corrosão com facilidade. Este cenário levou ao aparecimento dos materiais compósitos, capazes de corresponder às novas demandas industriais (Callister, 2000).

Um material diz-se compósito quando resulta da combinação de dois ou mais materiais dissimilares, cada qual, com propriedades individuais diferentes, devem estar presentes em proporções razoáveis na mistura, ou seja, maior do que 5% e contribuindo para as propriedades finais (Shingley *et al.*, 2005). O compósito consiste em um material multifásico e as fases constituintes devem ser quimicamente diferentes e devem estar separadas por uma interface definida (Callister, 2000).

Os compósitos surgem como um atrativo tecnológico crescente devido à possibilidade de combinação de suas propriedades, seja relacionando materiais metálicos, poliméricos ou cerâmicos, resultando assim em propriedades superiores as dos materiais individuais. A maioria dos compósitos foi criada para melhorar combinações de características mecânicas, incluindo, resistência nas condições ambientes e a altas temperaturas (Callister, 2000). A composição dos materiais é decidida de acordo com a necessidade estrutural e a relativa importância de várias propriedades em sua aplicação especifica (Belot *et al.,* 1992).

Muitos materiais compósitos possuem apenas duas fases: matriz e fase dispersa. A matriz é o constituinte que é contínuo e frequente, mas nem sempre, está presente em maior quantidade no compósito. O segundo é conhecido como fase reforçante ou simplesmente reforço, porque melhora ou reforça as propriedades mecânicas da matriz (Matthews e Rawlings, 1994).

Elevada resistência mecânica específica, até cinco vezes maiores que aquelas dos aços de alta resistência podem ser obtidas. Da mesma forma, podem ser obtidas altas razões de rigidez por peso, até mesmo oito vezes maiores que a dos metais estruturais. Por essa razão esses materiais são de extrema utilidade para aplicações onde o peso é um fator importante (Shingley *et al.*, 2005).

### 4.1.1. Classificação dos Compósitos

Os materiais compósitos podem ser classificados segundo o tipo de matriz, assim, podem ser compósitos de matriz metálica (CMM), compósitos de matriz polimérica (CMP) ou ainda compósitos de matriz cerâmica (CMC) (Callister, 2000).

As propriedades mecânicas destas três classes de materiais diferem consideravelmente entre si. Segundo Matthews e Rawlings (1994), polímeros têm baixa resistência e baixo módulo de elasticidade, cerâmicas são duras e frágeis, e os metais têm módulo e resistência intermediário e boa ductilidade.

Os compósitos podem ainda ser classificados quanto ao tamanho, forma e tipo de reforço utilizado (Tabela 4.1) (Callister, 2000).

Tabela 4.1. Classificação dos materiais, quanto ao tamanho, forma e distribuição do
reforço (adaptado, Callister, 2000).

FORMA	TAMANHO	DISTRIBUIÇÃO
- Fibras imersas em matrizes	- Contínua	- Alinhada
	- Curta	- Aleatória
- Particulados imersos em matrizes	- Indefinido	- Aleatória
- Estrutura laminar	- Indefinido	- Ordenada
		- Aleatória
- Multicomponentes (híbridos)	- Indefinido	- Ordenada
		- Aletatória

As propriedades de um compósito são dependentes das propriedades das fases constituintes, das suas quantidades relativas, da geometria, distribuição e orientação da fase dispersa. Subentende-se por "geometria da fase dispersa" a forma das partículas e o tamanho (Callister, 2000).

Para compósitos reforçados com partículas, a fase particulada geralmente possui maior dureza e rigidez que a matriz. As partículas de reforço tendem a restringir o movimento da fase matriz na interface matriz-partícula. O grau de reforço ou melhoria do comportamento mecânico depende da interação na interface matriz-partícula.

Partículas podem ter uma boa variedade de geometria, mas elas devem possuir aproximadamente a mesma dimensão em todas as direções e ser pequenas e igualmente distribuídas através de toda a matriz. Além disso, a fração de volume das duas fases influencia o comportamento do compósito (Callister, 2000).

Compósitos particulados já vêm sendo utilizado na indústria das ferramentas de corte para processos de usinagem. Pastilhas de metal duro são compósitos de cerâmica-metal, onde um carbeto de alta dureza encontra-se particulado em matriz de metal dúctil. O carbeto é capaz de cortar aço endurecido, mas precisa de resiliência fornecida pela matriz dúctil para impedir a propagação de trincas causadas pelo contato partícula-partícula da fase frágil do carbeto (Shackelford, 2008).

#### 4.1.2. Compósitos Cerâmicos

Os cerâmicos são conhecidos pela sua resistência à oxidação e à deterioração em temperaturas elevadas. Sua maior limitação é a predisposição a uma fratura frágil devido aos baixos valores de tenacidade a fratura, normalmente entre 1 (um) e 5 (cinco) MPa m<sup>1/2</sup>. Os compósitos desses materiais, ao contrário das cerâmicas tradicionais, representam a maior promessa na obtenção de dureza para aplicações estruturais (Callister, 2000).

A tenacidade à fratura, entre outras propriedades, tem sido melhorada de forma significativa com o desenvolvimento de novos compósitos com matriz cerâmica (CMC), que consiste basicamente de uma matriz cerâmica associada a outro material cerâmico. Esta combinação tem a finalidade de impedir ou retardar a propagação das trincas, iniciada na fase matriz, com a presença de uma segunda fase (Callister, 2000).

Esta revolução nos materiais cerâmicos faz com que este material deixe as limitadas aplicações em simples artigos utilizados no dia a dia da sociedade para

aplicações na indústria de ponta, como é o caso da indústria aeronáutica, aeroespacial e dos transportes (Shingley *et al.,* 2005).

### 4.2. Nitreto de Alumínio (AIN)

Devido à alta condutividade térmica e boa dissipação de calor, o nitreto de alumínio é muito utilizado na indústria microeletrônica como dispositivos ópticos. É considerado um material semicondutor com ampla banda de energia (Baldacim *et al.,* 2005). Ligações covalentes de alta energia e baixo coeficiente de difusão dos elementos constituintes tornam difícil obter nitreto de alumínio com alta densificação, no entanto, com o desenvolvimento tecnológico do seu processamento, o AIN passou a ser estudado e desenvolvido para aplicações termomecânicas, principalmente devido à alta resistência mecânica, excelente estabilidade a altas temperaturas, baixa constante dielétrica, baixa densidade (3,26 g.cm<sup>-3</sup>) e um coeficiente de expansão térmico próximo ao silício (4,8 x 10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>) (Baldacim *et al.,* 2005; Xiulan *et al.,* 2010).

Quando puro (livre de impurezas residuais) a condutividade do AIN comparase ao silício, diamante, germânio e outros materiais de alta condutividade térmica (Slack *et al.*, 1986). Entretanto, os valores observados na prática para a condutividade do AIN policristalino é muito menor que os valores estimados para um monocristal (320 Wm<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> para monocristal insento de oxigênio e de 30 a 270 Wm<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> para policristalino sinterizado). A resposta para está questão esta na diferente forma dos fônons, portadores de energia térmica, se propagar em ambas as estruturas, uma vez que, defeitos e impurezas presentes na estrutura da cerâmica policristalina provocam espalhamento dos fônons.

O oxigénio é um contaminante típico do nitreto de alumínio, muitas vezes localizado na superfície dos grãos de AIN na forma de óxido de alumínio (Nakano *et al.,* 2002).

O oxigênio, presente de forma inerente nas superfícies do pó de AIN, entra em solução sólida na rede cristalina, durante a sinterização, substituindo átomos de nitrogênio. Desta forma, lacunas de alumínio são criadas para possibilitar o equilíbrio de carga elétrica no sistema. A maior concentração de lacunas de alumínio na estrutura do AIN aumenta o espalhamento provocado pela interação lacuna-fônon, diminuindo o livre caminho médio dos fônons e, consequentemente, reduzindo a condutividade térmica (Nakano *et al.,* 2002). Como será mencionado posteriormente, aditivos de sinterização de maior afinidade com oxigênio do que o nitreto de alumínio vêm sendo utilizado para aumentar a condutividade térmica desta cerâmica (Xiulan *et al.,* 2010).

A estrutura cristalina do nitreto de alumínio (Figura 4.1) é formada por ânions (N<sup>-3</sup>) e cátions (Al<sup>+3</sup>) ocupando a metade dos sítios tetraédricos, semelhante à wurtizita. Predominantemente covalente, o AIN possui 40% das suas ligações iônicas e 60% de caráter covalente. A dissociação do alumínio e do nitrogênio ocorre acima de 2230°C (Jang e Choi, 1993).

Normalmente o nitreto de alumínio é sintetizado a partir do pó de alumínio metálico ou alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Um exemplo é a redução carbotérmica e nitretação, onde, os pós de alumina e carbono são misturados, em meio aquoso, até obter mistura homogênea. Após mistura o material é seco e tratado termicamente (em torno de 1400°C e 1700°). Em seguida o carbono é removido por processo de calcinação entre 400°C e 800°C. O cuidado com oxidação é fundamental (Gu *et al.*, 2006).

Já a síntese por nitratação direta, utilizando alumínio metálico, ocorre em temperaturas de aproximadamente 1150°C. A moagem, necessária no final deste processo, pode resultar no aumento do teor de oxigênio presente na superfície do pó de partida (Du *et al.,* 2007).

O método de síntese, juntamente com o armazenamento e a rota de processamento cerâmico, influência o teor de gás oxigênio (O<sub>2</sub>) presente na superfície do pó de nitreto de alumínio (Gu *et al.*, 2006).



Figura 4.1. Estrutura Cristalina do Nitreto de Alumínio, similar ao da wurtizita. a) célula unitária. b) ligações químicas entre átomos de alumínio e nitrogênio (Franco e Shanafield, 2005).

O nitreto de alumínio é hidrolisado logo que exposto à umidade do meio ambiente, formando uma camada de hidróxido de alumínio na superfície do pó. Este hidróxido inicialmente apresenta-se na forma de camadas amorfas de AlOOH (bohemita), que se transforma em Al(OH<sub>3</sub>) (bayerita) após longos períodos de exposição à água. Além disso, observa-se a formação de amônia quando em contato com água. As reações durante o processo de hidrólise são (Bowen *et al.*, 1990):

$$AIN + 2H_2O \longrightarrow AIOOH + NH_3$$
 (2.1)

$$NH_3 + H_2O \longrightarrow NH_4 + + OH^-$$
(2.2)

$$AIOOH + H_2O \longrightarrow AI(OH)_3$$
 (2.3)

Estudos recentes investigaram o efeito da temperatura no comportamento de hidrólise do pó de AIN. Eles indicaram que para qualquer temperatura, de ambiente até 90°C, o primeiro produto formado é a fase pseudo-bohemita (AIOOH<sub>amorfa</sub>). Uma vez formada esta fase, uma parte se transforma em bohemita cristalina, enquanto a outra parte reage com água para formar bayerita cristalina (Franco e Shanafield, 2005).

#### 4.3. O Diboreto de Titânio (TiB<sub>2</sub>)

O diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) apresenta estrutura hexagonal, no qual os átomos de boro estão ligados na matriz do titânio por ligações covalentes (Figura 4.2).



Figura 4.2. Esquema de uma rede hexagonal de TiB<sub>2</sub> com distribuição de átomos de boro e titânio (Weimin *et al.*, 1996).

O TiB<sub>2</sub> é sintetizado a partir do tratamento térmico de pós de carbeto de titânio (TiC), óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>), carbeto de boro (B<sub>4</sub>C) e de carbono.

$$2B_4C + 2TiC \longrightarrow 2TiB_2 + B_4C + 3C$$
(2.4)

$$B_4C + 3C + 2TiO_2 \longrightarrow 2TiB_2 + 4CO$$
 (2.5)

A reação de síntese do  $TiB_2$  ocorre no estado sólido sob temperaturas inferiores a 600°C. Este material apresenta relevante condutividade térmica e baixa resistividade elétrica em virtude de alta mobilidade eletrônica em sua estrutura (Kim e Mcmurtry, 1985; Weimin *et al.*, 1996; Baungartner e Steiger, 1984).

Quando obtido pelo processo de redução carbotérmica, o composto  $TiB_2$  também pode ser sintetizado por reação, em alta temperatura, envolvendo  $B_2O_3$ ,  $TiO_2$  e magnésio. Este tipo de reação caracteriza-se por etapas relacionadas à redução de  $B_2O_3$ , obtendo partículas finas e uniformemente distribuídas. Outro método de síntese envolve a reação entre cloretos metálicos e o sódio:

$$TiCl_4 + 2BCl_3 + 10Na \longrightarrow TiB_2 (amorfo) + 10NaCl$$
(2.6)

O TiB<sub>2</sub> é um composto refratário com muitas propriedades atrativas (Tabela 4.2), incluindo dureza excepcional, cerca de 25 a 35 GPa (três vezes maior do que o

aço endurecido), a qual é mantida até alta temperatura. Possui baixa densidade, módulo de Young elevado, boa estabilidade termoquímica e resistência ao desgaste a temperaturas elevadas (Basu *et al.*, 2006; Munro, 2000). Esta combinação de propriedades faz do TiB<sub>2</sub> um candidato para aplicações diversificadas, incluindo: utilização em compósitos reforçados com partículas, refinador de grão, material estrutural para alta temperatura, estruturas, ferramentas de corte, revestimentos resistentes ao desgaste, entre outras (Basu *et al.*, 2006).

Tabela 4.2. Propriedades físicas típicas do diboreto de titânio à temperatura ambiente (Munro, 2000).

Propriedades	Valores
Densidade [g/cm <sup>3</sup> ]	4.48
Ponto de Fusão [°C]	3325 (±25ºC)
Limite de Resistência [MPa]	410-448
Módulo de Elasticidade [GPa]	510-575
Condutividade Térmica [W/mK]*	110
Resistividade Elétrica [µΩcm] <sup>**</sup>	8.5

\* Condutividade Térmica do cobre = 378 W/mK.

\*\* Resistividade elétrica do cobre = 1,78  $\mu\Omega$ cm à 20°C.

Nos últimos anos, a pesquisa com materiais à base de diboreto de titânio tem se direcionado para:

 Proteção balística: a combinação de alta dureza e moderada resistência ao impacto, faz deste composto um material interessante para tais aplicações, mas, dificuldades na sua manipulação em moldes com determinado formato o torna menos atrativo para estes propósitos que outros materiais, como por exemplo, o carbeto de boro;

- Fundição de alumínio: a inércia química e a boa condutividade elétrica do TiB<sub>2</sub> têm levado ao seu uso como cátodos em células para processos *Hall- Heroult* na produção de alumínio;

- Devido à sua alta dureza, considerável resistência mecânica e boa resistência ao desgaste, o diboreto de titânio é um candidato para ser usado como revestimento protetor de ferramentas de corte e disco rígido magnético.

O diboreto de titânio tem propriedades físico-químicas semelhante ao carbeto de titânio (TiC), material base para fabricação dos cermets utilizados em usinagem de alto desempenho. No entanto, muitas das suas propriedades (por exemplo, dureza, condutividade térmica, condutividade eléctrica e resistência à oxidação) são superiores ao TiC (Degrave e Udalov, 2000).

O TiB<sub>2</sub> é mais estável em contato com o ferro puro em comparação com o carbeto de tungstênio (WC) ou o nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>). Este é um importante fator em aplicações de alta temperatura para processos de usinagem (Basu *et al.*, 2006).

### 4.4. Tenacidade à Fratura de Materiais Cerâmicos

A fragilidade, e consequentemente baixa tenacidade à fratura (K<sub>1C</sub>), é a grande limitação dos materiais cerâmicos para aplicações como material de engenharia. Isso leva a falhas catastróficas durante aplicações que demandam resistência ao impacto. Um bom exemplo são as ferramentas de usinagem, que além de requerer resistência ao desgaste, alta dureza, estabilidade termoquímica, entre outras propriedades, também necessitam de tenacidade suficiente para evitar falha por fratura (Machado *et al.*, 2011). Esta realidade pode ser modificada por diferentes processos de tenaficação (aumento da tenacidade) através de controle microestrutural. Modificações microestruturais são capazes de alterar as características de propagação das trincas nas cerâmicas, o que implica no aumento da tenacidade a fratura (Kruzic *et al.*, 2008).

Diferentes mecanismos podem ser utilizados para tenacificação de um material. Ao se tratar de materiais cerâmicos, o método para aumento de tenacidade mais utilizado é a deflexão de trincas. Este mecanismo é caracterizado pela mudança sistemática da direção de propagação da trinca, fazendo com que a tensão aplicada deixe de ser normal à superfície da trinca, reduzindo as tensões na frente de propagação. Com isso, será necessária maior energia para que a trinca alcance tamanho crítico e se torne catastrófica. Uma das formas de tenacificação é a propagação da trinca através das regiões de contorno de grão. A utilização de aditivos de sinterização pode levar à formação de contornos de grãos suficientemente fracos, favorecendo a propagação intergranular da trinca, o que

aumenta a tenacidade principalmente se a microestrutura apresentar grãos alongados (Barsoum, 1997; Kruzic *et al.*, 2008).

Outro mecanismo de tenacificação é o microtrincamento, onde tensões internas geradas por diferença de expansão térmica entre grãos adjacentes levam à formação de microtrincas na região de contorno de grão. A formação de microtrincas na região adjacente à ponta da trinca pode diminuir a energia de deformação nesta região, dificultando a propagação da trinca, consequentemente, aumentando a tenacidade a fratura. Entretanto, tamanho de grão muito acima do valor crítico para microtrincamento pode provocar nucleação excessiva de microtrincas. A coalescência deste excesso de microtrincas leva à formação de macrotrincas, diminuindo significativamente tanto a resistência mecânica como a tenacidade à fratura (Rice *et al.*, 1981).

Um caso típico de tenacificação é a associação do diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) e o nitreto de alumínio (AIN). Como será visto mais à frente, trata-se de dois materiais com baixa tenacidade a fratura e diferentes coeficientes de expansão térmica. Compósitos formados com estas cerâmicas possibilitam maior deflexão de trinca e a formação de microtrincas, consequentemente, melhora a tenacidade (Zhang *et al.*, 2005).

A incorporação de partículas de material dúctil em cerâmicas é outro método de tenacificação. Por exemplo, a incorporação de partículas de molibdênio (Mo) na cerâmica de AIN aumentou a tenacidade à fratura em mais de 100% em comparação com o material sem reforço metálico. A explicação vem da dissipação de energia devido à interação da ponta da trinca com partículas de material dúctil. A deformação das partículas metálicas age como um absorvedor de energia de fratura, passando a ser necessário um maior fluxo de energia para que ocorra falha catastrófica (Khan e Labbe, 1997).

### 4.5. Sinterização

Segundo Kingery *et al.* (1976), "sinterização é um processo termicamente ativado, que consiste na consolidação, ligação e possível densificação e recristalização obtida por tratamentos térmicos de pós, durante ou após a compactação, em temperaturas abaixo do ponto de fusão do componente principal e envolve o transporte de matéria em escala atômica".

A sinterização também pode ser definida como um processo termodinâmico de não-equilíbrio, no qual um sistema de partículas (agregado do pó ou compactado) vem adquirir uma estrutura sólida coerente, através da redução da área superficial específica. Resultando na formação de contorno de grão e crescimento de pescoços de união Inter partículas, devido ao transporte de matéria originado por processos difusionais.

### 4.5.1. Mecanismos de Sinterização

Existem dois mecanismos pelos quais ocorre transporte de material durante a sinterização, o transporte através das superfícies e transporte pelo volume. São consideradas duas classes distintas que podem atuar simultaneamente (Kingery, 1959).

O transporte através das superfícies geralmente envolve o crescimento do pescoço sem a mudança de espaço entre as partículas (não há densificação), pois o fluxo de material origina-se e termina nas superfícies das partículas. A difusão superficial e a evaporação-condensação são os fenômenos que mais contribuem para transporte de material através das superfícies. A difusão superficial predomina na sinterização da maioria dos sólidos covalentes, enquanto a evaporação-condensação de cerâmicas de baixa estabilidade tais como o cloreto de sódio (Kingery, 1959).

O transporte de massa através do volume geralmente produz um encolhimento do compacto alterando os espaços entre as partículas, gerando densificação. Isso ocorre, porque a massa migra do interior das partículas para o pescoço (região de contato), que cresce durante a sinterização, de modo que o ângulo de contato entre as superfícies adjacentes de duas partículas aumente até um tamanho estável, conhecido como ângulo de equilíbrio diedral ( $\theta$ ) (Figura 4.3).



Figura 4.3. Representação esquemática do ângulo de equilíbrio diedral  $\theta$  entre os contornos dos grãos, onde:  $\gamma_{cg}$  = energia no contorno do grão;  $\gamma_{sv}$  = energia sólido/vapor na superfície (Michel, 2000).

Os principais mecanismos de transporte pelo volume são a difusão através do volume e pelo contorno de grão, e, eventualmente, o fluxo viscoso e o escoamento plástico. A difusão através do volume será usualmente restringida pela estrutura de defeitos dos grãos. A difusão pelo contorno de grão é usualmente o mecanismo mais importante para a densificação da maioria dos cerâmicos cristalinos. O fluxo viscoso é importante em sinterização de materiais amorfos e materiais com fase vítrea nos contornos de grão. A contribuição do escoamento plástico normalmente não é muito significativa quando apenas as tensões superficiais são atuantes para induzir a sinterização. No entanto, quando o material é processado em altas pressões as regiões de contato entre partículas podem ser submetidas a altos níveis de tensões, o que pode determinar uma produção significativa de discordâncias. Desta forma, o transporte de massa associado ao movimento dessas discordâncias, pode ser importante no processo de densificação do material (Michel, 2000).

### 4.5.2. Força Motriz

Na sinterização sem fase líquida a força motriz necessária para este fim será o ganho que é obtido, pela diminuição da energia total do sistema de partículas, com a diminuição da área livre total do sistema e a consequente minimização da alta energia associada às interfaces sólido-gás (Kingery *et al.*, 1976). Apesar desse ganho, usualmente quando duas partículas sólidas são postas em contato, o coalescimento não acontece (pelo menos em curtos espaços de tempo), devido à barreira energética imposta pela ausência de mecanismos de transporte de material. Ou seja, existe uma dificuldade de se romper as ligações e transportar átomos para outras regiões. Isto normalmente gera a necessidade de temperatura elevadas para ser observada uma ligação extensiva entre as partículas.

Na sinterização com fase líquida, a presença dessa fase facilita o transporte de material. Além disso, a sinterização ocorrerá pela ação de forças termodinâmicas que atuam para minimizar a energia livre interfacial de um sistema sólido-líquido-vapor (Kwon, 1991).

### 4.5.3. Sinterização no Estado Sólido

O processo de sinterização em estado sólido ocorre em três estágios:

### I. Estágio inicial

Etapa responsável pela formação de pescoços (Figura 4.4) ao longo da região de contato entre as partículas sólidas. Eliminação de interfaces sólido-vapor e criação de área de fronteira de grãos (German, 1994).



Figura 4.4. Formação de pescoços entre partículas no processo de sinterização (Song *et al.*, 2006).

A difusão superficial no estágio inicial, a baixa temperatura, não contribui para densificação, mas contribuirá fortemente para formação de pescoço devido a sua baixa energia de ativação. A difusão por contorno de grão e a difusão por volume serão ativadas em maiores temperaturas (Song *et al.*, 2006).

### II. Estágio Intermediário

Este estágio permanece ativo durante a maior parte do processo de sinterização. É caracterizado por apresentar o arredondamento dos poros, densificação e crescimento de grão (German, 1994). A geometria da sinterização apresenta poros cilíndricos localizados sobre as faces dos grãos.

A densificação no estágio intermediário é acompanhada de difusão por volume e difusão por contorno de grão, eliminando espaço vazio entre as partículas, sendo que os poros localizados sobre os contornos de grãos desaparecem mais rapidamente do que poros isolados (German, 1994).

#### III. Estágio final

Neste estágio, a geometria dos poros varia em função da sua localização: poros situados no interior dos grãos tendem à forma esférica, enquanto os poros situados nas faces e arestas dos grãos tendem à forma lenticular e, finalmente, poros situados nos cantos tendem a forma de tetraedros arredondados (German, 1996).

Os poros isolados podem ser eliminados por um ou mais mecanismos de transporte de matéria, dependendo da sua localização sobre o grão. Se a mobilidade do poro for mais lenta do que a mobilidade do contorno de grão em crescimento, o poro isolado no interior do grão promove uma lenta densificação, porque a eliminação do poro é dominada por sua velocidade de difusão (German, 1996). Por outro lado, se a mobilidade do poro é elevada, o poro pode permanecer unido ao contorno de grão, resultando em rápida densificação, porque os poros serão eliminados por difusão pela rede e/ou pelo contorno de grão. A mobilidade do poro depende de sua curvatura (tamanho e forma do poro) e dos mecanismos de transporte de matéria. (German, 1996).

Embora sejam diferentes em alguns aspectos cinéticos, a redução de porosidade e aumento do tamanho de grão estão muito ligados. Um dos maiores

desafios da sinterização é definir os efeitos opostos que estes parâmetros têm nas propriedades do compósito. Por exemplo, a resistência mecânica e o desgaste geralmente aumentam com a redução de porosidade, mas são adversamente afetadas com o crescimento de grão (Boschi, 1988).

A redução linear e consequente da área superficial total (Figura 4.5), que leva a um encolhimento das peças sinterizadas, pode ser determinada pela diminuição da porosidade (ou densificação) e por crescimento de grãos. Estes efeitos estão estritamente ligados a características químicas e físicas locais, de onde conclui-se que a microestrutura final está diretamente relacionada a uniformidade inicial do compacto. Quando a sinterização não é realizada adequadamente, a contração, inerente à densificação, pode resultar em distorções, trincas e densificação incompleta (Boschi, 1988).



Figura 4.5. Redução linear durante o processo de sinterização (adaptado Callister, 2000).

Os principais fatores que afetam a sinterização em estado sólido são (Barsoum, 2000):

a) **Temperatura:** Uma vez que a difusão é responsável pela sinterização, maior temperatura vai aumentar consideravelmente a cinética de sinterização.

**b) Densidade Verde:** Geralmente existe uma correlação entre a densidade verde (antes da sinterização) e a densidade final, uma vez que, quanto maior a densidade a verde, menor o volume de poros a ser eliminado.
c) Atmosfera: O efeito da atmosfera pode ser crítico para a densificação, em alguns casos a atmosfera pode aumentar a difusividade. Outro ponto considerado importante é a solubilidade do gás no sólido, uma vez que a pressão do gás no interior dos poros aumenta à medida que eles diminuem. É importante escolher um gás que propicie a atmosfera de sinterização que prontamente se dissolva no sólido.

d) Impurezas: As impurezas muitas vezes não são desejadas, mas em muitos casos ocorrem adições de outros materiais para propiciar melhor sinterização, no qual propositalmente é adicionada para obtenção de fase líquida. A presença de impurezas pode formar eutéticos de baixa temperatura, resultando em uma sinterização reativa, mesmo em concentrações muito pequenas.

e) O tamanho das partículas: Uma vez que a força motriz para a densificação é a redução da área de superfície, quanto maior a área de superfície inicial, maior será a força motriz. Em princípio, pensava-se que o uso de partículas muito finas resolveria a questão, mas na prática esta teoria pode levar a aglomeração. Após o aquecimento os aglomerados têm a tendência de sinterizar isoladamente formando partículas maiores. Este fenômeno não só dissipa a força motriz para a densificação, mas também gera grandes poros entre os aglomerado que são posteriormente difíceis de eliminar.

## 4.5.4. Sinterização no Estado Líquido

O termo sinterização via fase líquida é usado para descrever o processo de sinterização, quando cerca de 1 a 20% do volume é líquido. A fase líquida durante a sinterização oferece duas vantagens significativas sobre a sinterização via estado sólido, primeira, é muito mais rápida, segunda, resulta em uma densificação uniforme. A presença de um líquido reduz o atrito entre as partículas, introduzindo forças capilares que resultam na dissolução de bordas e ocorre o rápido rearranjo das partículas sólidas.

O líquido deve formar uma camada fina (filme) ao redor da fase sólida, o que implica em uma completa molhabilidade da fase líquida sobre a sólida. Além disso, o sólido precisa ser solúvel na fase líquida para que se alcance uma completa densificação (German, 1991; Kingery, 1959). A fase líquida pode aumentar a taxa de difusão no sistema e, conseqüentemente, a taxa de sinterização. Este aumento na taxa de sinterização decorre do envolvimento das partículas pela fase líquida e devido à maior velocidade de difusão de espécies atômicas nesta fase. Para tal, a fase líquida deve apresentar elevada molhabilidade e elevada solubilidade das espécies atômicas envolvidas (Barsoum, 2000; Rhodes, 1990).

Se o crescimento do grão for muito rápido, os contornos podem mover-se mais rapidamente que os poros, deixando-os isolados no interior do grão. Como o grão continua a crescer o poro intragranular torna-se mais distante da região do contorno de grão diminuindo a chance de ser eliminado.

A sinterização por fase líquida pode dividir o processo de densificação em três estágios (Figura 4.6): rearranjo, solução – precipitação e coalescência (ou "sinterização no estado sólido") (Kingery, 1959, Barsoum, 1997, German, 1996).



Figura 4.6. Esquema dos estágios clássicos da sinterização por fase líquida envolvendo uma mistura de pós (German, 1996).

### I. Rearranjo

Após a formação de líquido ocorre uma rápida densificação, que é ocasionada pelo rearranjo das partículas sólidas do corpo conformado para uma condição de máximo empacotamento, (Kingery, 1959; German e Farooq, 1988; Johnson e German, 1996).

A densificação por rearranjo acontecerá se a solubilidade do sólido no líquido for elevada, pois o líquido formado penetrará entre os contatos sólidos – sólidos (pescoços) dissolvendo-os e, então, favorecendo o rearranjo das partículas. Porém, em sistemas que apresentam baixa fração volumétrica de líquido ou baixa solubilidade do líquido no sólido, a formação de pescoço durante o aquecimento pode afetar a densificação por rearranjo (German, 1996).

### II. Solução – Reprecipitação

O estágio de solução – reprecipitação, também conhecido como estágio intermediário, depende da solubilidade do sólido no líquido, pois a taxa de densificação depende da taxa de transporte de matéria pelo líquido (German, 1996). Este estágio é caracterizado por densificação, acomodação da forma dos grãos, achatamento de contatos, eliminação de poros e coalescimento de pescoços (German, 1996).

# III. Estágio Final

O processo de solução-reprecipitação no estágio intermediário, continua até o estágio final (German, 1996; Rahaman, 1995).

Controlado pela sinterização sólida, ocorre a solda das partículas sólidas, crescimento de pescoço (e contorno de grão) onde a fase líquida já foi toda consumida. Neste estágio a densificação é lenta, devido à existência do esqueleto sólido. A rigidez do esqueleto sólido inibe rearranjos adicionais, porém o "engrossamento" microestrutural continua através da difusão. Se os poros residuais contiverem gás aprisionado, estes se expandirão , resultando numa expansão do corpo.

A literatura propõe dois mecanismos de eliminação de poros isolados, que são: i) achatamento de contato (Kingery, 1959), e ii) preenchimento de poros. Ambos os mecanismo dependem do crescimento de grão. Porém, existem relatos indicando que o mecanismo de preenchimento de poros é mais rápido do que o de achatamento de contatos. Estes autores indicaram que o crescimento de grão causado apenas por achatamento de contatos é mais lento do que a cinética global de crescimento de grão da sinterização por fase líquida, que leva em consideração os mecanismos de achatamento de contatos, dissolução de grãos finos e difusão no estado sólido. De maneira geral, o mecanismo de preenchimento de poros se baseia na eliminação dos poros em função do crescimento do grão, que promove o deslocamento do líquido para a superfície dos poros. Este efeito causa o molhamento da superfície dos poros pelo líquido, fazendo com que os grãos cresçam em direção ao centro dos poros. Por outro lado, se a fração volumétrica de líquido no compactado é muito baixa, o mecanismo de acomodação de forma dos grãos por achatamento de contato, pode ser um importante mecanismo para promover densificação, durante o estágio final da sinterização assistida por fase líquida (German, 1996; Rahaman,1995).

# 4.5.5. Sinterização – SPS

A Sinterização por plasma pulsado (SPS - Spark plasma sintering), também conhecido como Sinterização por centelha de plasma, é uma técnica de consolidação de pós caracterizada pela aplicação simultânea de pressão uniaxial e corrente contínua pulsada (on-off) através de uma amostra comprimida em matriz de grafite, o que torna possível sinterizações a temperaturas relativamente baixas e em curto espaço de tempo (Groza *et al.*, 2001; Munir *et al.*, 2006). O princípio da transferência de massa utilizado neste processo permite a aplicação de altas taxas de aquecimento e de resfriamento, promovendo elevada densificação com menor crescimento de grãos, mantendo a integridade das propriedades intrínsecas dos pós nos produtos densificados (Munir *et al.*, 2006).

É considerado um método de sinterização rápido em que a potência de aquecimento não é somente distribuída homogeneamente sobre o volume do pó compactado em uma escala macroscópica. A potência do aquecimento também é dissipada exatamente nos locais, em escala microscópica, onde a energia é necessária para o processo de sinterização, ou seja, nos pontos de contato das partículas do pó (Figura 4.7) (Suárez *et al.,* 2013).

Muitos fenômenos físicos promovidos pela corrente contínua pulsada ainda não foram completamente compreendido. Um exemplo é a formação de plasma, proposta por Tokita (1999), que ainda é um ponto em aberto. Mesmo Hulbert *et al.*  (2009) tendo demonstrado experimentalmente a falta de plasma durante o processo, diferentes autores continuam divergentes em relação à presença de plasma durante a sinterização por SPS (Groza *et al.*, 2001).



Figura 4.7. Dissipação de energia em escala microscópica no processo SPS (Suárez *et al.*, 2013).

## 4.5.5.1. Evolução do sistema SPS

A corrente elétrica começou a ser utilizada para auxiliar a sinterização na década de 1930 quando Taylor (1933) incorporou nos Estados Unidos da América a ideia de sinterização resistiva durante prensagem a quente de carbonetos cimentados. No Japão, um processo similar baseado no método de sinterização por pulso de corrente foi pesquisado e patenteado nos anos 60 e é conhecido por sintetização por centelha (spark sintering) (Tokita, 1999). Mas não era posto em grande uso devido campos limitados de aplicação, problemas associados á produção industrial, custo de equipamento e eficiência de sinterização.

A segunda geração foi desenvolvida depois de metade dos anos 80 até finais de 90. Estas unidades, utilizadas inicialmente como material de pesquisa, eram pequenos sistemas experimentais conhecidos como Sinterização por plasma ativado (PAS – Plasma Activated Sintering), com um máximo de pressão de sinterização de cerca de cinco toneladas e geradores de pulso de até 800 mA. No entanto, foi com a estreia da 3° geração deste processo, sinterização por plasma pulsado (SPS), que a técnica ganhou a reputação de novo processo industrial para processamento de materiais compósito (Tokita, 1999). O sistema SPS permitiu a utilização de 100 toneladas de pressão e pulsos de 2.000 a 20.000 mA. O processo

atraiu a atenção entre os engenheiros de produção e pesquisadores de materiais (Tokita, 1999).

No processo de PAS, uma corrente contínua pulsada é normalmente aplicada à temperatura ambiente durante um curto período de tempo, seguido por uma corrente contínua constante aplicada durante o restante do processo de sinterização. No processo SPS, a corrente pulsada é aplicada repetidamente, desde o início até ao fim do ciclo de sinterização (Suárez *et al.,* 2013).

## 4.5.5.2. Configuração básica – SPS

O sistema SPS (Figura 4.8) consiste em uma máquina de sinterização SCP/SPS com um mecanismo de pressurização vertical uniaxial, contendo: eletrodos de pressão especialmente projetados com refrigerador à água incorporado, câmara de vácuo refrigerada à água, mecanismo de controle de atmosfera de vácuo/ar/argônio, gerador especial de energia DC (corrente contínua) para sinterização por pulso, matriz e pistões de grafite. Além de unidades de controle de água de resfriamento, medição de posição dos punções, medição de temperatura, exibição da pressão aplicada e várias unidades de segurança para intertravamento do sistema (Tokita, 1997).



Figura 4.8. Configuração básica de um sistema SPS (adaptado Suárez et al., 2013).

### 4.5.5.3. Mecanismo de Sinterização por SPS

O método SPS é alimentado por corrente contínua pulsante (a periodicidade do pulso varia de 1 ms a 1 segundo), que é utilizado desde o início até o fim do processo de aquecimento. A consolidação dos pós ocorre em duas fases: início da sinterização por um impulso de corrente através da amostra e posterior aquecimento direto da amostra.

O impulso de corrente no equipamento SPS inicia um campo magnético e a interação do campo com a corrente elétrica é acompanhado com compressão radial do pó. Amostras condutoras são aquecidas devido efeito electroresistivo. Nos pós não condutores, o fluxo de calor é a partir da matriz e pistões de grafite por condutividade térmica. Neste caso, a matriz e os pistões (Figura 4.9) são aquecidos devido à sua própria resistência eléctrica. Esta possibilidade torna a técnica de sinterização por plasma pulsado eficiente para materiais condutores e não condutores (Ragulya, 2010).

O aquecimento da mistura pode ser realizado em uma ou mais etapas. A utilização de patamares isotérmicos e diferentes taxas de aquecimento, até atingir a temperatura máxima de sinterização, são aplicáveis de acordo com a necessidade da sinterização e modelo do equipamento (Ragulya, 2010).



(a)

(b)

Figura 4.9. Matriz de grafite e pistões posicionados na câmara de vácuo, onde: (a) Câmara à vácuo de um equipamento SPS com matriz de grafite entre pistões (b) matriz e pistões aquecidos (Ragulya, 2010).

Em uma segunda fase de consolidação, a pressão pode ser alterada, dependendo da substância sinterizada. Neste caso, a pressão inicial é baixa (10-15 MPa) e aumenta gradualmente com o aumento da temperatura. A transferência de calor da matriz para a amostra é muito eficaz, assim a própria matriz contribui como um elemento de aquecimento resistivo. No entanto, gradiente de temperatura aparece quando a taxa de aquecimento é alta (Figura 4.10). Devido a problemas de condutividade elétrica nos pós, a corrente elétrica fornecida durante o processo SPS pode assumir diferentes intensidades, dependendo das características da fonte de alimentação e do pó utilizado. Este fator dificulta a distribuição homogênea da temperatura ao longo da amostra (Suárez *et al.,* 2013).

Normalmente, o SPS utiliza altas taxas de aquecimento (superior a 600°C/min) e mantém curto processo isotérmico para obter amostras com densidade próxima à teórica (o ciclo completo de sinterização pode levar menos de 10 min) e com temperaturas relativamente baixas, em muitos casos, centenas de graus mais baixa do que temperaturas durante a prensagem a quente (Ragulya, 2010).



Figura 4.10. Distribuição de temperatura em um componente de sinterização SPS (adaptado, Suárez *et al.,* 2013).

Segundo Zhaohui *et al.* (2008) o mecanismos de sinterização SPS pode ser proposto como sequência das seguintes etapas:

- 1) ativação e refino do pó;
- 2) formação dos pescoços de sinterização;
- 3) aumento dos pescoços de sinterização e
- 4) densificação por deformação plástica.

As duas primeiras etapas são promovidas pela descarga de centelha entre as partículas, que remove a oxidação (devido ao efeito de queda de voltagem) e aquece a superfície do pó, favorecendo a formação de pescoço pela evaporação, condensação e difusão. Os terceiro e quarto passo são promovidos pela corrente fluindo pelos pescoços que aquecem o material através do efeito Joule. Neste ponto, densificação rápida é promovida e aumentada pela aplicação de pressão (4º passo). No trabalho de Zhaohui *et. al.* (2008), a densificação por deformação plástica é o 4º passo, uma vez que a pressão é aplicada a alta temperatura, quando o pescoço de sinterização já aumentou significativamente.

De acordo com Tokita (1997), quando uma descarga de centelha aparece em um ponto de contato entre as partículas de um material, um estado local de alta temperatura, que pode atingir milhares de graus centígrados, é gerado momentaneamente devido à coluna de descarga elétrica formada. Isto causa a fusão e evaporação na superfície das partículas, "pescoços" são formados em volta da área de contato entre as partículas. O calor é transferido da coluna de descarga elétrica para a superfície da partícula e rapidamente difundido, de modo que a ligação intergranular é rapidamente resfriada (Suárez *et al.,* 2013). O método de energização por pulso causa descargas de centelha uma após outra por entre as partículas. Desta forma, o número de posições onde os pescoços são formados entre as partículas adjacentes aumenta á medida que as descargas são repetidas (Tokita, 1997).

O sistema SPS oferece muitas vantagens em relação aos processos convencionais (sinterização por prensagem a quente ou Hot Press, sinterização por prensagem isostática a quente ou Hot Isostatic Press, fornos atmosféricos, entre outros), incluindo facilidade de operação e controle preciso da energia de sinterização, bem como uma alta velocidade de sinterização, alta reprodutibilidade, segurança e confiabilidade (Tokita, 1999).

Embora semelhante em alguns aspectos ao Hot Press, o processo de SPS é caracterizado pela aplicação da corrente eléctrica através de uma fonte de alimentação, que conduz um aquecimento direto, rápido e eficiente. Como consequência, o tempo de processamento leva somente alguns minutos, dependendo do material, das dimensões da peça, configuração, e capacidade do equipamento. Entretanto, nas técnicas convencionais Hot Press, o recipiente do pó é normalmente aquecido por radiação a partir de fornalha através de elementos de aquecimento externo. Portanto, a amostra é aquecida, como consequência da transferência de calor que ocorre por condução a partir da superfície externa do recipiente para os pós. A taxa de aquecimento resultante é tipicamente lenta e o processo pode durar horas. Além disso, uma grande quantidade de calor é desperdiçada (Suárez *et al., 2*013).

### 4.5.5.4. Aplicações do processo SPS

A mais impressionante vantagem do SPS é a sua aplicabilidade à diferentes tipos de materiais, incluindo cerâmica, condutores, semicondutores, ligas amorfas, compósitos e, às vezes, polímeros. Além dos nanoestruturados, onde a alta velocidade de sinterização deste processo permite vencer a competição entre a densificação e o crescimento de grão, mantendo os grãos nanométricos (Ragulya, 2008).

Os compósitos, como carbeto de boro - alumínio, diboreto de titânio - carbeto de boro e diboreto de háfnio - carbeto de silício são materiais atraentes devido a sua dureza e propriedades refratárias. Infelizmente, as mesmas propriedades que tornam esses materiais atraentes para fins de projeto tornam pouco atraentes por razões de processamento. Especificamente, estes materiais são tradicionalmente muito difíceis de consolidar (Licheri *et al., 2007*). A sinterização de plasma pulsado (SPS) tem demonstrado ser um meio muito eficaz para consolidar esses boretos e carbonetos (Hulbert *et al., 2008*). O SPS utiliza uma série de mecanismos para facilitar a densificação de pós, entre eles: pressão de impacto de ignição, aquecimento por efeito de Joule, fusão e / ou evaporação locais, a ativação da superfície da partícula, eletromigração, entre outros. Além disso, o efeito de descarga de centelha entre as partículas pode facilmente perfurar a película de

óxido sobre a superfície das partículas de cerâmica, favorecendo a sinterização (Omori, 2000; Zhan *et al.,* 2003).

Segundo Tokita (1999), com o processo SCP/SPS uma amostra cerâmica de nitreto de silício com alta densidade pode ser fabricada a uma temperatura muito mais baixa e num tempo de espera mais curto quando comparado com o processo de pressão a quente. Com uma pressão aplicada de 29 MPa, temperatura de sinterização entre 1500 e 1600°C e um tempo de processamento totalizando 12 minutos, composto por 5 minutos de aquecimento e 7 minutos a temperatura constante, um composto sinterizado com uma densidade relativa de 98,7% e rigidez de 18,3 GPa foi obtido.

Zhang *et al.* (2010) fabricou monolíticos de TiB<sub>2</sub> refinados com alta densificação pelo método SPS. A nova técnica possibilitou rápido aquecimento, 150°C/minutos, e sinterização a temperaturas e tempos inferiores às técnicas convencionais. A alta dureza de 29,6  $\pm$  2,5 GPa e elevada densificação (Figura 4.11) em combinação com uma resistência à flexão de 538  $\pm$  45MPa e uma tenacidade à fratura de 5,2  $\pm$  0.4MPa m<sup>1/2</sup> foi alcançado para as cerâmicas TiB<sub>2</sub> monolíticas sinterizados a 1800°C, com uma pressão de 50MPa.



Figura 4.11. Influência da temperatura de sinterização sobre a densidade relativa e dureza das cerâmicas TiB<sub>2</sub> sinterizadas (Zhang *et. al.,* 2010).

A Figura 4.12 apresenta as micrografias de fratura das cerâmicas de TiB<sub>2</sub> sinterizadas a diferentes temperaturas. Poros dilatados podem ser observados na superfície de fratura das cerâmicas sinterizadas a 1500°C. Correspondentemente, a densidade relativa das cerâmicas sinterizadas a esta temperatura é de apenas 78,2 %. A porosidade das cerâmicas diminui com o aumento da temperatura de

sinterização de 1500°C a 1800°C, produzindo um compacto quase totalmente denso a 1800°C (Zhang *et. al.,* 2010).



Figura 4.12. Morfologia da fratura de cerâmica TiB<sub>2</sub> sinterizados a diferentes temperaturas, onde: (a) 1500°C; (b) 1600°C; (c) 1700°C; (d) 1800°C (Zhang *et. al.,* 2010).

# 4.5.6. Sinterização do TiB<sub>2</sub>

Diboreto de titânio policristalino e de alta densidade pode ser produzido por uma variedade de métodos de processamento, incluindo sinterização, prensagem a quente, prensagem isostática a quente, sinterização por microondas, e compactação dinâmica (Munro, 2000). No entanto, a forte ligação covalente dos constituintes resulta em baixas taxas de difusão atômica. Consequentemente, dado também a um alto ponto de fusão (3225°C), a sinterização sem pressão de TiB<sub>2</sub> requer uma temperatura relativamente elevada, acima de 2.000°C e longos tempos de sinterização. Infelizmente, o crescimento dos grãos é também acelerado pela temperatura mais elevada, e a anisotropia da estrutura de grãos hexagonais resulta em tensões internas prejudiciais e no aparecimento espontâneo de microfissuras durante o resfriamento (Mchale, 1994).

O crescimento de grão pode ser limitado e a densificação reforçada pelo uso de auxiliares de sinterização, tais como cromo (Cr), boretos de cromo (CrB<sub>2</sub>), carbono (C), níquel (Ni), boretos de níquel (NiB), e ferro (Fe). Nesses casos, a

fração de massa do auxiliar de sinterização utilizada pode variar de 1% a 10 %, enquanto que a temperatura de sinterização pode ser reduzida para 1700°C a 1800°C com tempos de sinterização na ordem de 1 hora. Prensagem a quente de diboreto de titânio com aditivos de níquel (Ni) tem obtido densificado (99% da densidade relativa) utilizando temperatura tão baixa quanto 1425°C e tempo de sinterização, ainda muito longo, entre 2 e 8 horas (Tennery *et al.*, 1981).

A presença de fases metálicas nas fronteiras dos grãos depois da sinterização não é desejável para cerâmicas rígidas. Muitas tentativas têm sido realizadas para melhorar as propriedades mecânicas e sinterização do TiB<sub>2</sub> adicionando fases secundárias não metálicas. Como exemplo, quando uma pequena quantidade de níquel (Ni) foi adicionada, a sinterabilidade melhorou significativamente pela eliminação da camada de óxido (TiO<sub>2</sub>) que originalmente existe na superfície do TiB<sub>2</sub> (Baik & Becher, 1987). Entretanto, segundo Park *et al.* (1999), o nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) foi mais eficaz na melhoria da sinterabilidade do TiB<sub>2</sub>. Este aditivo eliminou a camada de óxido e a fase secundária formada (SiO<sub>2</sub>) durante a sinterização é não metálica. Além disso, amostras utilizando AIN de aditivo na sinterização do TiB<sub>2</sub>, sinterizadas por prensagem a quente a 1800°C durante 1 h, melhoraram significativamente a sinterabilidade do TiB<sub>2</sub> e, consequentemente, suas propriedades mecânicas (Park *et al.* 1999).

#### 4.5.7. Sinterização do AIN

A sinterização do nitreto de alumínio (AIN) é um processo complexo devido às fortes ligações de caráter covalente AI-N que diminui o coeficiente de difusão de seus respectivos elementos. Geralmente, a cerâmica de AIN com densificação elevada só pode ser preparada à alta temperatura e com longo tempo de sinterização. Isto não só aumenta o custo de produção desta cerâmica, mas também promove crescimento significativo de grãos, o que resulta na deterioração das propriedades mecânicas (Molisani *et al.,* 2006). Estudos já comprovaram que a granulometria do pó de partida influencia diretamente a sinterabilidade do AIN. Sendo que, mesmo utilizando pó fino (<1µm) e de estreita distribuição granulométrica, só é possível promover a densificação do AIN (acima de 90% da

densidade teórica), sem pressão e aditivos, acima de 1900°C e com longos tempos de sinterização (4 - 6 horas) (Park e Choi, 1993).

Segundo Sakai e Iwata (1977), o coeficiente de autodifusão do AIN pode ser aumentado em função do teor de oxigênio presente na superfície do pó de partida. O acréscimo do coeficiente ocorre devido ao aumento de lacunas de alumínio com a presença de oxigênio. Um teor mínimo de 2% em massa de oxigênio permite a densificação de AIN por prensagem a quente a partir de 1800°C. Sendo que, como já mencionado anteriormente, a maior concentração de oxigênio nas superfícies das partículas também causa redução na condutividade térmica da cerâmica.

Outras formas de produzir cerâmicas densificadas de AIN é a implementação de novas técnicas de sinterização e a utilização de multiaditivos. A fim de reduzir a temperatura de sinterização e melhorar a condutividade térmica da cerâmica de nitreto de alumínio, terras-raras e/ou óxidos alcalino-terroso são frequentemente utilizados como aditivos de sinterização na fabricação desta cerâmica. Estes aditivos de sinterização desempenham um duplo papel. Um é para ajudar a formação de fase líquida que promove a densificação por processo de sinterização de fase líquida. A outra é para melhorar a condutividade térmica, diminuindo as impurezas de oxigênio na estrutura do nitreto de alumínio (Xiulan *et al.,* 2010).

Entre estes aditivos de sinterização, óxido ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), oxido de samário (Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e fluoreto de cálcio (CaF<sub>2</sub>) têm demonstrado ser eficazes na sinterização de cerâmicas de nitreto de alumínio (AIN). Mas a alta temperatura de sinterização (> 1800° C) e longo tempo de sinterização (4-6 h), durante o processo de sinterização convencional, ainda são necessários para fabricar cerâmica de nitreto de alumínio densas, mesmo com aditivo de sinterização. E ainda, o alto preço de muitos aditivos torna inviável sua aplicação a nível industrial (Xiulan *et al.*, 2010).

A técnica SPS de sinterização, que permite que o pó de cerâmica seja totalmente densificado a temperaturas relativamente baixas e num curto espaço de tempo, vem obtendo sucesso na sinterização de AIN com aditivos. Cerâmica densa de AIN foi obtida dopando amostras com 3% em peso de Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> e sinterizando à 1600°C durante 5 min (Xiulan *et al.*, 2010). Além disso, Li *et al.* (2006) relataram que nitreto de alumínio dopado com 3% em peso de Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> poderia ser densificada, até densidade total, a 1750°C por técnica de SPS.

Zhang *et al.* (2005) estudou o comportamento da cerâmica AIN quando sinterizada via SPS utilizando como aditivos diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) e óxido ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Amostras foram sinterizadas a 1600°C e com pressão de 30MPa. A fração de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foi mantida constante (6% em peso) para todas as amostras, já a porcentagens de TiB<sub>2</sub> sofreu variação (entre zero e 50% em peso). Os resultados indicam melhoras nas propriedades mecânica dos compósitos com adição de TiB<sub>2</sub> (Figura 4.13).



Figura 4.13. Propriedades mecânicas de compósitos TiB<sub>2</sub>-AIN, onde: (a) Dureza Vickers; (b) Tenacidade a fratura (Zhang *et al.*, 2005).

Segundo Zhang *et al.* (2005), a melhora no comportamento mecânico do AIN pode ser justificada devido à maior deflexão de trincas com a adição de TiB<sub>2</sub>. A Figura 4.14 mostra a forma de propagação de trincas nas superfícies polidas de monolítico de AIN e compósitos AIN-TiB<sub>2</sub>. Uma comparação entre as três figuras revela que ambos apresentam um desvio de trinca durante a propagação da mesma. No entanto, o grau de deflexão não é o mesmo. Em monolítico de AIN, embora as trincas se propaguem principalmente ao longo do limite de grãos de nitreto de alumínio (Fig. 4.14a), fissuras através dos grãos de nitreto de alumínio são encontrados. Já em compósitos de AIN- TiB<sub>2</sub>, as trincas propagam-se preferencialmente ao longo do contorno de grão do TiB<sub>2</sub> e a deflexão de trinca dos compósitos é mais significativa do que a de monolítico AIN.



Figura 4.14. Micrografias de trincas resultantes do ensaio de microdureza Vickers. (a) 0%, (b) 20% e (c) 40% em peso de TiB<sub>2</sub> (Zhang *et al.*, 2005).

As possíveis razões responsáveis pelo comportamento de propagação das trincas pode resultar da incompatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica do AIN (4,4 x  $10^{-6}$  K<sup>-1</sup>) e do TiB<sub>2</sub> (7,4 x  $10^{-6}$  K<sup>-1</sup>). Em primeiro lugar, mudança de tensão residual através da interface, a partir de compressão na matriz do nitreto de alumínio, pode causar uma fraca ligação de interface entre o TiB<sub>2</sub> e grãos de AIN. Em segundo lugar, um grande esforço de compressão residual devido à incompatibilidade de expansão térmica cria uma elevada resistência à propagação de fendas na região da matriz (Zhang *et al.*, 2005).

### 4.6. Usinagem

Usinagem é um termo utilizado para processos de fabricação por geração de superfícies através da retirada de material, conferindo dimensão e forma à peça. Segundo Ferraresi (1970), usinagem pode ser definida como operações que ao produzir forma, dimensões ou acabamento, ou qualquer combinação destes três itens, produzem cavaco.

A usinagem é reconhecidamente o processo de fabricação mais popular do mundo, transformando em cavaco cerca de 10% de toda a produção de metais, além de empregar dezenas de milhões de pessoas (Trent e Wright, 2000). Trata-se de um processo consideravelmente imprevisível, com o paradoxo de ser complexo e simples ao mesmo tempo. Complexo devido às dificuldades para determinar condições ideais de corte, principalmente pelo grande número de variáveis envolvidas. Simples porque, uma vez determinadas essas condições o cavaco se forma corretamente, dispensando intervenções do operador (Machado *et al.*, 2011).

As operações de usinagem dividem-se em processos de usinagem convencional e não convencional (Figura 4.15). Dentre os processos de usinagem convencionais o torneamento, a furação e o fresamento recebem destaque.

As operações convencionais de usinagem podem ser executadas com ferramentas de geometria definida (remoção de material por deformação plástica) ou com ferramentas sem geometria definida (remoção de material por abrasão). Quando o processo utiliza ferramenta de geometria definida, suas operações podem ser agrupadas em desbaste e acabamento superficial. No desbaste, a principal preocupação é garantir elevada taxa de remoção de material. Já no acabamento, a prioridade é a qualidade final do material desbastado (Machado *et al.*, 2011).



Figura 4.15. Classificação dos processos de fabricação (adaptado, Machado *et al.*, 2011).

O torneamento é um processo de corte, no qual a peça, em geral, executa o movimento rotativo em torno do eixo principal da máquina; e a ferramenta se desloca simultaneamente segundo uma trajetória coplanar. O corte no torneamento inicia-se quando a ferramenta penetra na peça, fazendo com que uma pequena porção do material seja deformada elástica e plasticamente, aumentando as tensões até que ocorra o cisalhamento do material e este escoe sobre a superfície da face da ferramenta, formando o cavaco. (Trent e Wright, 2000).

Este processo é um dos mais utilizados dentro da indústria, por ser de fácil operação e economicamente viável, apresentando expressiva participação na fabricação de peças usinadas (Machado *et al.*, 2011). Com torneamento é possível realizar:

- torneamento longitudinal;

- faceamento;

- torneamento de perfis;

- torneamento de roscas;

- torneamento de geração; e

- torneamento de forma.

A operação de usinagem no presente trabalho foi realizada em um torno de comando numérico computadorizado (CNC). Uma operação convencional utilizando ferramenta de geometria definida.

## 4.6.1. Formação de Cavaco

O estudo científico da formação de cavaco é a base para o entendimento de todos os processo de usinagem. Esse estudo tem contribuído para avanços no processo de usinagem, permitindo o desenvolvimento de ferramentas com aresta de corte e quebra cavacos mais eficientes, permitindo a usinagem de diferentes tipos de materiais em alta velocidade. O processo pode ser dividido em quatro etapas (Machado *et al.*, 2011):

 Recalque Inicial: a cunha cortante da ferramenta penetra em uma pequena porção do material. Uma pequena fração do material é pressionada contra a superfície de saída da ferramenta.  Deformação e ruptura: o material pressionado sofre primeiramente deformação elástica e em seguida deformação plástica, que aumenta até provocar ruptura.
Dependendo da natureza dúctil ou frágil do material a ruptura irá ocorrer por uma combinação de tensões cisalhantes, compressivas e trativas.

- Deslizamento das lamelas: à medida que a ferramenta avança haverá ruptura parcial ou completa na região de cisalhamento. A ruptura é determinada pela formação e propagação de trincas na região de deformação. A formação de cavaco contínuo ou descontínuo dependerá das propriedades do material e de parâmetros de corte (principalmente avanço e velocidade).

- Saída de cavaco: o cavaco, porção de material deformado e rompido, desliza sobre a superfície de saída da ferramenta, devido o movimento relativo entre a ferramenta e a peça.

Os primeiros estudos científicos para formação de cavaco utilizaram de simplificações. O "corte ortogonal" (Figura 4.16) foi o primeiro modelo de plano simplificado. Nesta simplificação, a aresta de corte é uma reta normal à direção de corte e à direção de avanço, de maneira que a formação de cavaco ocorre em um plano normal à aresta de corte (plano de trabalho) (Boothroyd, 1981).



Figura 4.16. Modelo simplificado para formação de cavaco – corte ortogonal (Machado *et al.*, 2011).

A formação de cavaco inicia-se com o volume *klmn* sendo deformado elasticamente à medida que se aproxima da aresta de corte. Próxima à aresta de corte, o volume sofre escoamento e deformações plásticas na zona de cisalhamento primária, com o aumento das tensões o material chega à ruptura. A ruptura tem início em "**O**" e se propaga pelo plano "**OD**" (Boothroyd, 1981). Dependendo das características do material usinado, a trinca pode assumir diferentes tamanhos. Trincas longas formam cavacos curtos e descontínuos, já trincas menores, geram cavacos contínuos.

Independente da extensão da trinca, o volume *klmn* passa pelo plano de cisalhamento e é transformado no volume *pqrs*. Quando o novo volume atinge a superfície de saída da ferramenta torna-se parte do cavaco.

O cavaco é basicamente classificado em três tipos: Contínuo, parcialmente contínuo e descontínuo.

O cavaco contínuo caracteriza-se pelo grande comprimento, são formados na usinagem de material dúctil (como por exemplo, aço baixa liga, alumínio e cobre). A trinca que surge no momento da ruptura não se propaga muito ou rapidamente, assim o cavaco não é interrompido. Este fenômeno ocorre devido ao equilíbrio entre a tensão normal e a de cisalhamento, responsável pela abertura da trinca, no plano de cisalhamento. O aumento da velocidade de corte favorece a formação de cavaco contínuo, uma vez que, aumenta o calor produzido no contato ferramenta/material, e como consequência, os materiais se tornam mais dúcteis (Doyle, 1979).

O cavaco contínuo é responsável pela perda de qualidade na superfície usinada, travamento de maquinário e, até mesmo, causa de acidentes. Algumas ferramentas possuem "quebra cavaco" na superfície de saída para evitar a formação deste tipo de cavaco. Entretanto, este é um assunto controverso, uma vez que, autores, como Stemmer (2005), defendem que, o acabamento superficial, a durabilidade da ferramenta e a energia consumida podem ser otimizados com o cavaco contínuo.

O cavaco parcialmente contínuo, também conhecido como cavaco de cisalhamento, ocorre quando a trinca provoca a ruptura completa do cavaco, que, em seguida, é soldado devido a altas temperaturas atingidas no processo de usinagem. Apesar de sua continuidade ele perde a uniformidade encontrada no cavaco contínuo (Doyle, 1979).

Outra forma de cavaco é o descontínuo, muito comum na usinagem de matérias frágeis, como ferro fundido cinzento, por não suportarem grandes deformações antes de romper. Alguns parâmetros de usinagem (baixa velocidade de corte, grandes avanços e pequeno ângulo de saída) podem provocar cavaco descontínuo em materiais de maior ductilidade (Doyle, 1979).

Os três cavacos citados acima podem ser subdivididos em outras definições (Figura 4.17). O cavaco contínuo, por exemplo, pode ter formas de fitas, emaranhados e hélices. Enquanto que os cavacos mais curtos, como o parcialmente contínuo, podem ter formas virgulas e espirais. Já o cavaco descontínuo, costuma ter menor variação de forma (Machado e da Silva, 1999).



Figura 4.17. Formas de cavaco (adaptado Sandvik Coromant, 2014).

Segundo Ferraresi (1970), a forma mais conveniente é geralmente a helicoidal, sendo o cavaco em lascas preferido em casos onde o cavaco deve ser removido pelo flúido de corte ou quando há pouco espaço disponível para o cavaco. O cavaco em fita é mais problemático, pode gerar acidentes e ocupar muito espaço.

Não esquecendo que a geometria da ferramenta, o seu material, velocidade de corte, profundidade de corte e avanço são importantes variáveis para determinação do tipo de cavaco (Milovik, 1983).

## 4.6.2. Ferramentas de Geometria definida

As características de saída do cavaco, força de corte, desgaste da ferramenta, qualidade da superfície, entre outras, são diretamente influenciadas pela geometria da ferramenta de corte. Isto significa que se deve conhecer a

definição de uma ferramenta de corte, suas partes, ângulos, tipos de materiais para sua fabricação, com o objetivo de obter um resultado satisfatório durante a usinagem. A norma ISO 3002-1 (2013) define os termos empregados nos sistemas de referências e nos ângulos da parte de corte das ferramentas válidos para todos os processos de usinagem.

Cada geometria de pastilha é desenvolvida para abranger uma área de aplicação composta por faixas de avanço e profundidade de corte recomendada (Sandvik Coromant, 2014).

A geometria de uma ferramenta é definida utilizando diferentes planos, ângulos, superfícies, arestas e movimentos. Este trabalho se restringe a revisar os principais elementos que definem a geometria de uma ferramenta e sua influência no processo de torneamento.

A superfície de saída é a superfície da cunha de corte sobre a qual o cavaco se move. Já a superfície de folga entende-se a superfície que determina a folga entre a ferramenta e a superfície em usinagem principal, formando entre ambos o ângulo de folga. A cunha é formada pelas superfícies de saída e de folga. Por meio de movimento relativo peça-ferramenta e a ação da cunha de corte formam-se os cavacos. A interseção das superfícies de saída e de folga define a aresta de corte ou de cunha. Nesta aresta ocorre a interface ferramenta-peça (Machado *et al.*, 2011). A figura 4.18 ilustra estes elementos.



Figura 4.18. Cunha de corte da ferramenta (Machado et al., 2011).

A aresta de corte e a superfície de folga são distinguidas como primárias e secundárias, de acordo com a figura 4.19. (Machado *et al.*, 2011).



Figura 4.19. Elementos da cunha de corte de uma ferramenta de tornear (Machado *et al.*, 2011).

Característica de grande importância na pastilha é seu ângulo de cunha. Uma pastilha negativa possui um ângulo de cunha de 90° (graus) e a positiva um ângulo menor que 90° (Figura 4.20). A pastilha negativa precisa ser inclinada no porta-ferramenta, de forma a promover um ângulo de folga tangencial à peça, já a pastilha positiva possui seu próprio ângulo de folga. A pastilha positiva, que proporciona baixas forças de corte, é a primeira escolha para torneamento interno e externo de peças delgadas. Já as pastilhas negativas, com alta resistência de aresta, são ideais para condições de corte pesado (Sandvik Coromant, 2014).



Figura 4.20. Ângulos de cunha, onde: (a) pastilha positiva com ângulo de folga de 7°; (b) pastilha negativa sem ângulo de folga (adaptado Sandvik Coromant, 2014).

Outro fator a ser considerado é o formato da pastilha (Figura 4.21) que deve ser selecionado em função da operação a ser realizada, material usinado e parâmetros de corte. O maior ângulo de ponta possível deve ser selecionado para propiciar resistência e confiabilidade à pastilha, porém requer maior potência da máquina e tem maior tendência à vibração. Um ângulo de ponta pequeno é mais fraco e tem menor contato da aresta de corte, o que pode tornar a pastilha mais sensível aos efeitos térmicos, entretanto proporciona menor vibração e menores forças de corte.



Figura 4.21. Formato de pastilhas e suas características (adaptado Sandvik Coromant, 2014).

O raio de ponta da pastilha também é um fator importante nas operações de torneamento. A seleção dos raios de ponta depende da profundidade de corte e avanço utilizado, influenciando diretamente o acabamento superficial e a resistência da pastilha. O raio de ponta também afeta a formação de cavacos. Geralmente, a quebra de cavacos melhora reduzindo o raio. Raio menor é ideal para profundidades de corte pequenas, reduz a vibração e produz menores resistências à pastilha. Raio de ponta maior, com sua aresta robusta, abrange faixas de avanço pesadas e permite grandes profundidades de corte (Sandvik Coromant, 2014).

O ângulo de ponta ou quina é responsável pelo direcionamento do cavaco, pode variar de 35° até 100°, além das pastilhas redondas. Entre estes extremos estão formatos quadrados, triangulares e romboidais, com diferentes ângulos de ponta (Sandvik Coromant, 2014).

As amostras sinterizadas neste trabalho são do tipo redonda, negativa e com 10mm (dez milímetros) de diâmetro.

### 4.6.3. Grandezas Físicas no Processo de Corte

Para obter a superfície desejada durante o processo de usinagem é necessário um movimento relativo apropriado entre a peça e a ferramenta de usinagem. Neste sentido se destaca a velocidade de corte, profundidade, e avanço.

Profundidade de corte (ap) é a penetração da ferramenta em relação à peça em mm. O avanço (f) é o percurso realizado em cada volta pela ferramenta em mm/rotação (mm/rot). O comprimento efetivo da aresta de corte (b) é a largura calculada da secção transversal de corte, em mm, que efetivamente realiza o corte. A velocidade de corte (Vc) é a velocidade instantânea do ponto de referência da aresta de corte em m/min, segundo a direção e sentido do corte. A espessura de corte (h) é a espessura calculada da seção transversal de corte em mm (Figura 4.22) (Silva, 2012).





Os principais parâmetros de usinagem (velocidade, avanço e profundidade de corte) têm diferentes efeitos na vida útil da ferramenta. Para aumentar esta vida útil é necessário a otimização da profundidade de corte (reduz número de cortes) e do avanço (diminui tempo de corte) e redução da velocidade de corte (menor geração de calor). Sendo que, profundidade de corte e avanço tem efeitos moderados na vida útil da ferramenta, já a velocidade de corte possui maior influência. A tabela 4.3 mostra os efeitos gerados quando os parâmetros não são os adequados (Sandvik Coromant, 2014).

	(+)	(-)
Velocidade de Corte	Rápido desgaste de flanco	A aresta fica cega
	Acabamento insatisfatório	Não é econômico
	Craterização rápida	Acabamento superficial
	Deformação plástica	IIISatisfatorio
Avanço	Acabamento superficial	Cavacos em forma de fita
	Craterização/deformação plástica	Rápido desgaste de flanco
		Não é econômico
	Alto consumo de potência	
	Solda de cavacos	
Profundidade	Alto consumo de potência	Fricção quando em
	Quebra da pastilha	
Maiores forças de cor	Maiores forças de corte	Nao e economico

Tabela 4.3. Influência dos principais parâmetros de corte (adaptado, Sandvik Coromant, 2014).

# 4.6.4. Materiais para Ferramentas de Corte

O processo de usinagem baseia-se na remoção de material, utilizando como ferramenta um material mais duro e mecanicamente mais resistente que a peça. Neste contesto, o material da ferramenta de corte é de grande importância no processo de usinagem. As pesquisas na área de materiais para ferramentas de corte buscam continuamente descobrir novos materiais e melhorar as características dos já existentes. Estas características são físicas, mecânicas e geométricas, como: elevada dureza a frio e a quente, tenacidade e resistência ao desgaste. Sendo que, propriedades, como dureza e tenacidade, são definitivamente antagônicas, dificultando o desenvolvimento de materiais para ferramentas de corte (Abele e Dorr, 2002).

Atualmente, a busca por ferramentas com maior dureza e maior resistência ao desgaste está ligada à necessidade de velocidades de corte cada vez maiores para atender o aumento de produtividade (Abele e Dorr, 2002). Além disto, o surgimento de novas ligas, com propriedades mecânicas e dureza cada vez maior contribui para a necessidade constante de materiais novos para ferramentas mais resistentes em operações de usinagem.

Segundo Diniz *et al.* (2008), alguns fatores devem ser ponderados na escolha do material para ferramenta:

- material a ser usinado;

- processo de usinagem;
- condição da máquina-ferramenta;
- forma e dimensões da ferramenta;
- custo do material da ferramenta; e
- condições da operação.

Podem-se encontrar hoje no mercado alguns materiais para ferramentas como diamante, cBN, cerâmica, cermet, metal duro e aço rápido com invejáveis características de tenacidade e dureza. Isto foi possível graças à produção de ferramentas com diferentes composições químicas, tamanho de grãos finos e total controle do processo de fabricação e tratamento térmico, o que lhes confere um grau de dureza e qualidade excepcional (Diniz *et al.*, 2008).

#### 4.6.4.1. Aço Rápido

A ferramenta de aço rápido é um aço de alta liga com microestrutura martensítica e inclusões de carbonetos. Os principais elementos de liga dos aços rápidos são: Carbono, Tungstênio, Molibdênio, Vanádio, Nióbio, Cromo e Cobalto. Elementos que tem como principais funções garantir elevada dureza a quente, resistência ao desgaste, menor oxidação, e ainda, reduzir o crescimento de grão (Chiaverini, 1990).

Desenvolvido por Taylor e White, no final do século XIX, o aço rápido foi o responsável pelo primeiro grande salto tecnológico na história da usinagem.

Receberam esse nome pelo fato de proporcionarem maiores velocidades de corte, que antes eram executadas por ferramentas em aço carbono e aço liga. As velocidades de corte puderam ser aumentadas cerca de 10 vezes, passando de 3 a

5 m/min com as ferramentas de aço carbono, para 30 a 35 m/min com as de aço rápido. Hoje, comparando com os materiais de ferramenta mais atuais, estes valores são relativamente baixos. Entretanto, os aços rápidos ainda são largamente utilizados principalmente em brocas, fresas de topo, brochas e outros (Machado *et al.*, 2011).

Os aços rápidos sinterizados são fabricados pelo processo de metalurgia do pó, que tem a vantagem de possibilitar partículas de carbonetos muito menores e mais dispersas na matriz, além de possibilitar a incorporação de um número maior de elementos de liga (Machado *et al.*, 2011).

A introdução do processo de deposição física de vapor (PVD) na década de 80 possibilitou o desenvolvimento de aços rápidos revestidos. O processo CVD (*Chemical vapour deposition*), desenvolvido na década de 60 para revestimento de ferramentas de corte, não podia ser aplicado para as ferramentas de aço rápido, por ser realizado em temperaturas na ordem de 1000°C, acima da temperatura de revenimento dos aços. Já o processo PVD é realizado com temperaturas próximas a 500°C viabilizando a aplicação de coberturas em ferramentas de aço rápido. Estes revestimentos proporcionaram à ferramenta boa tenacidade no núcleo e alta resistência ao desgaste na superfície (Teles, 2007). Revestimentos tradicionais utilizam nitreto de titânio (TiN) e o carbonitreto de titânio (TiCN) (Diniz *et al.*, 2008). A desvantagem do revestimento do aço rápido é que após a ocorrência do desgaste o operador, ao reafiar a aresta de corte, efetua a remoção da camada de revestimento, o que resulta numa nova aresta de corte com propriedades diferentes da ferramenta original (Teles, 2007).

#### 4.6.4.2. Metal Duro

O metal-duro é um produto obtido por meio da metalurgia do pó, constituído por partículas duras (carbonetos) e um ligante sinterizado, o que proporciona uma excelente combinação de resistência ao desgaste, resistência mecânica e tenacidade. A função do ligante é proporcionar a ligação dos carbonetos frágeis, aumentar a resistência à ruptura e reduzir o modulo de elasticidade, consequentemente, reduz a fragilidade e aumenta tenacidade. Já os carbonetos fornecem a alta dureza a quente, resistência ao desgaste e à compressão (Machado *et. al.*, 2011; Diniz *et al.*, 2008).

O desenvolvimento das ferramentas de corte com metal duro possibilitou o segundo grande impulso na área da usinagem, sendo o primeiro realizado com o advento do aço rápido. Com o metal duro as velocidades saltam de 35 m/min para 250 m/min a 300 m/min. A descoberta dessa nova classe ocorreu na Alemanha por volta de 1920, quando Schroter conseguiu produzir em laboratório o carboneto de tungstênio (WC) em pó pela primeira vez (Machado *et. al.*, 2011).

A mistura de WC e cobalto (Co) é considerada um dos mais revolucionários grupos de materiais para ferramenta de corte. As excelentes propriedades de dureza e resistência ao desgaste desse material garantiram o codinome de *widia* (que origina do alemão e quer dizer "como o diamante"), uma referencia à suposta semelhança com as propriedades do diamante (Diniz *et al.*, 2008).

O metal duro é atualmente o principal material para ferramenta de corte, responsável por aproximadamente 45% das ferramentas (Iscar Ltd., 2001). Este material predominou nos últimos dez anos devido à evolução de suas classes que podem suportar o calor e a abrasão do corte a altas temperaturas e a usinagem de materiais difíceis. As ferramentas de corte tornaram-se mais robustas e precisas, melhorando a resistência ao desgaste, tenacidade e dureza a quente através de quatro avanços tecnológicos:

- diminuição do tamanho de grão,

- melhores ligantes,

- gradientes de concentração de cobalto,

- grande evolução dos tipos de revestimento.

Gradientes de concentração de cobalto melhoram a tenacidade superficial sem sacrificar a resistência à deformação em outras áreas. A redução do tamanho do grão torna o metal duro mais denso melhorando a tenacidade à fratura. Sendo assim, estes materiais apresentam maior resistência da aresta de corte. As pastilhas destes materiais podem ter uma geometria altamente positiva sem que ocorra lascamento da ferramenta (Machado *et al.*, 2011).

O material original desenvolvido na Alemanha, contendo WC e Co, se mostrou muito eficiente na usinagem do ferro fundido cinzento, entretanto com baixa resistência para trabalhar o aço, com tendência a craterização, ou seja, desgaste na superfície de saída (Machado *et al.*, 2011). Para superar o problema de craterização adicionou-se outros elementos, entre eles: Carboneto de Titânio (TiC), Carboneto de Tântalo (TaC), Carboneto de Nióbio (NbC) e Nitreto de Titânio (TiN), em que cada um destes elementos apresentam propriedades distintas. O TiC possui um menor coeficiente de atrito, reduzindo o calor gerado. O TaC e o de NbC aumentam a tenacidade devido ao refinamento do grão da matriz do metal-duro, tendo como consequência o aumento da resistência do gume. Quanto ao TiN, este exibe uma maior estabilidade química que o TiC, proporcionando uma menor tendência à difusão na ferramenta (Stemmer, 2005).

Mais de 95% do metal duro utilizado na indústria são revestidos. O processo utilizado pode ser por CVD ou PVD. Além dos revestimentos de TiC e TiN, também é possível a deposição de filmes de diamante e oxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Machado *et al.*, 2011).

Os metais duros são ferramentas fabricadas em várias classes, de forma a cobrir ampla faixa de necessidade operacional. A norma ISO 513 (2004) classifica os metais duros em seis grupos, designados pelas letras P, M, K, N, S e H, além de um código de cores (respectivamente, azul, amarelo, vermelho, verde, laranja e cinza). A classificação dentro de um grupo é realizada de acordo com a aplicação do metal duro, uma vez que a variedade de composições químicas e processos de fabricação torna difícil a padronização baseada em outras características (ISO 513, 2004).

### 4.6.4.3. Cermets

O Cermet é um metal duro com partículas duras à base de titânio. O nome cermet origina da combinação das palavras cerâmica e metal. Trata-se de um grupo intermediário entre os metais duros e as cerâmicas (Machado *et al.*, 2011).

Inicialmente, os cermets eram compostos de TiC e Níquel. Entretanto, os cermets modernos não contêm níquel e possuem uma estrutura formada de: partículas de carbonitreto de titânio Ti(C,N) que agrega resistência ao desgaste,

uma segunda fase dura de (Ti,Nb,W)(C,N) para aumentar a resistência à deformação plástica e um ligante de cobalto rico em tungstênio que controla a tenacidade da pastilha (Sandvik Coromant, 2014).

Suas principais características são a alta dureza a elevada temperaturas e a grande estabilidade química com pouca tendência à difusão. A baixa solubilidade do TiC no ferro a altas temperaturas (0,5% para o TiC e 7% para WC) inibe a dissolução do TiC e, portanto, reduz a difusão. O cermet também apresenta temperaturas de oxidação, que é um acelerador de desgaste, superiores ao metal duro (Machado *et al.*, 2011).

Comparado ao metal duro, o cermet possui melhor resistência ao desgaste e reduzida tendência à abrasão. Por outro lado, ele também possui reduzida resistência à compressão e resistência inferior a choques térmicos. Também podem ser revestidos por PVD para melhorar resistência ao desgaste. (Sandvik Coromant, 2014).

As classes de cermet são usadas em aplicações propícias à abrasão, onde formação de aresta postiça de corte é um problema. Seu padrão de desgaste auto afiante mantém as forças de corte baixas mesmo após longos períodos de corte, em operações de acabamento, isto permite uma vida útil mais longa da ferramenta e tolerâncias estreitas, resultando em superfícies brilhantes. Tipicamente utilizados para acabamento em aços inoxidáveis, ferros fundidos nodulares, aços com baixo teor de carbono e aços ferríticos, com altas velocidades e baixos avanços. Podem também ser aplicados para solução de problemas em todos os materiais ferrosos (Sandvik Coromant, 2014).

O seu ponto fraco são as propriedades térmicas, uma vez que, devido à baixa condutividade e alto coeficiente de dilatação, o cermet tem um coeficiente de resistência ao choque térmico inferior ao metal duro. Por este motivo os cermet tem maior eficiência em baixos avanços, pequenas profundidades de corte e altas velocidades, que são parâmetros típicos de acabamento (Machado *et al.*, 2011).

Devido à grande afinidade química do titânio com a maioria dos materiais não ferrosos, a aplicação dos cermets se restringe à usinagem de metais ferrosos (Machado *et al.*, 2011).

Pesquisas vêm buscando minimizar o problema da baixa tenacidade destas pastilhas. A adição de 12% em peso de nanogrãos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e o refino da

granulometria dos constituintes duros têm alcançado bons resultados, aumentando a tenacidade sem perder a dureza elevada (Huang, 2006).

### 4.6.4.4. Diamante e Nitreto Cúbico de Boro

O diamante natural tem sua utilização como ferramenta de corte sustentada na sua alta dureza, resistência ao desgaste e excelente condutividade térmica. Este material torna-se ideal quando se requer superacabamento, atingindo desvio aritmético médio de rugosidade (Ra) da ordem de 25nm, no material usinado. Entretanto, alto custo, fragilidade e baixa resistência ao impacto torna sua aplicação limitada. Sua utilização diminuiu, ainda mais, com o surgimento do diamante sintético e do nitreto cúbico de boro (cBN) (Clark e Sem, 1998).

O diamante sintético monocristalino é obtido a partir do carbono, na forma de grafite, a temperaturas e pressões elevadas (ordem de 2000°C e 7GPa). Utilizando técnicas similares ao diamante sintético, o hBN (nitreto hexagonal de boro) é transformado em cBN monocristalino. Catalizadores são utilizados para acelerar a reação (Machado *et al.*, 2011).

Ferramentas de cBN policristalino (PcBN) e diamante policristalino (PCD) são obtidos pelo processo de metalurgia do pó, a partir dos seus respectivos monocristais. A tenacidade desses policristalinos é superior à dos monocristalinos, já os materiais monocristalinos, apresentam maior dureza e resistência ao desgaste (Clark e Sem, 1998).

O diamante sintético tem a limitação de não poder ser utilizado para usinagem de materiais ferrosos. Quando em presença de oxigênio este material está sujeito a retornar ao estado de grafite em temperaturas superiores a 700°C. Diferentemente, o PcBN é termicamente estável até temperaturas da ordem de 1200°C, podendo ser aplicados a metais ferrosos de elevada dureza (Machado *et al.*, 2011).

O PcBN, com sua tenacidade próxima aos metais duros e superior as ferramentas cerâmicas, neutralidade química, dureza e resistência ao desgaste, pode ser aplicado à usinagem de praticamente todos os materiais na engenharia, no entanto, seu alto custo limita sua aplicação para determinados produtos (Machado *et. al.*, 2011).

Estes materiais policristalinos podem ser encontrados de diferentes formas. Normalmente é utilizado em camada sinterizada com 0,5 mm à 1,0 mm de espessura em placa de metal duro cortada e brasada em insertos de metal duro (Machado *et al.*, 2011).

## 4.6.4.5. Cerâmica

O material cerâmico é considerado ferramenta de usinagem desde a década de 50, quando as primeiras ferramentas foram utilizadas, mas devido sua alta fragilidade, que proporciona baixa tenacidade, só passou a ser um material de ferramentas de corte importante no mercado a partir da década de 80, depois dos desenvolvimentos obtidos em suas propriedades (Diniz *et. al,* 2008).

Os materiais de corte cerâmicos podem ser divididos em cerâmicas óxidas, mistas e não óxidas à base de nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>). Essa classificação se dá de acordo com a variação da composição de cada cerâmica (Weingaertner e Schroeter, 2002).

As cerâmicas óxidas ou puras apresentam teor superior a 90% de óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), que dá a cor branca característica deste material e que lhe confere excelente dureza a quente. São aplicadas em operação de desbaste e acabamento para ferro fundido, aços tratados superficialmente ou totalmente temperado. Este material é obtido por metalurgia do pó com adição de óxido de magnésio (MgO) para inibir o crescimento de grãos. Para aumentar sua resistência mecânica podem ser adicionado óxido de cromo, titânio e níquel. Esta ferramenta possui um alto grau de dureza, estabilidade química e resistência ao desgaste, entretanto, apresenta baixa tenacidade (Machado *et al.*, 2011).

O grupo das cerâmicas mistas apresentam materiais óxidos com menos de 90% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, mas que são complementados com combinações metálicas, principalmente óxido de zircônio (ZrO<sub>2</sub>) e carbeto de titânio (TiC), que proporcionam sua cor mais escura, aumentando à resistência a abrasão e reduzindo a sensibilidade ao choque térmico para suportar maiores impactos mecânicos. A adição de óxido de zircônio (ZrO<sub>2</sub>) pode elevar o coeficiente de tenacidade a fratura da ferramenta de 180 N/mm<sup>3/2</sup> até 300 N/mm<sup>3/2</sup> (Machado *et al.*, 2011).

Na década de 80 surge no mercado uma ferramenta cerâmica a base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, reforçada com até 20% de SiC *(whiskers)* (Komanduri, 1989). Durante a propagação de trinca os *whiskers* são separados da matriz de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, e mesmo sem a sua quebra, este mecanismo absorve grande parte da energia e inibe a propagação da trinca. Este mecanismo, aliado à necessidade das trincas de desviar dos *whiskers* durante sua propagação, que também absorve parte da energia, aumenta a tenacidade do material. Além disso, este material possui maior resistência ao choque térmico devido à maior condutividade térmica do SiC em relação a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Machado *et al.*, 2011). A reatividade do carboneto de silício com materiais ferrosos parece ser a razão pela qual os insertos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + SiC possuem baixo desempenho nas aplicações em aços endurecidos, onde o desgaste predominante é o de cratera (Costa, 1993).

As ferramentas de nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) são formadas por cristais deste material com uma fase de óxido de silício (SiO<sub>2</sub>) sinterizados na presença de óxido de ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e de manganês (MgO). Sua fabricação é realizada pela técnica da metalurgia do pó. É reconhecida como um dos materiais cerâmicos mais tenazes, apresentando elevada qualidade em função de sua dureza, resistência ao desgaste abrasivo e ao choque térmico, porém possui péssima estabilidade química (Diniz *et al.*,2008). Pertence a este grupo a ferramenta registrada como SIALON (nome original dos elementos que constituem a liga: Si, Al, O, e N). Esta ferramenta tem se mostrado excelente na usinagem das ligas de níquel e a presença de alumínio e oxigênio diminui a interação com o ferro, permitindo aplicações em aço (Machado *et al.*, 2011).

Para Stemmer (2005), as ferramentas de corte cerâmicas possuem algumas características, que são:

- Capacidade de suportar altas temperaturas (materiais refratários);

- Alta resistência ao desgaste abrasivo;

- Alta dureza a quente (permitindo altas velocidades de cortes);

- Alta fragilidade;

Alta estabilidade química e térmica (reduz fenômenos como a oxidação ou a difusão);

- Alta resistência à compressão e baixa resistência à tração.

Isto permite que operem com velocidades de corte superiores às das ferramentas de metal-duro, resultando em aumento da taxa de remoção de cavaco e melhor acabamento superficial. Outra vantagem que pode ser citada é a grande quantidade de calor gerado que é liberada juntamente com os cavacos, tendo como consequência menos calor resultante na peça usinada, no inserto e no porta ferramenta (Stemmer, 2005).

Em contrapartida, as ferramentas cerâmicas possuem algumas características que dificultam seu uso na usinagem, que são (Stemmer, 2005): a baixa condutividade térmica, sendo muito sensíveis a variações bruscas de temperatura (não se recomenda o uso de fluído refrigerante); a baixa tenacidade, o que facilita o surgimento de trincas e a quebra da ferramenta. Isto torna a ferramenta inadequada para cortes interrompidos, para o uso em máquinas pouco rígidas e para onde há alguma vibração.

Desta forma, a aplicação de ferramentas cerâmicas exige alguns cuidados especiais:

- Evitar corte interrompido antes de iniciar operação,

- Evitar fluido de corte,

- Não usar aresta cortante afiada sem chanfro,

- Usar aresta com raio de ponta,

- Preferir maiores valores de velocidade de corte,

- Utilizar sistema rígido de fixação do inserto.

- Máquinas sem vibração (Machado et. al., 2011).

Os compósitos sinterizados neste trabalho apresentam características de uma pastilha cerâmica. Informação importante na determinação dos parâmetros de corte utilizados nos testes de usinagem das amostras.

#### 4.6.5. Revestimento para Ferramentas de Corte

A taxa de remoção do material e o desgaste da ferramenta estão diretamente relacionados aos fatores tribológicos pertencentes ao processo, os quais irão determinar a velocidade de corte e o volume de material a ser extraído. Mesmo que o custo da ferramenta seja relativamente pequeno quando comparado ao custo total do produto, quando se diminui o tempo de processamento, devido ao desgaste da

ferramenta, a interrupção da operação para sua troca ou reafiação passa a ser uma parcela significativa do custo total de produção (Yuhara, 2000).

As camadas de revestimento conferem as ferramentas um tempo de vida mais longo e maiores velocidades de corte. O revestimento tem como objetivo diminuir o desgaste do substrato reduzindo atrito entre a ferramenta e a peça usinada. Isto é possível reduzindo o coeficiente de atrito, as temperaturas e forças de corte (Machado *et al.*, 2011). O núcleo da ferramenta permanece com suas características originais e, assim, torna-se possível associar, no mesmo material, tenacidade com resistência ao desgaste e dureza a quente (Diniz *et al.*, 2008). Segundo Schulz, *et al.* (2000), os revestimentos também podem ser usados com lubrificante sólido reduzindo o atrito, possibilitando usinagem a seco ou, pelo menos, a usinagem com mínima quantidade de lubrificante.

Os revestimentos para ferramentas de corte podem ser realizados pelo processo de Deposição Química a Vapor (CVD, *Chemical Vapour Deposition*) e pelo processo de Deposição Física a Vapor (PVD, *Phyfical Vapour Deposition*) (Machado *et al.*, 2011).

O processo CVD ocorre entre 800°C e 1100°C, onde reações químicas entre gases permitem a deposição do revestimento com espessura máximo de 15 µm. As camadas depositadas são uniformes e homogêneas com excelente adesão entre o revestimento e o substrato. Este processo permite a deposição de diferentes camadas utilizando o mesmo equipamento. Entretanto, altas temperaturas do processo podem gerar tensões internas e causar fragilidade. Técnicas que utilizam temperaturas menores (entre 400°C e 600°C) já vêm sendo utilizadas, sendo que, não produzem aderência e qualidade equivalente (Machado *et al.*, 2011).

No processo PVD, que é utilizado para revestimento de aços rápidos e metal duro, a temperatura atingida é em torno de 500°C. O material para revestimento é movido para o substrato do metal a revestir através de vaporização. Camadas com até 6 µm de espessura são depositadas com excelente resistência da aresta de corte e tenacidade a fratura. Entretanto, é incapaz de revestir geometrias complexas (cavidades e rebaixos), além de alto custo do equipamento e indução de tensões compressivas (Mason, 2003).

Os revestimento de nitreto de titânio (TiN), carbonitreto de titânio (TiCN), carboneto de titânio (TiC), nitreto de alumínio titânio (TiAIN) e o óxido de alumínio
(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) estão entre os mais comuns no mercado. As ferramentas podem utilizar uma única camada ou multicamadas (Lim *et al.*, 2001).

O presente trabalho seguiu a recomendação da norma ISO 3685 (1993), em que ferramentas a serem avaliadas não devem ter quaisquer revestimentos ou tratamento de superfície, a menos que, o revestimento ou tratamento de superfície seja uma variável de teste.

## 4.6.6. Desgaste e Avarias das Ferramentas de Corte

Por maior que seja a dureza e a resistência ao desgaste das ferramentas de corte, e por menor que seja a resistência mecânica da peça de trabalho, a ferramenta de corte sofrerá processo de desgaste que mais cedo ou mais tarde exigirá a sua substituição (Machado *et al.*, 2011).

O estudo dos principais mecanismos de desgaste das ferramentas de corte torna-se necessário para se adequar os parâmetros do processo e reduzir os problemas de parada de máquina para troca da ferramenta (Stemmer, 2005). Além disso, o conhecimento do processo de desgaste da aresta de corte fornece subsídios para que haja evolução dos materiais das ferramentas, tornando-as mais resistentes aos fenômenos negativos que ocorrem durante o processo de usinagem (Machado *et al.*, 2011).

Segundo Trent e Wright (2000), pode-se distinguir dois fenômenos pelos quais uma ferramenta de corte perde sua eficiência: avaria e desgaste. Fenômenos que causam mudança na geometria da aresta de corte.

A avaria é o fenômeno que ocorre de maneira repentina e inesperada, causada pela quebra, lascamento ou trinca da aresta de corte (Figura 4.23). A quebra e o lascamento levam à perda de uma quantidade considerável de material da aresta de forma imprevisível. A quebra é mais comum em ferramenta de baixa tenacidade, como as cerâmicas e os ultraduros. O lascamento também depende da tenacidade do material, mas pode ocorrer mesmo em ferramenta de maior tenacidade, como é o caso do aço rápido. A trinca não provoca a perda imediata de material, mas sua presença pode comprometer a continuidade do processo de corte pela sua transformação em sulco (quando de origem térmica) ou pela geração de lascamento ou quebra da aresta (Machado *et al.*, 2011).



Figura 4.23. Avarias em ferramenta de corte. a) Trincas térmicas b) Lascamento/quebra (Sandvik Coromant, 2014).

A norma ISO 3685 (1993), que estabelece os critérios para determinar o fim de vida útil para uma ferramenta, define desgaste em ferramenta como sendo a "mudança de sua forma original durante o corte, resultante da perda gradual de material". Tribologicamente o desgaste é a destruição de uma ou mais superfícies que compõem o sistema tribológico. No desgaste, ao contrário da avaria, esta mudança ocorre de forma gradual e progressiva e em pequenas proporções (Machado *et al.*, 2011).

Em um processo de usinagem, existem duas causas fortes para a substituição da ferramenta de corte, encerrando sua vida útil:

 Ocorrência de uma avaria: quando as condições de corte estão acima das máximas recomendadas para o tipo de ferramenta, ou a geometria é inapropriada, ou ainda, quando a ferramenta já possui defeito de fábrica. A avaria é um fenômeno raro em torneamento (Machado *et al.*, 2011).

 Desgaste que atinge proporções elevadas que podem comprometer o processo de usinagem. Este fenômeno ocorre tanto na superfície de folga como na superfície de saída das ferramentas (Machado *et al.*, 2011).

## 4.6.6.1. Tipos de Desgaste na Ferramenta de Corte

Durante o processo de usinagem as partes mais solicitadas da ferramenta são a aresta de corte, a face (superfície de saída) e o flanco (superfície de folga).

Nestas regiões pelo menos três formas de desgaste podem ser identificadas: desgaste de cratera, flanco e entalhe (Figura 4.24).



Figura 4.24. Principais áreas de desgaste de uma ferramenta de corte. Onde: área A – Desgaste de cratera; B – desgaste de flanco; C e D – desgaste de entalhe (Abrão, 1995).

O desgaste de cratera ocorre devido às altas temperaturas geradas no atrito do cavaco com a face da ferramenta. Este atrito remove material e forma uma cratera, caracterizada pela sua profundidade KT e pela distância KM medida da posição do gume até o centro da cratera (Figura 4.25). Quando o desgaste de cratera aumenta muito se encontrando com o desgaste de flanco, a severidade deste defeito provoca a quebra da ferramenta. Como será discutido posteriormente, KT pode ser utilizada para determinar o desgaste da ferramenta e ser utilizado como critério de fim de vida da mesma (Abrão, 1995).

Uma vez que o desgaste de cratera é devido à difusão e aderência, ele é mais importante em ferramentas de metal duro do que em ferramentas de cerâmica em função da maior estabilidade química desta última (Machado *et al.*, 2011).

Desgaste de cratera excessivo altera a geometria da ferramenta e pode afetar adversamente a formação de cavaco e fragilizar a ferramenta (Abrão, 1995; Huang, 2006).



Figura 4.25. Parâmetros utilizados para medir os desgastes das ferramentas de corte. KT – profundidade da cratera; KM – afastamento médio da cratera; KB – distância da aresta principal ao final da cratera; KF – largura do lábio no desgaste de cratera; VB – desgaste de flanco médio; VB<sub>MAX</sub> – desgaste de flanco máximo; SVγ – deslocamento lateral do gume na direção da face; SVα – deslocamento lateral do gume na direção da face; SVα – deslocamento lateral do gume na direção do flanco (adaptado ISO 3685, 1993).

A posição da cratera com relação à aresta de corte é importante para ocorrência ou não da falha catastrófica da ferramenta. Uma cratera larga e profunda, entretanto, distante da aresta de corte, pode ser menos perigosa do que uma cratera mais fina e menos profunda, sendo que, mais próxima da aresta de corte (ISO 3685, 1993).

O desgaste de flanco (Figura 4.26) é a forma mais comum de desgaste de ferramentas de corte. Ocorre na superfície de folga e no flanco principal da ferramenta e é atribuído ao atrito entre a ferramenta e a peça sendo usinada e às altas temperaturas envolvidas nos processos de usinagem. É relativamente fácil de ser medido e sua ocorrência resulta em perda do ângulo de folga, provocando com isso aumento do atrito entre a ferramenta e a peça, aumentando assim a força de usinagem (Diniz *et al*, 2008).

Em geral, o desgaste de flanco é o principal fator limitante da vida da ferramenta e é um dos principais critérios de fim de vida utilizados em teste de

usinagem. Este tipo de desgaste provoca alterações grandes de rugosidade superficial e circularidade da peça, bem como na tolerância dimensional (Sandvik Coromant, 2014; ISO 3685, 1993).

O desgaste de flanco não pode ser evitado, contudo pode ser minimizado pela correta escolha das condições de corte, material e geometria da ferramenta (ISO 3685, 1993).



Figura 4.26. Desgaste de flanco e de cratera.

O desgaste de entalhe (Figura 4.27) ocorre normalmente com a união do desgaste de cratera e flanco e é caracterizado por sulcos profundos na superfície de saída da ferramenta. Acontece de forma combinada na face e no flanco da ferramenta e ocorre adjacente ao ponto onde a aresta principal de corte intercepta o material da peça. Em casos onde o desgaste de entalhe é predominante, como na usinagem de ligas de Ni com metal duro ou cerâmica, ele pode se utilizado como medida de desgaste da ferramenta (ISO 3685, 1993).

O desgaste de entalhe ocorre principalmente na usinagem de materiais resistentes a altas temperaturas. Nas regiões onde o desgaste de entalhe acontece, as condições de escorregamento prevalecem e o mecanismo de desgaste envolve abrasão e transferência de material e é fortemente influenciado pelas interações com a atmosfera (ISO 3685, 1993).



Figura 4.27. Desgaste de entalhe(CIMM, 2002).

Segundo Machado *et al.* (2011), a evolução do desgaste, pode ocorrer em três estágios (Figura 4.28):

- Estágio I: a ferramenta sofre um desgaste acelerado, natural de adequação ao sistema tribológico envolvido, como se a cunha cortante estivesse se acomodando ao processo.

Estágio II: caracteriza-se por uma taxa de desgaste constante ao longo do tempo.
A ferramenta já se encontra adequada ao processo.

 Estágio III: aceleração do desgaste, promovendo, em curto espaço de tempo, a quebra da ferramenta.

As ferramentas devem ser substituídas antes de atingir o Estágio III. Já que, dentro deste estágio o tempo de vida da ferramenta é muito curto, tornando-se muito difícil evitar a perda da ferramenta. A quebra da ferramenta em serviço gera custos muito altos, podendo causar refugo da peça, comprometimento do acabamento superficial, ou até mesmo danificar o suporte da ferramenta (Machado *et al.*, 2011).



Figura 4.28. Comportamento do desgaste de uma ferramenta de corte com o tempo de corte (Machado *et al.*, 2011).

#### 4.6.6.2. Mecanismos de Desgaste

Durante a usinagem, a ferramenta é submetida a desgastes que dependem da forma de solicitação e duração da sua utilização. Para aumentar a vida das ferramentas, é indispensável conhecer as causas dos desgastes (Stemmer, 2005). Os principais fatores causadores de desgaste em função da temperatura são apresentados na figura 4.29.

Em baixas temperaturas, apenas os mecanismos de adesão e abrasão estão presentes, predominando a adesão. Em temperaturas elevadas a adesão perde lugar para os mecanismos de difusão e oxidação. Outro fator importante é o aumento do desgaste com o acréscimo de temperatura (Machado *et al.*, 2011).



(Velocidade de Corte; Avanço e outros fatores)

Figura 4.29. Diagrama dos mecanismos de desgaste das ferramentas de corte em função da temperatura (Machado *et al.*, 2011).

Segundo Trent e Wright (2000), os mecanismos de desgaste podem ser classificados em seis categorias diferentes:

# a) Deformação Plástica Superficial por Cisalhamento a Altas Temperaturas

Este mecanismo (Figura 4.30) ocorre principalmente na usinagem de materiais que possuem elevado ponto de fusão utilizando-se ferramentas de aço rápido. Em função das elevadas temperaturas desenvolvidas na interface cavaco ferramenta a resistência ao escoamento do material da ferramenta diminui, e com isso as tensões de cisalhamento geradas deformam plasticamente a superfície (Machado *et al.*, 2011).



Figura 4.30. Deformação Plástica devido a Elevadas Temperaturas (Iscar, 2001).

## b) Deformação Plástica da Aresta de Corte sob Altas Tensões de Compressão

Esta deformação ocorre na usinagem de materiais de elevada dureza. As combinações de altas tensões de compressão com altas temperaturas na superfície de saída podem causar a deformação plástica em arestas de aço rápido ou metal duro. Não ocorre em ferramentas cerâmicas devido a sua baixa tenacidade. Geralmente ocorre a altas velocidades de corte e de avanço podendo levar à falha catastrófica (Machado *et al.*, 2011).

As tensões compressivas crescem exponencialmente a partir do ponto em que o cavaco perde contato com a superfície de saída até atingir seu máximo na extremidade da aresta. Uma vez que, a aresta de corte é a região de menor resistência da cunha de corte, dependendo das tensões geradas, a ferramenta pode entrar em colapso. Desta forma, quanto mais resistente for o material da peça, e quanto menos resistente for o material da ferramenta, mais fácil ocorre a deformação plástica (Machado *et al.*, 2011).

Segundo Trent e Wright (2000), ferramentas com ponta de corte mais fina ou com raio de ponta muito pequeno começam a deformação na ponta de corte em velocidades muito menores que ferramentas com grande raio de ponto.

#### c) Desgaste por Difusão

Este mecanismo envolve a transferência de átomos de um material para outro e é fortemente dependente da temperatura, da solubilidade dos elementos envolvidos na zona de fluxo (zona de cisalhamento secundário) e do tempo de contato.

Em usinagem, as velocidades relativas entre ferramenta-peça ou ferramentacavaco são altas e o tempo de contato entre esses materiais é muito pequeno. Isso praticamente levaria o mecanismo de difusão a ser desprezível se não fosse à existência de uma zona de aderência na interface cavaco-ferramenta. A saturação dessa zona de aderência poderá funcionar como uma barreira à difusão. Entretanto, essa zona não é estável e se renova periodicamente, garantindo assim, o fluxo difusivo. Esse mecanismo de desgaste poderá atuar tanto na superfície de saída como na superfície de folga, e a taxa de desgaste irá aumentar com o aumento da velocidade de corte e do avanço (Diniz *et al.*, 2008).

A difusão é responsável principalmente pelo desgaste de cratera em altas velocidades de corte. Tanto o desgaste de flanco e o de cratera apresentam textura lisa quando oriundos da difusão (Diniz *et al.*, 2008).

O mecanismo de desgaste difusivo em ferramentas de metal duro durante a usinagem do aço pode ser entendido como (Machado *et al.*, 2011):

- O carbono se satura na fase cobalto com 0,7% e o ferro tem solubilidade total no cobalto.

- Nas regiões de alta temperatura durante a usinagem (aproximadamente 1000°C) o ferro do aço se difundi para o cobalto da ferramenta, fragilizando-a e aumentando a solubilidade do carbono para 2,1%.

 - A maior solubilidade do carbono na fase ferro-cobalto provoca perda de carbono na ferramenta e dissociação de carbonetos de tungstênio, formando novo carboneto complexo do tipo (FeW)<sub>23</sub> C<sub>6</sub>.

- O novo complexo carboneto tem menos resistência à abrasão que o carboneto de tungstênio, fragilizando a ferramenta.

Cada par ferramenta/peça apresenta suas reações particulares, mas todas tendem a enfraquecer a ferramenta de corte, não só pela perda de elementos importantes da ferramenta para o cavaco pelo transporte difusivo, mas também pela combinação com elementos do cavaco que irão envolver perda de material abrasivo em troca de outros com menor resistência ao desgaste (Machado *et al.*, 2011).

### d) Desgaste por Aderência e Arrastamento – Attrition

Na literatura, esse mecanismo de desgaste é conhecido como "adesão". Na língua inglesa chama-se "attrition" (Machado *et al.*, 2011).

Este mecanismo de desgaste ocorre principalmente quando a velocidade de corte e avanço são relativamente baixos, de tal modo que a temperatura não é alta o suficiente para provocar difusão ou deformação plástica na ferramenta de corte. Isto não significa que este mecanismo não está presente quando se usina em condições mais severas (Melo *et al.*, 2005).

O arrastamento ocorre geralmente quando o contato do fluxo de material sobre a superfície da ferramenta for irregular, em baixas velocidades de corte e com a presença de aresta postiça de corte (Figura 4.31) e esta for instável. Assim, o contato com a ferramenta será menos contínuo e, sob essas condições, fragmentos microscópicos são arrancados da superfície da ferramenta e arrastados junto ao fluxo de material adjacente à interface. Além das baixas velocidades de corte, o corte interrompido e a profundidade de corte variável também promovem o fluxo irregular de material, favorecendo a participação do mecanismo de desgaste por attrition (Machado e Silva, 1999).

Como esse mecanismo se processa no nível dos grãos, as arestas desgastadas por attrition têm aparência áspera, diferentemente da aresta desgastada por difusão, que se processa a nível atômico e consequentemente tem aparência lisa no desgaste da aresta (Machado *et al.*, 2011).



Figura 4.31. Aresta postiça de corte (APC) (Iscar, 2001).

## e) Desgaste Abrasivo

Caracterizada pelo arrancamento de partículas de matéria, em decorrência do escorregamento sob alta pressão e temperatura entre a peça e a ferramenta,

este mecanismo de desgaste é muito importante na usinagem com ferramentas de aço rápido, ferramentas revestidas, cerâmicas puras e mistas.

Do ponto de vista tribológico, o desgaste abrasivo (Figura 4.32) envolve a perda de material por deformação plástica ou fratura frágil do material da ferramenta através de microsulcamentos, microcortes ou microlascamentos, provocados por partículas duras, como carbonetos de cromo, vanádio e molibdênio, contidas no material da peça (Machado *et al.*, 2011).



Figura 4.32. Desgaste abrasivo e por adesão em ferramenta de corte (Iscar, 2001).

As partículas que provocam a remoção podem estar soltas entre ambas as superfícies, caracterizando uma abrasão de três corpos, ou pertencentes a uma das superfícies, neste caso a abrasão é de dois corpos (Hutchings, 1992).

Este tipo de desgaste é usualmente modelado pelas equações de Archard. Segundo Tylczak *et al.* (2006), o modelo de Archard parte do princípio que o contato entre corpos ocorre onde as asperezas se tocam e para a maioria dos contatos entre metais a deformação das asperezas é plástica.

O Equação de Archard diz que:

$$Q = \frac{K \cdot W}{H} (mm^3 / m)$$

Onde:

Q = Volume desgastado do material mais mole por unidade de distância percorrida
K = Coeficiente adimensional de desgaste (0<K<1)</li>

W = Carga normal em [N]

H = Dureza do corpo mais mole [N/m<sup>2</sup>]

O desgaste é proporcional a constante K, que indica a severidade do desgaste. Constante que não é uma característica dos materiais e sim do sistema tribológico (Tylczak *et. al.*, 2006).

A resistência da ferramenta ao desgaste abrasivo não está relacionada exclusivamente com sua dureza a altas temperaturas, mas também com o seu coeficiente de tenacidade à fratura. Como o desgaste abrasivo ocorre por deformação plástica e por fratura frágil é importante o material possuir elevada dureza e elevado módulo de escoamento para diminuir a taxa de desgaste. Além disso, é importante que o material da ferramenta possua partículas com dureza maior que as do material a ser usinado (Hutchings, 1992).

# f) Desgaste por Oxidação

Este é um mecanismo de ação direta. Se o material da ferramenta apresenta afinidade com o oxigênio, sob altas temperaturas, ocorrerá a formação de filmes de óxidos (geralmente porosos) em certas regiões da ferramenta, que são facilmente removidos tribológicamente pelo fluxo de cavaco, o que faz surgir desgaste de entalhes nas regiões afetadas e pode levar a ferramenta de corte ao colapso (Diniz *et al.*, 2008). Esse tipo de desgaste ocorre mesmo em condições normais de corte, devido ao aquecimento da ferramenta junto à aresta cortante.

Observa-se que maior concentração de oxigênio no ambiente de corte provoca aumento da taxa de oxidação (Melo *et al.*, 2005).

## 4.6.7. Critérios de Fim de Vida para as Ferramentas de Corte

A medida que a ferramenta sofre desgaste, ocorrem variações no processo de usinagem do tipo: aumento da temperatura em zonas críticas e alteração da superfície usinada que acarreta prejuízos ao acabamento superficial da peça, força de corte e potência consumida da máquina. Além disso, como já discutido anteriormente, caso a ferramenta alcance o Estágio III de desgaste falhas catastróficas podem levar a interrupção do processo e refugo do material usinado. Por estes motivos critérios devem ser estabelecidos para determinar até quando uma ferramenta de corte pode ser útil, e quando essa começa a perder suas características operacionais, ou seja, quando a ferramenta deverá ser reafiada ou substituída. (Stemmer, 2005).

A norma ISO 3685 (1993) estabelece ensaios de usinabilidade e critérios de vida útil para determinar o período de tempo no qual uma ferramenta de corte pode trabalhar, até que seja necessária a sua substituição. Esse "*tempo de vida da ferramenta de corte*" (T), é determinado através do tempo de trabalho necessário para que se desenvolva um defeito crítico (Amorim, 2002).

A norma ISO 3685 (1993) estabelece os seguintes critérios para determinar o fim de vida da ferramenta de metal-duro:

- Desgaste de flanco médio, VB = 0,3 mm.

- Desgaste de flanco máximo, *VB Max* = 0,6 mm, no caso do desgaste não ocorrer de forma regular ao longo do flanco.

- Profundidade da cratera, KT = 0,06+0,3f, (em que f representa o avanço).

- Distância frontal entre cratera e flanco, KF = 0.02mm.

- Falha catastrófica.

Esses mesmos critérios de desgaste de flanco médio e máximo utilizados para metal-duro são válidos para ferramentas de cerâmica e aço rápido (ISO 3685, 1993).

Quando qualquer um dos critérios for ultrapassado, recomenda-se a reafiação ou substituição da ferramenta de corte. Em operações de acabamento a norma acrescenta critérios baseados na rugosidade superficial (desvio aritmético médio Ra) (Machado *et al.*, 2011).

O critério para determinar o fim de vida de uma ferramenta é estabelecido de acordo com as características particulares de cada sistema. Industrialmente os parâmetros podem assumir valores diferentes dos estabelecido pela norma de acordo com as particularidades de cada segmento. Um método muito utilizado na indústria é permanecer com a ferramenta em operação até que as peças ultrapassem a faixa de tolerância no acabamento estabelecido para o produto, mas ainda estejam, porém, dentro das especificações do projeto. Entretanto, utilizar uma ferramenta de corte com altos níveis de desgaste pode alcançar o estágio catastrófico da aresta de corte (Machado *et al.*, 2011).

#### 4.6.8. Curva de Vida das Ferramentas

A "curva de vida" de uma ferramenta é o gráfico do tempo de vida (*T*) em função da velocidade de corte (*Vc*). Justificável por ser a velocidade de corte um dos responsáveis pelo aumento de temperatura na região de formação de cavaco. Sendo assim, é esta variável que ativa os mecanismos de desgaste da ferramenta (Machado *et al.*, 2011).

F. W. Taylor observou que fixando as variáveis velocidade de avanço e profundidade de corte, a vida útil da ferramenta possui relação direta com a velocidade de corte (única variável no processo) (Ferraresi, 1970).

A relação vida útil e velocidade de corte depende de cada par ferramenta/peça. Diferentes sistemas de usinagem, ferramenta/peça, proporcionam variados sistemas tribológicos. O atrito gerado entre a ferramenta e a peça associado à velocidade de corte são os principais responsáveis pelo calor produzido na aresta de corte, e consequentemente, o desgaste da ferramenta (Ferraresi, 1970).

Para construção da *curva de vida* inicialmente é escolhido diferentes velocidades de corte (*Vc*) para análise de desgaste da ferramenta ao longo do tempo. Como resultado é obtida a "*curva de desgaste*" (Figura 4.33).



Figura 4.33. Exemplo de *"curva de desgaste"* obtida para torneamento de aço com ferramenta de metal duro (Machado *et. al.*, 2011)

Estabelecendo um critério para determinar o fim da vida útil das ferramentas é possível obter a "*curva de vida*" a partir das "*curvas de desgaste*". O critério de fim de vida adotado deve ser o que melhor representa o desgaste sofrido pela ferramenta. O desgaste de flanco é amplamente utilizado devido à facilidade de medir este critério e sua grande influência no atrito entre a ferramenta e a peça. A figura 4.34 mostra o tempo de vida da aresta de corte tomando como critério de fim de vida  $V_B = 0.8$  mm ( $V_B$  = desgaste de flanco). Na figura também é mostrada a velocidade para um tempo de corte equivalente a sessenta minutos ( $V_{60}$ ), que foi, durante muito tempo um valor de referência para avaliação do desempenho de uma ferramenta (Machado *et al.*, 2011).

O tempo de vida útil de uma ferramenta pode ter grandes variações dependendo da severidade admitida durante os ensaios. A norma ISO 3685 (1993) recomenda testes em ferramentas sem camadas de revestimento ou utilização de sistema de refrigeração. Ensaios classificados como severos, ou de curta duração, associam as recomendações da norma ISO 3685 (1993) com altas velocidades de corte. Em nível de comparação, catálogos de ferramentas comerciais com varias camadas de revestimento determinam os parâmetros de corte ideias para aplicação

de suas ferramentas com um tempo de vida útil em média de 15 minutos (Sandvik Coromant, 2014).



Figura 4.34. Exemplo de curva de vida para usinagem de aço com ferramenta de metal duro (Machado *et al.*, 2011).

O presente trabalho admitiu como critério para o fim da vida útil de uma ferramenta de corte o desgaste de flanco máximo (VB<sub>max</sub>) medindo 0,3 mm ou a avaria da ferramenta conforme recomendações da norma ISO 3685 (1993). E ainda foi adotado um critério relacionado com a integridade superficial da peça usinada, através da medida de rugosidade Ra (desvio aritmético médio), para aumentar a severidade dos ensaios e também por ser a rugosidade do usinado de fundamental importância para operações de acabamento.

# CAPÍTULO V

# **METODOLOGIA GERAL**

No presente trabalho, os experimentos realizados tiveram por objetivo o estudo e desenvolvimento de compósitos à base de nitreto de alumínio (AIN) e diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>), utilizando a técnica de Sinterização por Plasma Pulsado (SPS) para obtenção de substratos destinados a pastilhas de usinagem.

## 5.1. Equipamentos e Materiais Utilizados

## 5.1.1. Equipamentos

a) Equipamento de Sinterização por Plasma Pulsado "DR. SINTER LAB Jr.", modelo SPS 211 LX.

b) Difratômetro marca Shimadzu, modelo XRD-7000.

c) Microscópio Eletrônica de Varredura, marca Shimadzu, modelo SSX-550.

d) Microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-2T E.

e) Microscópio Confocal Olympus LEXT – 3D Measuring L. Microscope 4000.

f) Torno Mecânico (CNC) marca Romi, modelo Centur 35D e CLP - Siemens 802D.

g) Rugosímetro portátil marca Mitutoyo, modelo SJ400.

h) Balança de precisão – GEHAA – BG440, máximo de 400g e mínimo de 0,025g.

i) Politriz marca Arotec, modelo Aropol 2V.

j) Máquina de corte Mesoton marca Panambra - Struers.

k) Máquina de corte Miniton marca Struers.

I) Máquina de embutir marca Arotec, modelo PRE 30Mi.

m) Microscópio metalográfico Zeizz – Germany, Neophot 32.

n) Secador marca Taiff, modelo Black 1700W.

o) Prensa 20T, marca Dan-Presse.

**p)** Paquímetro digital marca Kingtools.

q) Fresa (CNC) marca Romi, modelo D600.

A tabela 5.1 registra as principais características técnicas do equipamento de sinterização via plasma pulsado utilizado neste trabalho.

Categoria Relacionada	Especificação	
Tamanho	Pequeno	
Carga Máxima (KN)	20 (2.040kgf)	
Curso de Sinterização (mm)	50	
Corrente de saída máxima (A)	1000	
Dimensões (mm)	1200(largura)×800(profundidade)×1645(altura)	
Peso (Kg)	700	
Temperatura Máxima de Sinterização (°C)	2500	

Tabela 5.1. Características técnicas do DR. Sistema SINTER LAB Jr.

# 5.1.2. Materiais

a) Nitreto de alumínio (AIN) marca Sigma-Aldrich Co. LLC.

b) Diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) marca Alfa Aesar.

c) Folha de grafite com 0,2mm de espessura.

d) Matriz e pistões de grafite densificado.

e) Aço SAE 1045 e SAE 4140.

f) Disco de corte Miniton diamantado para corte de precisão de diferentes materiais

(102 mm de diâmetro externo, 12,7 mm de diâmetro interno e 0,3 mm de espessura) marca Struers.

g) Resina baquelite para embutimento à quente.

h) Lixas d'água com granulometria de 100, 200, 400, 600 e 1200 microns.

i) Panos para polimento com pasta de diamante.

j) Pasta diamantada para polimento nas granulometrias de 9, 6, 3, 1 e ¼ de microns.

k) AutoCad versão da Autodesk– Software para desenhos técnicos.

I) Software para programação – Código G de Programação CNC – Linguagem ISO.

m) Luvas descartáveis para manipulações das amostras sinterizadas.

A tabela 5.2 apresenta as características do pó de AIN fornecidas pelo fabricante.

Categoria Relacionada	Especificação
Pureza	≥ 98%
Forma	Pó
Cor	Branco
Tamanho de Partícula	≥10µm
Ponto de Fusão	2200°C (literatura)
Densidade	3,26 g/cm <sup>3</sup> a 25°C (literatura)
Massa Molar	40,99 g/mol
Forma Cristalina	Hexagonal
Elementos presentes	AI, N, O, C

Tabela 5.2. Descrição do AIN fornecido pelo fabricante.

A tabela 5.3 apresenta as características do pó de TiB<sub>2</sub> fornecidas pelo fabricante.

Tabela 5.3. Descrição do TiB<sub>2</sub> fornecido pelo fabricante.

Categoria Relacionada	Especificação	
Pureza	≥ 99,5%	
Forma	Pó	
Cor	Grafite	
Tamanho de Partícula	≥10µm	
Ponto de Fusão	3225°C	
Densidade	4,38 g/cm <sup>3</sup>	
Forma Cristalina	Hexagonal	
Solubilidade	Solúvel em peróxido de	
	hidrogénio e ácido sulfúrico	
Elementos presentes	Ti, B, C, Si, O	

#### 5.2. Procedimento Experimental

#### 5.2.1. Difração de Raios X (DRX)

#### - Objetivos:

Investigar a composição química das matérias primas utilizada e fases presentes nas amostras sinterizadas.

#### - Procedimentos:

O difratômetro operou com tubo de cobre, cuja linha Ka possui um comprimento de onda de 1,5418Å. Os difratogramas foram obtidos para uma faixa de ângulo (2θ) entre 10° e 120° (passo de 1,2° por minuto). Após a realização do ensaio, os resultados foram fornecidos em forma de tabela contendo os valores de intensidades dos picos de cada elemento e seus ângulos 2θ. Os difratogramas foram plotados em forma de gráfico utilizando o programa OriginPro 8. A análise dos difratogramas foi realizada utilizando os padrões (fichas) PDF, segundo o sistema JCPDS – Joint Comitee of Powder Diffraction Standards, a fim de identificar os elementos e fases presentes em cada amostra.

Os pós foram analisados nas mesmas condições fornecidas pelo fabricante. Já as amostras sinterizadas foram cortadas ao longo de suas seções transversais utilizando disco diamantado de precisão, o que garantiu superfície plana para análise. O ensaio foi realizado em uma das faces cortadas após limpeza em ultrassom por 10minutos.

# 5.2.2. Preparação metalográfica das amostras sinterizadas

#### - Objetivos:

Obter superfície que possibilite análise microestrutural e resultados de dureza e tenacidade à fratura com confiabilidade.

#### - Procedimentos:

Testes realizados no presente trabalho e em outros estudos desenvolvidos no Laboratório de Materiais Super Duros da Universidade Estadual do Norte Fluminense demonstraram grande dificuldade de se revelar a superfície dos sinterizados, o que é de grande importância para análise microestrutural e determinação de algumas propriedades. Tal fato ocorre devido à dificuldade de se desbastar as amostras utilizando lixas e polimentos convencionais.

Para solucionar este problema as amostras foram inicialmente cortadas transversalmente em máquina de corte Miniton utilizando disco diamantado de precisão. Análise de rugosidade realizada com microscópio confocal na superfície cortada demonstrou que o corte com o disco já citado produz uma superfície com rugosidade equivalente à lixa de 1200 microns.

Após o corte as amostras foram embutidas à quente com resina baquelite para facilitar o desenvolvimento das etapas seguintes. A amostra embutida passou por uma sequência de lixamento onde foram utilizadas lixas d'água com granulometria de 100 grãos, 200 grãos, 320 grãos, 400 grãos, 600 grãos e 1200 grãos. A etapa de lixamento durou 20 minutos e teve como função remover o histórico de corte e embutimento.

Após a etapa de lixamento as amostras foram polidas com pastas diamante de 9μ, 6μ, 3μ, 1μ e 1/4μ. O polimento em cada granulometria teve duração aproximada de 45 minutos. Toda evolução desta etapa foi registrada utilizando microscopia óptica.

## 5.2.3. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

## - Objetivos:

Obter informações a respeito da morfologia das partículas presente nos pós de partida. A microanálise química, realizada com espectrômetro de energia dispersa (EDS), acoplado ao MEV, visou à determinação qualitativa e semiqualitativa dos elementos presentes nos pós e amostras sinterizadas com o objetivo de complementar a análise realizada por Difração de raios X.

A microscopia eletrônica de varredura é ideal para avaliar a microestrutura de superfícies sinterizadas, uma vez que, este equipamento possibilita formação de imagens com aparência tridimensional, resultado direto da grande profundidade de campo.

O MEV permitiu avaliar a homogeneidade da sinterização dos cristais de TiB<sub>2</sub>-AIN e estabelecer uma relação entre o aspecto das imagens topográficas observadas e as propriedades obtidas.

## - Procedimentos:

Os pós foram previamente fixados em suporte adequado ao ensaio (nas mesmas condições fornecidas pelo fabricante) através de fita de carbono dupla face e metalizados com platina.

As amostras preparadas metalográficamente foram limpas em ultrassom por 10 minutos e metalizada com platina a temperatura de 23°C durante 100 segundos e utilizando 40mA de corrente.

## 5.2.4. Planejamento Experimental

#### - Objetivo:

Investigar o comportamento de diferentes concentrações de TiB<sub>2</sub> e AIN em diferentes temperaturas de sinterização.

# - Procedimentos:

As concentrações de TiB<sub>2</sub> e AIN foram misturadas utilizando almofariz e pistilo durante 30 minutos. Após o processo de mistura as concentrações foram submetidas a um aquecimento de 100°C em estufa, por um intervalo de cinco horas, com o objetivo de eliminar umidade. Após secagem as misturas foram acondicionadas em recipiente de vidro e dessecador a vácuo. A Tabela 3.4 descreve as concentrações e parâmetros de sinterização utilizados em cada amostra.

## 5.2.5. Procedimento de Sinterização

#### - Objetivo:

Sinterizar as misturas dos pós de partida, permitindo sua consolidação, ligação e densificação.

## - Procedimentos:

De acordo com a tabela 5.4, as amostras foram sinterizadas a 1500°C, 1600°C, 1700°C, 1800°C e 1900°C. As amostras foram submetidas a pressão de 80MPa durante todo processo de sinterização e permanência de 10 minutos na temperatura máxima.

Amostras	Composição da Mistura (% em pesoTiB₂)	Temperatura (°C)
19TiB <sub>2</sub>	70	1900
19AIN	30	1900
18TiB <sub>2</sub>	70	1800
18AIN	30	1800
17TiB₂	70	1700
17AIN	30	1700
16TiB₂	70	1600
16AIN	30	1600
15TiB <sub>2</sub>	70	1500
15AIN	30	1500

Tabela 5.4. Descrição das amostras sinterizadas.

Para realização do processo de sinterização as misturas foram carregadas em uma matriz cilíndrica de grafite densificado (Figura 5.1) e a compressão das misturas no interior da matriz foi realizada utilizando pistões também de grafite densificado (Figura 5.2). Foi utilizada folha de grafite (0,25mm de espessura) entre as paredes internas do molde e a mistura, assim como, entre as superfícies de contato dos pistões com a mistura, objetivando a não reação das amostras com o molde e os pistões, além de, facilitar a retirada das amostras após a sinterização.



Figura 5.1. Matriz cilindra de grafite densificado, onde: Φa=30,0mm; Φb=10,5mm; C=30,0mm.



Figura 5.2. Pistões de grafite densificado, onde: Φa=10,0mm; b=30,0mm.

O aquecimento das misturas, até atingir a temperatura de sinterização, foi realizado utilizando uma taxa de aquecimento de 200°C/minuto. Esta taxa foi limitada pela amperagem máxima permitida pelo equipamento. O resfriamento do sistema, após sinterização, foi realizado de forma livre, aliviando a pressão uniaxial e encerrando a alimentação da corrente elétrica.

Os compósitos obtidos após o processo de sinterização possuem 10,0 mm de diâmetro, altura entre 2,82mm e 3,05mm e massa variando de 0,698g a 0,868g (Figura 5.3).



Figura 5.3. Imagens de uma das amostras sinterizadas.

Foram sinterizadas 10 (dez) amostras para cada grupo descrito na tabela 5.4. O tempo gasto para cada sinterização foi de aproximadamente 1,5 horas, considerando desde a pesagem da mistura até a retirada da amostra já sinterizada.

# 5.2.6. Densidade Relativa

## - Objetivo:

Através da determinação da densidade de um material podem ser obtidas algumas características como porosidade e grau de densificação, que são particularmente importantes para materiais sinterizados.

# - Procedimentos:

O cálculo da densidade relativa das amostras foi realizado pelo método de Arquimedes, que envolve unicamente medidas de massa. Sendo assim, a densidade pode ser calculada utilizando apenas uma balança analítica.

A densidade relativa de um material é a relação entre a sua densidade absoluta e a densidade absoluta de uma substância estabelecida como padrão. Normalmente o padrão utilizado é a densidade absoluta da água.

A água utilizada no ensaio foi destilada e recém-fervida para desgaseificação. O valor da densidade da água utilizada nos cálculos considera as variações em função da temperatura (Tabela 5.5).

		Décimos de Grau							
°C	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
0	0,9999	0,9999	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	0,9999	0,9999	0,9998
10	0,9997	0,9996	0,9994	0,9993	0,9991	0,9990	0,9988	0,9986	0,9984
20	0,9982	0,9980	0,9976	0,9973	0,9971	0,9968	0,9965	0,9963	0,9960
30	0,9957	0,9954	0,9947	0,9944	0,9941	0,9937	0,9934	0,9930	0,9926
40	0,9952	0,9919	0,9911	0,9907	0,9902	0,9898	0,9894	0,9890	0,9885
50	0,9881	0,9876	0,9867	0,9862	0,9857	0,9852	0,9848	0,9842	0,9838

Tabela 5.5. Densidade da água em função da Temperatura (Mazali, 2009).

O procedimento para determinação da densidade de um monolítico denso envolveu as seguintes etapas:

1) Determinação da massa do monolítico (m<sub>c</sub>),

2) Montagem do aparato para determinação da massa aparente (m<sub>ap</sub>),

3) Determinação da massa aparente,

4) Determinação da temperatura da água,

5) Cálculo da densidade (d<sub>c</sub>).

$$d_c = \left(\frac{m_c}{m_c - m_{ap}}\right) \cdot d_{H_2O}$$

Durante a montagem do aparato para determinação da massa aparente (massa submersa em água) a balança foi zerada com o recipiente porta amostra vazio e imerso no líquido. O recipiente porta amostra ficou completamente imerso no líquido, sem tocar no béquer durante todo o procedimento.

A densidade teórica (d $_{\tau}$ ) das misturas foi calculada de acordo com a regra das misturas:

$$d_{T} = \frac{m_{TiB_{2}} + m_{AlN}}{\frac{m_{TiB_{2}}}{d_{TiB_{2}}} + \frac{m_{AlN}}{d_{AlN}}}$$

Onde:

 $m_{TiB2}$  = massa do diboreto de titânio na mistura,  $m_{AIN}$  = massa do nitreto de alumínio na mistura, d<sub>TiB2</sub>= densidade teórica para o diboreto de titânio, d<sub>AIN</sub>= densidade teórica para o nitreto de alumínio.

A densificação (d%) demonstra a diferença entre a densidade experimental do material sinterizado e a teórica, ou seja, é a razão entre a densidade aparente da amostra e a densidade teórica do material, conforme:

$$d\% = \frac{d_c}{d_t}$$

#### 5.2.7. Dureza dos compósitos

### - Objetivo:

Avaliar a resistência à penetração dos compósitos sinterizados e relacionar esta propriedade mecânica ao desempenho do material estudado, incluindo abrasão e usinabilidade.

#### - Procedimento:

As amostras foram submetidas ao ensaio de dureza Vickers respeitando norma ASTM 092 que normatiza este tipo de procedimento. O equipamento foi previamente calibrado com bloco padrão da mesma marca que o microdurômetro. A carga utilizada para a indentação foi de 19,614N (2kg). Esta carga foi lentamente aplicada na superfície da amostra por meio de um pistão e mantida durante 10 segundos, sendo depois retirada e sua impressão observada através de microscópio óptico no próprio equipamento. O equipamento utilizado determina os valores de dureza na escala Vickers e a conversão para GPa é realizada utilizando a equação:

$$GPa = Hv \cdot 0,009807$$

# 5.2.8. Tenacidade à Fratura (K<sub>1c</sub>)

## - Objetivo:

Avaliar a resistência ao impacto dos compósitos sinterizados. Importante ressaltar que durante aplicação mecânica dos compósitos em estudo no presente trabalho, os mesmos devem associar alta dureza superficial e grandes resistências aos mecanismos de desgaste, desta forma, o estudo da tenacidade dos sinterizados é de grande relevância.

#### - Procedimento:

Os ensaios de tenacidade à fratura dos compósitos foram realizados pelo método de indentação Vickers. Este método determina K<sub>1c</sub> utilizando o comprimento das trincas geradas pelas impressões produzidas no ensaio de dureza, bem como o valor da carga aplicada. (Niihara, 1983; Dias, 2004).

O valor desta propriedade foi determinado pela equação abaixo (Hanyaloglu *et al.*, 2001):

$$K_{1C} = 1,705 \cdot (W \cdot HV)^{0,16}$$

$$W = \frac{P}{L}$$

Onde:

 $K_{1C}$ = tenacidade à fratura (MPa.m<sup>1/2</sup>),

HV= dureza Vickers (Kgf/mm<sup>2</sup>),

P = carga de impressão (Kgf),

L= somatório dos comprimentos das trincas superficiais formadas (mm).

#### 5.2.9. Microscopia Confocal a Laser

#### - Objetivo:

Este tipo de análise é adequado para avaliar a efetividade da sinterização através de componentes estruturais, entre eles, porosidade, segregação e formação de fases. Análise possível pelo escaneamento seriado para criar seções ópticas abaixo de 250 nm de espessura. As seções ópticas podem ser empilhadas para fornecer reconstrução digital em 2D (2 dimensões) e 3D (3 dimensões).

Uma vez que, no microscópio Confocal todas as estruturas fora de foco são eliminadas, deixando a imagem com melhor definição e profundidade de campo em relação à microscopia óptica convencional, esta técnica também foi utilizada para a medição das trincas empregadas durante o cálculo de Tenacidade à Fratura.

## 5.2.10. Ensaio de Usinagem

## - Objetivo:

Este ensaio foi realizado com a finalidade de avaliar o comportamento dos sinterizados como substrato para ferramenta de usinagem em processo de torneamento.

#### - Procedimento:

O ensaio foi baseado nas recomendações da norma ISO 3685 (1993) que se destina a unificar os testes para ferramentas de corte.

Para usinagem foi selecionado aço carbono SAE 1045 com comprimento de 100,0 mm e diâmetro inicial de 50,8 mm e um aço SAE 4140 temperado com comprimento de 65,0 mm e diâmetro inicial de 30,0 mm. Ambos os materiais foram fixados em uma placa de três castanhas.

Para realizar a operação de usinagem foi necessário fabricar porta ferramenta que atendesse às sugestões da norma (ISO 3685, 1993). Desta forma foi garantida a rigidez e o correto assentamento da pastilha durante o processo.

O porta ferramenta foi fabricado em fresa (CNC) utilizando barra quadrada (25,4mm) de aço SAE 1045.

Após fabricação o porta ferramenta foi submetido a tratamento térmico com a finalidade de atingir a dureza recomendada pela norma ISO 3685 (1993). A ferramenta foi temperada e revenida seguindo o procedimento:

- Aquecimento até 500°C e permanência nesta temperatura por 10 minutos.
- Austenitização a 840°C por 30 minutos.
- Resfriamento em água para obtenção de estrutura martensítica.
- Revenimento a 450°C por 2 horas.
- Resfriamento lento acompanhando a inércia do forno desligado.

Seguinte ao tratamento térmico, o porta ferramenta foi submetido a ensaio de dureza Rockwell utilizando a escala "C", recomendada para aço temperado.

Durante os ensaios de usinagem, apenas a pastilha foi removida para a medição do desgaste utilizando lupa graduada e microscopia óptica. O suporte foi mantido sempre na mesma posição no magazine do torno, de modo a evitar possíveis variações nos resultados, em razão de colisões ou variação na profundidade de corte.

O método de ensaio de usinagem adotado no presente trabalho foi o de curta duração. Este ensaio se caracteriza por ser realizado em condições severas de usinagem, objetivando a aceleração do desgaste da ferramenta. São ensaios que não requerem grande quantidade de material ou longos períodos de duração.

Segundo Evangelista *et al.* (2003) e Redford e Mills (1981), os ensaios de curta duração encontram resultados muito próximos aos de longa duração, tornando-se bastante útil do ponto de vista prático, já que, pode ser realizado em curto espaço de tempo e a baixo custo.

As curvas de vida útil das ferramentas foram determinadas fixando os parâmetros de profundidade e avanço durante o processo de usinagem, sendo assim, apenas a velocidade de corte sofreu variações. Isto porque, a velocidade é considerada o parâmetro de usinagem com maior influência no desgaste de ferramentas (Ferraresi, 1970). Cada velocidade escolhida foi mantida constante ao longo de todo o ensaio, ou seja, à medida que ocorria a diminuição do diâmetro do corpo de prova, a rotação aumentava automaticamente pelo comando do equipamento, mantendo a velocidade de corte constante.

Foram utilizadas altas velocidades de corte, baixo avanço e profundidade durante os ensaios. Valores justificados por se tratar de pastilhas com características de material cerâmico, recomendadas para aplicações de acabamento. A tabela 5.6 apresenta os valores de velocidade de corte (Vc), profundidade (ap) e avanço (f) utilizados ao longo dos ensaios. Estes parâmetros foram determinados de acordo com recomendações encontradas na literatura e indústria. A norma ISO 3685 (1993) recomenda três velocidades de corte quando se trata de material cerâmico.

Vc (m/min)	f (mm/rev)	ap (mm)
300	0,2	0,1
200	0,2	0,1
100	0,2	0,1

Tabela 5.6. Parâmetros de corte utilizados nos ensaios.

O tempo de usinagem (Tc), para construção das curvas de vida útil da ferramenta, foi determinado de acordo com a equação:

$$Tc = \frac{L_m}{f_n \cdot n}$$

Onde:

Tc = tempo de usinagem (minutos)

 $L_m$  = comprimento usinado (mm)

fn= avanço por rotação (mm/rot)

n = velocidade do fuso (Rpm)

A norma ISO 3685 (1993) recomenda diferentes critérios aceitáveis para determinar o fim de vida útil da ferramenta e possibilita a utilização de novos critérios de acordo com a necessidade do ensaio. O presente trabalho considerou os seguintes critérios de fim de vida útil para as amostras sinterizadas:

- Desgaste de flanco máximo VB<sub>max</sub> = 0,30 mm ou
- Rugosidade máxima da superfície usinada Ra = 6,3 µm ou
- Falha catastrófica da ferramenta.

O valor de R<sub>a</sub> (desvio aritmético médio) escolhido como critério de rugosidade para fim de vida da ferramenta foi baseado no valor máximo de rugosidade aceitável para operações de torneamento simples. Este valor refere-se à classe N9 de rugosidade (Ferraresi, 1970). Os demais critérios de fim de vida são recomendações da norma (ISO 3685, 1993).

## 5.2.11. Mensuração da rugosidade

## - Objetivo:

Registrar as irregularidades finas e erros microgeométricos resultantes da ação inerente ao processo de corte, e assim, avaliar a integridade superficial para descrever a qualidade da superfície usinada e determinar fim de vida da ferramenta.

#### - Procedimento:

O rugosímetro foi posicionado sobre a superfície usinada após cada passe realizado pela ferramenta. A mensuração do parâmetro de rugosidade R<sub>a</sub> (desvio aritmético médio) foi realizada na direção axial ao cilindro, pois peças torneadas possuem raias circulares perpendiculares às geratrizes do cilindro. A rugosidade foi determinada em dois pontos do material usinado: a 15,0 mm do final do comprimento usinado e a 10,0 mm do inicio do comprimento usinado. Em cada ponto foram realizadas três medidas ao longo do perímetro usinado.

#### 5.2.12. Análise Estatística dos Ensaios de Usinagem

#### - Objetivo:

Avaliar estatisticamente a confiabilidade e representatividade dos ensaios de usinagem.

## - Procedimento:

As curvas de desgaste foram construídas com as médias aritméticas do desgaste das ferramentas em função do tempo de corte. As médias e os desvios padrões utilizados foram calculados a partir da repetição de todos os ensaios. E ainda, a determinação do coeficiente de variação foi utilizada como medida relativa de dispersão. Este coeficiente é útil para comparação em termos relativos do grau de concentração em torno da média (Tabela 5.7).

Tabela 5.7. Equações para análise estatística dos ensaios de usinagem.

Média Aritmética	Desvio Padrão	Coeficiente de Variação
$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i F_i}{n}$	$\sigma_{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} (X_{i} - \overline{X})^{2} \cdot F_{i}}{n}$	$C.V = \frac{\sigma_X}{\overline{X}}$

Onde:  $X_i$  = valor medido;  $F_i$  = frequência absoluta; n = número de medidas.

# **CAPÍTULO VI**

# **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

#### 6.1. Aspectos Gerais

O objetivo do presente trabalho foi avaliar o comportamento de compósitos TiB<sub>2</sub> – AIN sinterizados via plasma pulsado e aplicados como ferramenta de corte para processo de torneamento. Foram avaliadas duas composições (70% de nitreto de alumínio e 70% de diboreto de titânio) em diferentes temperaturas de sinterização (1500°C, 1600°C, 1700°C, 1800°C e 1900°C). Todas as amostras foram sinterizadas a uma pressão constante de 80 MPa e mantidas por 10 minutos na temperatura máxima.

Para desenvolvimento deste estudo os pós de partida foram caracterizados por difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura. As amostras desenvolvidas tiveram sua microestrutura investigada e como a principal motivação deste trabalho foi a aplicação das amostras como ferramenta de corte, a determinação da densidade relativa, dureza e tenacificidade à fratura tornaram-se fundamentais. Por fim, as amostras que obtiveram melhor desempenho durante o processo de sinterização e na avaliação de suas propriedades foram submetidas aos ensaios de usinagem com diferentes velocidades de corte.

A seção 4.2 deste capítulo apresenta os resultados de caracterização das matérias primas. A seção 4.3 relata os resultados obtidos com as análises dos compactos sinterizados. Já a seção 4.4 registra os resultados obtidos com os ensaios de usinagem.

## 6.2. Caracterização das Matérias Primas

A caracterização por difração de raios X para o pó de nitreto de alumínio (Figura 6.1) e diboreto de titânio (Figura 6.2) apresentaram apenas picos referentes ao AIN e TiB<sub>2</sub>, respectivamente. Comprovando as especificações, que segundo os fabricantes, tratasse de pós com elevado grau de pureza (98% para o AIN e 99,5% para o TiB<sub>2</sub>).

A utilização de matéria prima praticamente isenta de contaminantes é de grande importância para garantir resultados coerentes e confiáveis.



Figura 6.1. Difratograma de raios X para o pó de partida AIN [0].



Figura 6.2. Difratograma de raios X para o pó de partida TiB<sub>2</sub> [•].
De acordo com a microscopia eletrônica de varredura (Figura 6.3) o pó de nitreto de alumínio (AIN) possui morfologia tendendo a forma irregular com tamanho de grão de aproximadamente 1 µm. Já o pó de diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>), apresentou morfologia na forma de plaquetas com tamanho de grão de aproximadamente 10µm. Como será mencionado posteriormente, a morfologia do diboreto de titânio é de grande importância no processo de tenacificação do compósito AIN – TiB<sub>2</sub>.



(a)



(b)

Figura 6.3. Microscopia Eletrônica de Varredura para os pós de partida, onde: (a) AIN, 20000x; (b) TiB<sub>2</sub>, 5000x.

A microanálise química (Figura 6.4), realizada com espectrômetro de energia dispersa (EDS) possibilitou a análise qualitativa e semi-qualitativa dos elementos presentes nos pós de partida. Conforme esperado, o resultado para o ensaio realizado com pó de AIN (Figura 6.4 a) apresentou picos de alumínio, nitrogênio, platina e oxigênio. A presença de platina é proveniente da metalização das amostras e o oxigênio provavelmente devido à oxidação da superfície do pó. Para o ensaio com pó de TiB<sub>2</sub> foram encontrados titânio, boro e platina (Figura 6.4 b).



Figura 6.4. Mapeamento por EDS dos pós de partida: (a) AIN e (b) TiB<sub>2</sub>.

# 6.3. Caracterização e Propriedades dos Compósitos Sinterizados

# 6.3.1. Preparação metalográfica das amostras

A figura 6.5 mostra o registro por microscopia óptica das etapas de preparação metalográfica de uma das amostras sinterizadas. O registro da preparação metalográfica para as demais amostras encontra-se no anexo A.







Figura 6.5. Preparação metalográfica da amostra 19AIN, onde: (a) após lixamento; (b) polimento 9µm; (c) 6µm; (d)3µm; (e)1µm; (f)0,25µm. Microscopia Óptica 500x.

Como mencionado no capítulo anterior, as amostras foram submetidas a processo de corte, embutimento e depois lixadas e polidas em diferentes granulometrias. A preparação metalográfica foi fundamental para a caracterização microestrutural das amostras, além de, proporcionar resultados confiáveis de dureza Vickers e tenacidade à fratura (K<sub>1c</sub>).

### 6.3.2. Difração de Raio X

No intuito de facilitar a análise dos resultados, os difratogramas das amostras sinterizadas foram divididos em dois grupos. A figura 6.6 mostra o resultado para as amostras com 70% de TiB<sub>2</sub> e a figura 6.7 as amostras com 70% de AIN. Como era esperado, predominam os picos de AIN e TiB<sub>2</sub>, além da presença de nitreto hexagonal de boro (hBN), alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), nitreto de titânio (TiN) e o boreto Al<sub>2</sub>B.



Figura 6.6. Difratograma das amostras sinterizadas com 70% TiB<sub>2</sub>: [•] TiB<sub>2</sub>; [Φ] hBN; [◊] AIN; [□] Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; [Δ] AlB<sub>2</sub>; [¥] TiN.



Figura 6.7. Difratograma das amostras sinterizadas com 70% AlN: [•] TiB<sub>2</sub>; [ $\Phi$ ] hBN; [ $\Diamond$ ] AlN; [ $\Box$ ] Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; [ $\Delta$ ] AlB<sub>2</sub>; [¥] TiN.

Segundo Xu *et al.* (2003) e Li *et al.* (2002), devido à formação de óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>) e óxido de boro (B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), na superfície do diboreto de titânio, algumas reações são esperadas e justificam as fases formadas.

A formação de AIB<sub>2</sub> e TiN podem ser explicadas pela reação (4.1) que é termodinamicamente favorável em condições de sinterização:

$$AIN + TiB_2 \longrightarrow AIB_2 + TiN$$
(4.1)

A presença de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, e também do TiN, pode ser justificada pela reação (JANAF, 1985):

$$3\text{TiO}_{2(S)} + 4\text{AIN}_{(S)} \longrightarrow 3\text{TiN}_{(S)} + 2\text{AI}_2O_{3(S)} + 1/2N_{2(g)}$$
 (4.2)

O gás N<sub>2</sub> gerado pela reação (4.2) reage com TiB<sub>2</sub> para formação de hBN (Li et al., 2002):

$$\mathsf{TiB}_{2\,(S)} + 3/2\mathsf{N}_{2(g)} \longrightarrow \mathsf{TiN}_{(S)} + 2\mathsf{BN}_{(S)} \tag{4.3}$$

Outra possibilidade para formação de hBN seria a reação (4.4):

$$2AIN_{(S)} + B_2O_{3(S)} \longrightarrow AI_2O_{3(S)} + 2BN_{(S)}$$
(4.4)

Entretanto, esta reação é pouco provável, uma vez que a camada de  $B_2O_3$  tende a evaporar antes de possibilitar a reação devido às temperaturas utilizadas (Xu *et al.*, 2003). Sendo assim, o  $B_2O_3$  também não contribuiu para formação de TiN. E a presença discreta do nitreto de titânio se deve à pouca disponibilidade de Ti $O_2$ , presente apenas em uma fina camada sobre o pó de Ti $B_2$ , que é o principal responsável pela sua formação (Xu *et al.*, 2003).

### 6.3.3. Microscopia Eletrônica de Varredura

A figura 6.8 registra as imagens obtidas após a etapa de polimento das amostras sinterizadas.

As imagens evidenciam que o aumento da temperatura de sinterização proporcionou redução de porosidade para ambas as composições, entretanto, observa-se que baixas temperaturas não permitiram eliminar efetivamente a porosidade.







Figura 6.8. Microscopia Eletrônica de Varredura após preparação metalográfica, onde: (a) 15AIN; (b) 15TiB<sub>2</sub>; (c) 16AIN; (d) 16TiB<sub>2</sub>; (e) 17AIN; (f) 17TiB<sub>2</sub>; (g) 18AIN; (h) 18TiB<sub>2</sub>; (i) 19AIN; (j) 19TiB<sub>2</sub>. Aumento de 1000x.

As imagens obtidas para amostras sinterizadas a 1500°C (Figura 6.8a e b) apresentam grãos desprendidos da estrutura e poros interconectados. As amostras sinterizadas a 1600°C (Figura 6.8c e d) também apresentam estrutura com grande quantidade de poros, entretanto, diferentemente da temperatura de 1500°C os poros já se encontram isolados na estrutura. É a partir da temperatura de 1700°C que as amostram começam a apresentar estrutura definida por uma matriz de nitreto de alumínio e uma fase dispersa e alongada de diboreto de titânio.

Como mencionado em capítulos anteriores, o processo de sinterização por fase sólida ocorre em três etapas, e o estágio inicial, onde prevalece à difusão superficial, não contribui significativamente para redução da porosidade, e consequentemente, densificação. É a partir do segundo estágio, com aumento de temperatura e surgimento da difusão por volume e por contorno de grão, que ocorre real eliminação de porosidade. Neste sentido, provavelmente as temperaturas de 1500°C e 1600°C não foram suficientes para ativar o segundo estágio de sinterização e proporcionar redução significativa da porosidade.

Continuando a análise da figura 6.8, observasse que as amostras com 70% de TiB<sub>2</sub> apresentam estrutura com maior porosidade do que as amostras com 70% de AIN para todas as temperaturas de sinterização. Fenômeno justificado pelo baixo difusão coeficiente de е elevado ponto de fusão do refratário TiB<sub>2</sub>, consequentemente, o transporte de massa para a densificação é bastante restrito quando o diboreto de titânio predomina na composição. Por este motivo, enquanto a amostra com 70% de AIN sinterizada a 1900°C (Figura 6.9a) apresenta poros esféricos isolados no interior dos grãos, a amostra sinterizada na mesma temperatura mas com 70% de TiB<sub>2</sub> (Figura 6.9b) ainda apresenta poros alongados e pontiagudos no interior dos grão e nas regiões de interface. Poros alongados e pontiagudos são prejudiciais se tratando de compósitos cerâmicos. Já os poros esféricos, encontrados nas amostras com 70% de AIN, são indicativo da eficiência do processo de sinterização.



Figura 6.9. Morfologia de porosidade para amostras sinterizadas a 1900°C, onde: (a) 70% AIN (19AIN); (b) 70% TiB<sub>2</sub> (19TiB<sub>2</sub>). Microscopia Eletrônica de Varredura com aumento de 2000x.

A figura 6.10 mostra a microanálise química por EDS realizada em amostras sinterizadas a 1700°C. A análise foi importante para comprovar a formação de uma matriz de AIN e fase dispersa e alongada de TiB<sub>2</sub> na estrutura dos compósitos.



Figura 6.10. Mapeamento por EDS para amostras sinterizadas a 1700°C, onde: (a) 70% AIN (17AIN); (b) 70% TiB<sub>2</sub> (17TiB<sub>2</sub>). Microscópio Eletrônico de Varredura com aumento de 2000x.

Já, a figura 6.11 é o resultado do mapeamento por EDS realizado em amostra sinterizada a 1500°C. Neste caso, a presença de TiB<sub>2</sub> ainda na forma de grãos desprendidos reafirma a dificuldade de sinterizar o diboreto de titânio a baixas temperaturas.



Figura 6.11. Mapeamento por EDS para amostra sinterizada a 1500°C com 70% de AIN (15AIN). Microscópio Eletrônico de Varredura com aumento de 2000x.

## 6.3.4. Densidade Relativa

A figura 6.12 mostra a densidade relativa em função da temperatura para as amostras sinterizadas. Os resultados foram coerentes com a análise realizada a partir das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura.

Uma vez que, a densificação do material é proporcional à redução de porosidade, ambas as composições corresponderam às expectativas e aumentaram o grau de densificação com o aumento de temperatura de sinterização. E ainda, devido a dificuldade de densificação das amostras com 70% de TiB<sub>2</sub>, os compósitos com 70% de AIN obtiveram comparativamente maior densidade relativa em todas as temperaturas.

Densificação de até 98% foi alcançada para compósitos com 70% de AIN e sinterizados a 1900°C. As temperaturas de 1800°C e 1700°C, desta mesma composição, também obtiveram densidade relativa acima de 90%. Já as amostras com 70% de TiB<sub>2</sub>, apenas atingiram densificação superior a 90% a partir de 1800°C. E as temperaturas de 1600°C e 1500°C não foram suficientes para obter densificações acima de 90% em ambas as composições.



Figura 6.12. Densidade relativa das amostras em função da temperatura de sinterização.

Imagens topográficas obtidas por microscopia confocal e as curvas de sinterização registradas pelo equipamento SPS ao longo do processo de sinterização foram ferramentas importantes para acompanhar a densificação e redução de porosidade das amostras.

A figura 6.13 mostra as curvas de sinterização com o registro da temperatura e do espaçamento entre os pistões (conhecida como curva de displace) para as diferentes temperaturas de sinterização. Em termos gerais, o deslocamento vertical da curva de displace é o registro da movimentação dos pistões durante o processo de sinterização. Aclives indicam aproximação entre os pistões, e consequentemente, redução de volume da amostra. Em contrapartida, declives da curva de displace indicam expansão do compactado.



















Figura 6.13. Curva da temperatura e do displace ao longo da sinterização: (a) 15AIN; (b)  $15TiB_2$ ; (c) 16AIN; (d)  $16TiB_2$ ; (e) 17AIN; (f)  $17TiB_2$ ; (g) 18AIN; (h)  $18TiB_2$ ; (i) 19AIN; (j)  $19TiB_2$ .

O menor aclive da curva de displace em amostras sinterizadas a 1500°C (Figura 6.13 a e b) refletem a menor densificação obtida a esta temperatura. Já as amostras sinterizadas a 1900°C (Figura 6.13 i e j), justificam sua alta densificação com maior aclive na curva de displace. E ainda, comparando as duas composições utilizadas, observa-se maior aclive para amostra com 70% de AIN e sinterizadas a 1900°C quando comparada a amostra com 70% de TiB<sub>2</sub> e sinterizada a mesma temperatura.

A figura 6.14 registra imagens topográficas tridimensionais da superfície das amostras obtidas por microscopia confocal. Observa-se que amostras sinterizadas a 1500°C (Figura 6.14 a e b) possuem maior irregularidade de relevo quando comparadas as amostras sinterizadas a 1900°C (Figura 6.14 i e j). Fato que se justifica pela menor porosidade para as amostras sinterizadas a maiores temperatura. Como será mencionada mais adiante, esta irregularidade superficial presente nas amostras sinterizadas a 1500°C inviabilizou uma indentação confiável para determinação da dureza pelo método Vickers.

Ambas as composições utilizadas mostram fechamento de poros com o aumento da temperatura de sinterização, entretanto, amostras com 70% de TiB<sub>2</sub> apresentaram maior irregularidade quando comparadas as amostras com 70% de AIN sinterizada a mesma temperatura.





Figura 6.14. Imagem topográfica por microscopia confocal, onde: (a) 15AIN; (b) 15TiB<sub>2</sub>; (c) 16AIN; (d) 16TiB<sub>2</sub>; (e) 17AIN; (f) 17TiB<sub>2</sub>; (g) 18AIN; (h) 18TiB<sub>2</sub>; (i) 19AIN; (j) 19TiB<sub>2</sub>. Aumento de 2136x.

#### 6.3.5. Dureza

Como já foi mencionado anteriormente, a indentação para determinação da dureza Vickers dos compósitos foi realizada após preparação metalográfica. E foram as etapas de lixamento e polimento que garantiram indentações nítidas (Figura 6.15) e permitiram medir as diagonais com confiabilidade.



Figura 6.15. Indentação provocada com penetrador de diamante em amostra sinterizada a 1900°C e com 70% de AIN (19AIN), onde: (a) imagem superficial, (b) imagem tridimensional. Microscopia Confocal com aumento de 2136x.

A figura 6.16 registra a dureza dos compósitos em função das temperaturas de sinterização. Uma vez que, a densificação influência diretamente a dureza do material sinterizado, observa-se um comportamento semelhante entre o gráfico de densidade relativa e dureza, principalmente para as temperaturas de 1600°C e 1700°C.

Para as temperaturas de 1800°C e 1900°C, onde as densificações foram superiores a 90%, a composição das amostras passa a ter influencia mais significativa na dureza dos compósitos. Sendo assim, as composições com 70% de TiB<sub>2</sub>, maior teor da fase refratária, alcançaram praticamente os mesmos valores de dureza que a composição com 70% de AIN, mesmo que esta última tenha alcançado maior densificação.

Importante ressaltar que a partir de 1700°C foi atingido durezas superiores ao nitreto de alumínio monolítico (10,6GPa). Entretanto, os resultados ficaram abaixo da dureza encontrada na literatura para o TiB<sub>2</sub> puro (20 a 25GPa) (Basu *et al.*, 2006; Munro, 2000).



Figura 6.16. Dureza das amostras em função da temperatura de sinterização.

A etapa de preparação das amostras garantiu uma indentação visível nos compósitos sinterizadas a 1500°C (Figura 6.17). Sendo que, devido à baixa densificação e a superfície irregular as arestas da indentação ficaram abauladas, não atendendo as exigências da norma ASTM 092 necessárias para um ensaio confiável. Por este motivo não foi calculado os valores de dureza para as sinterizações realizadas a 1500°C.



Figura. 6.17. Indentação com penetrador de diamante em amostras sinterizadas a 1500°C, onde: (a) 70% AIN (15AIN); (b) 70% TiB<sub>2</sub> (15TiB<sub>2</sub>). Microscópio Eletrônico de Varredura com aumento de 300x.

#### 6.3.6. Tenacidade à Fratura (K<sub>1c</sub>)

A tenacidade à fratura dos compósitos foi determinada pelo método de indentação Vickers. Este método determina  $K_{1c}$  medindo o comprimento das trincas que se propagam nos vértices das indentações utilizadas para o ensaio de dureza. A figura 6.18 mostra os valores obtidos de  $K_{1c}$  para as amostras em função da temperatura de sinterização. Lembrando que, as amostras sinterizadas a 1500°C não obtiveram sucesso no ensaio de dureza Vickers, consequentemente, seus valores de tenacidade também foram comprometidos.



Figura 6.18. Tenacidade à fratura das amostras em função da temperatura de sinterização.

As amostras sinterizadas a 1600°C alcançaram valores de tenacidade muito inferiores quando comparados às demais temperaturas de sinterização. Para as temperaturas de 1600°C e 1700°C as diferentes composições estudadas atingiram praticamente os mesmos valores de tenacidade. Já para as amostras sinterizadas a 1800°C e 1900°C, as composições com 70% de TiB<sub>2</sub> alcançaram valores de tenacidade superior quando comparadas as amostras sinterizadas na mesma temperatura e com 70% de AIN.

Os baixos valores de tenacidade à fratura para as amostras sinterizadas a 1600°C eram esperados, uma vez que, esta propriedade sofre influência da

densificação do material. E esta temperatura obteve densidade relativa abaixo de 85%. Entretanto, a tenacidade dos compósitos não deve ser discutida tendo como base apenas a densidade relativa.

A medida que a redução da porosidade foi alcançada com aumento da temperatura de sinterização se fez presente o processo de tenacificação do material a partir dos grãos alongados de TiB<sub>2</sub> dispersos em matriz contínua de AIN.

Basicamente dois mecanismos de tenacificação foram registrados durante a investigação microestrutural dos sinterizados: a propagação intergranular e deflexão de trincas.

A figura 6.19 mostra superfícies de fratura irregulares (mudança sistemática da direção de propagação da trinca) que são indícios da ocorrência de mecanismos de tenacificação por deflexão de trinca.



Figura 6.19. Deflexão de trinca nas amostras sinterizadas com 70% de TiB<sub>2</sub>, onde: (a) 1800°C (18TiB<sub>2</sub>); (b) 1900°C (19TiB<sub>2</sub>). Microscópio Eletrônico de Varredura com aumento de 2000x.

Este fenômeno faz com que a tensão aplicada deixe de ser normal à superfície da trinca, reduzindo as tensões na frente de propagação, e consequentemente, provocando aumento da energia necessária para que a trinca alcance tamanho crítico e se torne catastrófica.

A figura 6.20 apresenta propagação intergranular de trinca em uma das amostras sinterizadas. A possível razão por este comportamento é a incompatibilidade dos coeficientes de expansão térmica entre o TiB<sub>2</sub> (7,4 x 10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>) e AIN (4,4 x 10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>). Esta diferença de coeficientes gera maior contração do TiB<sub>2</sub> durante o arrefecimento a partir da temperatura de sinterização, e

consequentemente, interface fraca entre os dois elementos (fase dispersa e matriz). Por outro lado, um acúmulo excessivo de tensões residuais na matriz de AIN devido a incompatibilidade térmica gera elevada resistência a propagação de trincas na região da matriz. As duas consequências citadas favorecem a propagação intergranular de trincas que aumenta consideravelmente a tenacidade das amostras.



Figura 6.20. Propagação de trinca intergranular em amostra sinterizada a 1900°C com 70% de TiB<sub>2</sub> (19TiB<sub>2</sub>). Microscopia Confocal com aumento de 2136x.

E ainda, por se tratar de compósitos cerâmicos, tem se a possibilidade da formação de microtrincas atuando como obstáculos para a propagação de trincas, e consequentemente, aumentando tenacidade à fratura dos corpos sinterizados.

## 6.4. Ensaio de Usinagem

Os ensaios de usinagem foram realizado com a finalidade de avaliar o comportamento dos compósitos AIN-TiB<sub>2</sub> quando aplicados na função de substrato para ferramenta de corte em processo de torneamento.

Como mencionado no capítulo anterior, os ensaios de usinagem foram realizados em três diferentes velocidades de corte (100m/min, 200m/min e 300m/min). Já a velocidade de avanço e profundidade de corte foi mantida constante em 0,2 mm/revolução e 0,1 mm, respectivamente.

Para realização dos ensaios foram selecionadas as amostras sinterizadas a 1800°C para ambas as composições:

- 1800°C com 70% de AIN (18AIN)

- 1800°C com 70% de TiB<sub>2</sub> (18TiB<sub>2</sub>)

A escolha das amostras sinterizadas a 1800°C se justifica por se tratar da menor temperatura, entre as avaliadas, que obteve relação satisfatória entre as propriedades ensaiadas. Não ter optado pelas amostras sinterizadas a 1900°C aumenta a severidade dos ensaios e torna a técnica de sinterização por plasma pulsado (SPS) ainda mais atraente para esta aplicação.

### 6.4.1. Porta Ferramenta

Como mencionado no capítulo anterior, para realização dos ensaios de usinagem foi desenvolvido e fabricado porta ferramenta adequado à geometria das amostras sinterizadas. O porta ferramenta (Figura 6.21) foi confeccionado com 150 mm de comprimento e seção transversal quadrada com 25 mm de lado.

O projeto do porta ferramenta inclui ângulo de inclinação de 6° no assentamento da pastilha. Esta inclinação no próprio suporte segue as recomendações da norma ISO 3685 (1993) por se tratar de pastilha negativa. O ângulo de inclinação utilizado no projeto do porta ferramenta proporcionou a formação do ângulo de folga entre a ferramenta e o material usinado. A superfície de folga é de fundamental importância para reduzir o atrito entre os dois corpos, e consequentemente, prolongar a vida útil da ferramenta devido à redução do calor gerado.

O desenho técnico do porta ferramenta e da tampa de fixação encontram-se nos anexo B e C, respectivamente. A programação em código "G" da ISO utilizado para sua fabricação encontra-se no anexo D.

Após fabricação o porta ferramenta e a tampa de fixação foram submetidos à têmpera e revenido, alcançando 33HRC. O tratamento térmico realizado foi de fundamental importância para garantir rigidez ao porta ferramenta durante o processo de usinagem. Rigidez que garantiu um sistema estável e sem vibrações. Desta forma, foi possível realizar o ensaio de usinagem eliminando qualquer interferência de possíveis variações devido à fixação da ferramenta.



(a)



Figura 6.21. Porta ferramenta utilizado nos ensaios de usinagem, onde: (a) fixação no magazine do torno; (b) fixação da ferramenta.

# 6.4.2. Ensaios de Usinagem - aço SAE 1045

Os ensaios realizados com aço SAE 1045 não apresentaram resultado satisfatório. Ambas as composições sinterizadas, 70% de AIN e 70 % de TiB<sub>2</sub>, apresentaram grande dificuldade na usinagem deste material. Desde o primeiro passe, em todas as velocidades avaliadas, as pastilhas foram reprovadas pelo critério de rugosidade.

O registro da rugosidade para alguns passes realizados durante este ensaio encontra-se no anexo E, onde pode ser observado valores de 8,05  $\mu$ m e 10,25  $\mu$ m no parâmetro Ra (desvio aritmético médio). Lembrando que, para o desenvolvimento deste ensaio foram admitidos três critérios de fim de vida das ferramentas: desgaste de flanco máximo VB<sub>max</sub> = 0,30 mm, ou rugosidade máxima da superfície usinada Ra = 6,3  $\mu$ m ou falha catastrófica da ferramenta.

Os resultados com o aço carbono confirmam os registros encontrados na literatura a respeito das ferramentas cerâmicas. Segundo Machado (*et. al.*, 2011), ferramentas cerâmicas são ideais quando se requer alta dureza e resistência ao desgaste. É uma ferramenta que não apresenta tenacidade suficiente para usinagem de aço carbono. Porém, são ideais para usinagem de aços com durezas acima de 45 HRC, principalmente, no corte contínuo.

Ensaios de dureza realizados no aço SAE 1045 indicaram dureza de 21 HRC.

### 6.4.3. Ensaios de Usinagem - aço SAE 4140

A segunda etapa dos ensaios de usinagem foi realizada utilizando aço SAE 4140 temperado. Ensaios de dureza realizados neste aço indicaram 51 HRC.

#### 6.4.3.1. Curvas de Desgaste

A figura 6.22 mostra a curva de desgaste em função do tempo de corte para os ensaios realizados com velocidade de 100 m/min e utilizando ferramentas com 70% de AIN. De acordo com o gráfico a ferramenta atingiu desgaste de flanco médio de 0,3 mm com um tempo de usinagem de 4,17 minutos.

A curva indica um desgaste acelerado durante os primeiros minutos de ensaio, conhecido como estágio inicial de desgaste. Neste estágio, a ferramenta encontra-se em estado de adaptação às condições tribológicas impostas pelo sistema. Em seguida, a ferramenta reduz a velocidade de desgaste e atinge o estágio de maior duração na sua vida útil, o estagio intermediário durou aproximadamente de 1,5 minutos até 3,5 minutos de usinagem. Após este tempo a ferramenta já se encontra no terceiro e ultimo estágio de sua vida útil. Considerada uma etapa crítica, a ferramenta volta a apresentar um desgaste acelerado durante o terceiro estágio, onde alcança o critério de fim de vida em curto intervalo de tempo.



Figura 6.22. Curva de desgaste em função do tempo de corte para amostra com 70% de AIN e velocidade de corte de 100 m/min.

Como mencionado no capítulo anterior, as curvas de desgaste foram construídas utilizando os desgaste de flanco médio, obtidos com a repetição dos ensaios. A tabela 6.1 registra o coeficiente de variação (C.V) das médias de desgaste utilizadas na construção da curva acima. Para efeitos práticos, um coeficiente de variação superior a 50% indica alto grau de dispersão e, consequentemente, pequena representatividade da média. Enquanto que para valores inferiores a 50%, a média será tanto representativa do fato quanto menor for o valor de seu coeficiente de dispersão.

Em todos os instantes, com exceção do tempo de corte em 1,0 minuto, as médias de desgaste obtiveram coeficiente de variação inferior a 50%. Este resultado indica grande representatividade em torno da média alcançada.

Tabela 6.1. Coeficiente de Variação da curva de desgaste em função do tempo de corte para amostra com 70% de AIN e velocidade de corte de 100 m/min.

Tc (min)	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0	5,5
C.V (%)	37,3	51,2	29,5	13	20	20	21,2	21	8,3	7,2	12,6

A figura 6.23 mostra a curva de desgaste em função do tempo de corte para os ensaios realizados com velocidade de 200 m/min e utilizando ferramentas com 70% de AIN. Nesta velocidade de corte a ferramenta atingiu o fim de vida útil com 3,8 minutos de usinagem.

Semelhante à velocidade de 100m/min, a ferramenta nesta velocidade também apresenta os três estágios de desgaste bem definidos.



Figura 6.23. Curva de desgaste em função do tempo de corte para amostra com 70% de AIN e velocidade de corte de 200 m/min.

A tabela 6.2 registra o coeficiente de variação (C.V) das médias de desgaste utilizadas para construção da curva de desgaste acima.

Em todos os instantes observa-se alto grau de concentração entorno da média.

Tabela 6.2. Análise estatística da curva de desgaste em função do tempo de corte para amostra com 70% de AIN e velocidade de corte de 200 m/min.

Tc (min)	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5
C.V (%)	21	22,9	22	13,3	13	22,2	8,4	17,6	8

A figura 6.24 mostra a curva de desgaste em função do tempo de corte para os ensaios realizados com velocidade de 300 m/min e utilizando ferramentas com 70% de AIN. Para esta velocidade a ferramenta apresentou aproximadamente 2 minutos de vida útil durante a usinagem. A vida útil relativamente menor é esperada para altas velocidades de corte.





A tabela 6.3 registra o coeficiente de variação (C.V) das médias de desgaste utilizadas para construção da curva acima. Repetindo o comportamento encontrado para a curva de desgaste com velocidade de 100m/min, apenas um instante de corte obteve média de desgaste com coeficiente acima de 50%. Importante observar que neste caso o coeficiente de variação superior a 50% encontra-se fora do intervalo de vida útil da ferramenta.

Tabela 6.3. Análise estatística da curva de desgaste em função do tempo de corte para amostra com 70% de AIN e velocidade de corte de 300 m/min.

Tc (min)	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5
C.V (%)	20	31,6	33	10,9	56,4

As curvas de desgaste são fundamentais para avaliar o comportamento da ferramenta ao longo do ensaio e possibilitar a construção da curva de vida útil que avalia o tempo de vida em função da velocidade de corte.

A figura 6.25 mostra a curva de vida útil para as ferramentas com 70% de AIN. O gráfico aponta a redução no tempo de vida com o aumento da velocidade de corte. Este comportamento já era esperado durante o ensaio, entretanto, a ferramenta apresentou vida útil para velocidade de 200m/min acima do esperado quando comparada às demais velocidades de corte.



Figura 6.25. Curva de vida útil em função do tempo de corte para ferramentas com 70% de AIN.

Para ferramentas aplicadas a processos de usinagem em série é de grande importância a avaliação da ferramenta não apenas em função do tempo de corte, mas também em relação ao comprimento usinado. Desta forma, a figura 6.26 apresenta a vida útil das ferramentas com 70% de AIN para as três velocidades de corte em função do comprimento usinado. A velocidade de 100m/min, 200m/min e 300m/min atingiram, respectivamente, um comprimento usinado de 700 mm, 874 mm, 590 mm.

Esta análise foi importante para verificar o comprimento usinado em cada velocidade, como também possibilitou um melhor entendimento do comportamento da ferramenta para as três velocidades. O maior comprimento usinado para velocidade de 200m/min justifica o tempo de vida relativamente longo para esta

velocidade. Nesta velocidade, apesar de ter um tempo de vida menor do que a velocidade anterior foi o maior comprimento usinado. Os resultados também indicaram uma diferença de aproximadamente 25% entre os comprimentos usinados para as velocidades de 100m/min e 200m/min. E a diferença entre os comprimentos usinados com velocidade de 100m/min e 300m/min foi de apenas em torno de 20%. Resultados que confirmam as informações encontradas na literatura a respeito das ferramentas cerâmicas, onde esta pastilha é indicada para usinagem em maiores velocidades.



Figura 6.26. Curvas de vida útil em função do comprimento usinado para amostra com 70% de AIN.

As ferramentas com 70% de nitreto de alumínio apresentaram resultados satisfatórios durante os ensaios de usinagem. Importante ressaltar que se trata de ensaios de curta duração. Além disso, as ferramentas foram submetidas à usinagem de material com elevada dureza, sem refrigeração ou revestimento.

Durante os ensaios, a ferramenta com 70% de AIN sofreu apenas um caso de reprovação pelo critério de rugosidade da superfície usinada. Para as demais situações a superfície usinada apresentou rugosidade muito abaixo do critério de fim de vida adotado para manter a integridade superficial da peça. Em alguns passes realizados a altas velocidades a superfície chegou a alcançar valores próximos ao esperado em processo de retífica. Registros da rugosidade do material usinado com esta ferramenta encontram-se no anexo F.

A comparação dos sinterizados com ferramentas industriais ficou inviável devido à inexistência no mercado de pastilhas cerâmicas com a mesma geometria e sem revestimentos.

O mesmo padrão de ensaio foi utilizado para avaliar os compósitos com 70% de TiB<sub>2</sub>, entretanto, esta composição não apresentou comportamento satisfatório ao longo do processo de usinagem. Para todas as velocidades usinadas a ferramenta sofreu desgaste prematuro. O seu curto tempo de vida útil, associado à grande dificuldade de remoção de cavaco, sequer viabilizou a construção das curvas de desgaste e posterior análise do tempo de vida útil. Em alguns casos, o aquecimento excessivo durante o processo de usinagem com esta ferramenta provocou escoamento lateral do material usinado (Figura 6.27a). Em outra situação, a ferramenta gerou superfície de usinagem com grande irregularidade (Figura 6.27b). O registro da rugosidade alcançada durante estes ensaios encontra-se no anexo G.



Figura 6.27. Superfícies usinadas utilizando amostra com 70% de TiB<sub>2</sub>, onde: (a) escoamento lateral do material usinado; (b) irregularidade superficial.

Uma das possibilidades para o baixo desempenho das ferramentas com maior teor de TiB<sub>2</sub> está no caráter refratário deste elemento que dificulta a troca de calor, provocando temperaturas elevadas durante o processo. Em contrapartida, o nitreto de alumínio é conhecido pela sua alta condutividade térmica, e consequentemente, boa dissipação de calor. Lembrando que o diboreto de titânio foi fundamental para redução dos parâmetros de sinterização e no processo de tenacificação do compósito.

## 6.4.3.2. Análise de Cavaco

Como já foi mencionado em capítulos anteriores, o estudo científico da formação de cavaco e de sua morfologia é de grande importância para melhor entender o processo de usinagem e também o comportamento da ferramenta. Esse estudo tem contribuído para avanços no processo de usinagem, permitindo o desenvolvimento de ferramentas com aresta de corte e quebra cavacos mais eficientes, permitindo a usinagem de diferentes tipos de materiais em alta velocidade.

Devido ao resultado insatisfatório na usinagem com o aço carbono SAE 1045 será analisada apenas a morfologia do cavaco produzido durante a usinagem com aço SAE 4140.

A figura 6.28 mostra o cavaco formado para as três velocidades de corte utilizando ferramenta com 70% de TiB<sub>2</sub>. Mesmo com o desgaste acelerado e baixa taxa de remoção de cavaco foi possível avaliar as diferenças morfológicas para o material removido utilizando as três velocidades.

A velocidade de corte de 100m/min produziu um cavaco de formato heterogêneo e de difícil classificação. Já o cavaco formado com velocidade de corte de 200m/min possui uma morfologia descontínua ou também conhecida como segmentada. E com velocidade de 300m/min o cavaco apresentou morfologia contínua, que caracteriza-se pelo grande comprimento.

O formato heterogêneo do cavaco produzido com velocidade 100m/min possivelmente é resultado do desgaste de flanco acelerado que provoca alterações na geometria da ferramenta. Como será discutido futuramente, a perda do ângulo de folga e de saída de cavaco provoca aumento do atrito ferramenta/peça e das forças de corte. Fatores importantes na produção de cavaco.







Figura 6.28. Forma do cavaco utilizando ferramenta com 70% de TiB<sub>2</sub>, onde: (a) 100m/min; (b) 200m/min, (c) 300m/min.

A figura 6.29 registra o cavaco obtido para as diferentes velocidades de corte utilizando ferramenta com 70% de AIN. Com velocidade de 100m/min o cavaco se apresenta na forma contínua, subclassificado como tipo fita. O cavaco removido com

velocidade de 200m/min e 300m/min também foram contínuos, mas nestes casos subclassificados como tipo hélice.





(b)



Figura 6.29. Forma do cavaco utilizando ferramenta com 70% de AIN, onde: (a) 100m/min; (b) 200m/min, (c) 300m/min.

Os parâmetros de usinagem e o tipo de material usinado podem ser de grande influência na forma do cavaco removido. O tipo de cavaco também está fortemente ligado às condições de atrito na interface ferramenta/cavaco.

O cavaco contínuo é mais comum durante a usinagem de material com baixa dureza, no entanto, altas velocidades de usinagem podem favorecer a formação deste tipo de cavaco em materiais duros. Este fenômeno ocorre devido ao aquecimento durante a usinagem com velocidades elevadas, o que provoca um aumento na quantidade de calor produzido no contato ferramenta/peça e reduz a propagação de trincas responsáveis pela quebra de cavaco. No entanto, a composição com 70% de AIN também apresentou cavaco contínuo para baixa velocidade de corte. Justificável, uma vez que, baixa velocidade de avanço e profundidade de corte favorece a formação deste tipo de cavaco. O avanço, seguido da profundidade de corte, é o parâmetro de maior influência na morfologia do cavaco.

O cavaco heterogêneo e segmentado apresentado durante a usinagem utilizando ferramenta com 70% de TiB<sub>2</sub> provavelmente ocorreu devido à influência do desgaste acelerado deste tipo de ferramenta. A perda da geometria da ferramenta devido ao processo de desgaste leva a alterações no ângulo de folga e saída, responsáveis pela quebra do cavaco.

Como já foi discutido em capítulos anteriores, a formato ideal para o cavaco é uma discussão complexa. A literatura ainda diverge muito a respeito deste assunto, sendo para muitos autores a formação de cavaco contínuo um fator problemático para o processo de usinagem, enquanto outros autores defendem este cavaco como a condição ideal para um melhor acabamento superficial e prolongamento da vida útil das ferramentas de corte.

## 6.4.3.3. Análise de Desgaste das Ferramentas

Esta etapa do trabalho foi dedicada à análise do desgaste sofrido pela aresta de corte após o fim da vida útil das ferramentas. Em nível de comparação, a figura 6.30 mostra uma aresta de corte antes do processo de usinagem.



Figura 6.30. Aresta de corte antes do processo de usinagem.

A figura 6.31 apresenta os desgastes das ferramentas com 70% de TiB<sub>2</sub> após usinagem nas três velocidades de corte. Mesmo que esta composição tenha apresentado rendimento abaixo do esperado para uma ferramenta de corte é de grande importância avaliar os mecanismos de desgastes encontrados na sua aresta de usinagem.

As ferramentas utilizadas nas três velocidades apresentaram desgaste na superfície de folga e de saída. O desgaste acelerado na superfície de flanco provoca perda do ângulo de folga, e consequentemente, aumento da região de atrito no contato ferramenta/peça. Está alteração nas condições tribológicas é um dos possíveis responsáveis pela elevada rugosidade do aço quando usinado com estas ferramentas. Já a perda do ângulo de saída, devido o desgaste acelerado nesta região, provoca aumento significativo nas forças de corte e dificulta a remoção do cavaco.

Observa-se que o desgaste durante usinagem com velocidade de 100m/min (Figura 6.31a) apresenta marcas abrasivas na superfície de folga. Desgaste por abrasão normalmente ocorrem devido a partículas duras da própria ferramenta que são arrancadas durante o processo de usinagem e permanecem soltas entre as duas superfícies. O movimento rotativo da peça faz com que o contato de tempos em tempos entre a ferramenta e as partículas livres provoque o desgaste. As demais velocidades não apresentaram marcas abrasivas, possivelmente devido o curto tempo de vida útil.

De acordo com o esperado, as ferramentas não apresentaram trincas na região de desgaste. Este fato ocorreu devido às características frágeis das

ferramentas cerâmicas, onde trincas superficiais rapidamente originam avarias por lascamento.







Figura 6.31. Desgaste das ferramentas com 70% de TiB<sub>2</sub>, onde: (a) 100m/min; (b) 200m/min; (c) 300m/min.

A figura 6.32 apresenta os desgastes das ferramentas com 70% de AIN após usinagem nas três velocidades de corte.





Figura 6.32. Desgaste das ferramentas com 70% de AIN, onde: (a) 100m/min; (b) 200m/min; (c) 300m/min.
Semelhante às ferramentas com 70% de TiB<sub>2</sub>, os compósitos com 70% de AIN apresentaram desgaste tanto na superfície de folga quanto na de saída. Os desgastes analisados nas três velocidades de corte apresentaram marcas abrasivas e superfícies lascadas.

As ferramentas apresentaram grande perda da superfície de saída, principalmente para as velocidades de 200m/min e 300m/min. O lascamento excessivo da superfície de saída normalmente ocorre devido ao aumento da força de corte provocada pela perda do ângulo de saída do cavaco.

Durante o processo de usinagem, as ferramentas com 70% de AIN demonstraram um comportamento de auto afiação, característica comum em ferramentas de cermet. O padrão de desgaste auto afiante, que prolonga a vida útil da ferramenta, foi observado uma vez que os lascamentos ocorridos ao longo do processo não reduziam a capacidade de usinagem da ferramenta. Além disso, as medidas de rugosidade plurimodais, ou seja, com vários picos de máximo seguidos de nova queda, sugerem a reafiação da ferramenta.

A ferramenta utilizada para velocidade de 100m/min apresentou características particulares em comparação às demais ferramentas (Figura 6.33). O perfil de desgaste produzido nesta ferramenta indica o desenvolvimento de avaria por esforço mecânico. Esta avaria normalmente ocorre devido à entrada da ferramenta na peça, vibração ou corte interrompido. Duas características reforçam o indicio de avaria mecânica, que seriam a presença de trinca paralela à aresta de corte (Figura 6.33a) e lascamento acentuado na superfície de saída (Figura 6.33b).



Figura 6.33. Detalhes do desgaste ocorrido na ferramenta com 70% de AIN – 100m/min, onde: (a) trinca paralela a aresta de corte; (b) craterização da superfície de saída.

Importante registrar que as ferramentas demonstraram estabilidade química durante todo o processo de usinagem. Esta observação é confirmada pela ausência de desgastes típicos de afinidade química da ferramenta com o material usinado ou com o meio atmosférico. Por exemplo, nenhuma ferramenta apresentou desgaste por difusão, mecanismo muito comum em metal duro que envolve transferência atômica entre a ferramenta e o material usinado. Este mecanismo é responsável por desgaste de flanco e craterização da ferramenta, entretanto sua textura é de aparência lisa, o que não foi verificado em nenhuma das ferramentas. Neste mesmo sentido, não foram encontrados entalhes típicos de desgaste por oxidação.

A ausência de aresta postiça de corte (APC) na superfície das ferramentas também confirma a estabilidade química dos compósitos e favorece o acabamento superficial do usinado. Entretanto, outras propriedades do compósito cerâmico foram faráveis ao bom acabamento superficial alcançado. Exemplo é a baixa condutividade térmica deste material que possibilita elevada dureza a quente, evitando deformações na aresta de corte e colaborando com a integridade superficial da peça.

A aparência agressiva dos desgastes desenvolvidos nas ferramentas é resultado da ausência de revestimentos associado às condições severas de usinagem. Ferramentas industriais contemporâneas são fabricadas com três ou mais camadas de revestimento. Camadas que prolongam acentuadamente a vida útil destas ferramentas.

Os estudos realizados no presente trabalho avaliaram o que o mercado de ferramenta de corte considera como substrato, ou seja, material base de ferramenta sem camadas de revestimento. Lembrando que a norma ISO 3685 (1993) sugere que os ensaios sejam realizados em ferramentas sem revestimento. O comportamento satisfatório deste substrato na usinagem de um aço temperado foi fundamental para confirmar a importância do nitreto de alumínio e diboreto de titânio no contexto dos processos de usinagem.

### **CAPÍTULO VII**

## CONCLUSÕES

Durante o desenvolvimento deste trabalho, compósitos a base de diboreto de titânio e nitreto de alumínio foram obtidos via sinterização por plasma pulsado. Após analisar suas características e propriedades, os sinterizados foram avaliados na função de ferramenta de corte para processo de usinagem. Desta forma, conclui-se que:

A técnica de sinterização por plasma pulsado se mostrou eficiente no desenvolvimento de compósitos TiB<sub>2</sub> – AIN com temperatura e pressão relativamente baixos e em curto intervalo de tempo.

- Temperaturas de 1800°C foram suficientes para obter amostras com alta densificação.

 As amostras com 70% de TiB<sub>2</sub> demonstraram maior dificuldade de densificação quando comparadas as amostras com 70% de AIN.

 Os compósitos apresentaram uma estrutura com matriz de nitreto de alumínio e plaquetas dispersas de diboreto de titânio.

 A combinação de TiB<sub>2</sub> e AIN favoreceu o processo de tenacificação por deflexão e propagação intergranular de trincas.

- Foi alcançada dureza superior ao AIN puro, entretanto, os valores foram inferiores a dureza do TiB<sub>2</sub> puro.

 Compósitos TiB<sub>2</sub> – AIN, quando aplicados como ferramenta de corte, demonstraram resultados insatisfatório na usinagem de aço SAE 1045.

 Os compósitos com 70% de AIN obtiveram sucesso na usinagem do aço SAE 4140 temperado. Entretanto, os compósitos com 70% de TiB<sub>2</sub> não obtiveram resultados satisfatórios.

 A composição com 70% de TiB<sub>2</sub> demonstrou não ser ideal para aplicação como ferramenta de corte, sendo reprovada em todos os testes que foi submetida.

- As ferramentas com 70% de AIN atenderam aos critérios de acabamento superficial estipulados para a usinagem do aço temperado.

 Durante a aplicação como ferramenta de corte os compósitos com 70% de AIN apresentaram estabilidade química e um padrão de desgaste auto afiante.

### **CAPÍTULO VIII**

## SUGESTÕES

Tendo em vista os resultados alcançados nesta tese e, visando a continuidade desta linha de pesquisa, ficam como sugestões:

 - A avaliação do sistema TiB<sub>2</sub> – AIN com composições diferentes das estudadas no presente trabalho. Desta forma seria possível determinar a composição ideal deste compósito para aplicações como ferramenta de corte.

 Aplicação dos compósitos TiB<sub>2</sub> – AIN na usinagem de ferro fundido e materiais não ferrosos.

- Investigação da viabilidade econômica deste sistema para aplicação como ferramenta de corte industrial.

 Avaliação de novos compósitos tendo como base o nitreto de alumínio, uma vez que, o compósito com maior teor deste material apresentou os melhores resultados durante os ensaios de usinagem.

- Estudo das possibilidades de revestimento aplicáveis aos compósitos TiB<sub>2</sub> - AIN.

- Desenvolvimento de novas matrizes de sinterização via SPS para possibilitar o desenvolvimento de ferramentas com diferentes geometrias.

 Estruturação de grupo de pesquisa visando à investigação dos mecanismos de desgaste presentes nos processos de usinagem e desenvolvimento de novos materiais para ferramenta de corte.

## **CAPÍTULO IX**

# **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

Abele, E.; Dorr, J. (2002) Ferramentas de corte protegidas contra a defasagem tecnológica, *Máquina e Metais*, Ago, pp. 38-53.

Abrão, A.M. (1995) Tool life and workpiece surface integrity evaluations when machining hardened AISI H13 and AISI E52100 steels with conventional ceramic and PcBN tool materials, *Society Manufacturing Engineers*, p 483.

Amorim, H. J. (2002) Estudo da Relação entre Velocidade de Corte, Desgaste de Ferramenta, Rugosidade e Força de Usinagem Em Torneamento com Ferramenta de Metal Duro. Mestrado. 114 p. Universidade federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

Baik, S., Becher, P.F. (1987) Effect of oxygen contamination on densification of TiB<sub>2</sub>. *Journal of the American Ceramic Society*, Westerville, v.70, p. 527-530.

Baldacim,S. A.; Silva, O. M. M.; Santos, C.; Silva, C. R. M. (2005) Estudo do nitreto de alumínio para aplicações termo-mecânicas. *Revista Cerâmica*, v.51, no.320, p 349-353, Out./Dez, São Paulo.

Barsoum, M. (2000) Fundamentals of Ceramics – *International Editions*, MCGRAW-HILL series in materials science and engineering, New York.

Barsoum, M.W. (1997) Fundamentals of Ceramics. *McGraw - Hill International*, New York, p. 331-390.

Basu, B; Raju, G. B., Suri, A. K. (2006) Processing and properties of monolithic TiB 2 based materials. *International Materials Reviews*, v. 51, n. 6, pp. 352-374.

Baungartner, H.R., Steiger, R.A. (1984) Sintering and properties of titanium diboride made from powder synthesized in plasma-arc heater. *J. Am. Ceram. Soc*, 67, p 207-212.

Belot, V., Corriu, R.J.P., Leclerq, D., Mutin, P.H., Vioux, A. (1992) Thermal redistribuction reactions in crosslinked polysiloxanes. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, v. 30, p. 613 - 622.

Boothroyd, G. (1981) Fundamentals of metals machining and machine tools. *Editora International student*, 5° edição. Nova York: Mc Graw Hill.

Boschi, A.O. (1988) Fabricação de Cerâmicas Avançadas. *Informativo do INT*, 20, 41: 16-18, Janeiro/Abril.

Bowen, P.; Highfield, J. G.; Mocellin. A.; Ring, T. A. (1990) Degradation of aluminum nitride powder in an aqueous environment. *Journal of de American Ceramic Society*, v. 73, n.3, p 724-728.

Callister, W. (2000) Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 5° edição. São Paulo: *LTC*, p.359.

Chiaverini, V. (1990) Aços e ferros fundidos. 6<sup>a</sup> ed., São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 576 pgs.

CIMM – Centro de Informação Metal Mecânica (2002). Disponível em: http://www.cimm.com.br, acesso em: 12 de agosto de 2014.

Clark, I. E., Sem, P. K. (1998) Advances in the development of ultrahard cutting tool material. *Industrial Diamond Review*, n.2, p. 40-44.

Costa, D. D. (1993) Análise dos parâmetros de torneamento de aços endurecidos. Dissertação de mestrado. Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, Campinas,110 p. Degrave, I.E., Udalov, YU. P. (2000) Composite Powders of the TiC-TiB2 System. *Glass and Ceramics*, n. 11-12, v. 57.

Dias, A. M. S. (2004) Análise numérica do processo de fratura no ensaio de indentação vickers em uma Liga de WC-Co, Tese de D.Sc, PGEMM/UFMG, Brasil.

Dias, A. M. S.; Miranda, J. S.; Godoy, G. C. (2009) Avaliação da tenacidade à fratura através do ensaio de indentação em pastilhas de metal duro Revista, *Matéria*, v. 14, n. 2, pp. 869 – 877.

Dias, A. M. S.; Modenesi, P. J.; Cristina, G. C. (2007) Numerical study of indentation testing in superficial coatings. In: Proceedings of International Congress in Mechanical Engineering, Brasília, November. CD-ROM.

Diniz, A. S.; Marcondes, F. C.; Coppini, N. L. (2008) Tecnologia da usinagem dos materiais. 5<sup>a</sup> ed, São Paulo: Artliber Editora Ltda.

Doyle, E. D. (1979) Frictional Interactions between chip and rake face in continuous chip-formations. *Proc. R. Soc.*, série A, v. 366, p 173-183.

Du XL, Qin ML, Farid A, Humail IS, Qu XH. (2007) Study of rare-earth oxide sintering aid systems for AIN ceramics. *Mater Sci Eng*; v.4, p. 460-471.

Evangelista, N.; Soares, R. B.; Kunrath, A. O. (2003) Um passo para aprimorar métodos de avaliação da usinabilidade. *Máquinas e Metais*, fevereiro, p. 124-140.

Ferraresi, D. (1970) Fundamentos da Usinagem dos Metais. 5° edição, São Paulo: Editora Edgard Blucher, p. 754.

Franco, A.; Shanafield, D. J. (2005) The use of yttrium (III) isopropoxide to improve thermal conductivy of polycrystalline aluminum nitride (AIN) ceramics. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, v.16, n.3, p. 139-144.

German, R.M. (1996) Liquid Phase Sintering. *John Wiley & Sons*, New York. p.67-137.

German, R.M. (1994) An Powder Metallurgy Science. Metal Powder Industries Federation, 2<sup>o</sup> ed., Princeton, New Jersey.

German, R. M. (1991) Fundamentals of Sintering In: Engineered Materials Handbook, v. 4. Ceramics and Glasses. ASM International. Metals Park, Ohio, p. 261-269.

German, R.M., Farooq, S. (1988) An update on the theory of liquid phase sintering. In: Proceeding, Tokio. *Sintering* 87<sup>o</sup>. Elsevier Science Publishers LTD. New York. v.1. p. 459-464.

Groza, J. R.; Garcia, M.; Schneider, J. A. (2001) Surface effects in field-assisted sintering. *Journal of Materials Research*, pp. 286–292.

Gu, Z., Edgar, J. H., Wang, C. M., Coffey, D. W. (2006) Thermal oxidation of aluminum nitride powder. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 89, n. 7, p. 2167-2171.

Hanyaloglu, C. (2001) Production and Indentation Analysis of WC/Fe-Mn as an Alternative to Cobalt Bonded Hardmentals. *Materials Characterization*. 47, p.315-322.

Huang, C. (2006) Microstructure and mechanical properties of nano-scale Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> toughned Ti(C,N) matrix cermet tool material. *Materials Science Forum*, v. 532-533, p. 37-40.

Hulbert, D. M.; Anders, A.; Andersson, J.; Lavernia, E. J.; Mukherjee, A. K. (2009) A discussion on the absence of plasma in spark plasma sintering. *Scripta Materialia*, pp. 835–838.

Hulbert, D. M.; Jiang, D.; Anselmi-Tamburini, U., Unuvar, C.; Mukherjee, AK. (2008) Continuous functionally graded boron carbide–aluminum nanocomposites by spark plasma sintering. *Mater Sci Eng*, 493, pp. 251–255.

Hutchings, I.M. (1992) Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials, Boca Raton, USA, CRC Press, 273 pp.

ISCAR LTD. (2001) Conceitos básicos de usinagem. Disponível em: www.iscardobrasil.com.br/, acesso em 25 de abril de 2014.

ISO 3002-1 (2013) Grandezas básicas em usinagem e retificação Parte 1: Geometria da parte cortante das ferramentas de corte — Termos gerais, sistemas de referência, ângulos da ferramenta e de trabalho e quebra-cavacos. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas, pp. 70.

ISO 3685 (1993) Tool-life testing with single-point turning tools. International Standard. Segunda edição, pp. 54.

ISO 513 (2004) International Organization for Standardization, "Classification and application of hard cutting materials for metal removal with defined cutting edges - Designation of the main groups and groups of application".

JANAF Thermochemical Tables (1985) American Chemical Society and American Institute of Physics for the National Bureau of Standards. Midland, MI, 3° edição.

Jang, S. A., Choi, G. M. (1993) Electrical-Conduction in aluminum nitride. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 76, n. 4, p. 957-960.

Johnson, J.L., German, R.M. (1996) Solid-state contribuitions to densification during liquid-phase sintering. *Metalurgical and Materials Transactions*, v.27 n.6.

Khan, A. A.; Labbe, J. C. (1997) Aluminium nitride molybdenum ceramic matrix composites: influence of molybdenum concetration on the mechanical properties. *Journal of Materials Science*, v. 32, n. 14, p. 3829-3833.

Kim, J.J., Mcmurtry, C.H. (1985) TiB2 powder production for engineered ceramics, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 6, p.1313-20.

Kingery, W.D. (1959) Densification during sintering in the presence of a liquid phase 1. Theory. *Journal of Applied Pysics*, v.30, n.3 p.301-306. Nova York.

Kingery, W.D., Bowen, H.K., Uhlmann, D.R. (1976) Introduction to ceramics, *Ed. John Wiley & Sons*, New York, EUA.

Komanduri, R. (1989) Tool Materials. Kirk-Othmer Encyclopedia of chemical technology. 4° edição, John Wiley & Sons: Nova York.

Kruzic, J. J.; Satet, R. L.; Hoffmann, M. J.; Cannon, R. M.; Ritchie, R. O. (2008) The utility of R-curves for understanding fracture toughness-strength relations in bridging ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 9, n. 6, p. 1986-1994.

Kwon, O. H. (1991) Liquis-Phase Sintering In: Engineered Materials Handbook, v. 4.Ceramics and Glasses. *ASM International. Metals Park*, Ohio, p. 285-289.

Li, L-H.; Kim, H-E.; Kang; E. S. (2002) Sintering and mechanical properties of titanium diboride with aluminum nitride as a sintering aid. Journal of the European Ceramic Society, vol. 22, p. 973–977.

Li, M.J.; Zhang, L.M.; Shen, Q.;Li, T.; Yu, M. Q. (2006) Journal of Materials Science, v. 41, Novembro, p. 7934–7938.

Licheri, R.; Orru, R.; Locci, A. M.; Cao, G. (2007) Efficient synthesis/sintering routes to obtain fully dense ultra-high-temperature ceramics (UHTCs). *Ind Eng Chem Res*, 46, pp. 9087-9096.

Lim, C. Y. H., Lau, P. P. T., Lim, S. C. (2001) Word material and the effectiveness of coated tools. *Surface and coatings technology*, v. 146-147, pp 298-304.

Machado, A.; da Silva, M. B. (1999) Usinagem dos Metais, Apostila, DEEME-UFU, Uberlândia.

Machado, A. R.; Abrão, A. M.; Coelho, R. T.; Silva, M. B. (2011) Teoria da Usinagem dos materiais. 2° edição, São Paulo: Editora Edgard Blucher, p397.

Mason, F. (2003) Os conceitos que guiam a indústria no desenvolvimento de pastilhas indexáveis. *Máquinas e Metais*, pp. 134-143, Dez.

Matthews, F.L., Rawlings, R.D. (1994) Composite Materials: Engineering and Science. 1° edição, USA: *editora CRC, 152p*.

Mazali, I. O. (2009) Determinação da Densidade de Sólidos pelo Método de Arquimedes. Laboratório de Química do Estado Sólido – Instituto de Química – UNICAMP.

Mchale, A. E. (1994) Phase Equilibria Diagrams, Borides, Carbides, and Nitrides, *American Ceramic Society*, vol. x, pp. 140-141.

Melo, A. C. A., Franco, S. D., Machado, A. R. (2005) Desgastes e avarias em ferramentas de metal duro, *Máquinas e Metais*, pp. 118-155, Dez.

Michel, B. (2000) Fundamentals of Ceramics – International Editions, MCGRAW-HILL series in materials science and engineering, 606p.

Milovik, R., Wallbank, J. (1983) The machining of low carbon free cutting steels with high speed steel tools. The machinability of engineering materials. Nova York: ASM International.

Molisani, A. L; Yoshimura, H. N.; Goldenstein, H.; Watari K. (2006) Effects of CaCO<sub>3</sub> content on the densification of aluminum nitride. *J Eur Ceram Soc*, v. 26, p. 3431–3440.

Munir, Z. A.; Anselmi-Tamburini, U.; Ohyanagi, M. (2006) The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: a review of the spark plasma method. *Journal of Materials Science* 41, pp 763–777.

Munro, R.G. (2000) Materials properties of titanium diboride. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, Washington, v. 105, p. 709-720.

Nakano, H; Watari, K.; Hayashi, H.; Urabe, k. (2002) Microstructural Characterization of High-Thermal-Conductivity Aluminum Nitride Ceramic. *J. Am. Ceram. Soc.*, 85 [12] p. 3093–3095.

Niihara, K. (1983) A fracture mechanics cnalysis of indentation-induced palmqvist crack in ceramics. *Journal of the Materials Science Letters*, v. 2, n. 5, May, pp. 221-223.

Omori, M. (2000) Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS). *Mater Sci Eng*, 287, pp.183–188.

Park, J. H.; Koh, Y. H.; Kim, H. E.; Hwang, C. S. (1999) Densification and mechanical properties of titanium diboride with silicon nitride as a sintering. *J. Am. Ceram. Soc.*, 82, p. 3037–3042.

Park, Y. W.; Choi, S. C. (1993) Sintering behavior and microstructural morphology of AIN system. *Third Euro-Ceramic, San Vicente, Spain*, p. 955-960.

Ragulya, A. V. (2010) Fundamentals of Spark Plasma Sintering. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. ISBN: 978-0-0804-3152-9, Elsevier Ltd., pp. 1–5.

Ragulya, A. V. (2008) Consolidation of ceramic nanopowders. *Adv. Appl. Ceram*. 107, pp. 34-118.

Rahaman, M.N. (1995) Ceramic processing and sintering. *Marcel Dekker*. New York. p. 515-580.

Redford, A. H.; Mills, B. (1981) Review of short time tests for prediction of tool performance. International Conference Towards Improved Performance of tool material. *Teddington, Middlesex*, april, p. 207-215.

Rhodes, M.J. (1990) Principles of Powder Technology, John Wiley & Sons, 1st Edition, Bradford, UK, p. 193-195.

Rice, R. W.; Freiman, S. W.; Brecher, P. F. (1981) Grain-size dependence of fracture energy in ceramics; I, Experimental. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 64, n. 6, p. 345-350.

Sandvik Coromant (2014). Manual técnico de Usinagem. Disponível em: www.sandvik.coromant.com.br. Acesso em: 20 de abril de 2014.

Sakai, T.; Iwata, M. (1977) Effect of oxygen on sintering of AIN. *Journal of Materials Science*, v. 12, n. 8, p. 1659-1665.

Sasso, M. (2008) Sinterização Reativa no sistema Boro- Titânio em Alta Pressão. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

Schulz, H.; Emrich, A.K.; Finzer, T.; Dörr, J. (2000) Quais são e para que servem os revestimentos. Máquinas e Metais, pp. 38-45, Set.

Shackelford, J. F. (2008) Introdução à Ciência dos Materiais para Engenheiros. Edt. Person Prentice Hall, 6° edição, São Paulo, pp. 555.

Shingley, E.J., Mischke, R.C., Budynas, G.R. (2005) Projeto de Engenharia Mecânica. Bookman, sétima edição. p.110.

Silva, J. S. R. (2012) Comparação do desempenho de ferramentas de cerâmica no faceamento de ferro fundido nodular no estado endurecido [manuscrito]. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de São João del-Rei. Departamento de Engenharia Mecânica, pp. 55.

Slack, G. A.; Tanzilli, R. A.; POHL, R. O., VANDERSANDE, J. W. (1986) The Intrinsic Thermal Conductivity of AIN. *J. Phys. Chem. Solids* Vol. 48, No. 7, p. 641-647.

Song, X., Liu, X., Zhan G, J. (2006) Neck formation and self-adjusting mechanism of neck growth of conducting powders in spark plasma sintering. *Journal American Ceramic. Soc.*, 89, p. 494–500.

Stemmer, C.E. (2005) Ferramentas de Corte I. 6° edição, Florianópolis: Editora UFSC.

Suárez, M.; Fernández, A.; Menéndez, J. L.; Torrecillas, R.; Kessel, H. U.; Hennicke, J. (2013) Challenges and Opportunities for Spark Plasma Sintering: A Key Technology for a New Generation of Materials. *http://dx.doi.org/10*, cap. 13, pp. 319-342.

Taylor, G.F. (1933) Apparatus for Making Hard Metal Compositions. US Patent No. 1.896.854, February.

Teles, J. M. (2007) Torneamento de ferro fundido nodular ferritizado com nóbio utilizando ferramentas de metal duro. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Itajubá. Itajubá,(MG) pp.106.

Tennery, V.J., Finch, C.B., Yust, C.S., Clark, G.W. (1983) *Science of Hard Material*, Plenum, v. 53 p. 2-7.

Tennery, V. J.; Finch, C. B.; Yust, C. S.; Clark, G.W. (1981) Structure- Property Correlations for TiB<sub>2</sub>-Based Ceramics Densified Using Active Liquid Metals, in Science of Hard Materials, R. K. Viswanadham, D. J. Rowcliffe, and J. Gurland, eds. Plenum, New York pp. 891-909.

Tokita, M. (1999) Development of large-size ceramic/metal bulk FGM fabricated by Spark Plasma Sintering. *Materials Science Forum*, 308–311, pp. 83–88.

Tokita, M. (1997) Mechanism of spark plasma sintering, Proceedings of the International Symposium on Microwave. Plasma and Thermochemical Processing of Advanced Materials, ed S. Miyake and M. Samandi, JWRI, Osaka Universities, Japan, pp. 69-76.

Trent, E.M., Wright, P.K. (2000) Metal Cutting. 4th Edition, *Butteworths-Heinemann Ltd*, 446 pg., ISBN 0-7506-7069-X.

Tylczak, J. H.; Oregon, A. (2006) Abrasive wear. BLAU P. J. ASM Handbook: Friction, Lubrication, and Wear Technology ASM International. Vol. 18, 5rd., pp184-190, USA.

Weimin, W., Zhengyi, F., Mingji, J., Runzhang, Y. (1996) Fabrication of TiB2 powder by SHS with reduction process. *J. Chinese Ceram. Soc.,* 24, p. 53-57.

Weingaertner, W.L., Schroeder, R.B. (2002) Tecnologia da Usinagem com Ferramentas de Corte de Geometria Definida – Parte I. Tradução do livro "Fertigungsverfahen – Drehen, Bohren, Fräsen" de Wilfried König e Fritz Klocke, Florianópolis.

Xiulan He, Feng Ye, Zhiqiang Zhou, Haijiao Zhang (2010) Thermal conductivity of Spark Plasma Sintered AIN ceramics with multiple components sintering additive. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 496, p 413–417.

Xu, G-f.; Carmel, Y.; Olorunyolemi, T; Lloyd, I. K. (2003) Microwave sintering and properties of AIN/TiB2 composites. Jornal Materiais Revista., vol. 18, n°. 1, Janeiro.

Yuhara, D. A. (2000) Aplacação de revestimento PVD em ferramenta de corte. Brasimet Com Ind. S. A. In: http://www.brasimet.com.br/artigos.

Zhan, G-D; Kuntz, J.; Wan, J.; Garay, J.; Mukherjee, AK. (2003) A novel processing route to develop a dense nanocrystalline alumina matrix (&It;100 nm) nanocomposite material. *J Am Ceram Soc*, 86, pp. 200–202.

Zhaohui, Z.; Fuchi, W.; Lin, W.; Shukui, L.; Osamu, S. (2008) Sintering mechanismof large-scale ultrafine-grained copper prepared by SPS method. *Materials Letters*, 62, pp. 3987–3990.

Zhang, Z. H.; Shen, X. B.; Wang, F. C.; Lee, S. K.; Wang, L. (2010) Densification behavior and mechanical properties of the spark plasma sintered monolithic TiB<sub>2</sub> ceramics. Materials Science and Engineering, A 527, pp. 5947–5951.

Zhang, X. Y.; Tan, S. H.; Jiang, D. L. (2005) AIN–TiB<sub>2</sub> composites fabricated by spark plasma sintering. *Ceramics International*, v. 31, p. 267-270.

## ANEXOS

## ANEXO A

Amostra 19-TiB<sub>2</sub>



- a) Após processo de lixamento
- b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento 1µm



## Amostra 18-TiB<sub>2</sub>



- a) Após processo de lixamento
- b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento 1µm



## Amostra 18-AIN



- a) Após processo de lixamento
- b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento 1µm



## Amostra 17-TiB<sub>2</sub>



- a) Após processo de lixamento
- b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento 1µm





- a) Após processo de lixamento
- b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento1µm



## Amostra 16-TiB<sub>2</sub>



- a) Após processo de lixamento
- b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento 1µm





- a) Após processo de lixamento
- b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento 1µm



## Amostra 15-TiB<sub>2</sub>



a) Após processo de lixamento



b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento 1µm



## Amostra 15-AIN



- a) Após processo de lixamento
- b) Polimento 9µm



c) Polimento 6µm



d) Polimento 3µm



e) Polimento 1µm





## Desenho Técnico – Porta Ferramenta







Desenho Técnico – Tampa de Fixação

#### ANEXO D

#### Programação Fresa CNC – Fabricação do Porta Ferramenta

N10 G17 G71 G90 G94 N20 G53 G1 Z-110 D0 M5 F100 N30 T1; (Fresa de topo D= 16mm) N40 M6 N50 G54 D1 S1500 M3 N60 R1=0 N70 TRECHO\_1 N80 G1 X-13 Y-6.9496 Z=R1 N90 G1 X17.8390 Y-24.7545 N100 G1 X-13 Y-24.7545 N110 G1 X-13 Y-6.9496 N120 R1=R1+1 N130 REPEAT TRECHO 1 P26 N140 G1 X-13 Y-6.9496 Z0 N150 R2=0 N160 TRECHO\_2 N170 G1 X-13 Y6.9496 Z=R2 N180 G1 X17.8390 Y24.7545 N190 G1 X-13 Y24.7545 N200 R2=R2+1 N210 REPEAT TRECHO\_2 P26 N220 R3=0.685 N230 PLANO HORIZON N240 G1 X-13 Y24.7545 Z=R3 N250 G1 X5.0464 Y24.7545 N260 G1 X5.0464 Y-24.7545 N270 G1 X-13 Y-24.7545 N280 R3=R3+0.685 N290 REPEAT PLANO\_HORIZON P1 N300 G1 X-13 Y-24.7545 Z0 N310 G1 X-13 Y0 Z0 N320 G1 X-13 Y0 Z-100 N330 T2; (Fresa de topo, ACO RAPIDO, D= 10,44mm) N340 M6 N350 G55 D1 S700 M3 N360 R4=0.1975 N370 CANAL N380 G1 X-13 Y0 Z=R4 N390 G1 X3.8359 Y0 Z0 N400 R4=R4+0.1975 N410 REPEAT CANAL P7 N420 G1 X-13 Y0 G430 G1 X13 Y0 Z-100 N440 G53 G1 Z-110 D0 M5 N450 M30

## ANEXO E



# Registro da rugosidade após usinagem do aço SAE 1045

#### ANEXO F

# Registro da rugosidade após usinagem do aço SAE 4140 com pastilha de 70% AIN.



## ANEXO G

# Registro da rugosidade após usinagem do aço SAE 4140 com pastilha de 70% TiB<sub>2</sub>.

