

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE
DARCY RIBEIRO-UENF

DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA DE OBTENÇÃO DE PASTILHAS
DUPLAS SUPERDURAS À BASE DE cBN-WC EMPREGANDO UM LIGANTE
SINTERIZANTE INOVADOR

MICHEL PICANÇO OLIVIERA

ORIENTADOR: DSc. MARCELLO FILGUEIRA

CAMPOS DOS GOYTACAZES -RJ
DEZEMBRO-2016

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE
DARCY RIBEIRO-UENF

DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA DE OBTENÇÃO DE PASTILHAS
DUPLAS SUPERDURAS À BASE DE cBN-WC EMPREGANDO UM LIGANTE
SINTERIZANTE INOVADOR

MICHEL PICANÇO OLIVIERA

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.

ORIENTADOR: DSc. MARCELLO FILGUEIRA

CAMPOS DOS GOYTACAZES -RJ
DEZEMBRO-2016

Oliveira, Michel Picanço

Desenvolvimento da tecnologia de obtenção de pastilhas duplas superduras à base de cBN-WC empregando um ligante sinterizante inovador / Michel Picanço Oliveira. – Campos dos Goytacazes, 2016.

xxi, 143 f. : il.

Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2016.

Orientador: Marcello Filgueira.

Área de concentração: Materiais de alta dureza.

Bibliografia: f. 137-143.

DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA DE OBTENÇÃO DE PASTILHAS
DUPLAS SUPERDURAS À BASE DE cBN-WC EMPREGANDO UM LIGANTE
SINTERIZANTE INOVADOR

MICHEL PICANÇO OLIVEIRA

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.

Orientador: Prof. D.Sc. Marcello Filgueira

Aprovado em: 16 de dezembro de 2016.

Comissão Examinadora:

Prof. Marcello Filgueira (D.Sc., Engenharia de Materiais) - UENF

Prof. José Nilson F. de Holanda (D.Sc., Engenharia de Materiais) -UENF

Prof. Luiz Antônio Peçanha Junior (D.Sc., Engenharia de Materiais) - IFF

Prof. Max Erik Soffner (D.Sc., Engenharia Mecânica) - UENF

Prof. Juan Manuel Pardal (D.Sc., Engenharia Mecânica) -UFF

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha família, esposa, Kamilla Picanço, pais, Jose de Paula e Claudionicia Picanço e irmão, Rafael Picanço, pois foi devido ao apoio de vocês que consegui chegar até aqui.

AGRADECIMENTOS

Primeiro a Deus pois a Ele deve ser dado toda honra e gloria. Por ser um Pai de amor e infinita bondade, por sua graça e misericórdia se estender sobre todos nós.

Ao meu orientado professor Marcello Filgueira, principalmente por seu entusiasmo com a pesquisa. Por sua dedicação a todos os trabalhos realizados no GEMa. Por seus conselhos e ensinamentos.

Ao professor Guerold Bobrovnitchii (in memoria), por toda sua dedicação ao setor de materiais superduros, pela honra que tive de poder conhecer e trabalhar com uma pessoa tão sabia e com uma vida inspiradora.

Ao professor Sergio Monteiro Neves, por sua competência e sua dedicação a pesquisa e ao ensino, por ser um orientador e amigo.

A professora Maria Cristina Canela, por ser quem primeiro ensinou-me o que é fazer pesquisa de maneira séria.

A toda a banca examinadora, por aceitar ao convite e todos os ensinamentos.

Ao professor Luiz Antônio, por sua amizade, conselhos e ensinamento, por toda a disposição em ajudar.

A minha amiga e companheira Shirlene Chagas por todos os seus conselhos, sua amizade e companheirismo.

Ao técnico Renam por sua amizade sua prontidão em ajudar, por toda a sua experiência passada durante todo o tempo.

Aos Alunos de I.C. Paloma e Renan, a ajuda de vocês foi essencial para o andamento deste trabalho.

A professora Marcia G. por todos os seus ensinamentos, e por esta sempre de bem com a vida.

Ao amigo e Técnico Silvio Gomes, por sua tranquilidade sempre presente, por sua dedicação, por sua facilidade em transmitir ensinamentos tão valiosos.

A amigo e também técnico Bruno, por toda ajuda no laboratório e oficina.

A todos os amigos do GEMa, por que foi junto com vocês que esse trabalho foi construído.

SUMARIO

DEDICATÓRIA	iv
AGRADECIMENTOS.....	v
LISTA DE FIGURAS.....	ix
LISTA DE TABELAS.....	xvii
LISTA DE EQUAÇÕES.....	xviii
RESUMO	xix
ABSTRACT.....	xx
1 Introdução.....	1
2 Justificativas	3
3 Objetivos.....	5
3.1 Objetivo Principal	5
3.2 Objetivos Secundários	5
4 Ineditismo	6
5 Revisão Bibliográfica	7
5.1 Os Materiais Superduros e Sua Área de Aplicação	7
5.1.1 O Diamante.....	8
5.1.2 O cBN	9
5.1.2.1 Sintetização do cBN	12
5.2 Processos de sinterização de cBN.....	16
5.2.1 Metalurgia do pó.....	16
5.2.2 Aspectos teóricos da sinterização	18
5.2.4 Sinterização do cBN	29
5.3 A aplicação do cBN na indústria.....	33
5.5 Desenvolvimento de compósitos de cBN.....	37
5.6 Aplicação em usinagem das pastilhas de PcBN	44

5.6.1 Aspectos geométricos das ferramentas de usinagem em torneamento	46
5.6.2 Mecanismos de desgaste das ferramentas de usinagem em torneamento	50
5.6.3 Ensaios de torneamento	55
6. Materiais e Métodos.....	61
6.1 Materiais.....	61
6.1.1 Consumíveis	61
6.1.2 Equipamentos.....	62
6.2 Metodologia do trabalho.....	63
6.2.1 Caracterização dos pós.....	63
6.2.2 Mistura dos pós	63
6.2.3 Processo de Sinterização	64
6.3 Caracterização dos Corpos Sinterizados	67
6.3.1 Ensaio de densificação das pastilhas	67
6.3.2 Ensaio de dureza e microdureza	68
6.3.3 Ensaio de compressão	70
6.3.4. Análise microestrutural	70
6.3.6 Análise de DRX	71
6.3.7 Analise de FTIR	71
6.3.8 Ensaios de torneamento para insertos.....	72
7 RESULTADOS E DISCUSSÃO	74
7.1 Caracterização dos Pós	74
7.2 Caracterização do sistema ligante (Nb-Ni) utilizada na sinterização do cBN e WC.....	80
7.3 Sinterização da camada de WC.....	86
7.4 Sinterização da camada de cBN	94
.....	96

7.5 Sinterização das pastilhas duplas.	103
7.6 Propriedades mecânicas das pastilhas	113
7.6.1 Camada WC Nb-Ni	113
7.6.2 Camada de cBN Nb-Ni	114
7.6.3 Pastilha de dupla camada cBN/WC ligantes.	116
7.7 Ensaio De Usinagem.....	121
7.7.1 Análise do material a ser usinado.....	121
7.7.2 Ensaio com as Pastilhas de WC.....	122
7.7.3 Ensaio com as Pastilha de cBN.....	126
7.7.4 Ensaio de Usinagem Nas Pastilhas Duplas	130
8. CONCLUSÕES.....	133
9. Referências Bibliográficas	135

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Comparação entre as durezas de diversos materiais (VEPREK, 1999).	7
Figura 2: Região de síntese comercial dos diamantes (RANGEL, 2008).	9
Figura 3: Estruturas: (a) Diamante (b) cBN (KURDIUMOV et al., 1994).....	10
Figura 4: Estrutura do cBN, sendo (a) as esferas claras representam os átomos do elemento Boro e as esferas escuras os do elemento Nitrogênio; (b) Estrutura estratiforme do cBN (ASM HANDBOOK, 1989)	11
Figura 5: Linhas de equilíbrio termodinâmico de cBN↔hBN em conformidade com dados de diferentes pesquisadores: 1 – Corregan; 2 – Fukunaga; 3 – Solozhenko (JUNIOR, 2008).....	13
Figura 6: Linhas de equilíbrio do nitreto de boro publicadas por diferentes pesquisadores, 1-CORRIGAN e BUNDY, 2- WILL, 3-BUNDY e WENTFOR, 4-SOLOZHENK, 5-MAKI (WILL et al., 2000).....	14
Figura 7: Transição calculada entre o hBN e o cBN baseada nos parâmetros termodinâmicos apresentados por Solozhenko. O resultado é uma banda de transição para a linha de equilíbrio (WILL et al., 2000).....	15
Figura 8: Diagrama de equilíbrio de fases cBN e hBN (FUKUNAGA, 2016). .	16
Figura 9: Algumas peças tipicamente fabricadas pelo processo de metalurgia do pó (MORO, 2007).....	17
Figura 10: Etapas do processo de metalurgia do pó (MORO, 2007).	18
Figura 11: Densificação Progressiva e crescimento de grãos em várias etapas de sinterização: (a) etapa inicial; (b) etapa intermediária; (c) etapa final. (GERMAN, 1991).	21
Figura 12: Representação esquemática de fechamento de poros durante o processo de sinterização (COSENTINO, 2006).	22
Figura 13: Esquema dos estágios de sinterização via fase líquida (MARCHI, 1999).	23
Figura 14: Esquema de uma Bigorna de Bridgman.	26
Figura 15: Dispositivo de alta pressão utilizado nas prensagens. Este dispositivo é composto por duas bigornas (1 e 2), suportadas por anéis de cintamento (3), e pela cápsula deformável de calcita (4). Dentro da cavidade da cápsula é colocado o pó a ser sinterizado (5) e os discos (6) que atuam como isolantes térmicos	

e condutores elétricos, simultaneamente. Durante a compactação forma-se a gaxeta compressiva (7) (OSIPOV, 2003).....	27
Figura 16: micrografia cBN-Ti (McKie, 2011).....	31
Figura 17: Dureza dos abrasivos com o aumento da temperatura	34
Figura 18: Pastilha de cBN da sandvik, (SANDVIK, 2016).	35
Figura 19: Comparação do desgaste de duas ferramentas revestidas com cBN (MITSUBISHICARBIDE, 2016).....	36
Figura 20: Comparação do acabamento superficial de três ferramentas revestidas com cBN (MITSUBISHI CARBIDE, 2016).....	37
Figura 21: Grãos de cBN em uma matriz cerâmica, (ZHAO, 2009).	38
Figura 22: Micrografia produzida por MEV de uma PcBN, onde os grãos de cBN estão dispostos em uma matriz de TiCN, Al ₂ O ₃ e WC (ANGSERYD, 2009).....	38
Figura 23: Grãos de cBN (30% em peso) dispersos em uma matriz de WC-Co (70% em peso), sinterizados por SPS (MICHALSKI, 2015).	39
Figura 24: Micrografia de uma compósito com matriz WC–Ni–VC–TaC–cBN, sinterizados em SPS com diferentes adições de cBN: (a) 0 vol.%, (b) 10 vol.%, (c) 30 vol.% e (d) 50 vol.%(HUIYONG, 2011).	39
Figura 25: Densidade aparente e densificação com o aumento da fração em peso do cBN em uma matriz de WC–Ni–VC–TaC sinterizado por SPS Huiyong (2011).	40
Figura 26: Relação entre dureza e tensão máxima em flexão com a adição de cBN (HUIYONG, 2011).	41
Figura 27: Relação entre a quantidade de ligante (Al), com a tenacidade do PcBN, sinterizado por HP-HT (MCKIE, 2011).	42
Figura 28: Imagem de MEV mostrando (a) os aspectos da interface das camadas cBN/WC, (b) aspectos lateral da camada de cBN e (c) e por fim te topo da camada de cBN (WENPING, 2005).	43
Figura 29: (a) gráfico relacionando o desgaste de flanco das pastilhas em condições de usinagem em um aço AISI 4340 (50~53 HRC). (b) imagem de MEV mostrando o desgaste de flanco da pastilha (WENPING, 2005).....	43
Figura 30: Classificação dos processos de fabricação (adaptado, MACHADO et al., 2011).	45

Figura 31: Operação de torneamento com insertos intercambiáveis (SOUZA, 2011).	46
Figura 32: Parâmetros de corte e superfícies em torneamento cilíndrico externo (AMORIM, 2002).	47
Figura 33: Geometria da ferramenta de corte (AMORIM, 2002).	48
Figura 34: Direção dos movimentos de corte de avanço efetivo no torneamento, mostrando os ângulos de direção de avanço (ϕ), de direção efetiva (η) e plano de trabalho da ferramenta (Pfe) (DINIZ et al., 2000).	48
Figura 35: A figura (a) mostra os principais ângulos da ferramenta: α - ângulo de folga, β - de cunha, γ - de saída; (b) faceamento de um material dúctil com ângulo de saída positivo (SOUZA, 2011).	49
Figura 36: Demonstração dos diferentes ângulos de saída que uma ferramenta pode ter (SOUZA, 2011).	49
Figura 37: Formato de pastilhas e suas características (PEÇANHA JR., 2014).	50
Figura 38: Geração e distribuição de calor em uma ferramenta de usinagem (CIMM, 2016).	51
Figura 39: Principais áreas de desgaste de uma ferramenta de corte. Onde: área A – Desgaste de cratera; B – desgaste de flanco; C – desgaste de entalhe (ABRÃO, 1995).	51
Figura 40: Representação esquemática do desgaste de flanco (AMORIN, 2002).	52
Figura 41: Desgaste de cratera (AMORIN, 2002).	53
Figura 42: Representação do desgaste de entalhe (AMORIN, 2002).	53
Figura 43: Pastilha de PDC com desgaste de flanco e de aresta devido a adesão do material usinado (ROSEMAR, 2013).	55
Figura 44: Vida útil de diferentes ferramentas de cBN, na usinagem da liga Ti-6Al-4V (EZUGWU, 2005).	57
Figura 45: Influência da velocidade de usinagem na força de corte, em um fundido nodular com uma ferramenta de cBN (GRZESIKA, 2012).	58
Figura 46: Influência da velocidade de usinagem na temperatura da interface, na usinagem de uma ferro fundido nodular com uma ferramenta de cBN, (GRZESIKA, 2012).	59

Figura 47: Comparação entre a vida útil de uma ferramenta comercial e uma ferramenta de cBN-Si sinterizada em HP-HT (YINJUAN, 2015).	60
Figura 48: Esquema de montagem das pastilhas dupla de camada.	61
Figura 49: Diagrama esquemático de sinterização das amostras.	65
Figura 50: Esquema do dispositivo para o processo de sinterização. 1 – Cápsula; 2 – tubo aquecedor; 3 – Tampas de grafite; e 4 – mistura.	66
Figura 51: Espectro FT-IR de um compósito de metal duro com cBN (WANG, 2014).	71
Figura 52: Distribuição granulométrica dos pós utilizados.	75
Figura 53: Micrografia de grãos de cBN com aumento de 2136 x produzidos	75
Figura 54: Micrografia de grãos de WC com aumento de 2136 x produzidos através de microscopia CONFOCAL.....	76
Figura 55: Micrografia de grãos de Nb com aumento de 2136 x produzidos através de microscopia CONFOCAL.....	76
Figura 56: Micrografia de grãos de Ni com aumento de 2136 x produzidos através de microscopia CONFOCAL.....	77
Figura 57: Difratoograma de raio-X do pó de Nb.	78
Figura 58: Difratoograma de raio-X do pó de Ni.	78
Figura 59: Difratoograma de raio-X do pó de cBN.....	79
Figura 60: Difratoograma de raio-X do pó de WC.....	79
Figura 61: DRX das ligas de Nb-Ni.	81
Figura 62: Gráfico relacionando a dureza com a adição de Ni nas amostras sinterizadas de Nb.....	82
Figura 63: Micrografias com o aumento de 1175X. 1-Nb-10%Ni.....	83
Figura 64: Micrografias com o aumento de 1175X Nb-20%Ni.....	83
Figura 65: Micrografias com o aumento de 1175X Nb-30%Ni.....	84
Figura 66: Gráfico tensão deformação para um ensaio de compressão das ligas de Nb com 10, 20 e 30% de Ni.....	85
Figura 67: Gráfico da densificação das ligas de Nb-Ni, relacionada a composição das amostras sinterizadas.....	86
Figura 68: Gráfico relacionando a densificação das pastilhas de WC com a temperatura de sinterização.	87

Figura 69: Micrografia da liga com 90%WC 9%Ni 1%Ni, sinterizada a1550°C, com aumento de 2000X no MEV.....	88
Figura 70: Micrografia da liga com 90%WC 9%Ni 1%Ni, sinterizada a1650°C, com aumento de 2000X no MEV.....	89
Figura 71: Micrografia da liga com 90%WC 9%Ni 1%Ni, sinterizada a1750°C, com aumento de 2000X no MEV.....	89
Figura 72: Micrografia da liga com 90%WC 9%Ni 1%Ni, sinterizada a1850°C, com aumento de 2000X no MEV.....	90
Figura 73: Difratoograma de DRX das pastilhas de WC - (Ni-Nb) sinterizadas nas temperaturas de 1550, 1650, 1750 e 1850°C.....	91
Figura 74: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo para as amostras de WC-(Nb-Ni) sinterizadas a 1550°C.	92
Figura 75: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo para as amostras de WC-(Nb-Ni) sinterizadas a 1650°C.	92
Figura 76: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo para as amostras de WC-(Nb-Ni) sinterizadas a 1750°C.	93
Figura 77: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo para as amostras de WC-(Nb-Ni) sintetizadas a 1850°C.	93
Figura 78: Gráfico relacionando a resistência elétrica com tempo nas diferentes condições de sinterização.	94
Figura 79: Gráfico relacionando a deificação das pastilhas de cBN-(Nb-Ni) com a temperatura de sinterização.	95
Figura 80: Micrografia obtida no MEV da liga com 90% cBN + 9%Nb + 1%Ni, sinterizada a 1550°C com aumento de 2000X.	96
Figura 81: Micrografia obtida no MEV da liga com 90% cBN + 9%Nb + 1%Ni, sinterizada a 1650°C com aumento de 2000X.	97
Figura 82: Micrografia obtida no MEV da liga com 90% cBN + 9%Nb + 1%Ni, sinterizada a 1750°C com aumento de 2000X.	98

Figura 83: Micrografia obtida no MEV da liga com 90% cBN + 9%Nb + 1%Ni, sinterizada a 1850°C com aumento de 2000X.	98
Figura 84: Difratoograma de DRX das pastilhas de cBN sinterizadas nas temperaturas de 1550, 1650, 1750 e 1850°C.....	99
Figura 85: Análise de FTIR das pastilhas sinterizadas de PcBN. A- Sinterizada a 1550°C. B- Sinterizada a 1650°C. C- Sinterizada a 1750°C. D- Sinterizada a 1850°C.	100
Figura 86: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo para as amostras de cBN sintetizadas a 1550°C.....	101
Figura 87: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo, para as amostras sintetizadas a 1650°C.	102
Figura 88: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo, para as amostras sintetizadas a 1750°C.	102
Figura 89: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo, para as amostras sintetizadas a 1850°C.	102
Figura 90: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1550°C, com aumento de 500X.	103
Figura 91: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1550°C, com aumento de 2000X.	104
Figura 92: Mapa composicional obtido através de EDS em uma magnificação de 3000X, da pastilha sinterizada a 1550°C.....	105
Figura 93: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1650°C, com aumento de 500X.	106
Figura 94: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1650°C, com aumento de 2000X.	107
Figura 95: Mapa composicional obtido através de EDS em uma magnificação de 3000X, da pastilha sinterizada a 1650°C.....	108
Figura 96: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1750°C, com aumento de 500X.	109
Figura 97: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1750°C, com aumento de 2000X.	109
Figura 98: Mapa composicional obtido através de EDS em uma magnificação de 3000X, da pastilha sinterizada a 1750°C.....	110

Figura 99: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1850°C, com aumento de 500X.	111
Figura 100: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1850°C, com aumento de 2000X.	111
Figura 101: Mapa composicional obtido através de EDS em uma magnificação de 3000X, da pastilha sinterizada a 1850°C.....	112
Figura 102: Gráfico relacionando a resistência a compressão da pastilha de WC com a temperatura de sinterização.	113
Figura 103: Gráfico relacionando a temperatura de sinterização com o módulo de elasticidade das pastilhas de WC.....	114
Figura 104: Gráfico relacionando a resistência a compressão da pastilha de cBN com a temperatura de sinterização.	114
Figura 105: Gráfico relacionando a temperatura de sinterização com o módulo de elasticidade das pastilhas de cBN.....	115
Figura 106: Gráfico relacionando a resistência a compressão das pastilhas de dupla camada com a temperatura de sinterização.....	116
Figura 107: Gráfico relacionando a temperatura de sinterização com o módulo de elasticidade das pastilhas de dupla camada.	117
Figura 108: Gráfico relacionando a dureza e tenacidade a fratura com a temperatura de sinterização da camada de WC.	118
Figura 109: Gráfico relacionando a dureza e tenacidade a fratura com a temperatura de sinterização da camada de cBN.....	119
Figura 110: Gráfico relacionando a dureza e tenacidade a fratura com a temperatura de sinterização das pastilhas de dupla camada.....	121
Figura 111: Micrografia do aço AISI 4140 utilizado no ensaio de usinagem.	122
Figura 112: Gráfico relacionando o desgaste de flanco com o tempo de usinagem para as pastilhas de WC sinterizadas nas diferentes temperaturas.	123
Figura 113: Gráfico relacionando a rugosidade da superfície usinada de um aço 4140, com o tempo de usinagem das pastilhas de WC.	124
Figura 114: Fotos dos cavacos produzidos na usinagem do aço 4140 pela pastilha de WC.	125
Figura 115: Fotos das pastilhas de WC sinterizada a 1550°C. A- Superfície de folga antes da usinagem; B- Superfície de folga Depois de 8 minutos de corte; C-	

Superfície de saída antes da Usinagem; D- Superfície de saída depois de 8 minutos de usinagem.....	126
Figura 116: Gráfico relacionando o desgaste de flanco das pastilhas de cBN com o tempo de corte.....	127
Figura 117: Gráfico relacionando a rugosidade (Ra) com o tempo de usinagem das pastilhas de PcBN, para as pastilhas sinterizadas nas diferentes temperaturas.	128
Figura 118: Foto do cavaco produzido na usinagem do aço 4140 pela pastilha de PcBN.	128
Figura 119: Fotos das pastilhas de PcBN sinterizada a 1550°C. A- Superfície de folga antes da usinagem; B- Superfície de folga Depois de 8 minutos de corte; C- Superfície de saída antes da Usinagem; D- Superfície de saída depois de 8 minutos de usinagem.....	129
Figura 120: Gráfico relacionando o desgaste de flanco das pastilhas de cBN com o tempo de corte.....	130
Figura 121: Relação entre a rugosidade (Ra) da superfície usinada de um aço 4140 com o tempo de usinagem, para as diferentes pastilhas.....	131
Figura 122: Fotos da pastilha de dupla camada sinterizada a 1750°C. A- Superfície de folga Depois de 10 minutos de corte; B- Superfície de saída depois de 10 minutos de usinagem.	132
Figura 123: Fotos dos cavacos produzidos na usinagem do aço 4140 pela pastilha de dupla camada sinterizada a 1550°C.	132

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Características dos materiais policristalinos no mercado mundial (Bobrovnitchii 2009).	2
Tabela 2: Aplicação racional de algumas marcas de materiais à base de cBN (BARRY, 2005).....	33
Tabela 3: Composição das misturas utilizadas.....	63
Tabela 4: Parâmetro de sinterização das pastilhas.	64
Tabela 5. Parâmetros de corte utilizados nos ensaios.....	73
Tabela 6: Tamanho de grãos médios dos pós utilizados neste trabalho.	74
Tabela 7: Modulo de elasticidade e tensão de escoamento das ligas de Nb-Ni.	85
Tabela 8: Dureza e tenacidade a fratura da camada de WC.	117
Tabela 9: Dureza e tenacidade a fratura da camada de cBN.	119
Tabela 10: Resultados de dureza e tenacidade a fratura das regiões interfaciais pastilhas duplas.....	120

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1: Cálculo da eletronegatividade. Onde X_a e X_b são as eletronegatividades dos respectivos elementos, sendo A o elemento mais eletronegativo (CALLISTER, 2008).....	10
Equação 2: Cálculo da Velocidade de corte	56
Equação 3: Cálculo da velocidade de avanço.	56
Equação 4: Cálculo do tempo de corte.	56
Equação 5: Cálculo da densidade teórica.....	67
Equação 6: Cálculo da densificação das misturas.....	68
Equação 7: Conversão da escala Vicker para GPa.....	69
Equação 8: Cálculo da tenacidade à fratura.	69
Equação 9: Cálculo do parâmetro W.	69

RESUMO

Este trabalho teve por objetivo o desenvolvimento da tecnologia de obtenção de pastilhas de dupla camada constituídas de cBN e WC, aplicadas na indústria metal mecânica, como insertos de usinagem. O desenvolvimento dessas pastilhas visou a confecção de pastilhas com alto desempenho na usinagem de aço ligados como o AISI 4140. A união das camadas de cBN e WC teve por objetivo a combinação de propriedades como dureza e tenacidade a fratura, desta forma produzir pastilhas com alta resistência ao desgaste e também possibilitar a usinagem intermitente devido à alta tenacidade. Os ligantes utilizados na fabricação dessas pastilhas foram Nb e Ni, estando os dois presentes nas duas camadas da pastilha. As sinterizações das pastilhas foram realizadas em condições de alta pressão 7,7GPa, e altas temperaturas variando de 1550°C a 1850°C por tempo de 3 minutos. Através das técnicas de caracterização utilizadas, pode-se verificar que ocorreu uma ótima densificação das camadas, assim boa ligação entre elas. Os resultados dos ensaios mecânicos mostraram que a camada de cBN alcançou dureza na faixa dos materiais superduros, isto é, acima de 40GPa na escala Vickers. Foram alcançados valores de até 13Mpa.m^{1/2} de tenacidade a fraturas para a camada de WC, reforçando desta maneira que as pastilhas alcançaram elevada dureza e tenacidade. Através da microscopia ótica (confocal) e eletrônica MEV, foi possível verificar boa difusibilidade intergranular do cBN, assim como boa difusão entre as camadas. Com os ensaios de usinagem foram alcançados bons resultados de vida útil da ferramenta, como tempos de vida da ferramenta de até 13 minutos, sendo limitada pelo desgaste de flanco, pois nenhum dos outros critérios foram alcançados. Desta forma, o que aqui foi produzido foram pastilhas com propriedades que atendam as demandas do setor metal mecânico, unindo a resistência ao desgaste com o aumento da tenacidade das pastilhas.

ABSTRACT

The purpose of this study was the development of a technology to obtain double layer inserts made of cBN and WC, which are applied in the metalworking industry as machining inserts. The development of these products aimed at high-performance inserts in the machining of alloyed steels, such as the AISI 4140. The union of cBN and WC layers had the goal of combining properties such as hardness and fracture toughness, in order to produce inserts with high resistance to wear and enable intermittent machining due to the high toughness. The binders used in the manufacture of these inserts were Nb and Ni, both present in the two layers. The sintering process was carried out under high pressure conditions, 7.7GPa, and high temperatures, ranging from 1550°C to 1850°C, for a time of 3 minutes. By the characterization techniques applied in this project, it was possible to verify that an optimum densification of the layers had occurred, as well a good connection between them. The results of the mechanical tests showed that the cBN layer reached hardness in the range of superhard materials, which is above 40GPa on the Vickers scale. It was obtained values of up to 13Mpa.m^{1/2} of fracture toughness for the WC layer, reinforcing that the inserts achieved high hardness and toughness. Through optical microscopy (confocal) and electronic SEM, it was possible to confirm good intergranular diffusibility of the cBN, as well as good diffusion between the layers. Excellent results were also achieved in the machining tests, with tool service life up to 13 minutes, just being limited by the flank wear, once none of the others criteria were reached. As a result, this research produced inserts with properties that meet the demands of the mechanical metal sector, joining the wear resistance with the increase of the tenacity.

1 Introdução

Em decorrência do crescimento no setor metal mecânico no Brasil, e a crescente necessidade de nacionalização dos processos de fabricação e usinagem de peças metálicas, muitos estudos e publicações estão sendo realizado sobre materiais com potencial aplicação na indústria metal mecânica. Dentre eles, materiais utilizados em ferramentas de usinagem buscando a diminuição do consumo energético, assim como o tempo de usinagem.

O que se busca são ferramentas com alta capacidade de usinagem, elevada dureza, resistência térmica e química, resistência à compressão, resistência ao impacto e resistência à ruptura (BOBROVNITCHII, 2005).

Alguns dos objetivos da indústria com relação às operações de usinagem são: a diminuição do tempo de usinagem e melhor acabamento das peças. Dentre as alternativas para a diminuição do tempo de usinagem destacam-se o maior avanço de corte e diminuição de etapas do processo, desta forma, diminuindo as trocas de ferramenta. O que se busca para melhorar o acabamento das peças usinadas são ferramentas com arestas de corte com alta dureza e baixo desgaste (BOBROVNITCHII, 2005).

Os compósitos de nitreto cúbico de boro (cBN) e diamantes são alternativas promissoras aos avanços no setor metal mecânico. Estes compósitos já vêm sendo estudados e aplicados desde o final do século XX (KLOCKE, 1999; WENTORF, 1991). Em decorrência do estudo e da criação de novos materiais, surgem exigências de contínuo desenvolvimento no setor de usinagem, na busca por otimização dos compósitos de cBN, assim como, melhoria nas propriedades físico-químicas e mecânicas (dureza, tenacidade à fratura) das pastilhas (NOVIKOV, 2005; GRZESIK, 1999; BOBROVNITCHII, 2005).

As propriedades alcançadas nos compósitos com cBN variam de acordo com os ligantes utilizados, assim como da temperatura e da pressão de sinterização. A Tabela 1 relaciona algumas composições de pastilhas comerciais de cBN com as suas respectivas propriedades.

Tabela 1: Características dos materiais policristalinos no mercado mundial (Bobrovnichii 2009).

Empresa e marca comercial	Teor de cBN (v.%)	Granulometria (μm)	Ligante	Dureza (GPa)	Tenacidade à fratura, K_{Ic} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$)	
Element Six	ABM 90	90	Al	HKN 30,8	6,25	
	DBA 80	80	Al+Ti	HKN 29,1	6,17	
	DBC 50	50	TiC	HKN 27,5	4,04	
	DCN 450	45	TiN	HKN 24,2	4,15	
Megadiamond	N 90	90	Metálico	HV 29	–	
	N 50	60	Cermeto	HV 27	–	
	NT 5	50	Cerâmico	HV 26	–	
	BX 930	60	TiC+Al	HV 30–32	–	
Sumitomo	BX 950	85	WC+Co+Al	HV 39–41	–	
	BX 850	70	TiN+WC+Al	HV 33–35	–	
	BX 450	65	TiN+Al	NV 31–33	–	
	BX 310	45	TiN+Al	NV 27–29	–	
	BX 330	55	TiN+Al	NV 28–30	–	
	BX 360	65	TiN+Al	NV 32–34	–	
	BX 380	75	TiN+Al	NV 33–35	–	
	ALCON	Kiborit–1	96-97	3-14	AlN+AlB ₂	HKN 34±0,2
Kiborit–2		80-84	30	AlN+AlB ₂	HKN 25 ± 1	10,5
Kiborit–3		70-75	3	AlN+AlB ₂ +TiC	HKN 27 ± 2	10,5

Como pode ser observado na Tabela 1, a fabricação de compósitos de cBN-WC já é uma realidade, e o que se busca neste trabalho é uma nova alternativa a obtenção desses compósitos: a criação de pastilhas de cBN-WC utilizando como principal ligante o Nb. A utilização do Nb como ligante está aliada à sua influência nas propriedades e na busca da nacionalização do processo de fabricação de insertos para uso em usinagem de metais.

2 Justificativas

As novas tendências nos processos de usinagem, principalmente nos convencionais, determinam sensivelmente a produtividade das indústrias metal-mecânica. Tendências estas que disponibilizam máquinas-ferramenta de alta tecnologia com maior rigidez, potência e capacidade de rotação, permitindo a elevação das condições de corte, mais efetivamente da velocidade de corte e, por conseguinte do aumento da produtividade. E este aumento da produtividade da indústria metal-mecânica exige constantemente a pesquisa e o desenvolvimento de novas ferramentas.

Muitos trabalhos têm investigado cautelosamente o desempenho das ferramentas de corte com o intuito de estender potencialmente sua vida útil e melhorar a qualidade da peça usinada. Além disso, espera-se obter um determinado grau de confiabilidade no seu desempenho em serviço.

Atualmente as investigações nesta área estão focadas para as seguintes abordagens: usinagem a altas velocidades de corte (HSM – High Speed Machining) que aumenta a flexibilidade das linhas de produção, usinagem de materiais endurecidos na faixa de 54 a 63 HRc e usinagem com mínima quantidade de fluido de corte (MQF) ou mesmo usinagem a seco. Satisfazendo, assim, os atuais requisitos de produtividade, competitividade, qualidade, e mínima intrusão dos processos no meio ambiente, amplamente requeridos pelas normas que atuam nas indústrias (SCOTT, 2006).

Fica então evidente que com a evolução e modernização da indústria metal-mecânica tem-se observado a grande necessidade de produzir ferramentas especiais que atendam às expectativas do mercado. O progresso técnico e a efetividade das indústrias estão diretamente relacionados com a aplicação de novos tipos de materiais para ferramentas de corte (SIMÕES *et al.* 2012).

O nitreto cúbico de boro (cBN) é somente superado pelo diamante em termos de dureza, como material comercialmente aplicado na indústria. Além disso, comparado a este, o cBN apresenta uma resistência elevada à temperatura. Enquanto que no diamante a grafitização se inicia a partir de 800°C, o nitreto de boro cúbico, à pressão atmosférica, apresenta estabilidade até aproximadamente 1400 °C. Paralelamente a isso, segundo Clark (1999), a queda da dureza do diamante com o

aumento de temperatura é acentuada a partir de 500°C, e em 800 °C ela é inferior à do cBN na mesma temperatura (SCOTT, 2006; GAVITO, 1998).

O principal uso do cBN está relacionado com a usinagem sob altas velocidades de metais ferrosos de difícil usinagem, tais como aços de elevada dureza (acima de 50HRc) e ferros fundidos não maleáveis, atuando no campo onde as ferramentas de diamantes não atuam. As exigências crescentes de desempenho, de restrições dimensionais e de longevidade de elementos de máquinas e mecanismos levaram à aplicação de materiais de alta resistência mecânica e ao desgaste que são difíceis de serem usinados. Neste, contexto o PcBN (nitreto cúbico de boro policristalino) surge como uma alternativa promissora para usinagem destes materiais.

Normalmente o PcBN é produzido via sinterização em altas pressões (3-8 GPa) e altas temperaturas (1300-1900°C). Entretanto, as propriedades dos compósitos são diretamente influenciadas tanto pelo ligante quanto pelo tamanho de grão das partículas de cBN. Um dos fatores que limita a ampla aplicação do PcBN é sua baixa tenacidade. De acordo com Lima (2003), uma possível opção para aumentar a tenacidade dos compósitos consiste na busca por novos tipos de ligantes e a manipulação dos parâmetros de sinterização. Outra alternativa seria a fabricação de compósitos tipos sanduíche, utilizando como substrato camadas com maior tenacidade que o cBN, como o WC, sem alterar a dureza da camada de corte, formando desta maneira uma pastilha dupla que alia a dureza do cBN com a tenacidade do WC.

Sendo assim, este trabalho se justifica pela ausência de pesquisas relacionadas às pastilhas duplas, e ao desenvolvimento de uma nova tecnologia proposta de fabricação de pastilhas de PcBN, obtido mediante uso de um novo ligante metálico como agente sinterizante, no caso, ligas de Nb-Ni

3 Objetivos

3.1 Objetivo Principal

A presente pesquisa tem como objetivo principal a sinterização de PcBN via altas pressões e altas temperaturas, visando a sua aplicação como insertos de usinagem. Assim como a produção de pastilhas com duas camadas, produzindo assim pastilhas com camadas de cortes mais duras e resistentes, juntamente com substratos com maior tenacidade. Desta forma, o que se busca é aumentar a vida útil e a precisão das pastilhas.

3.2 Objetivos Secundários

- Produzir camadas com alta densificação;
- Determinar os parâmetros otimizados do processo de sinterização, utilizando o diagrama simples de potência (elétrica);
- Desenvolver um novo ligante a base de Nb-Ni para melhorar as propriedades de insertos obtidos através da sinterização de cBN;
- Avaliar as propriedades físicas e mecânicas das pastilhas produzidas;
- Estudar os eventos microestruturais e difusionais das camadas;
- Avaliar o desempenho das pastilhas em usinagem.

4 Ineditismo

O ineditismo desta proposta se baseia na produção, montagem e sinterização de pastilhas duplas de cBN-WC, ou seja, compósitos laminados. Diferente das compósitos de cBN-WC já existentes que são compósitos reforçados por partículas.

No presente trabalho, o grande desafio foi encontrar as condições necessárias para a sinterização, tanto do cBN quanto do WC simultaneamente, além disso promover a ligação física e química entre essas duas camadas.

O ineditismo também ocorre com a utilização do Nb como ligante com adições de Ni, utilizando tanto para o WC como para o cBN.

5 Revisão Bibliográfica

5.1 Os Materiais Superduros e Sua Área de Aplicação

São ditos materiais de alta dureza aqueles que possuem uma dureza na faixa de 1024 a 4096 Kgf/mm² na escala Knoop (HK), ou aproximadamente 10 a 40 GPa na escala Vickers (HV). Os carbetos (WC, SiC, BC e TiC), a alumina (Al₂O₃) e o nitreto de titânio (TiN) se encontram nessa faixa (figura 1). Acima de 40 GPa estão os materiais superduros (MSD) como o diamante e o nitreto cúbico de boro (cBN) (VEPREK, 1999).

O número de coordenação atômica, o tipo de ligação e a distância interatômica, contribuem para a rigidez da estrutura desses materiais, elevando sua dureza. Estes materiais se caracterizam pela alta dureza, alta resistência à compressão, boa condutibilidade térmica, baixo coeficiente de expansão térmica e baixo coeficiente de atrito.

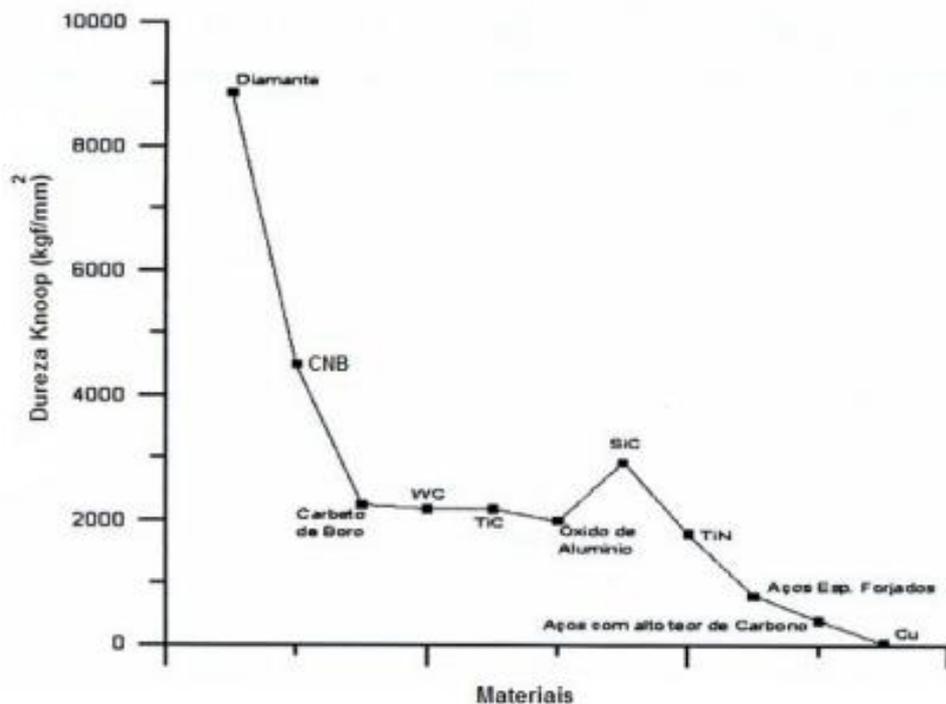


Figura 1: Comparação entre as durezas de diversos materiais (VEPREK,1999).

A grande maioria dos materiais de alta dureza é aplicada em abrasivos para corte, polimento, desgaste, usinagem, microeletrônica, instrumentos cirúrgicos, semicondutores, dentre outros (BRITO, 2007).

5.1.1 O Diamante

Uma das realizações científica mais significativas do século XX foi a obtenção de cristais de diamante sintético (DS). Desde 1881 com os experimentos de Henny, foram realizadas muitas tentativas para alcançar um método industrial produtivo para obtenção dos diamantes. Mas, somente em 1953, os cientistas Suecos sintetizaram realmente os diamantes. O governo Sueco tentou guardar essa tecnologia como segredo nacional. Por isso que os americanos, que produziram pela primeira vez os diamantes em 1954, tiveram prioridade e publicaram as patentes em 1955 (BOBROVNITCHI, 2015).

A técnica de altas pressões deu aos pesquisadores um novo método de interação sobre a estrutura dos corpos sólidos e uma possibilidade de mudança dirigida das propriedades físicas e de funcionamento.

Em altas pressões não só a densidade da substância aumenta, mas também ocorrem mudanças das propriedades relacionadas com efeitos a nível molecular, tais como compressibilidade, elasticidade, cinética das mudanças de fase e difusão . Tudo isso é uma premissa para se obter materiais com as propriedades totalmente únicas. Durante os últimos 35 anos, foram criados dois métodos da obtenção de altas pressões necessárias para a produção dos materiais superduros, os quais são aplicados na indústria: geração das altas pressões estáticas e dinâmicas (BOBROVNITCHI, 2015).

A síntese dos diamantes sob altas pressões estáticas é a técnica realizada através da compressão e do aquecimento da mistura de grafite com alguns metais ou ligas, na região da estabilidade termodinâmica do diamante 5.5–8.0 GPa a temperatura de 1250 a 1800°C, em um dispositivo especial da alta pressão (BINGMIN *et al.*, 2016). A temperatura e a pressão variam de acordo com o solvente utilizado. Na Figura 2 estão sendo mostradas as linhas de equilíbrio termodinâmico do diamante sintético.

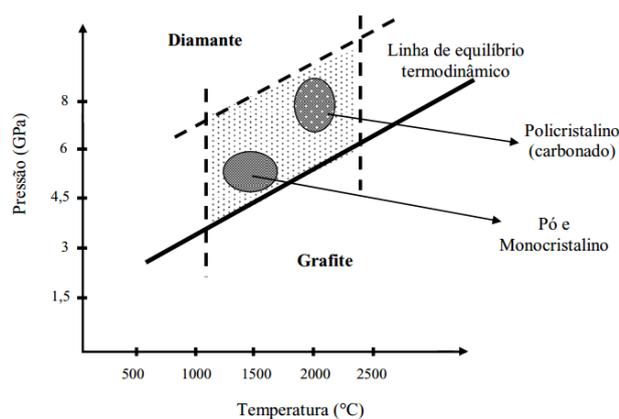


Figura 2: Região de síntese comercial dos diamantes (RANGEL, 2008).

Na maioria dos casos, para o aquecimento da mistura até a temperatura da fusão do metal solvente, passa-se através dela uma corrente elétrica. A velocidade de formação de núcleos e o crescimento dos cristais do diamante na solução do carbono na fusão metálica dependem, em primeiro lugar, da pressão aplicada e da temperatura, e também de propriedades do carbono e das ligações duplas e triplas dos metais. Durante a síntese são utilizados metais e as ligas que, além de dissolver o carbono, facilitam a formação dos núcleos e contribuem para o crescimento dos cristais do diamante de uma forma quase ideal com estrutura perfeita (BOBROVNITCHI, 2015).

Devido às suas propriedades físicas, mecânicas e elétricas únicas, o diamante é um material promissor e atrai amplas pesquisas para mecânica e aplicações elétricas, óticas dentre outras (BINGMIN *et al.*, 2016).

5.1.2 O cBN

Em 1957, pela primeira vez, foi feita uma suposição teórica da possibilidade de existência da estrutura cúbica do nitreto de boro, semelhante à estrutura do diamante por WENTORF. Nos anos 80 as noções existentes sobre aspecto termodinâmico do poliformismo do BN foram baseadas em dados experimentais em analogia como o diagrama de fase (P/T) do carbono (WENTORF^{A,B}, 1961).

O Nitreto Cúbico de Boro (cBN) consiste em uma modificação alotrópica sintética do nitreto de boro, que apresenta estrutura similar à do diamante (VALPASSOS *et. al.*, 2007). O cBN é o segundo material mais duro aplicado na

indústria, sendo superado somente pelo diamante (VALPASSOS *et al.*, 2007). A Figura 3 compara a célula unitária do cBN com a do diamante.

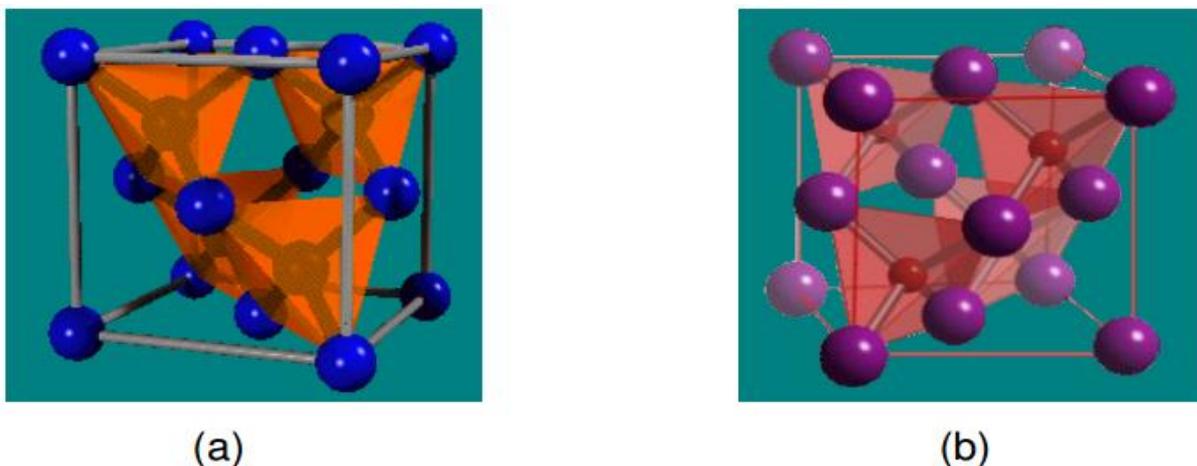


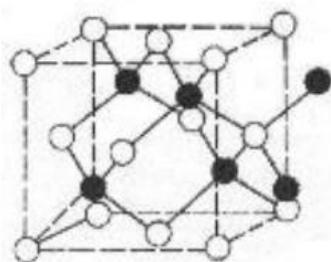
Figura 3: Estruturas: (a) Diamante (b) cBN (KURDIUMOV *et al.*, 1994).

Como mostra a figura 3, o cBN apresenta uma estrutura semelhante a do diamante, ou seja, um sistema multi atômico no qual cada átomo, estando no estado de hibridização sp^3 , apresenta número de coordenação igual a quatro. As ligações entre os átomos são predominantemente covalentes (resistentes, dirigidas e localizadas), porém apresentam um caráter iônico em até 22%. Este percentual pode ser calculado a partir da seguinte equação:

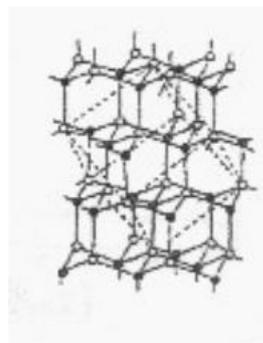
$$CI\% = \left\{ 1 - \exp \left[- (0,25) (X_A - X_B)^2 \right] \right\} \times 100$$

Equação 1: Cálculo da eletronegatividade. Onde X_a e X_b são as eletronegatividades dos respectivos elementos, sendo A o elemento mais eletronegativo (CALLISTER, 2008).

A estrutura do cBN possui átomos de Boro e Nitrogênio alternados entre si. Cada átomo de B está rodeado tetraedricamente por átomos de N e vice-versa, como está sendo mostrado na figura 4 (GIELISSE *et al.*, 1965).



(a)



(b)

Figura 4: Estrutura do cBN, sendo (a) as esferas claras representam os átomos do elemento Boro e as esferas escuras os do elemento Nitrogênio; (b) Estrutura estratiforme do cBN (ASM HANDBOOK, 1989)

Existem cinco tipos de materiais abrasivos naturais: quartzo, granada, esmeril, coríndon e diamante. Com exceção do diamante, os materiais abrasivos naturais não possuem resistência mecânica elevada. Além disso, a qualidade desses materiais não pode ser controlada de uma forma tão eficiente e reproduzível como nos produtos sintéticos (GUIMARÃES, 2013).

Como exemplo de materiais abrasivos sintéticos, têm-se coríndon, carbetto de silício, diamante e nitreto cúbico de boro. Em comparação aos abrasivos convencionais, como o carbetto de silício e o corindón, o cBN possui melhores propriedades. Ele apresenta alta estabilidade térmica e resistência ao ataque químico, tornando-o apropriado para a usinagem de materiais ferrosos, em uma área em que o diamante normalmente não opera (MONTEIRO, 2012).

A dureza é a mais importante propriedade física para um abrasivo. A maioria dos materiais abrasivos perde sua dureza em altas temperaturas. Já o cBN mantém sua elevada dureza em uma larga escala de temperatura. Além da alta dureza, outras propriedades tornam o uso do cBN promissor para usinagem de alto desempenho, dentre elas: alta resistência ao desgaste, mecânico, térmico e químico (GOU, 2010).

Dessa maneira, as particularidades citadas permitem aplicá-lo na usinagem dos aços com elevada dureza, ferro fundido branco e metais duros, com aumento da produtividade da usinagem, garantindo assim a alta qualidade superficial em comparação com o diamante. Podendo, dessa forma, possibilitar a eliminação das operações posteriores de retífica. Devido à essas características, geralmente este material fornece uma produtividade maior quando comparado aos abrasivos

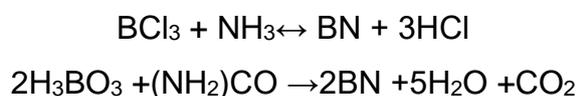
convencionais na usinagem de metais ferrosos de alta dureza (MITSUBISHI CARBIDE, 2016).

Observa-se que o principal uso do cBN é aplicado em ferramentas e na retificação de aço rápido, desta forma, tem grande aplicação na indústria metal mecânica voltada para as indústrias automotiva e aeroespacial (MITSUBISHI CARBIDE, 2016).

O nitreto cúbico de boro distingue-se pela alta resistência à interação cíclica das altas temperaturas, o que garante a sua capacidade exclusiva nas ferramentas abrasivas. O nitreto cúbico de boro é inerte ao ferro e por isso pode ser usado para usinagem de todas as ligas ferrosas, até mesmo as de dureza elevada (MITSUBISHICARBIDE, 2016).

5.1.2.1 Sintetização do cBN

O nitreto de boro (BN) pode ser obtido a partir de reações entre o tricloreto de boro (BCl_3) e a amônia (NH_3). A reação ocorre através das seguintes equações químicas (WANG, 2003):



O composto de BN obtido por essas reações apresenta a forma hexagonal (hBN), com um número de átomos de B e N alternados entre si. Esse composto sintético serve como matéria-prima para a obtenção da forma esfalerítica (denominada de nitreto cúbico de boro - cBN) e a forma semelhante à *wurtzita* (wBN), conhecidas como as fases densas do BN (WANG, 2004).

Em analogia com os processos de obtenção do diamante, os primeiros trabalhos com objetivo de síntese de cBN foram realizados da mesma maneira. Ou seja, foram realizadas sínteses em altas pressões e altas temperaturas (HP-HT) com catalisadores como Li, Mg, Mg_3N_2 , Ca_3N_2 e outros elementos alcalinos. Com a utilização desses elementos foi possível sintetizar o cBN sob pressões próximas de 5,5 GPa (JUNIOR, 2008).

Os cristais de cBN podem ser obtidos por processos de síntese que envolvem altas pressões e altas temperaturas, utilizando-se uma mistura reativa de nitreto

hexagonal de boro (hBN) com um ou mais catalisadores. Dentre estes, metais alcalino e alcalinos terrosos, que promovem a diminuição dos parâmetros (pressão e temperatura) criando condições favoráveis para transformação alotrópica do hBN para cBN (FUKUNAGA, 2016). Trabalhos recentes demonstram que é possível sintetizar o cBN utilizando como catalisador o Li_3BN_2 , com pressão na faixa de 3,5 a 6 GPa, e temperaturas variando de 1100–1800°C em até 11 horas (FUKUNAGA, 2016).

Existem muitos estudos sobre a estabilidade do cBN, e a região do diagrama P-T onde ocorre a transformação $\text{hBN} \leftrightarrow \text{cBN}$. A figura 5 demonstra 3 linhas de estabilidade do hBN/cBN, de 3 autores diferentes (JUNIOR, 2008).

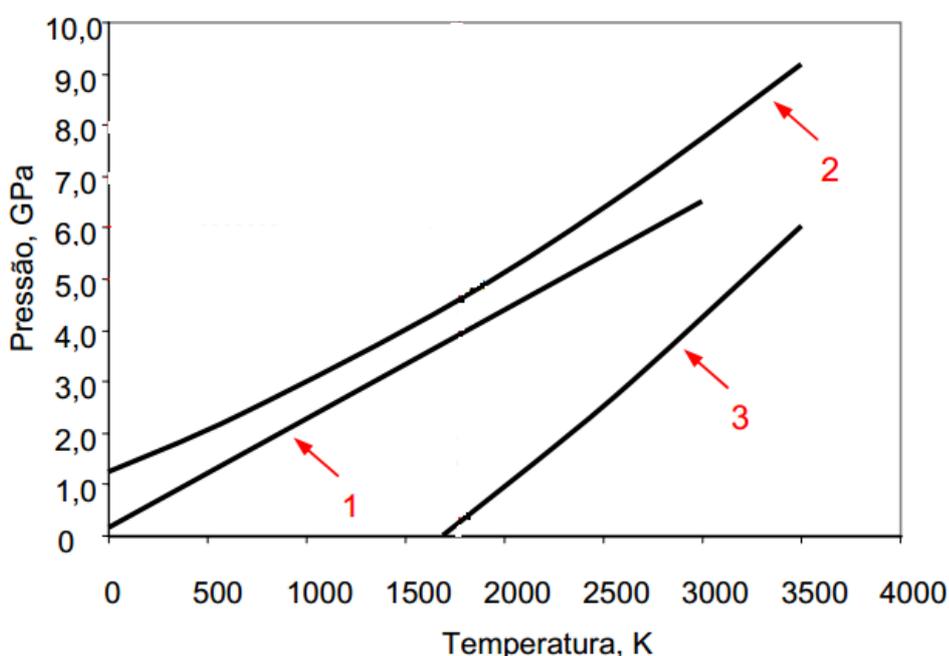


Figura 5: Linhas de equilíbrio termodinâmico de $\text{cBN} \leftrightarrow \text{hBN}$ em conformidade com dados de diferentes pesquisadores: 1 – Corregan; 2 – Fukunaga; 3 – Solozhenko (JUNIOR, 2008).

Além das linhas de equilíbrio apresentadas na figura 4, existem outras linhas de equilíbrio termodinâmico usadas como parâmetros por outros pesquisadores. A figura 5 mostra as linhas de equilíbrio do $\text{cBN} \leftrightarrow \text{hBN}$ (WILL *et al.*, 2000).

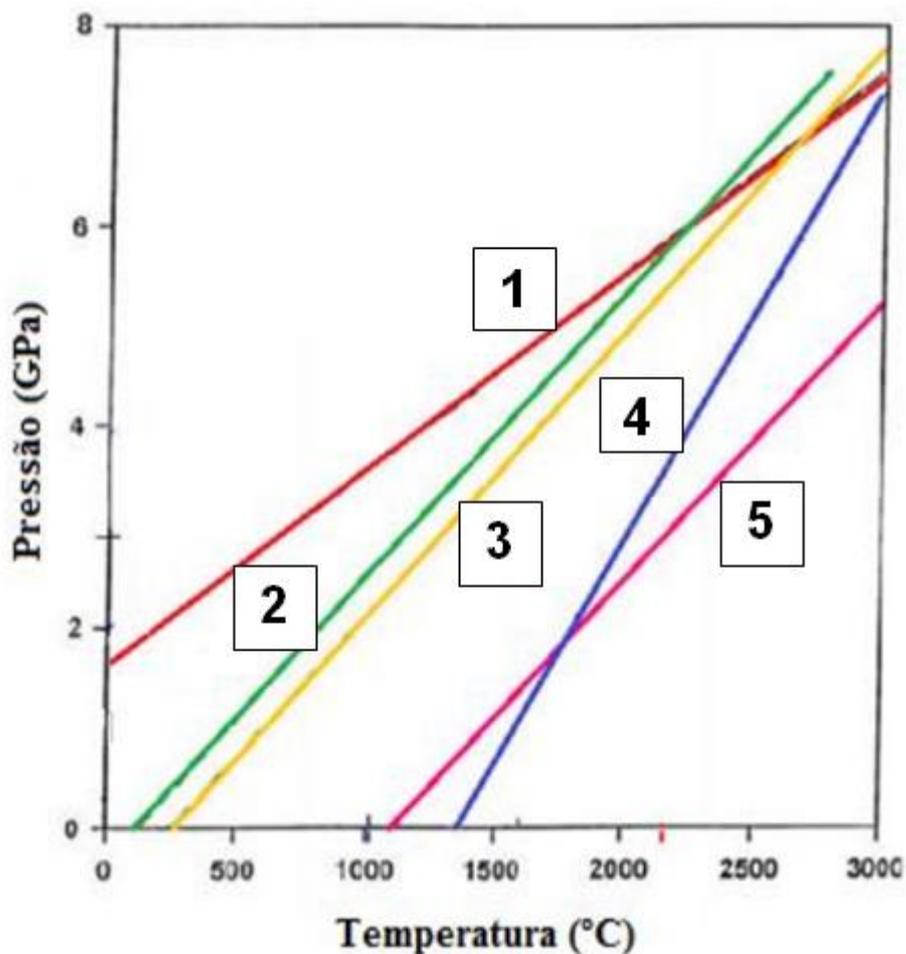


Figura 6: Linhas de equilíbrio do nitreto de boro publicadas por diferentes pesquisadores, 1-CORRIGAN e BUNDY, 2- WILL, 3-BUNDY e WENTFOR, 4-SOLOZHENK, 5-MAKI (WILL *et al.*, 2000).

Como pode ser observado, ainda não existe um consenso sobre a existência de uma única linha de estabilidade do cBN/hBN. O que se tem é uma região de transformação do hBN em cBN. A figura 6 demonstra essa determinada região.

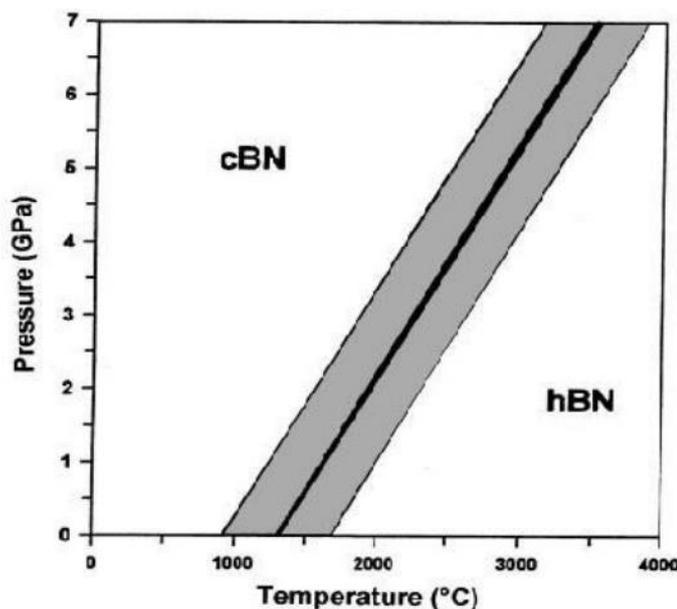


Figura 7: Transição calculada entre o hBN e o cBN baseada nos parâmetros termodinâmicos apresentados por Solozhenko. O resultado é uma banda de transição para a linha de equilíbrio (WILL *et al.*, 2000).

Muito já foi dito sobre a transformação e a estabilidade do cBN em temperatura ambiente. Os estudos iniciais apontavam o cBN como uma fase metaestável na temperatura ambiente, e o hBN como fase estável, porém recentemente alguns pesquisadores apontaram a possibilidade do cBN ser a fase estável em temperatura ambiente. Com a reformulação dos cálculos feita por Solozhenko, foi determinado que à pressão ambiente a temperatura de transformação de cBN \leftrightarrow hBN esta em torno de 1320 ± 380 °C, como exposto na figura 6 (WILL *et al.*, 2000).

Fica evidente que ainda não existe um consenso sobre a transformação do hBN \leftrightarrow cBN, porém sabe-se que essa transformação sempre ocorrerá em altas pressões e altas temperaturas, e que a utilização de alguns solventes pode diminuir os parâmetros de P-T.

O tamanho dos cristais de cBN depende das condições de síntese, sendo estas: temperatura, tempo, pressão e qualidade e tipo da matéria prima utilizada (hBN e catalisadores). Quanto mais próximo da linha de equilíbrio (figura 8) menor é a taxa de nucleação, portanto maiores são os cristais. Sendo assim, quanto mais afastados da linha de equilíbrio, o que significa maiores temperaturas e pressões para um mesmo tempo de síntese, menores serão os cristais obtidos (FUKUNAGA, 2016).

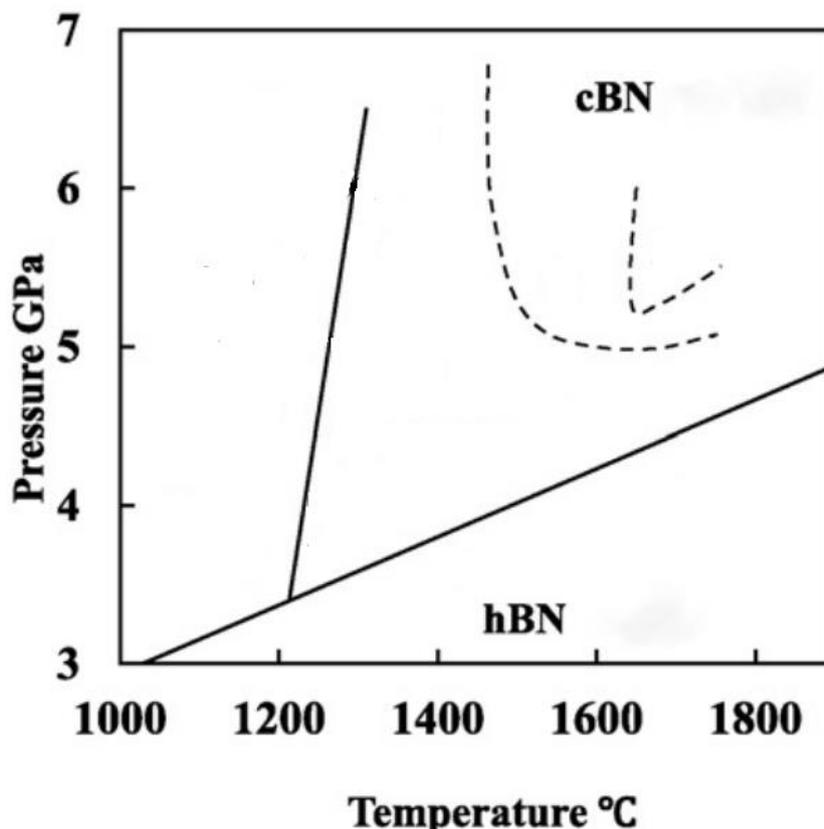


Figura 8: Diagrama de equilíbrio de fases cBN e hBN (FUKUNAGA, 2016).

5.2 Processos de sinterização de cBN

A produção de cBN é obtida via sinterização em altas pressões e altas temperaturas. Existe uma faixa de temperatura e pressão em que a sinterização pode ocorrer, sendo os extremos dessa faixa em torno de 1100°C a 1900°C sob pressões que podem variar de 3GPa a 8GPa (FUKUNAGA, 2016).

A seguir serão abordados aspectos teóricos da sinterização, e em seguida os processos de sinterização do PcBN em HP-HT.

5.2.1 Metalurgia do pó

O processo de fabricação chamado de metalurgia do pó é uma técnica de fabricação que envolve a compactação de pós metálicos, seguida por um tratamento

térmico. Em alguns casos a aplicação da pressão e temperatura acontecem simultaneamente. As peças produzidas por essa técnica alcançam alta densidade (CALLISTER, 2012).

O processo como um todo é chamado apropriadamente de metalurgia do pó, sendo designado frequentemente por P/M (*powder metallurgy*). A metalurgia do pó torna possível produzir peças virtualmente sem poros com propriedades praticamente equivalentes às do material de origem, ou seja, completamente denso. Os processos de difusão durante o tratamento térmico são fundamentais para o desenvolvimento dessas propriedades.

Esse método é especialmente adequado para metais com baixas ductilidades, uma vez que há a necessidade de apenas uma pequena deformação plástica das partículas pulverizadas. Metais com temperaturas de fusão elevadas são difíceis de serem fundidos, e a fabricação é acelerada com a utilização da metalurgia do pó. Adicionalmente, peças que requerem tolerâncias dimensionais muito restritas (por exemplo, buchas e engrenagens) podem ser economicamente produzidas usando essa técnica (CALLISTER, 2012). Na figura 9 pode-se observar algumas peças fabricadas através do processo de metalurgia do pó.



Figura 9: Algumas peças tipicamente fabricadas pelo processo de metalurgia do pó (MORO, 2007).

O processamento de obtenção de materiais via metalurgia do pó abrange várias etapas, indo desde a preparação do pó até o produto acabado. Essas etapas estão sendo mostradas na figura 10. No próximo item serão abordados os aspectos teóricos da etapa de sinterização dos pó.

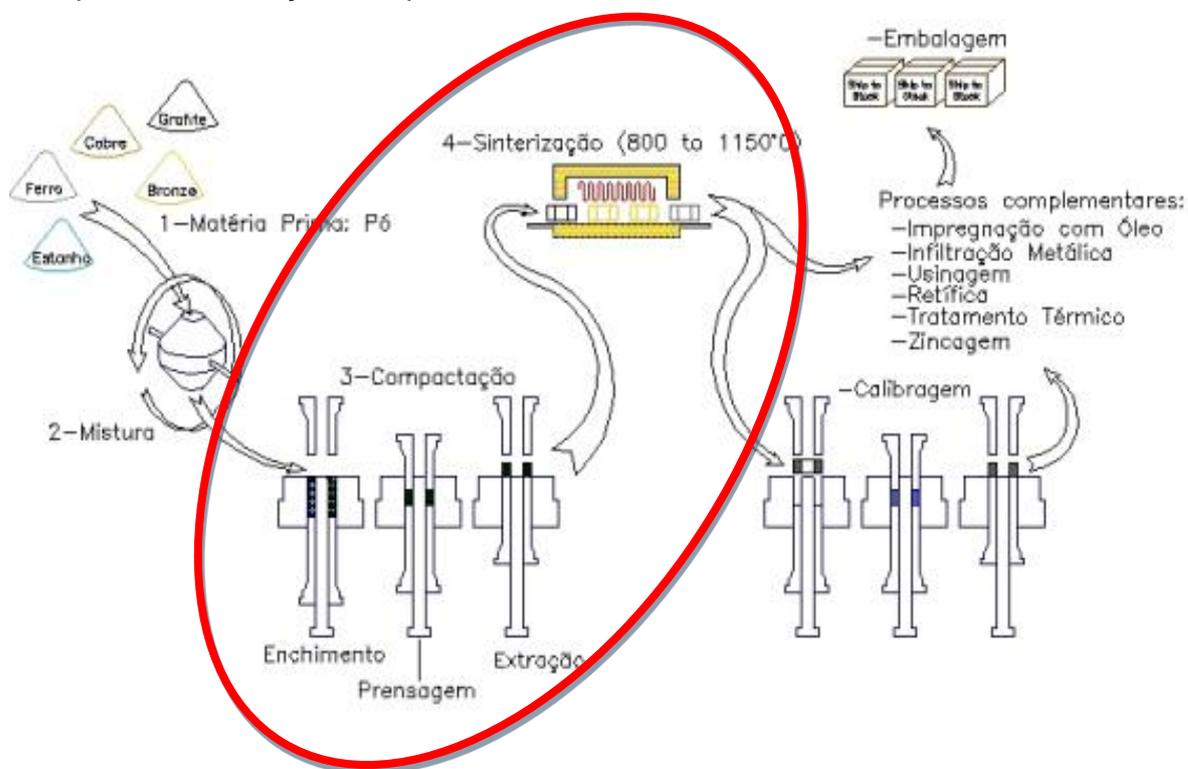


Figura 10: Etapas do processo de metalurgia do pó (MORO, 2007).

5.2.2 Aspectos teóricos da sinterização

Sinterização é o processo de queima e consolidação de um corpo sólido a partir de partículas de pó. O objetivo da sinterização é a obtenção de produtos com boas propriedades, como: dureza, tenacidade, resistência à corrosão e resistência mecânica. O aumento da densificação do material tende a elevar significativamente as suas propriedades mecânicas (SOUSA, 2013).

Segundo Brito (2007), a definição de sinterização consiste em um processo físico termodinamicamente ativado que faz com que partículas de um determinado material em uma temperatura específica, adquiram resistência mecânica (BRITO, 2007). Segundo Cosentino (2006), a sinterização é um processo de transformação de pós compactados em um sólido denso através de fenômenos de transporte de

matéria, em escala atômica, utilizando altas temperaturas onde predominam os processos difusivos. Assim, a principal razão para a sinterização é a obtenção de produtos com alta densidade e boas propriedades, tais como dureza, tenacidade, resistência à corrosão, resistência a fadiga, dentre outras. A sinterização tem como propósitos reduzir ao mínimo as perdas de matéria prima e facilitar o controle da composição química desejada promovendo assim, as mudanças das propriedades (SASSO, 2008).

Há concordância que a força motriz para a sinterização é o decréscimo da energia livre interfacial, via a diminuição da energia superfície total do sistema de partículas, através da eliminação da porosidade.

A combinação de calor e pressão são fundamentais para a diminuição da energia livre interfacial (HALL JÚNIOR e CERCEAU, 1987). Além da temperatura e pressão, muitas variáveis influenciam a cinética de sinterização, incluindo a densidade a verde, a distribuição e tamanho de partículas, composição química dos componentes incluindo aditivos, pressão de processamento, a atmosfera de sinterização, a temperatura, o tempo e a taxa de aquecimento (SOUSA, 2013).

São aceitas duas divisões para os processos de sinterização, são elas: sinterização em estado sólido e sinterização via fase líquida. Na sinterização em estado sólido, a composição e a temperatura de sinterização não levam à formação de líquido, sendo toda a densificação realizada por processos de difusão. A força motriz desse processo é a redução na energia de superfície através do aumento da área de contato entre as partículas, com a formação de pescoço e diminuição da porosidade (SOUSA, 2013).

Na sinterização via fase líquida ocorre à formação de uma fase líquida. Esta é especialmente importante para produtos obtidos a partir de matérias primas naturais. O arranjo de partículas esféricas são capazes de reduzir o volume de poros em 36% do total, sendo que a porosidade residual é preenchida pelo líquido formado a partir de 20% ou mais do sólido total da mistura (SOUSA, 2013).

5.2.2.1 A sinterização em estado sólido

A sinterização em estado sólido é obtida na ausência de líquido e normalmente realizada a 2/3 da temperatura absoluta de fusão (SASSO, 2008). O material é

transportado por fluxo viscoso, por difusão atômica ou transporte de vapor para região de contato entre partículas vizinhas (BRITO *et al.*, 2007). A composição e a temperatura de sinterização não levam à formação de líquido, sendo toda a densificação atingida por mecanismos de difusão (SILVA, 2000). Este processo de sinterização requer o uso de pós muito finos e altas temperaturas para promover suficiente difusão atômica.

É consensual que, para ocorrer a densificação, deve haver transporte de material de modo que os espaços vazios sejam ocupados. Desta maneira, a porosidade da estrutura é fechada, conferindo assim as propriedades físicas e mecânicas desejadas para o produto acabado (BRITO *et al.*, 2007; SILVA, 2000). Desta forma, sabe-se que o transporte de massa se torna essencial para a completa sinterização da estrutura. Segundo Callister (2012), os processos difusivos e interdifusivos tem um aumento exponencial com a elevação da temperatura.

A difusão é um mecanismo atômico de transporte de massa que envolve caminhos distintos quando associado à sinterização e pode ser divididos em diferentes estágios como: 1) Difusão no contorno de grão; 2) Difusão na rede que ocorre inicialmente na superfície; 3) Difusão superficial; 4) Evaporação/condensação; 5) Difusão pelo volume (MARCHI, 1999).

Na sinterização em estado sólido o crescimento de grãos ocorre pelos mecanismos de coalescimento já existentes no início do processo de sinterização. A força motriz para ocorrência desse coalescimento são as pequenas deformações plásticas sofridas pelos grãos, devido a ação da pressão incidida sobre eles.

Um exemplo de sinterização em fase sólida pode ser observado na figura 11, onde fica evidente o progressivo crescimento de grãos em várias etapas de sinterização. As etapas mostradas podem ser caracterizadas pelo aumento de temperatura, pressão, ou tempo de permanência em determinados parâmetros (temperatura e pressão).

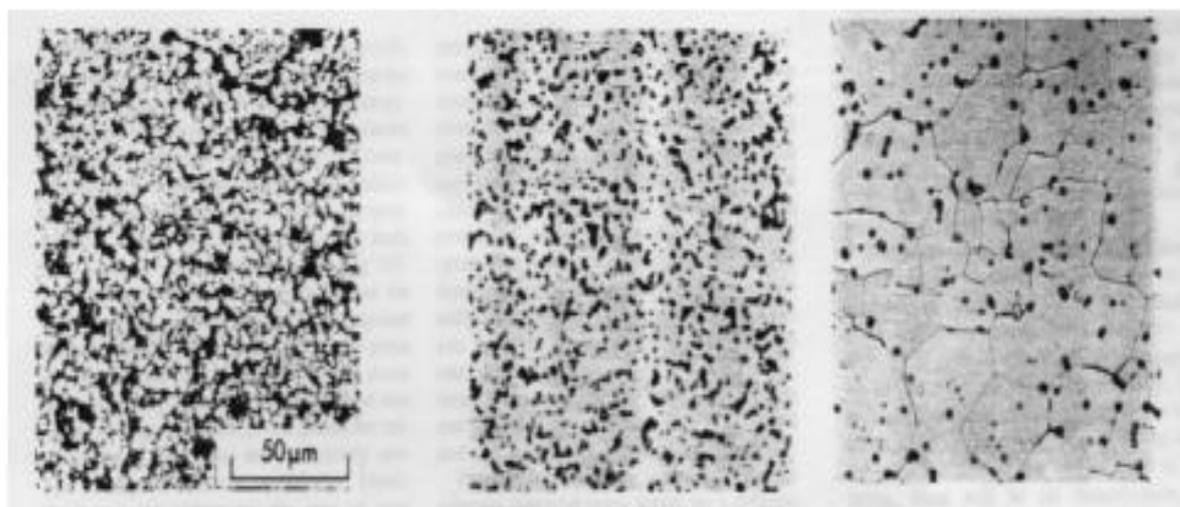


Figura 11: Densificação Progressiva e crescimento de grãos em várias etapas de sinterização: (a) etapa inicial; (b) etapa intermediária; (c) etapa final. (GERMAN, 1991).

A sinterização ocorre sempre abaixo do ponto de fusão do material base da mistura, em condições controladas de velocidade de aquecimento e resfriamento, tempo e temperatura envolvendo a metalurgia do pó. A sinterização reativa é uma técnica com utilização de pressão. A ação da pressão auxilia no processo de sinterização promovendo a aproximação interatômica das partículas que atuam sobre o equilíbrio das fases (SASSO, 2008).

O tamanho e a morfologia dos grãos, a estrutura e composição do material, a temperatura e o tempo de sinterização são fatores que influenciam o processo de produção, já que os mesmos podem afetar consideravelmente as propriedades desses materiais.

A dureza e densificação são conseguidas pelo aumento da área de contato entre as partículas e o melhor empacotamento (SILVA e ALVES JUNIOR, 1998). Sendo assim, a densidade de um material depende, prioritariamente, da distância entre as partículas e do mecanismo de sinterização em que, tanto a superfície dos pós como as fronteiras dos grãos, são de grande importância para a qualidade do produto final.

A temperatura e a pressão têm um papel fundamental no processo de sinterização. A pressão promove o aumento de transporte de material por deslizamento ou deformação plástica das partículas e a temperatura intensifica ainda

mais este transporte, contribuindo para o significativo aumento da difusão (COSENTINO, 2006). Os usos de aditivos metálicos ou cerâmicos permitem a redução dos parâmetros de temperatura promovendo a formação de uma fase líquida (KLIMCZYK *et al.*, 2011).

Segundo Sasso (2008), o processo de sinterização pode ser resumido pela ocorrência dos seguintes estágios:

- Formação e crescimento do pescoço ocasionado pela ligação inicial entre as partículas que se tocam, resultando no crescimento do contorno do grão através de difusão atômica.
- O estágio intermediário caracteriza-se pelo arredondamento dos poros como consequência natural do crescimento do pescoço formando uma rede contínua interconectada de poros e fase sólida, tendo uma contração dos poros ou densificação que provoca um decréscimo no volume da massa sinterizada;
- No estágio final, o crescimento dos poros gera uma contração e eliminação de poros pequenos e isolados e os grãos próximos entre si se fundem em apenas um grão, os poros não são mais irregulares e contínuos, sendo divididos em poros esféricos isolados. A figura 12 é uma representação esquemática do que ocorre nos 3 estágios de fechamento de poros durante o processo de sinterização.

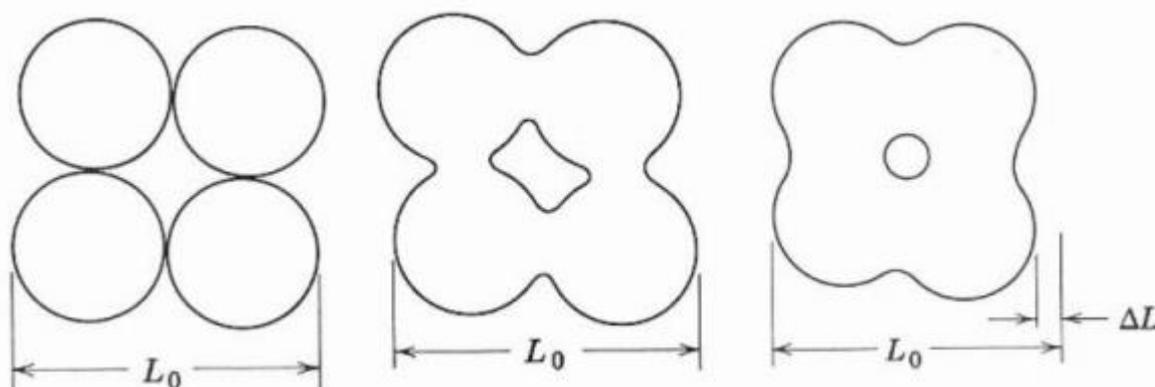


Figura 12: Representação esquemática de fechamento de poros durante o processo de sinterização (COSENTINO, 2006).

5.2.2.2 A sinterização em fase líquida

A sinterização assistida por fase líquida é o processo de densificação em que existe a formação de uma fase líquida na estrutura, (molhabilidade, dissolução entre sólido e líquido, reação para formação de outras fases com absorção ou liberação de energia). Esta fase líquida pode ocorrer da fusão entre um componente ou como resultado de uma reação entre pelo menos dois elementos integrantes do sistema (BRITO *et al.*, 2007; COSENTINO, 2006). As características da fase líquida, considerando a quantidade e a composição, são de fundamental importância para que se tenha um líquido com viscosidade necessária ao transporte de material, com consequente densificação.

Para que esse processo ocorra, é preciso que haja solubilidade do sólido no líquido e molhabilidade do líquido nos grãos sólidos. Para favorecer a densificação usam-se aditivos/ligantes para formar uma fase líquida intergranular, promovendo a densificação e reduzindo a temperatura de processamento. A liga fundida penetra nos interstícios entre os cristais do material para uni-los. Para isso o ligante/aditivo utilizado deverá preencher os critérios necessários de expansão térmica e ponto de fusão. Segundo Marchi (1999), a sinterização por fase líquida pode ser explicada de acordo com uma sequência de três estágios: 1) rearranjo e acomodação entre as partículas; 2) solução-reprecipitação e 3) coalescência. A figura 13 é uma representação esquemática dos estágios de sinterização por fase líquida.

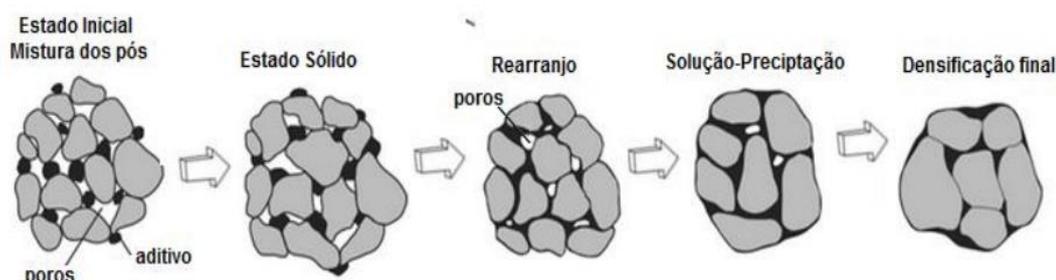


Figura 13: Esquema dos estágios de sinterização via fase líquida (MARCHI, 1999).

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 (PEÇANHA JÚNIOR, 2013).

Durante o aquecimento pode ocorrer sinterização no estado sólido e, próximo à temperatura de formação de líquido, pode ocorrer sinterização ativada se o pó do corpo conformado apresentarem uma considerável solubilidade no estado sólido (GERMAN, 1985; GERMAN e FAROOQ, 1988). Sinterização ativada no estado sólido ocorre quando o pó reage entre si abaixando a energia de ativação do sistema. A densificação por rearranjo acontecerá se a solubilidade do sólido no líquido for elevada, pois o líquido formado penetrará entre o contato sólido-sólido (pescoços) dissolvendo-o e então, favorecendo o rearranjo das partículas.

O segundo estágio, ou estágio intermediário, de solução e reprecipitação depende da solubilidade do sólido no líquido, pois a taxa de densificação depende da taxa de transporte de matéria pelo líquido. Este estágio é caracterizado por densificação, acomodação da forma dos grãos, achatamento de contatos, eliminação de poros e coalescimento de pescoços (GERMAN, 1985).

Segundo PEÇANHA Jr. (2013), os possíveis mecanismos de densificação que podem ocorrer durante o estágio intermediário da sinterização assistida por fase líquida são:

- Achatamento de contato: Este processo persiste até que o pescoço atinja uma condição de equilíbrio definida pelo tamanho de grão e ângulo diedral.
- Dissolução de grãos finos e reprecipitação sobre os grãos maiores: Ocorre um reempacotamento dos grãos, que resulta em preenchimento mais eficiente dos espaços vazios, por onde o líquido pode preencher os poros restantes.
- Crescimento de pescoço: etapa de grande importância em sinterizações, em especial nos sistemas que apresentam baixa solubilidade do sólido.

O terceiro e último estágio é controlado pela sinterização em fase sólida, onde 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 a existência do esqueleto sólido. A rigidez do esqueleto sólido inibe rearranjos adicionais, porém o coalescimento microestrutural continua através da difusão. Se os poros residuais contiverem gás aprisionado, estes se expandirão resultando assim, numa expansão do corpo.

5.2.3 A sinterização em altas pressões e altas temperaturas (HP-HT)

Nessa seção o que serão abordadas as condições específicas de sinterizações em altas pressões e altas temperaturas. Can (2011), considerou que as condições de pressão e temperatura acima de 2GPa e 1100°C, respectivamente, são condições chamadas de altas pressões e altas temperaturas, HPHT (*High Pressure and High temperature*). Porém, outros autores empregam o termo “alta pressão” em condições acima de 1GPa.

Em relação à geração de alta pressão, esta pode ser definida como estática ou dinâmica. A pressão dinâmica (>12GPa) é gerada por meio de ondas de choque produzidas por explosões em um curto período de tempo, realizando uma transformação direta, ou seja, sem difusão. Neste caso, a pressão sofre aumentos súbitos e sucessivos, enquanto a temperatura é controlada pela quantidade de catalisador (BRITUN *et.al*, 2007).

A pressão estática é obtida através da aplicação direta de força mecânica sobre uma determinada superfície utilizando uma prensa. Em geral, altas pressões estáticas são geradas dentro do espaço de trabalho das prensas, pela aplicação de forças uniaxiais a um meio transmissor de pressão, contendo no interior o material a ser processado. A força é aplicada pelos pistões ou bigornas em prensa hidráulica (SASSO, 2008).

O meio transmissor de pressão pode ser de forma hidrostática ou não hidrostática. A pressão hidrostática pode ser definida como aquela em que a pressão atua uniformemente sobre o material minimizando a concentração de tensões residuais na amostra processada. A pressão não hidrostática, geralmente transmitida por um sólido, transfere a pressão uniaxialmente para amostra, o que gera intensas tensões residuais. Quanto mais hidrostático o processo, melhor é a distribuição de tensões dentro da célula reativa.

Para geração de altas pressões estáticas são usados diferentes dispositivos conhecidos como Câmaras de Alta Pressão, dependendo da quantidade de pressão a ser utilizada. Desta forma, quanto mais hidrostático o processo de sinterização, melhor a distribuição de tensões na amostra (SASSO, 2008).

Parte importante do desenvolvimento das técnicas de altas pressões estáticas deve-se aos numerosos trabalhos de P.W. Bridgman (BRIDGMAN, 1946).

Uma das principais técnicas desenvolvidas por Bridgman consiste basicamente em gerar alta pressão pela compressão da amostra entre duas “bigornas” opostas de acordo com a figura 14. As “bigornas” são construídas com material duro, especialmente “metal duro” (WC+Co), mas geralmente frágil, com resistência à tração significativamente inferior à resistência sob compressão. A concepção estrutural das bigornas de Bridgman baseia-se no princípio de sustentação massiva, segundo o qual uma pequena área em um material pode ser submetida a um valor de tensão três ou quatro vezes maior do que a sua resistência mecânica usual, quando se aplica uma força uniaxial, se houver um grande suporte de material atrás de si. Para aumentar ainda mais a capacidade de carregamento das bigornas, torna-se necessária uma sustentação lateral. Essa é produzida pelo seu cintamento com anéis concêntricos, montados sob interferência, o que vai gerar uma pré-compressão final na bigorna. Este tipo de construção, permite atingir até pressões acima de 10 GPa.

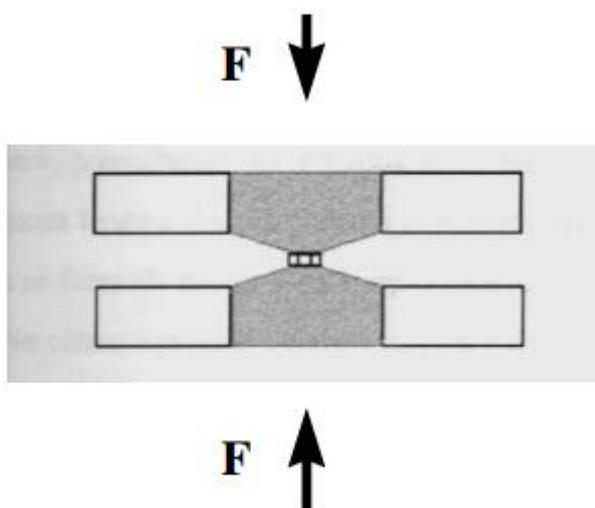


Figura 14: Esquema de uma Bigorna de Bridgman.

Diversos tipos de variantes das bigornas de Bridgman foram desenvolvidos, entre os quais o sistema “toroidal”, (figura 15), o qual foi utilizado no presente trabalho (BUNDY, 1998). Esse sistema foi desenvolvido nos países da antiga União Soviética e sua tecnologia está presente no Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV-UENF) desde 1994. A câmara de alta pressão é composta de duas metades simétricas, cujas “bigornas” de metal duro (WC-Co) apresentam um perfil que é a combinação de uma calota esférica central circundada por um semitoróide, (figura 15). Este perfil permite um aumento do volume de material a ser processado, quando

comparado com câmaras similares que usam pistões planos como a bigorna de Bridgman. Entre as duas metades simétricas é colocado um componente fundamental nesse tipo de sistema, que normalmente recebe o nome genérico de gaxeta, que é constituído no presente trabalho de uma mistura de CaCO_3 com álcool polivinílico. A gaxeta, junto com a célula de reação, é construída com peças de diversos materiais e possui funções múltiplas, atuando como selo mecânico, sustentação lateral dos pistões de metal duro, meio transmissor de pressão e isolante térmico.

A geometria utilizada propicia uma considerável sustentação e distribuição da pressão no interior da câmara, tornando possível obter-se pressões de até cerca de 10 GPa. Para que essa pressão seja gerada, todo esse conjunto é comprimido sob a ação de uma prensa hidráulica, que permite uma aplicação de carga de até 400 tonf ($\sim 3,9 \text{ MN}$) com alta estabilidade e rigidez mecânica (SOARES, 2003).

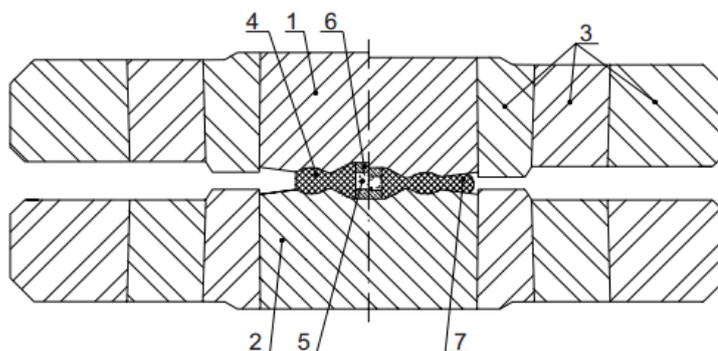


Figura 15: Dispositivo de alta pressão utilizado nas prensagens. Este dispositivo é composto por duas bigornas (1 e 2), suportadas por anéis de cintamento (3), e pela cápsula deformável de calcita (4). Dentro da cavidade da cápsula é colocado o pó a ser sinterizado (5) e os discos (6) que atuam como isolantes térmicos e condutores elétricos, simultaneamente. Durante a compactação forma-se a gaxeta compressiva (7) (OSIPOV, 2003).

A utilização de altas pressões no estudo de materiais tem se tornado primordial nos últimos anos, e o intervalo de pressão e temperatura acessíveis vem constantemente sendo ampliado, revelando um caminho bastante promissor para melhoria das condições de sinterização dos materiais.

Sasso (2008) e Kraemer (2003) explicam sobre os efeitos da aplicação de altas pressões sobre a matéria condensada. Segundo eles, além de promover uma alta

compactação do pó de partida, uma tensão extrema aplicada irá somar-se à tensão superficial como força motriz para o processo de sinterização. Pressões muito elevadas permitem a deformação plástica, promovendo um maior contato entre as partículas reduzindo o tempo e/ou a temperatura de sinterização, inibindo o crescimento excessivo de grãos, sem o uso de aditivos.

Esta compressão leva a um empacotamento atômico mais denso, frequentemente acompanhado de mudança no número de coordenação. É o que acontece com o diamante/grafite, hBN/cBN. Quando se utiliza condições extremas de pressão, os materiais podem apresentar propriedades físico-mecânicas completamente diferentes das adquiridas à pressão ambiente. Para Sasso (2008), isto não é surpreendente, visto que, dentro das técnicas atuais disponíveis a variação energética provocada pela compressão da matéria é da mesma ordem da energia de ligação química. Assim, a aplicação de altas pressões permite alterar a estabilidade relativa entre diferentes fases de um material, deixando a temperatura como parâmetro auxiliar de controle da cinética do processo de transição.

A forma mais simples de promover a compactação do material de partida com aplicação de tensão externa é a prensagem. Uma das vantagens da prensagem é a alta precisão dimensional dos compactos, resultado de uma densificação com contração mínima durante a sinterização.

A técnica de sinterização mais comum é a que ocorre simultaneamente a aplicação de pressão e temperatura. Em uma única etapa obtém-se a compactação e sinterização, o que torna a deformação plástica das partículas de suma importância (SASSO, 2008). A aplicação de alta pressão e o surgimento de áreas de contato aumenta a força motriz que pode, discretamente, ser considerada como a razão entre a energia superficial e o volume da partícula (COSENTINO, 2006).

Segundo Brobovinichii (1998), a aplicação de alta pressão e alta temperatura criam condições para ocorrência de transformação de fases (síntese) e de consolidação das partículas (sinterização). Uma técnica de prensagem usada é a isostática a frio (*Cold Isostatic Pressing*) onde a pressão (entre 35-200MPa) é transmitida por um meio líquido resultando em compactação multidirecional e peças isentas de tensões internas. A prensagem isostática a quente (*Hot Isostatic Pressing*) tem a vantagem de distribuição da pressão uniforme em todas as direções, conferindo aos materiais processados uma microestrutura homogênea e controlada. A maioria dos materiais podem apresentar-se completamente densificados e com excelentes

propriedades mecânicas. O principal mecanismo de densificação é a difusão pelo contorno de grão.

A força motriz para difusão é a energia livre. A sinterização reativa e a compactação isostática a quente buscam obter sinterização com alta densidade (SASSO, 2008; ROCHA, 1995).

5.2.4 Sinterização do cBN

A obtenção de materiais superduros não é uma tarefa muito fácil de ser realizada, devido à baixa sinterabilidade do cBN em razão da natureza covalente de suas ligações atômicas. Pode-se dizer que a tecnologia para obtenção dos materiais desenvolvidos à base de cBN, via de regra, requer processos de sinterização reativa que envolve condições severas de pressão que variam de 3 a 8GPa e temperatura até 2000°C em dispositivo de alta pressão (DAP).

Não só a determinação dos parâmetros é importante, mas também o esquema de aplicação desses parâmetros, ou seja, o regime a ser obedecido para a pressão, temperatura e tempo de sinterização. A sinterização convencional de cBN se dá via compactação do pó de cBN sob regime de HP-HT em períodos que podem chegar a 11 horas. Na sinterização, o pó de cBN pode ser misturado a alguns tipos de ligantes, como Al, TiC, Co, Ni, Mg e Sn (JENNINGS, 1995).

Na sinterização do cBN sempre deve-se ter cuidado para controlar a transformação em hBN, pois o cBN sob baixa pressão e alta temperatura se transforma em hBN (EREMETS *et al.*, 1998). Uma das alternativas a essa transformação é trabalhar com pressões da ordem de 3-8 GPa nos denominados sistemas de altas pressões e altas temperaturas (HPHT).

Os métodos de sinterização para a produção de compósitos de cBN são bem conhecidos e têm sido frequentemente relatados. Os métodos envolvem tanto a conversão direta de hBN para cBN (com ou sem suporte catalítico ou meio de ligação) quanto à sinterização direta do pó de cBN, sendo utilizadas pressões maiores que 6,5 GPa e temperaturas entre 1900-2500°C. Para diminuição dos parâmetros de sinterização alguns ligantes, também podem ser adicionados e, além de facilitarem a sinterização, estes podem aumentar a tenacidade do cBN (SHONHIWA, 2008).

Muitos fatores podem interferir na eficiência do método de sinterização quando se trabalha com HP-HT, dentre eles: gradientes de pressão e temperatura na câmara de compressão do DAP, diferença entre o coeficiente de expansão térmica do cBN e do ligante, mudança de volume devido à formação de novas fases e à redução rápida da pressão e temperatura durante o processo (BOBROVNITCHII e FILGUEIRA, 2006).

Quando se trata da sinterização do cBN, o processo ocorre muito próximo da linha de estabilidade termodinâmica (cBN \leftrightarrow hBN), portanto deve-se ter um alto controle sobre os parâmetros aplicados HP-HT (SINGHAL e SINGH, 2005). Neste caso, é importante trabalhar distante do conjunto de parâmetros, temperatura e pressão, que promovam a reversão indesejada para hBN (SHONHIWA, 2008). Esses parâmetros podem ser melhor controlados com a adição de um segundo componente auxiliar na formação de uma fase líquida. A adição de alguns metais ou cerâmicas permite diminuir os parâmetros de sinterização (KLIMCZYK *et al.*, 2011).

Durante a sinterização de compósitos de cBN são usadas pressões e temperaturas elevadas dentro da região de estabilidade cristalográfica, com patamar suficiente para causar a ligação entre partículas do pó e a matriz ligante. Inicialmente ocorre o rearranjo dos grãos seguido por uma deformação plástica e fratura, aumentando assim a área de contato entre as partículas e posterior fusão do ligante ocupando os vazios existentes entre os grãos, promovendo a densificação do compacto e contribuindo para a formação de novas fases.

Como a pressão é uma variável termodinâmica sua variação afetará o equilíbrio do sistema, possibilitando eventual transição de fases para novos estados de equilíbrio. Quando a sinterização não é realizada adequadamente, a contração, própria da densificação, pode resultar em distorções, trincas, densificação incompleta ou até mesmo nas combinações destes problemas (SASSO, 2008).

A fase dura, ou seja o cBN, tem um papel passivo, uma vez que suas partículas não sinterizam entre si, mas são movidas pelo ligante. Na sinterização de materiais superduros, a fase ligante desempenha o papel mais importante sendo responsável pela densificação, molhabilidade, espalhamento e formação de aglomerados.

Esta fase deve reagir e ser fundida, parcialmente, com cBN formando ligações através da reação durante aplicação de alta pressão e alta temperatura de sinterização. Durante a sinterização, pelo menos uma parte do material ligante deve ser líquido ou parcialmente líquido para promover uma molhabilidade substancial para

aderir aos grãos de cBN a fim de conseguir uma efetiva retenção (CAN *et al.*, 2009). O ponto de fusão desejavelmente baixo da fase ligante, típico de qualquer sistema miscível em fase líquida, na ausência de interação química forte, promove a formação da fase líquida e o mecanismo de recristalização catalítico. A figura 16 mostra um micrografia de um composto sinterizado de cBN e AlN.

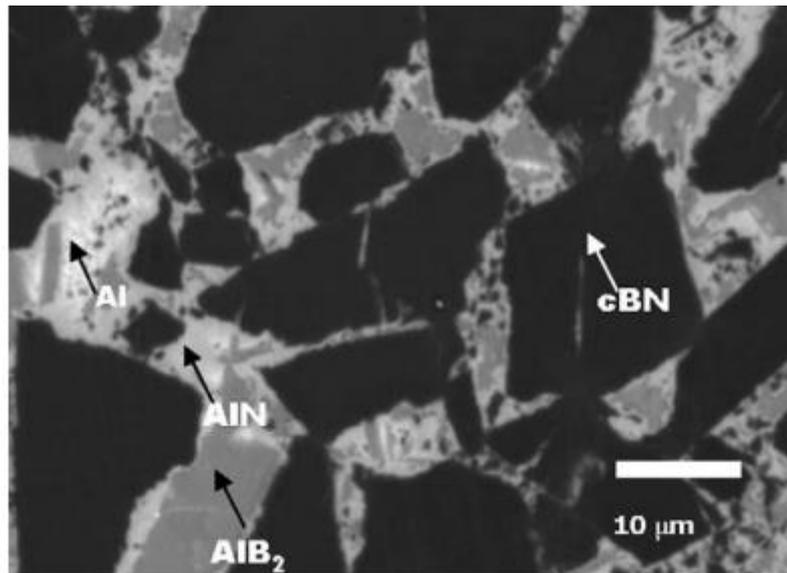


Figura 16: micrografia cBN-Ti (McKie, 2011).

Estes materiais superduros são sinterizados em um "ambiente de fase líquida", mas a contração significativa ocorre no estado sólido. Sendo assim, a sinterização de cBN ou compostos refratários, na ausência de fase líquida, ocorre por meio de recristalização e, portanto, uma porosidade residual geralmente é observada no compacto resultante (HALL Jr. e CERCEAU, 1987).

Além disso, o pó de CBN absorve uma quantidade considerável de água e oxigênio que, em alta pressão, resulta na formação de uma camada de B_2O_3 na superfície das partículas. Apesar de ser uma proteção, dificulta a difusão de oxigênio. Neste sentido, torna-se uma fase prejudicial à resistência mecânica e, conseqüentemente, à resistência ao desgaste do compacto (KANE, 2002). Se a sinterização é feita em uma atmosfera oxidante ($\approx 1000^\circ C$) ocorre uma perda de peso do material compósito a uma temperatura superior a $1300^\circ C$ devido à significativa oxidação do cBN em consequência da formação de compostos voláteis (GOLOVKO *et al.*, 1992).

O aumento da temperatura de sinterização pode gerar um acréscimo no grau de deformação plástica da estrutura cBN e na quantidade de discordâncias. Os poros diminuem e o tamanho dos grãos aumenta promovendo um maior contato entre as partículas o que resulta, por exemplo, em coalescência dos grãos. Ocorrendo assim uma diminuição da energia livre de superfície do sistema (BOBROVNITCHII, 2008).

A interação do cBN com os componentes da mistura sob altas temperaturas de aquecimento, podem levar a formação de fases indesejáveis como, por exemplo, a formação de boretos, que muitas vezes independem dos métodos de sinterização utilizados. Também, alguns materiais não possuem boa molhabilidade com as partículas de cBN resultando em uma má adesão entre a matriz e os grãos após o resfriamento do compósito, prejudicando a resistência mecânica do produto final (BOBROVNITCHII, 2008).

Durante a sinterização não só elementos da nova fase são importantes para constituição das propriedades finais dos compósitos de cBN como, também, os átomos de impurezas existentes no pó de partida ou originados por contaminação em pequenas quantidades, que são muitas vezes desejáveis. Os átomos de B e N formam ligações covalentes, duras e altamente direcionais, porém no cristal existem diferentes planos em que o número de ligações por unidade de área é mínimo.

Os átomos de impureza acomodam-se, nestas posições onde a tensão de desajuste é menor, em planos onde ocorre mais facilmente a separação dos cristais devido às ligações serem mais fracas, ou seja, planos de menor resistência à tração. Esses planos de clivagem estão aleatoriamente distribuídos ficando em posições opostas, resultando assim em resistência à propagação de trincas (WENTORF *et al.*, 1980).

A distância das ligações entre B-B ou N-N são de 4 e 5Å e, portanto, uma grande gama de átomos ou íons poderia ser incorporada dentro da estrutura, sem que ocorra distorções na rede (WILLE PERKINS, 2001). Entretanto os átomos de impureza podem ser benéficos formando fases que melhoram as propriedades do compósito. Por exemplo, o cálcio (Ca) pode estabilizar um pouco a estrutura celular do cNB e contribuir para aumento da dureza, lantanídeos conhecidos como “Terras Raras” que se apresentam na forma de óxidos ou actinídeos (Y_2O_3 , La_2O_3) favorecendo a sinterização (MALIK, 2010; CHAGASE BOBROVNITCHII, 2012). Os óxidos destes materiais facilitam a redução de defeitos no empilhamento da estrutura, a formação de líquido e reduzem os parâmetros de sinterização do cBN (TURKEVICH,

2002). Porém, se as impurezas variam muito em quantidade, torna-se difícil a reprodução experimental do compósito (WILL e PERKINS, 2001).

Um problema que também pode interferir negativamente nas propriedades do compósito de cBN é a utilização, na mesma composição, de elementos com diferentes estruturas cristalinas, pois introduzem tensões residuais geradas pela anisotropia da expansão térmica, diminuindo a resistência à fratura e ao lascamento dos grãos. Isto leva a um enfraquecimento da interface entre o cBN e a fase secundária dura, resultando em uma perda de força de ligação e, portanto, uma perda significativa do desempenho da ferramenta em aplicações onde a resistência à fratura e lascamento são características obrigatórias (CAN e ANDERSIN, 2006).

5.3 A aplicação do cBN na indústria

A utilização do cBN esta voltada para indústria metal mecânica, produção de rochas e a indústria da construção civil. Em todos os casos, a principal característica explorada do cBN é a sua alta dureza.

Algumas aplicações de materiais comerciais a base de cBN estão sendo mostradas na Tabela 2.

Tabela 2: Aplicação racional de algumas marcas de materiais à base de cBN (BARRY, 2005).

Nome comercial	Ramos de aplicação
Amborite	Usinagem contínua e intermitente dos aços ligados endurecidos, ferros fundidos cinzentos e ferros fundidos refinados
DBC 90	Semi-acabamento dos aços endurecidos e ferros fundidos refinados
Sumiboron BN 200	Usinagem contínua e intermitente de aços ligados endurecidos e ferros fundidos de alta resistência ao desgaste
Compósitos	Acabamento final de aços endurecidos e ferros fundidos cinzentos
Kiborit	Usinagem contínua e intermitente de aços com alta dureza e ligas endurecidas

A aplicação industrial do CBN está voltada para fabricação de ferramentas de usinagem que incluem desbaste, retífica, perfuração e serraria (SILVA *et al.*, 2004). Existe uma ampla gama de utilização para as ferramentas à base de cBN como, ligas endurecidas, metais e não metais, tais como, vidros, cerâmicas e granitos. Os compósitos de cBN suprem as necessidade deixadas pelo diamante devido às limitações térmicas e reatividade com o ferro (UHLMANN *et al.*, 2009). Em altas

temperaturas a dureza do cBN pode superar a dureza do diamante, como mostra a figura 5.

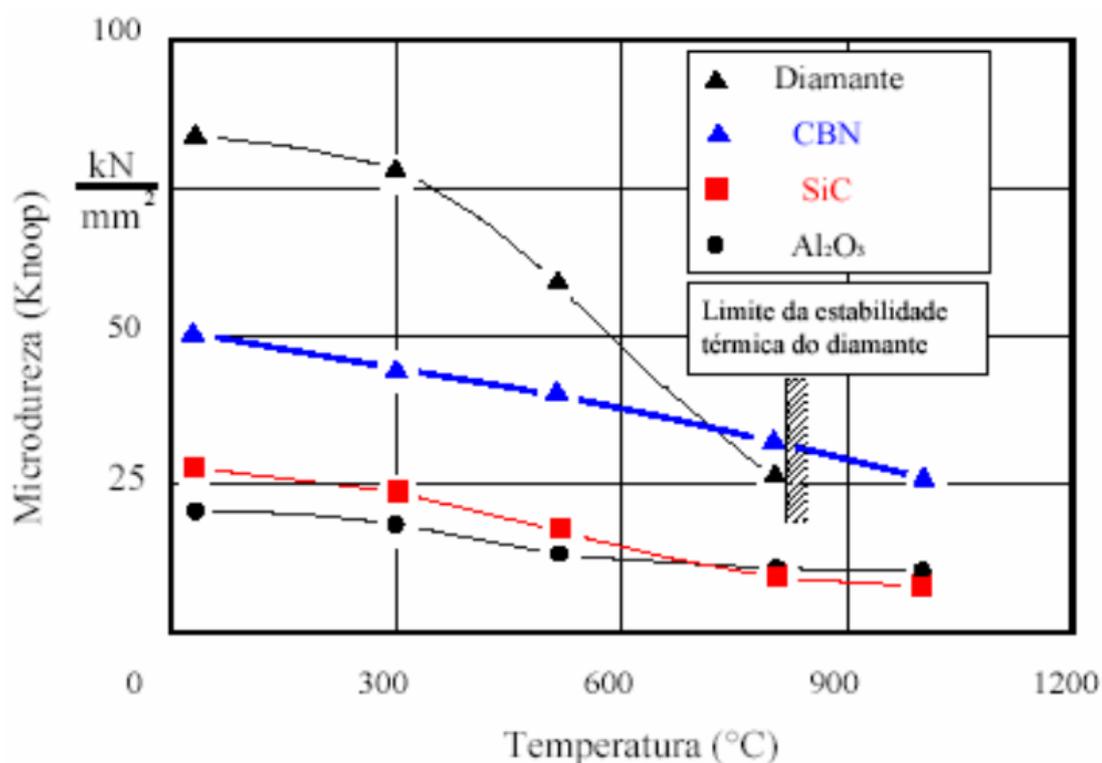


Figura 17: Dureza dos abrasivos com o aumento da temperatura (ZEILMANN, 2004).

A aplicação do cBN é particularmente importante para a indústria de grande responsabilidade como, automobilística, aeroespacial, marítima, química e petroquímica (XAVIER, 2003).

Na indústria metal mecânica o cBN é dividido em duas classes sendo elas: 1) compósitos cerâmicos com um teor de cBN de 40-65%. O ligante de cerâmica agrega resistência ao desgaste ao cBN, o qual, se não fosse pelo ligante, teria tendência ao desgaste químico e 2) classes com alto teor de cBN, com 85% a quase 100% de cBN. Estas classes podem apresentar um ligante metálico para melhorar a tenacidade (SANDVIK, 2016).

As classes de cBN são amplamente usadas para torneamento de acabamento em aços endurecidos, com uma dureza superior a 45 HRC. Acima de 55 HRC, cBN é a única ferramenta de corte que pode substituir os métodos de retificação tradicionalmente usados. Aços mais macios, abaixo de 45 HRC, contêm uma

quantidade maior de ferrita, o que causa uma diminuição na resistência ao desgaste do cBN (SANDVIK, 2016).

O cBN também pode ser usado para desbaste com alta velocidade de ferros fundidos cinzentos em operações de torneamento e de fresamento. A figura 18 mostra uma pastilha de cBN, pode ser observado que o cBN é soldado a um suporte de metal duro para formar uma pastilha.

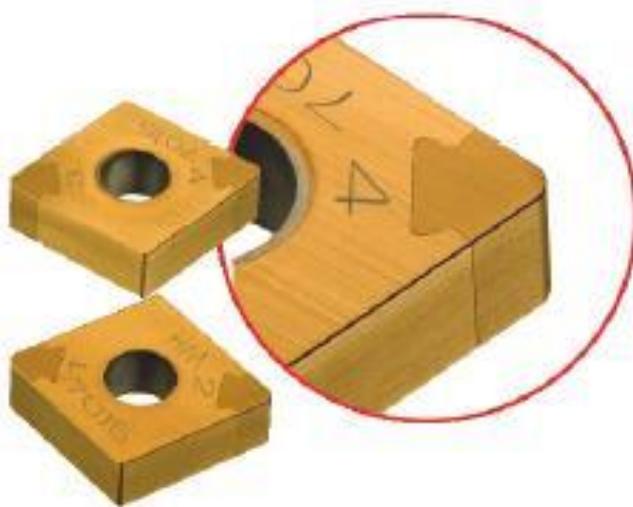


Figura 18: Pastilha de cBN da sandvik, (SANDVIK, 2016).

Com as diversas possibilidades de composição e arranjos em que as pastilhas de cBN podem ser formadas, as suas aplicações na indústria metal mecânica podem ser diversas, desde torneamento contínuo em aços endurecidos, a cortes interrompidos pesados em aços endurecidos e para acabamento de ferros fundidos cinzentos (SANDVIK, 2016).

O cBN também está sendo utilizado como revestimentos em metal duro juntamente com outros materiais cerâmicos, como o nitreto de titânio TiN, com o objetivo de diminuir o desgaste, aumentando, assim, a vida útil da ferramenta. A figura 19 mostra uma comparação de duas ferramentas de aço rápido revestidas com cBN, uma de maneira convencional e outra com revestimento de alta eficiência, chamada de BC8020 (MITSUBISHICARBIDE, 2016).

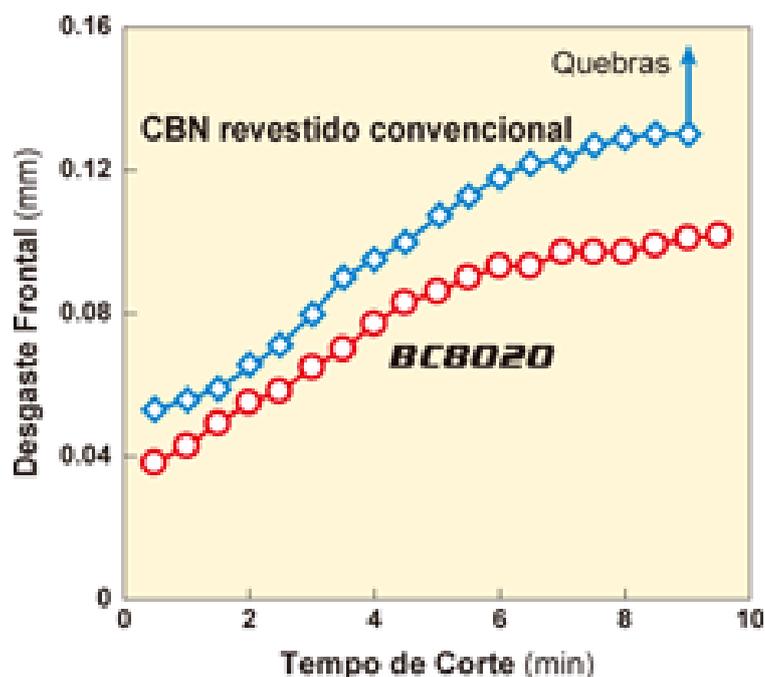


Figura 19: Comparação do desgaste de duas ferramentas revestidas com cBN (MITSUBISHICARBIDE, 2016).

As ferramentas de aço rápido revestidas por cBN tem ganho de vida devido a diminuição do desgaste, e são utilizadas com melhor eficiência em usinagem pesada ou interrompida (MITSUBISHICARBIDE, 2016).

Pode ser observado na figura 19, que o modo com que o cBN é aplicado a superfície a ser revestida, pode alterar as propriedades de desgaste da ferramenta, porém, essa não é a única propriedade afetada pelo método de deposição. O acabamento do corte também pode sofrer grande alteração, como está sendo mostrado na figura 20. Onde o novo método de deposição de cBN proposto pela Mitsubichi contribui significativamente para um melhor acabamento superficial.

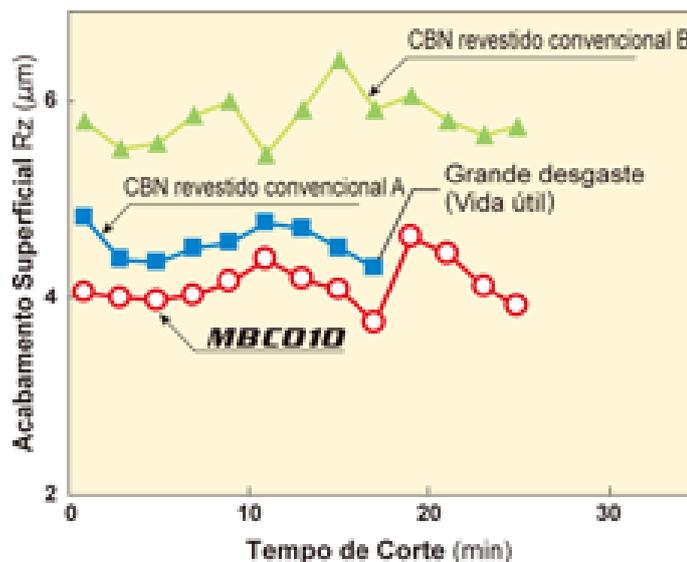


Figura 20: Comparação do acabamento superficial de três ferramentas revestidas com cBN (MITSUBISHI CARBIDE, 2016).

5.5 Desenvolvimento de compósitos de cBN

Compósitos utilizando cBN já são uma realidade. Existem muitas pesquisas que utilizam esse material para a produção de insertos utilizados na indústria metal mecânica. O que se busca na utilização do cBN como fase reforço da estrutura é alcançar elevada dureza e resistência ao desgaste.

Zhao (2009) utilizou o cBN com fase reforço de uma matriz cerâmica de $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-AlN-Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$, onde as pastilhas foram sinterizadas por plasma pulsado, (SPS), utilizando temperaturas entre 1250°C e 1450°C . Neste trabalho o cBN ocupa 50% da fração em peso de todo o material. A figura 21, mostra uma micrografia produzida por Zhao, onde podem ser observado os grãos de cBN em uma matriz cerâmica. O objetivo de Zhao foi produzir pastilhas para usinagem.

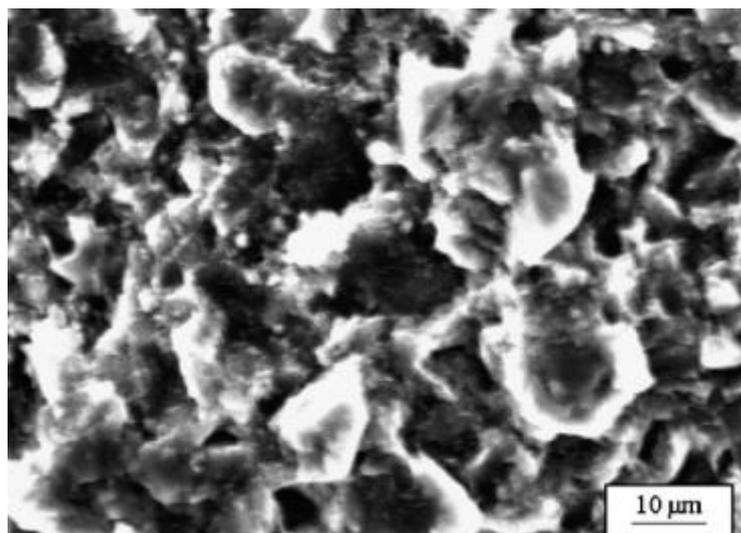


Figura 21: Grãos de cBN em uma matriz cerâmica, (ZHAO, 2009).

O cBN tem sido utilizado em diversas outras matrizes, como, Al e AlN, Si, Ti-6Al-4V, SiAlON, WC-Ni-VC-TaC, TiC e WC-Co. Em todos esses trabalhos, o cBN vem sendo utilizado como fase reforço, disperso em uma matriz contínua (GARRETT, 2013; EZUGWU, 2004; YINJUAN, 2015; RAN, 2008; MCKIE, 2011; UIYONG, 2011; BILGE, 2009; XIAO, 2002; ANGSEYD, 2009; MICHALSKI, 2015). Nas figura 22, 23 e 24 podem ser observados exemplos de como o cBN está disposto nessas matrizes.

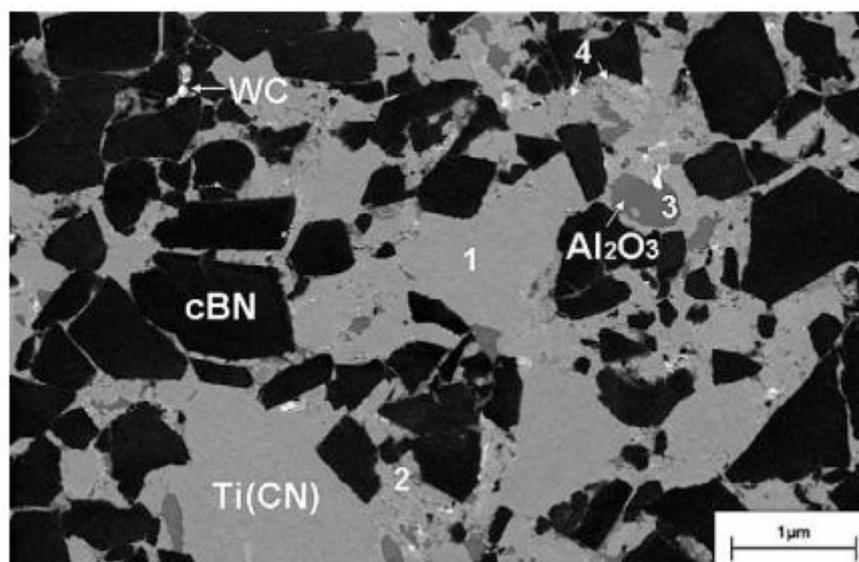


Figura 22: Micrografia produzida por MEV de uma PcBN, onde os grãos de cBN estão dispostos em uma matriz de TiCN, Al₂O₃ e WC (ANGSEYD, 2009).

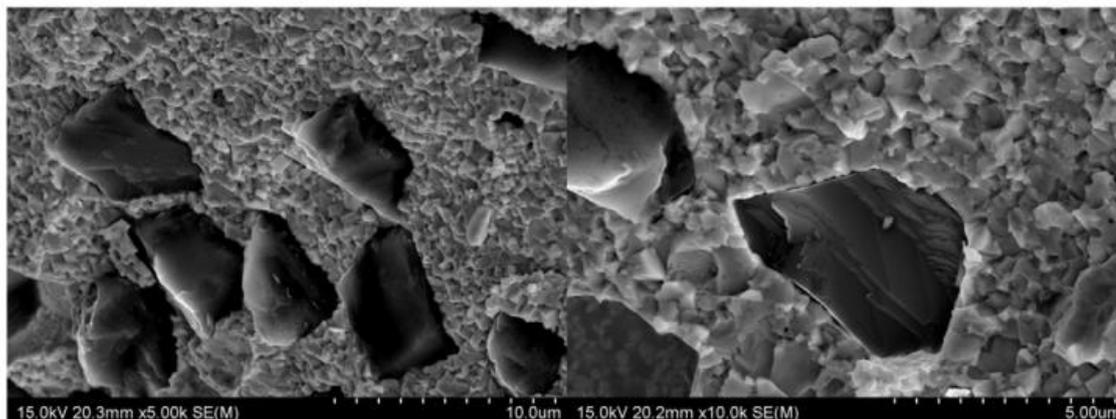


Figura 23: Grãos de cBN (30% em peso) dispersos em uma matriz de WC-Co (70% em peso), sinterizados por SPS (MICHALSKI, 2015).

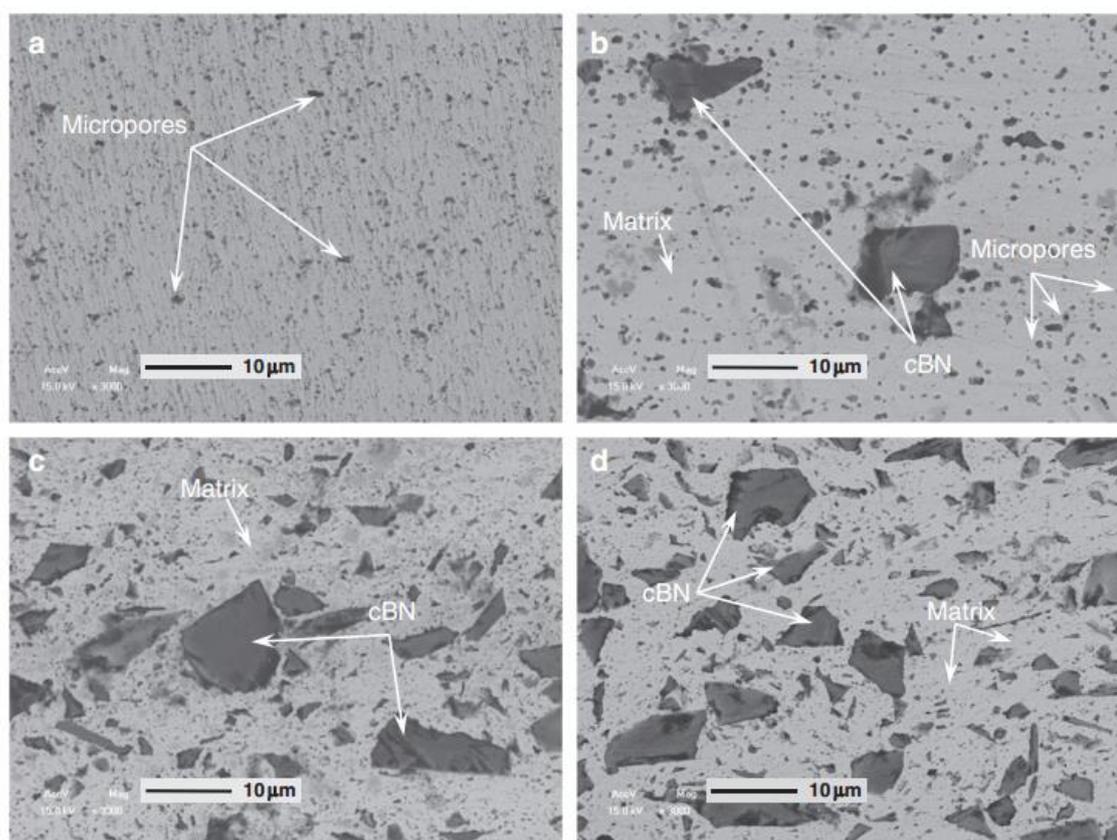


Figura 24: Micrografia de uma composto com matriz WC–Ni–VC–TaC–cBN, sinterizados em SPS com diferentes adições de cBN: (a) 0 vol.%, (b) 10 vol.%, (c) 30 vol.% e (d) 50 vol.%(HUIYONG, 2011).

Um aspecto comum dos diversos trabalhos com compostos de cBN (PcBN), é a utilização dos mesmos como insertos de usinagem. Logo, a principal propriedade avaliada é a dureza dos compostos ou aumento desta com a adição de cBN. Alguns

trabalhos também relacionam a tenacidade e a densificação dos PcBN obtidos entre outras propriedades. A densificação é importante para avaliar a porosidade remanescente dos corpos sinterizados, o que está diretamente ligado com todas as outras propriedades. Quando se trata de insertos, a dureza deve ser uma de suas principais características, pois quanto mais duro, menor será o desgaste da ferramenta. A tenacidade ganha importância, pois as ferramentas de usinagem estão sujeitas a impactos, logo, esta se torna uma propriedade fundamental quando o que se busca é o aumento da vida útil das ferramentas. Nas figuras 25 e 26 tem-se algumas propriedades relacionadas com o diferentes PcBN obtidos.

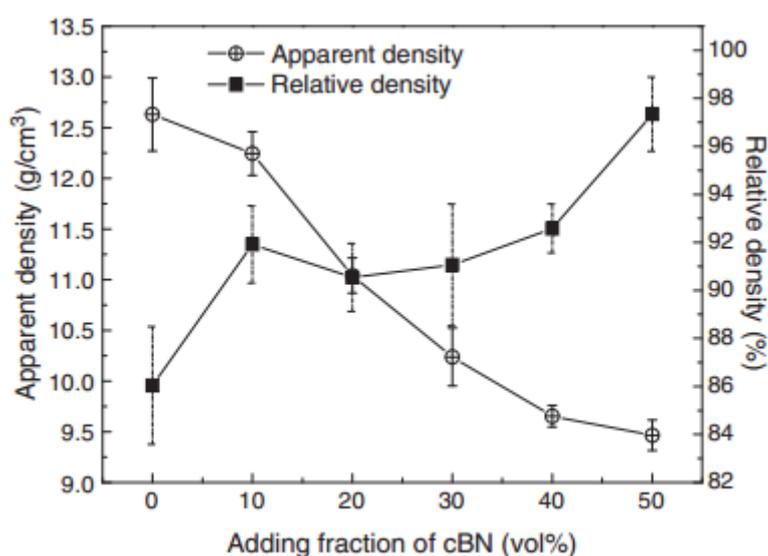


Figura 25: Densidade aparente e densificação com o aumento da fração em peso do cBN em uma matriz de WC–Ni–VC–TaC sinterizado por SPS Huiyong (2011).

No trabalho de Huiyong (2011), é interessante observar que a densificação aumenta com a adição de cBN, o que não era esperado, pois o cBN inibe a sinterização da matriz. Huiyong (2011) atribui esse aumento ao tamanho de grãos do cBN (20 a 40 μm), que são de 40 a 90 vezes maior que o tamanho médio dos grãos da matriz. Essa diferença de tamanho de grão proporciona um maior empacotamento da mistura, além de aumentar as pressões internas entre os diferentes grãos.

Outra importante contribuição do trabalho de Huiyong (2011) foi a relação entre a dureza e a tensão máxima em flexão com a adição de cBN na matriz mostrado na figura 26. Corpos de prova em flexão são simultaneamente tensionados em tração e

compressão, logo a diminuição desta propriedade está intimamente ligada com a diminuição da tenacidade. O trabalho de Huiyong (2011) mostrou um aspecto comum quando se trabalha com cBN, isto é, para um aumento efetivo da dureza é quase sempre preciso perder em tenacidade.

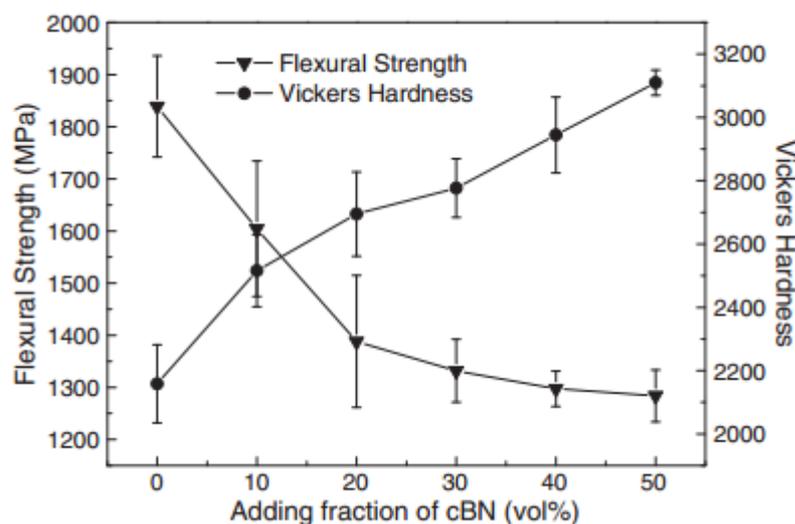


Figura 26: Relação entre dureza e tensão máxima em flexão com a adição de cBN (HUIYONG, 2011).

McKie (2011) relacionou a fração de ligante com a tenacidade do PcBN, obtendo-se uma proporção direta, isto é, com o aumento da fração de ligante ganha-se tenacidade a fratura como mostrado na figura 27. Outro aspecto muito importante neste trabalho é a grande quantidade de cBN quando comparado ao trabalho de Huiyong (2011), onde esse trabalha com o máximo de 50% e aquele chegou a trabalhar com 90% de cBN. O que torna isso possível são os diferentes processos de sinterização utilizados. Huiyong (2011) trabalhou com SPS, enquanto McKie (2011) sinterizou via HP-HT, o que torna viável a utilização de grandes quantidades de cBN pois, como já foi dito em capítulos anteriores, o cBN sofre transformação para hBN em baixas pressões, e o processo assistido por SPS não proporciona grandes pressões de sinterização. Desta forma, torna-se justificado o uso de HP-HT no presente trabalho, pois o que se busca é a sinterização de pastilhas com até 90% de cBN.

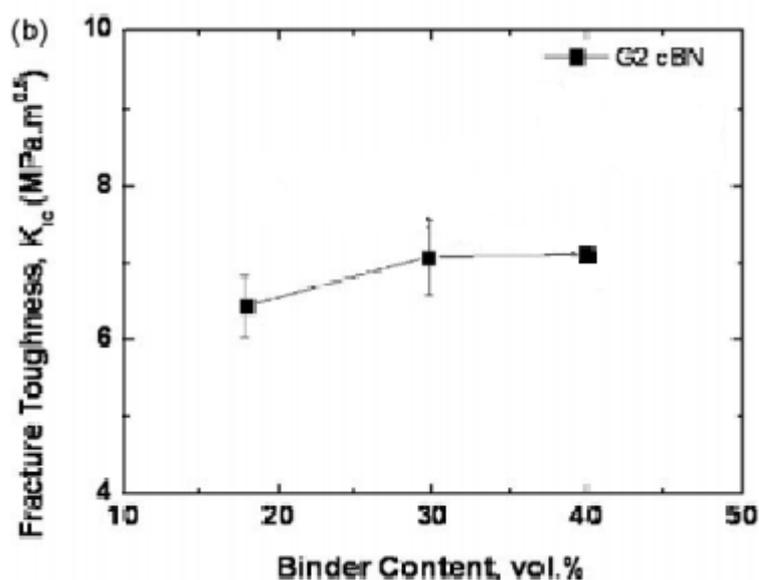


Figura 27: Relação entre a quantidade de ligante (Al), com a tenacidade do PcBN, sinterizado por HP-HT (MCKIE, 2011).

Dos trabalhos anteriormente citados pode-se chegar à algumas conclusões:

- Quanto maior a quantidade de cBN maior será a dureza do compósito.
- A tenacidade decresce à medida que se adiciona cBN a matriz.
- Grandes quantidades de cBN em PcBN somente podem ser alcançadas com utilização de HP-HT.

Se o objetivo do trabalho é produzir ferramentas para usinagem, o que se busca é o aumento da dureza e da tenacidade dos PcBN. Então surge a ideia de relacionar a alta dureza com elevada tenacidade, porém como isso seria possível se já se sabe que são propriedades concorrentes? Pensando em camadas, onde se busca alcançar alta dureza na camada superficial e tenacidade para suportar os impactos na camada inferior, também chamada de suporte.

Pensado desta maneira, Wenping (2005) suportou uma camada micrométrica de cBN em um substrato de WC-Co, com o objetivo de aliar a dureza do cBN com a tenacidade do metal duro. A figura 28 mostra o aspecto microscópico da pastilhas e a figura 29 mostra a vida útil da pastilhas em condições de usinagem.

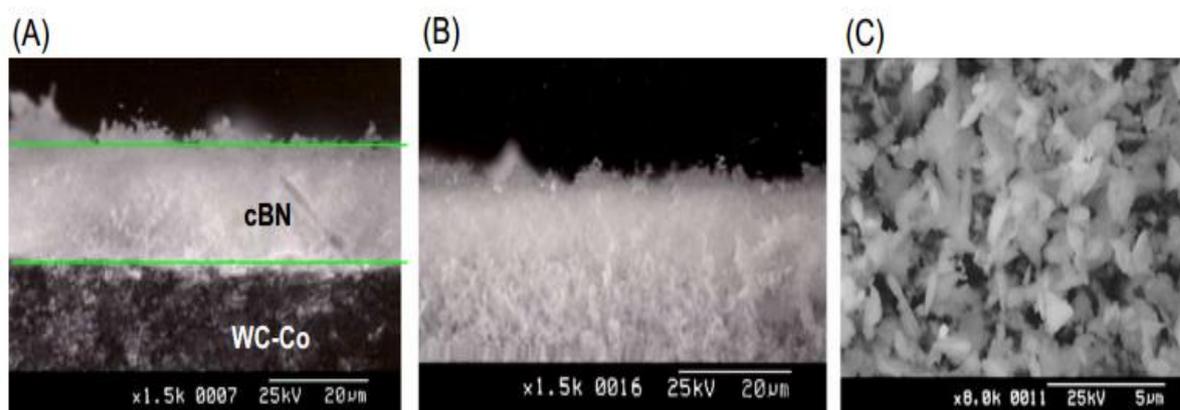


Figura 28: Imagem de MEV mostrando (a) os aspectos da interface das camadas cBN/WC, (b) aspectos lateral da camada de cBN e (c) e por fim te topo da camada de cBN (WENPING, 2005).

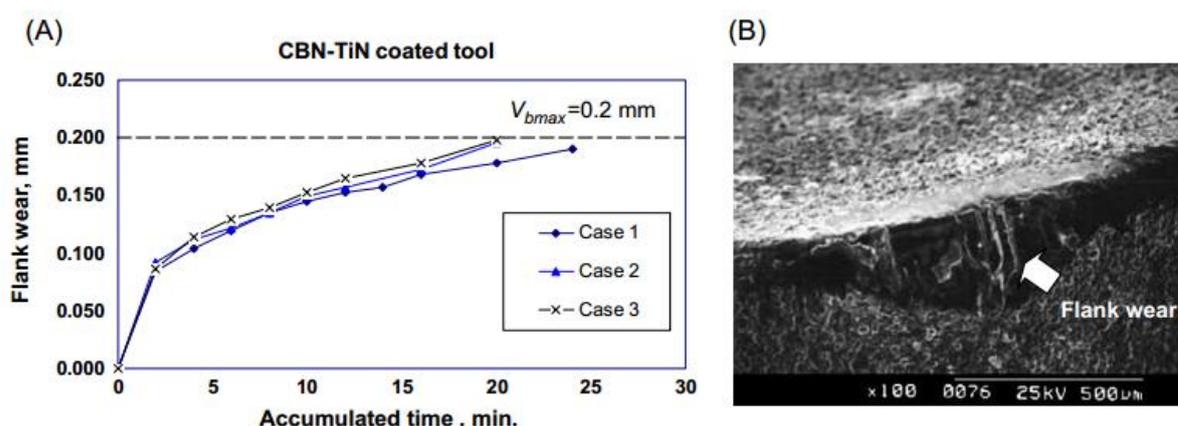


Figura 29: (a) gráfico relacionando o desgaste de flanco das pastilhas em condições de usinagem em um aço AISI 4340 (50~53 HRC). (b) imagem de MEV mostrando o desgaste de flanco da pastilha (WENPING, 2005).

Segundo Wenping (2005), utilizando os parâmetros $f=0.2\text{mm}$, $v=125\text{m/min}$ e $f=0.15\text{mm/ver}$, as pastilhas não revestidas tiveram uma vida útil em torno de 4 minutos, enquanto as revestidas chegaram a alcançar 20 minutos de usinagem para os mesmos parâmetros, como mostra o gráfico da figura 29. Para fins de comparação futura, é importante ressaltar que neste trabalho o substrato utilizado era uma pastilha comercial.

O trabalho de Wenping (2005), além de demonstrar resultados impressionantes, sugere um novo desafio a ser alcançado, ou seja, a produção de pastilhas com camadas duplas tendo cada camada uma função específica. O que esta

sendo proposto não é a repetição do trabalho de Wenping (2005) com pequenas modificações, e sim um trabalho totalmente diferente com objetivos superiores. O que se busca é aumentar a espessura da camada de cBN para algo entorno de 2 a 3mm de espessura, isto seria virtualmente impossível para o método de deposição utilizado por Wenping (2005).

5.6 Aplicação em usinagem das pastilhas de PcBN

A usinagem pode ser definida como um processo de fabricação que através da remoção sucessiva de camadas superficiais, faz com que a peça alcance as dimensões e formas desejadas (FERRARESI, 1970). As operações de usinagem dividem-se em processos de usinagem convencional e não convencional. A figura 30 demonstra uma classificação dos processos de fabricação. Dentre os processos de usinagem convencionais o torneamento, furação e fresamento recebem destaque.

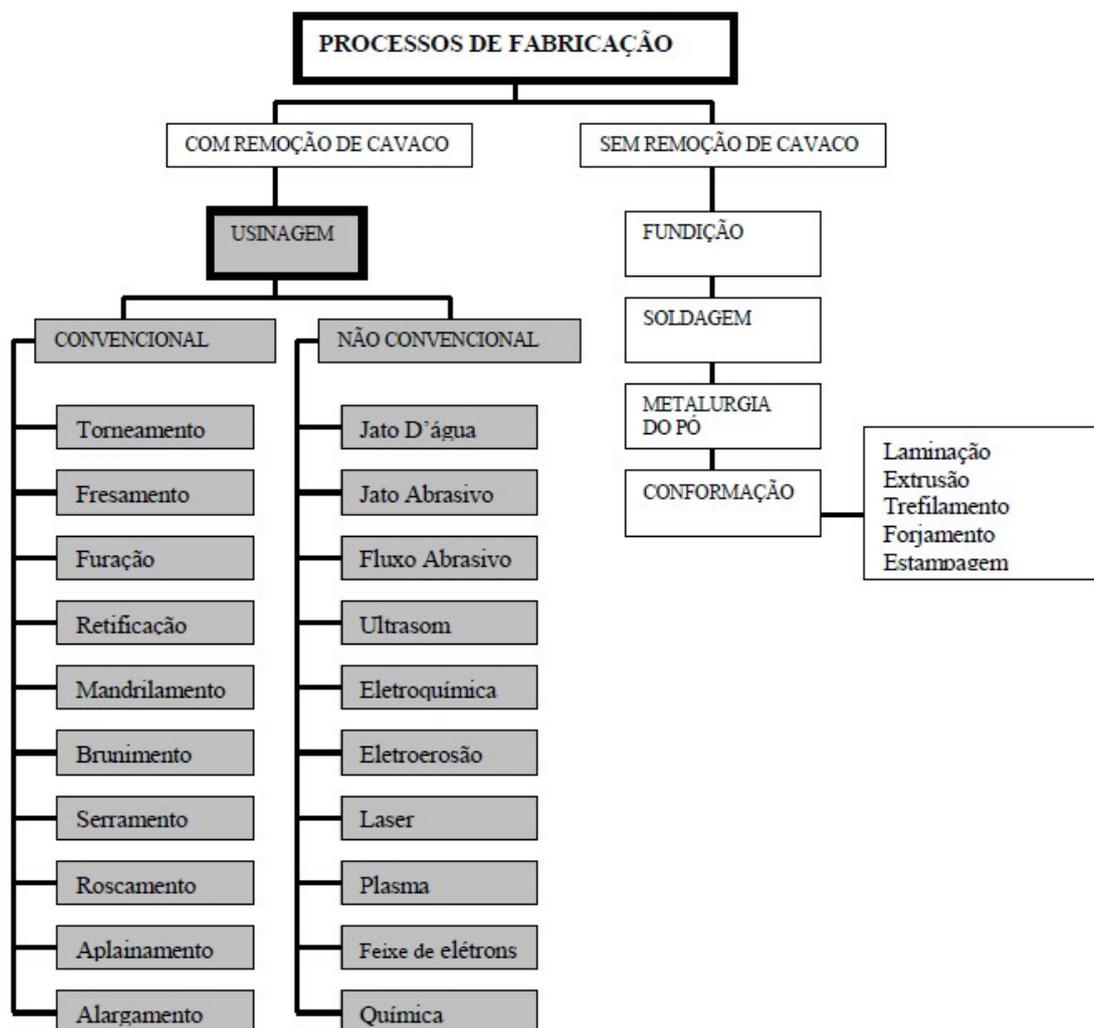


Figura 30: Classificação dos processos de fabricação (adaptado, MACHADO *et al.*, 2011).

Como já foi dito nas seções anteriores, as pastilhas de PcBN são aplicadas principalmente como insertos utilizados em usinagem. Existe uma grande quantidade de estudos técnicos realizados nesta área. Neste item será abordado alguns aspectos importantes da usinagem em torneamento. Na figura 31 pode ser observada a utilização de pastilhas intercambiáveis em usinagem.



Figura 31: Operação de torneamento com inserts intercambiáveis (SOUZA, 2011).

5.6.1 Aspectos geométricos das ferramentas de usinagem em torneamento

Em trabalho de corte de metal a operação mais usada é a de torneamento, onde o material a ser cortado é fixado a uma castanha de um torno e rotacionado, enquanto a ferramenta de corte, presa firmemente em um porta amostra, move-se em um plano no eixo de rotação da peça (TRENT, 2000).

Segundo Amorim (2002), no torneamento existem dois fatores cuja influência determina o resultado final do processo de usinagem em torneamento, sendo eles: os parâmetros de corte e a geometria da aresta de corte.

Entre os parâmetros de corte, figura 32, destacam-se: velocidade de corte (v_c), que é a taxa segundo a qual a superfície da peça passa pela aresta da ferramenta, (dada em m/min), avanço (f) (mm/rev), distância percorrida pela ferramenta por revolução da peça, e a profundidade de corte (a_p) (mm), que é a espessura ou profundidade de penetração da ferramenta medida perpendicularmente ao plano de trabalho, que é definido pelas direções de avanço e V_c da ferramenta (AMORIM, 2002).

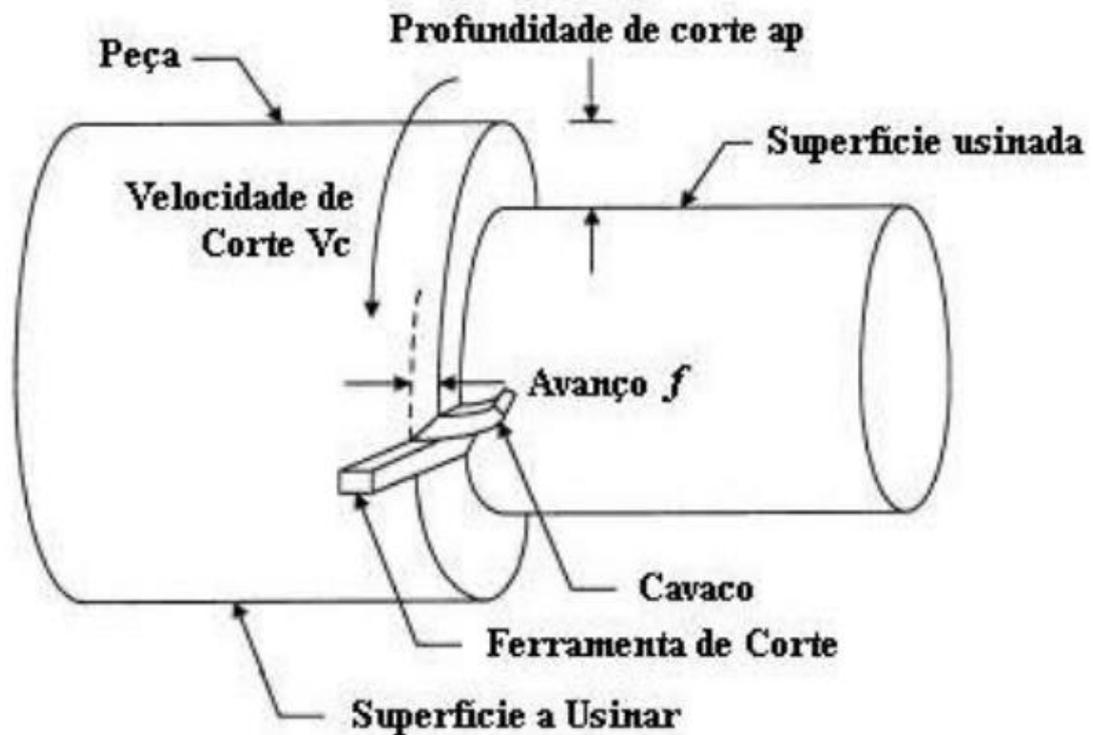


Figura 32: Parâmetros de corte e superfícies em torneamento cilíndrico externo (AMORIM, 2002).

O segundo fator com grande influência no torneamento é a geometria da ferramenta. As figuras 33 e 34 mostram as partes constituintes da geometria da ferramenta (AMORIM, 2002).

- Superfície de saída (A_y)- é a superfície no qual o cavaco desliza durante o corte.
- Superfície de folga (A_α)- é a superfície que determina a folga entre a ferramenta e a superfície em usinagem principal.
- Superfície secundária de folga (A'_α) – é a superfície que determina a folga entre a ferramenta e a superfície em usinagem secundária.
- Cunha de corte – é a cunha formada pela superfície de saída e de folga, sobre a qual ocorre o corte do metal.
- Aresta de corte – são as arestas de cunha e de corte, nas quais ocorre a interface ferramenta-peça, e distinguem-se como:

- Aresta principal de corte (S) - formada pela intersecção das superfícies de saída e de folga;
- Aresta secundária de corte (S') – formada pela intersecção das superfícies de saída e secundária de folga.
- Ponta de corte - local da cunha de corte onde se encontra a aresta principal e aresta secundária de corte.

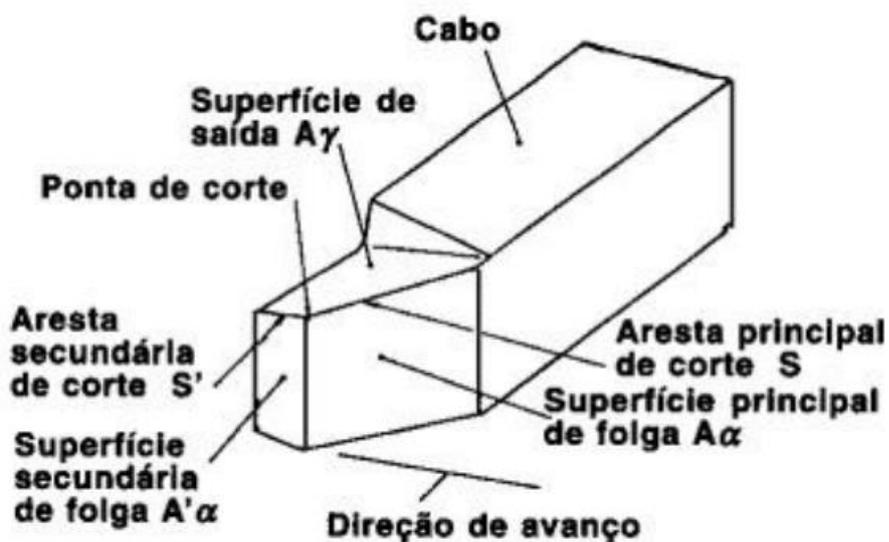


Figura 33: Geometria da ferramenta de corte (AMORIM, 2002).

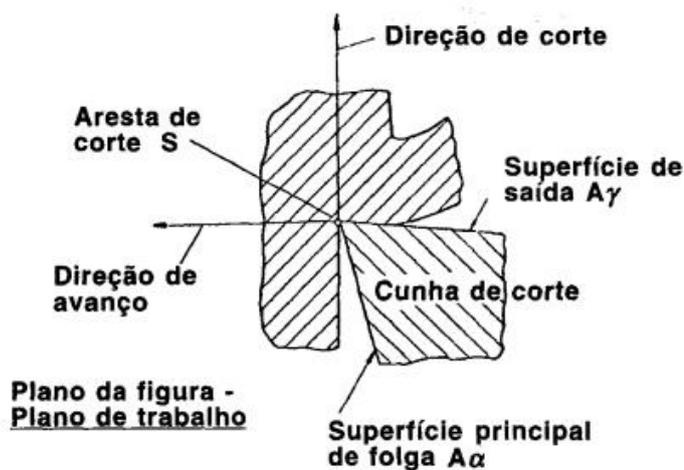


Figura 34: Direção dos movimentos de corte de avanço efetivo no torneamento, mostrando os ângulos de direção de avanço (φ), de direção efetiva (η) e plano de trabalho da ferramenta (Pfe) (DINIZ *et al.*, 2000).

Nas figuras 35 e 36 está sendo mostrado os principais ângulos da ferramenta. Souza (2011) ressalta a importância do ângulo de saída, pois, este interfere diretamente no processo de quebra do cavaco. O trabalho de dobramento do cavaco diminui com o aumento de γ e, por conseguinte, a temperatura gerada diminui. Porém, em materiais de difícil usinagem, o aquecimento é mais próximo à quina onde a dissipação de calor é mínima, neste caso o ângulo deve ser diminuído (SOUZA, 2011).

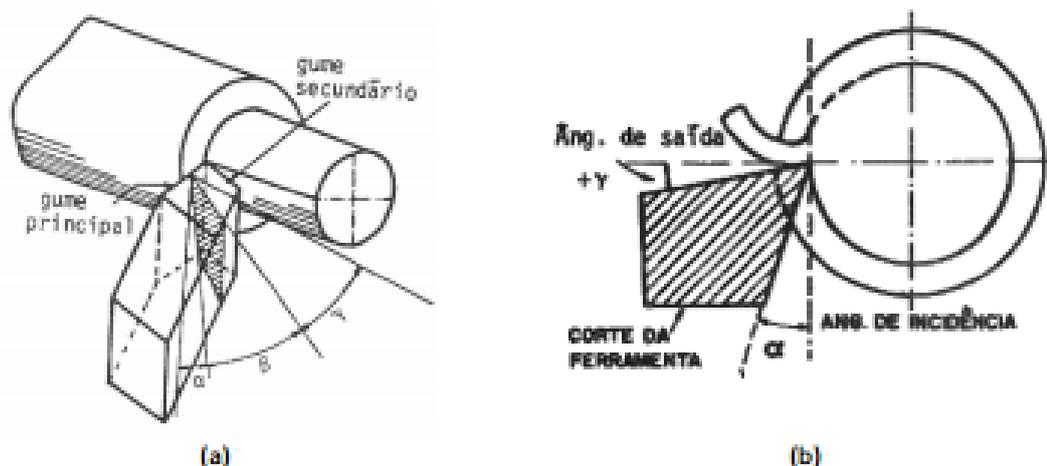


Figura 35: A figura (a) mostra os principais ângulos da ferramenta: α - ângulo de folga, β - de cunha, γ - de saída; (b) faceamento de um material dúctil com ângulo de saída positivo (SOUZA, 2011).

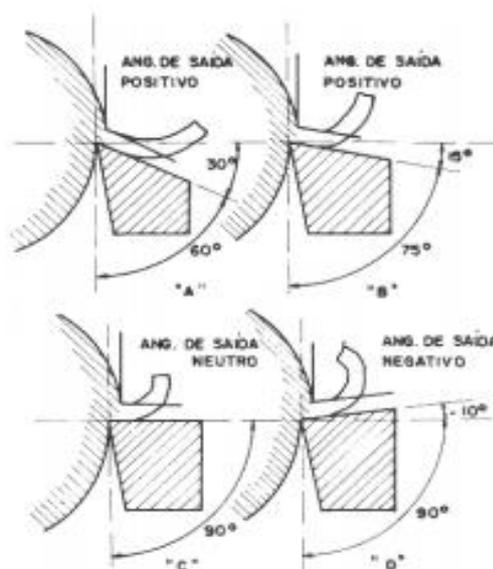


Figura 36: Demonstração dos diferentes ângulos de saída que uma ferramenta pode ter (SOUZA, 2011).

Segundo Peçanha Jr. (2014), outro fator a ser considerado é o formato da pastilha (figura 37), 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.

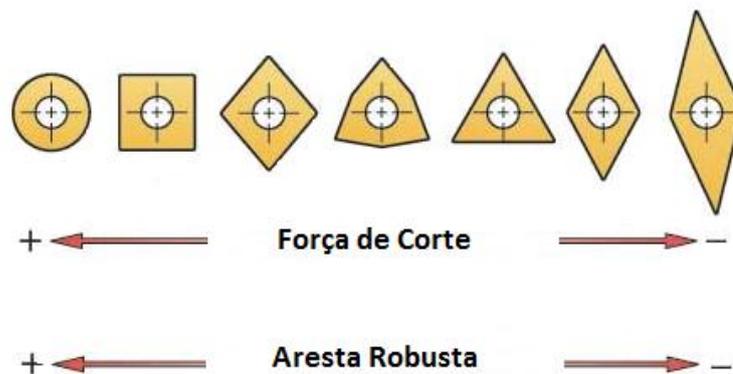


Figura 37: Formato de pastilhas e suas características (PEÇANHA JR., 2014).

5.6.2 Mecanismos de desgaste das ferramentas de usinagem em torneamento

É muito importante conhecer e estudar os processos de degradação das ferramentas, pois estas sofrem grandes solicitações físicas (de origem mecânica) e químicas (devido à interação entre o metal usinado com a ferramenta sob altas temperaturas). Na figura 38 pode-se observar o gradiente de temperatura em que a ferramenta é submetida durante o processo de usinagem (CIMM, 2016). É importante ressaltar que a região de maior temperatura não é a aresta de corte da pastilha, mas a superfície de saída do cavaco. O aumento da temperatura é atribuído ao mecanismo de abrasão entre a pastilha e o cavaco, além do calor gerado na aresta de corte que é conduzido até essa região, como na superfície de saída a dissipação do calor é menor se comparada a aresta de corte, que troca calor diretamente com a peça, a temperatura tende a aumentar na região de saída do cavaco. Devido as altas

temperaturas, os mecanismos predominantemente responsáveis pelo desgaste dessa região são a difusão e a adesão (TELES, 2007).

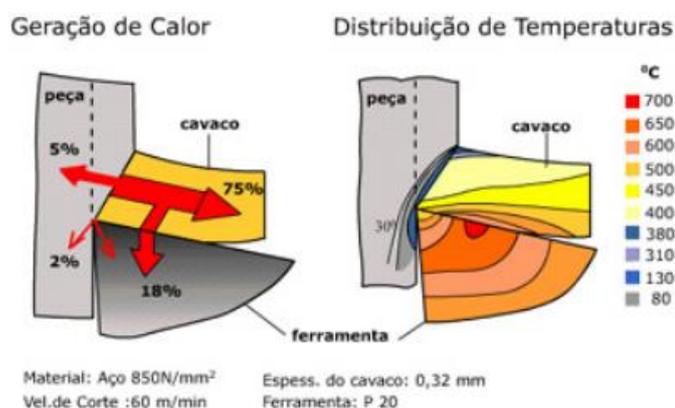


Figura 38: Geração e distribuição de calor em uma ferramenta de usinagem (CIMM, 2016).

As partes mais solicitadas da ferramenta durante o processo são a aresta de corte, a face (superfície de saída) e o flanco (superfície de folga). Três formas de desgaste podem ser observadas nessas regiões de cratera, flanco e entalhe de acordo com a figura 49. (PEÇANHA JR., 2014).

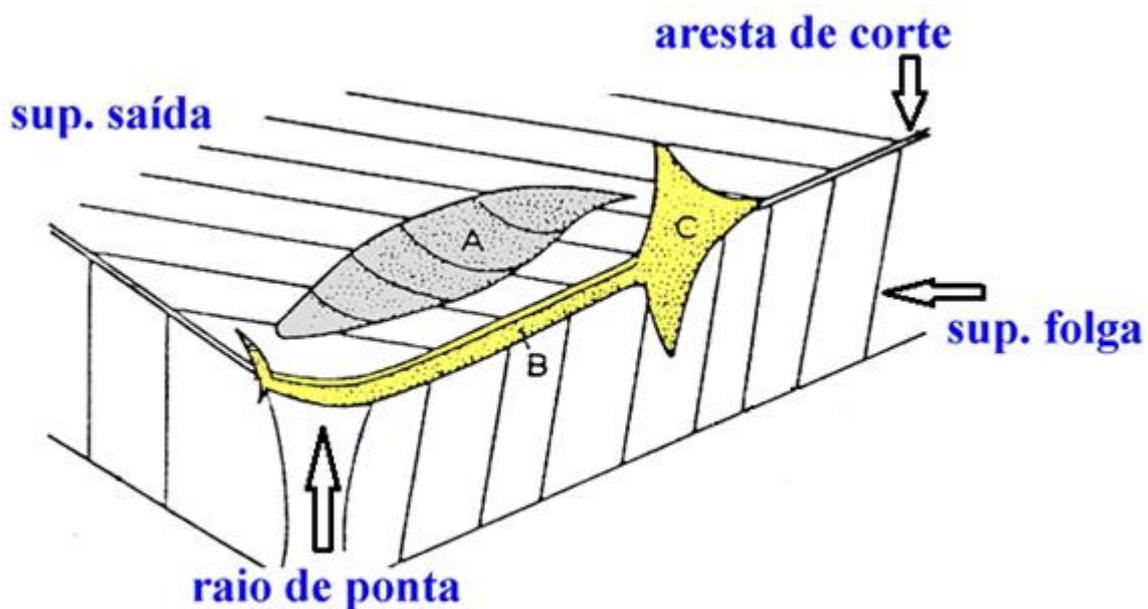


Figura 39: Principais áreas de desgaste de uma ferramenta de corte. Onde: área A – Desgaste de cratera; B – desgaste de flanco; C – desgaste de entalhe (ABRÃO, 1995).

O desgaste de flanco mostrado na figura 40 ocorre na superfície de folga atingindo tanto a aresta principal como a secundária. Quando atinge a aresta principal de corte, resulta no aumento das temperaturas e forças envolvidas no corte, podendo causar vibrações tanto na ferramenta quanto na peça. Quando ocorre na aresta secundária pode resultar em uma peça mal acabada fora das dimensões esperadas (AMORIN, 2012; PEÇANHA JR., 2014).

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 (PEÇANHA JR., 2014).

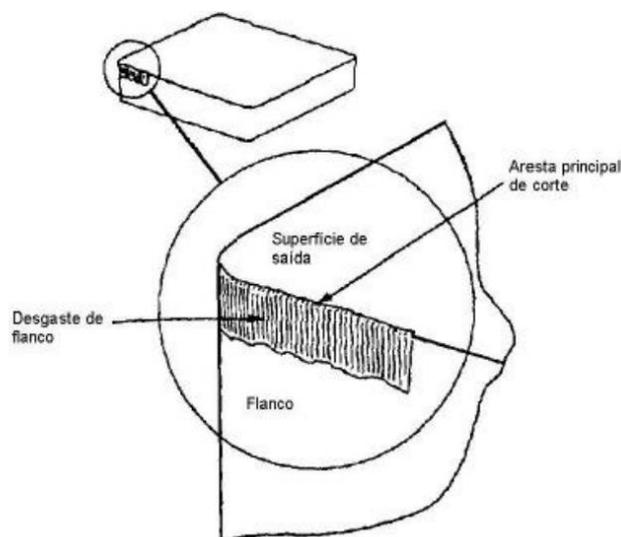


Figura 40: Representação esquemática do desgaste de flanco (AMORIN, 2002).

O desgaste de cratera ocorre na superfície de saída do cavaco, está relacionado principalmente aos mecanismos difusivos e abrasivos, ocorrendo sob altas velocidades de corte devido às altas temperaturas geradas, que favorecem o mecanismo de desgaste por difusão. A resistência à abrasão é reduzida devido o mecanismo de difusão atenuando assim, o desgaste abrasivo. A figura 41 mostra de forma esquemática o desgaste de cratera (AMORIN, 2002).

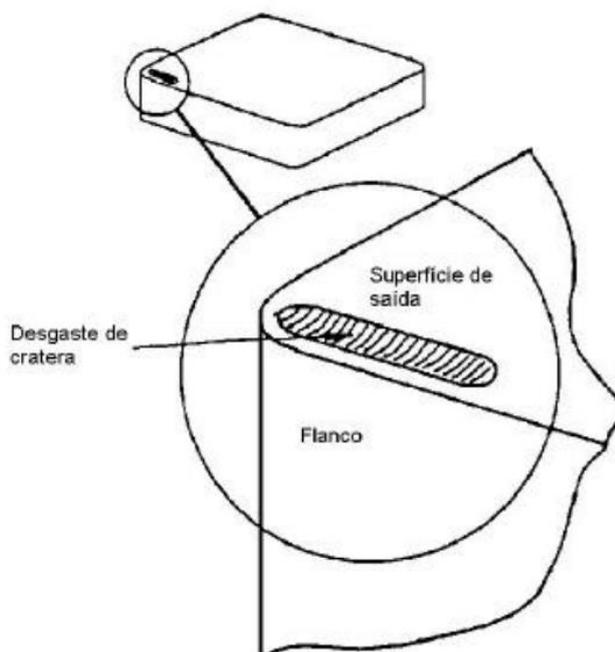


Figura 41: Desgaste de cratera (AMORIN, 2002).

O desgaste de entalhe ocorre na união entre o desgaste de flanco e de cratera. O mecanismo de desgaste envolve abrasão e transferência de material e é fortemente influenciado pelas interações com a atmosfera (PEÇANHA JR., 2014). A figura 42 mostra de forma esquemática o desgaste de entalhe de uma ferramenta.

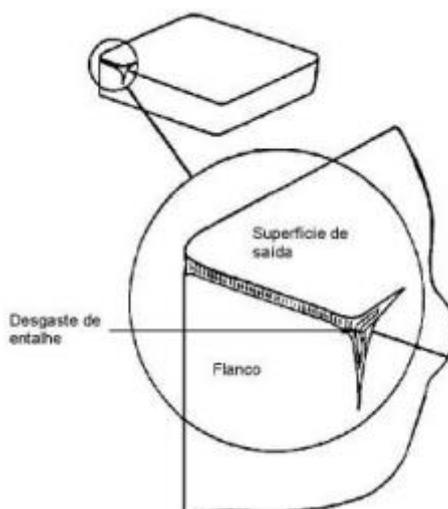


Figura 42: Representação do desgaste de entalhe (AMORIN, 2002).

Os principais mecanismos de desgaste das ferramentas de usinagem em torneamento são: deformação plástica, difusão, adesão, abrasão, oxidação e fratura (lascamento). Teles (2007) define cada um desses mecanismos da seguinte forma:

- **Deformação plástica:** é causada pela combinação de altas tensões de compressão com altas temperaturas na aresta de corte da ferramenta. Esta combinação causa deformação plástica e promove o colapso da ferramenta.
- **Difusão:** mecanismo que envolve a transferência de átomos de um material para outro e é fortemente dependente da temperatura e da solubilidade dos elementos envolvidos e do tempo de contato. Em usinagem, as velocidades relativas entre ferramenta-peça ou ferramenta-cavaco 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 a existência de uma zona de aderência na interface cavaco-ferramenta.
- **Adesão:** surge 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. Quando se trabalha a baixas velocidades de corte ocorre irregularidade no fluxo de material sobre a superfície de saída da ferramenta, favorecendo a formação e aparecimento da aresta postiça de corte (APC).
- **Abrasão:** Esse tipo de mecanismo de desgaste envolve a perda de material por microsulcamento ou microlascamento, causados por partículas de elevada dureza relativa. Estas partículas podem estar contidas no material da peça ou podem, principalmente, serem partículas da própria ferramenta de corte, que são arrancadas por aderência e arrastamento.
- **Oxidação** Esse tipo de desgaste ocorre mesmo em condições normais de corte, devido ao aquecimento da ferramenta junto à aresta cortante favorecendo a formação de uma película de óxido.
- **Lascamento e Fratura:** quando a deterioração da ferramenta de corte acontece precocemente antes da ferramenta ter sofrido um desgaste significativo. É raro uma aresta de corte sofrer lascamento ou fratura em

uma operação de corte contínuo sendo mais comum este tipo de avaria em pastilhas de fresamento.

Apesar de alguns mecanismos predominarem em algumas formas de desgaste como foi visto, o mecanismo predominante vai depender da interação entre a peça a ser usinada e a ferramenta. Em alguns casos, diversos mecanismos podem contribuir para o desgaste da ferramenta como, por exemplo, Rosemar (2013) que atribui ao mecanismo de adesão tanto o desgaste de flanco quanto o de cratera em uma pastilha de PDC, como está mostrado na figura 43.

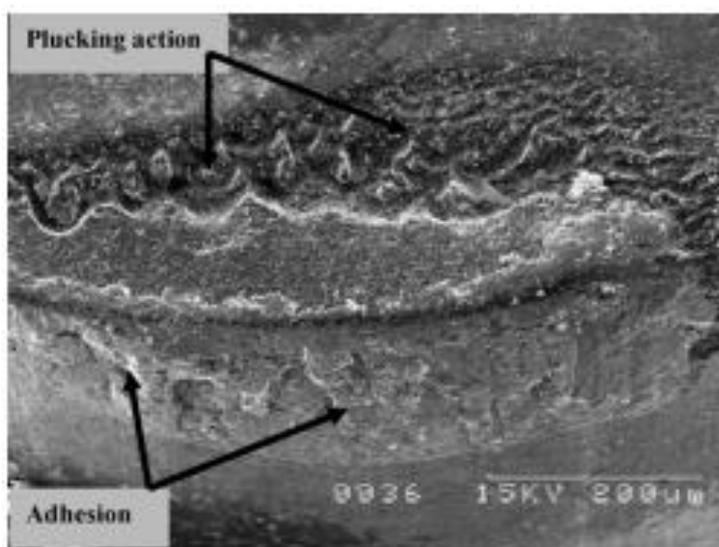


Figura 43: Pastilha de PDC com desgaste de flanco e de aresta devido a adesão do material usinado (ROSEMAR, 2013).

5.6.3 Ensaio de torneamento

Existe uma diversidade de ensaios de torneamento realizados com o objetivo de relacionar a vida útil da ferramenta com determinados parâmetros, como desgaste de flanco e rugosidade da superfície usinada, dentre outros. Antes de analisar os

possíveis ensaios e os dados obtidos desses ensaios é importante conhecer os principais parâmetros de corte utilizados em usinagem por torneamento.

Velocidade de Corte – v_c [m/min] - é a velocidade instantânea do ponto de referência da aresta cortante, segundo a direção e sentido de corte. (SOUZA, 2011):

$$v_c = \frac{\pi d n}{1000}$$

Equação 2: Cálculo da Velocidade de corte

Onde:

v_c é a velocidade de corte, em m/min

d é o diâmetro da ferramenta ou da peça, em mm

n é a velocidade de rotação da ferramenta ou da peça, em RPM

Velocidade de Avanço – v_f [mm/min] - é a velocidade instantânea da ferramenta, segundo a direção e sentido de avanço.

$$v_f = f \cdot n = \frac{1000 \cdot v_c}{\pi \cdot d} \cdot f$$

Equação 3: Cálculo da velocidade de avanço.

Onde:

v_f é a velocidade de avanço, em m/min

f é o avanço, em mm/revolução

Tempo de Corte (Tempos Ativos) - O tempo de corte (t_c) resume a totalidade dos tempos ativos, pois ele representa o tempo em que os movimentos de corte e/ou de avanço estão efetivamente ocorrendo. Em uma operação de torneamento cilíndrico pode ser calculado por:

$$t_c = \frac{l_f}{v_f} = \frac{l_f}{f \cdot n} = \frac{\pi \cdot d \cdot l_f}{1000 \cdot f \cdot v_c}$$

Equação 4: Cálculo do tempo de corte.

Onde:

t_c é o tempo de corte, em min

l_f é o percurso de corte, em mm

Muitos critérios podem ser usados na determinação da vida útil das ferramentas quando se trata de usinagem, alguns dos principais recomendados pela norma ISO 3685 (1993) são: desgaste de flanco, falha catastrófica da ferramenta e rugosidade da superfície usinada.

Alguns parâmetros de usinagem podem ser relacionados com os vários critérios de fim da vida útil das ferramentas como, por exemplo, Ezugwu (2005) que relacionou a vida útil de várias ferramentas de cBN usinando uma liga de titânio com a velocidade de corte. Os critérios utilizados por Ezugwu (2005) foram falha catastrófica e desgaste de franco.

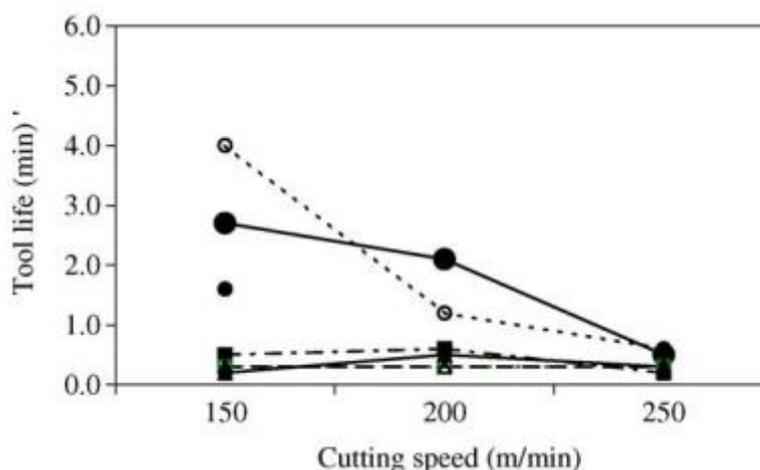


Figura 44: Vida útil de diferentes ferramentas de cBN, na usinagem da liga Ti-6Al-4V (EZUGWU, 2005).

Apesar de não ser um dos critérios de fim de vida das ferramentas, a força de corte é muito importante, pois sua magnitude pode alterar significativamente o padrão de desgaste da ferramenta. Grzesika (2012) relaciona a força de corte com a velocidade de corte para uma ferramenta de cBN usinando um ferro fundido nodular (figura 45). Como era esperado, com o aumento da velocidade, a força de corte diminui, porém isso não significa que o desgaste da ferramenta também vai diminuir,

pois existem outros fatores que podem modificar o padrão de desgaste da ferramenta. Grzesika (2012) também relacionou a velocidade de corte com a temperatura da interface entre a ferramenta e a peça (figura 46).

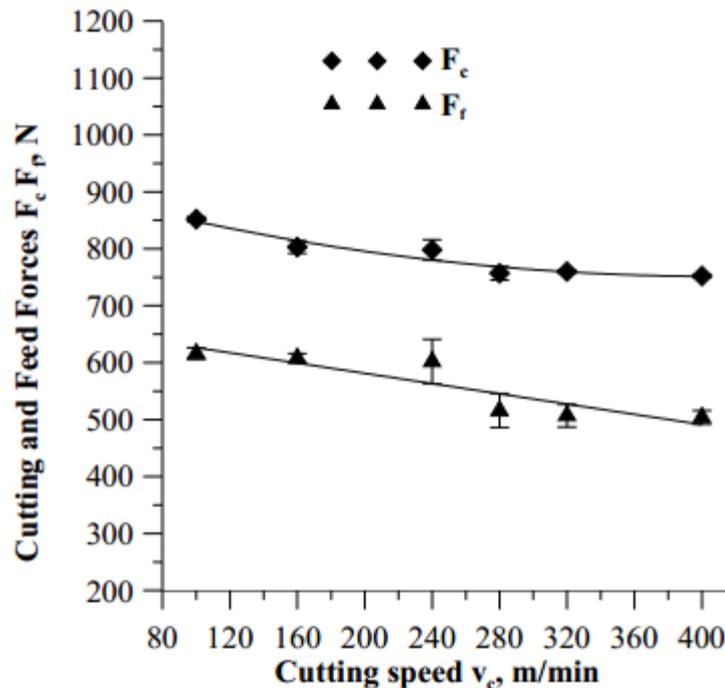


Figura 45: Influência da velocidade de usinagem na força de corte, em um fundido nodular com uma ferramenta de cBN (GRZESIKA, 2012).

Ao observar as figuras 46 e 57 fica evidente que a análise dos desgastes das ferramentas utilizadas em usinagem é uma tarefa complexa, pois alterando um dos parâmetros os mecanismos de desgaste podem ser alterados. No trabalho de Grzesika (2012), com o aumento da velocidade o mecanismo de abrasão pode ter diminuído (força de corte diminuiu), porém o mecanismo de difusão aumentou (aumento da temperatura). Desta maneira, torna-se mais fácil relacionar a vida útil da ferramenta diretamente com critérios de desgaste, como sugere a norma ISO 3685 (1993).

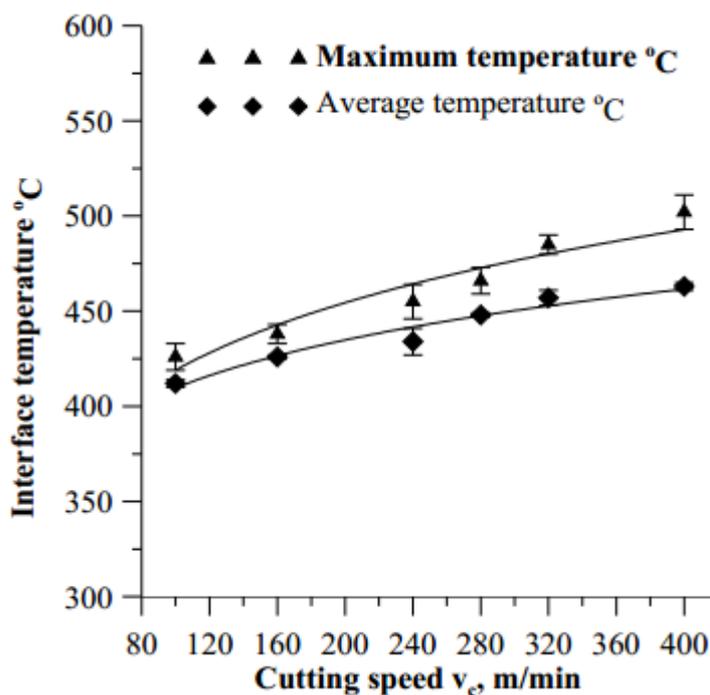


Figura 46: Influência da velocidade de usinagem na temperatura da interface, na usinagem de uma ferro fundido nodular com uma ferramenta de cBN, (GRZESIKA, 2012).

Seguindo a norma ISO 3685 (1993), Yinjuan (2015) realizou um ensaio de desgaste de uma ferramenta de cBN-Si (sintetizado em HP-HT), utilizando como parâmetro para o fim de vida da ferramenta o desgaste de franco (menor que 0,3mm). Comparando o desempenho do cBN comercial e o cBN-Si, pode-se observar que o desempenho da ferramenta produzida por Yinjuan (2015) foi superior a ferramenta comercial. Infelizmente Yinjuan (2015) não cita o material que foi usinado.

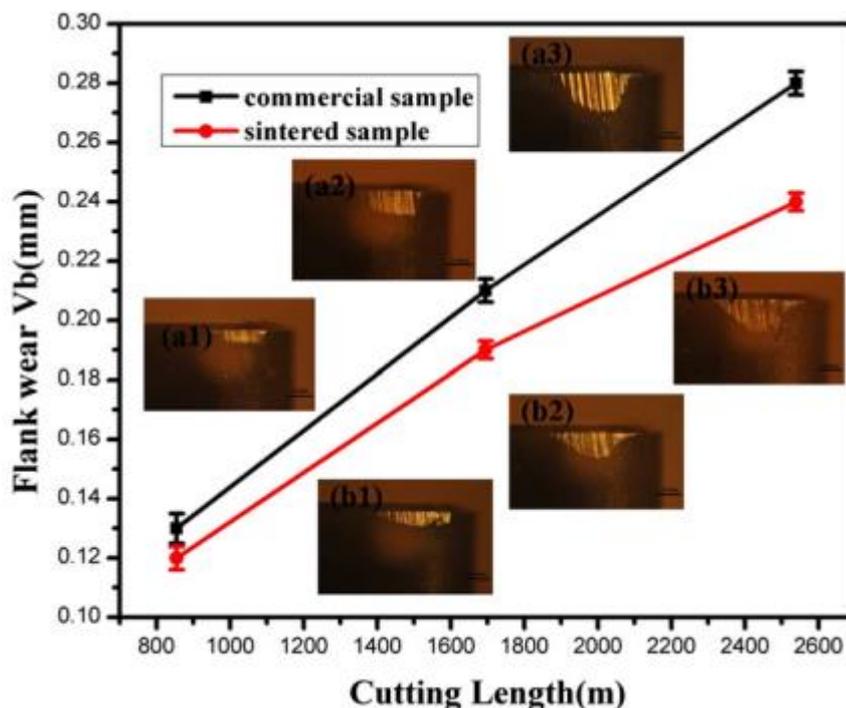


Figura 47: Comparação entre a vida útil de uma ferramenta comercial e uma ferramenta de cBN-Si sinterizada em HP-HT (YINJUAN, 2015).

Comparando os ensaios realizados por Yinjuan (2015) e Grzesika (2012), fica evidente que as conclusões tiradas sob os ensaios normatizados e com parâmetros reais de desgaste das ferramentas são mais significativos e menos teóricos.

Então o que é proposto nesta tese é uma metodologia de sinterização onde o objetivo final é produzir pastilhas com uma camada de PcBN (90%cBN 10% ligante) em torno de 2mm de espessura, suportada sobre um substrato de WC com 3mm de espessura. Porém, sabe-se que pastilhas com alto teor de cBN são sinterizadas com maior eficiência em HP-HT (McKie, 2011), e para se conseguir uma boa interface de ligação entre as camadas o suporte deve ser sinterizado junto com o cBN.

6. Materiais e Métodos

O presente estudo tem por objetivo a produção de pastilhas compostas de WC e CBN utilizando como principal ligante Nb-Ni, através de processo de sinterização em altas pressões e altas temperaturas (HP-HT). As pastilhas produzidas foram aplicadas em torneamento de aços endurecidos, A Figura 48 mostra esquematicamente a montagem da pastilha.

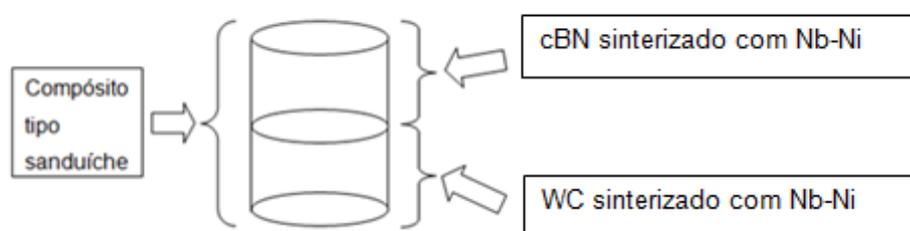


Figura 48: Esquema de montagem das pastilhas dupla de camada.

6.1 Materiais

6.1.1 Consumíveis

Os consumíveis que foram utilizados neste trabalho estão listados a seguir:

- CBN, granulometria média de 9,1 μ m, Marca element six, 99,4% de pureza.
- WC, granulometria média 3,3 μ m, Marca wolfram, Pureza 97,0% de pureza.
- Ni, granulometria média 17,1 μ m, Marca Merck, 98,7 % de pureza.
- Nb, granulometria média 9,7 μ m Marca ELL/USP 99,2% de pureza.
- Capsula de Calcita, produzida no SMSD.
- Disco de corte diamantado (102 mm de diâmetro externo, 12,7 mm de diâmetro interno e 0,3 mm de espessura) da marca AROTEC - Miniton.
- Resina baquelite (AROTEC) para embutimento a quente.
- Lixas d'água (AROTEC) com granulometria de 100, 200, 400, 600 e 1200 microns.
- Panos para polimento (AROTEC) com pasta de diamante.

- Pasta diamantada (AROTEC) para polimento nas granulometrias de 9, 6, 3, 1 e $\frac{1}{4}$ de microns.
- Luvas descartáveis para manipulações das amostras sinterizadas.

6.1.2 Equipamentos

Para a execução do presente projeto foram utilizados os equipamentos listados a seguir. Todos estão instalados nas dependências da UENF ou em centros de pesquisas parceiros e em condições operacionais.

- Prensa hidráulica especial de 630 toneladas de força, modelo DO138B equipada com dispositivo de alta pressão (DAP) do tipo toroidal com concavidade de 13,5 mm de diâmetro, com capacidade para produzir compósitos com dimensões de 5 mm de diâmetro e 4,5 mm de altura. Neste tipo de dispositivo podem ser geradas e mantidas pressões de até 8GPa e temperatura até 1800°C.
- Prensa hidráulica de força de 20 toneladas modelo DC-20-(350x300) – RED-LINE da DAN PRESSE.
- Máquina de ensaio Universal Modelo INSTRON modelo 5582
- Agitador Mecânico SPEX 8000 MIXER/MILL
- Politriz semiautomática, modelo STRUERS DP10.
- Limpador Ultra Sônico, modelo METASOM-14.
- Torno mecânico da ROMI modelo TORMAX 20A.
- Microscópio Eletrônico de Varredura marca Shimadzu, modelo SSX-550.
- Micrômetro Minipa – E2907.
- Microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-2T E.
- Balança de precisão- GEHAA – BG440, máximo de 400g e mínimo de 0,025g.
- Microscópio ótico/laser CONFOCAL Olympus LEXT – 3D Measuring L. Microscope 4000.
- Difrátômetro de raios-x Shimadzu, modelo XRD-7000.
- Equipamento de análise térmica, TG e DTA BR-3000 BP Engenharia
- Embutidor a quente (AROTEC) 30MI
- Espectrômetro FTIR

6.2 Metodologia do trabalho

6.2.1 Caracterização dos pós

A caracterização dos pós é a primeira parte de qualquer trabalho envolvendo a metalurgia dos pós, pois os tamanhos das partículas influenciam diretamente na sinterização dos mesmos.

A primeira parte da caracterização ocorre através de análises de micrografias, obtido por microscopia ótica (confocal) e eletrônica (MEV). O objetivo desta análise é mensurar o tamanho e forma dos grãos.

Depois das análises por microscopia os pós foram analisados por DRX, com o objetivo de analisar as fases presentes nos mesmos.

6.2.2 Mistura dos pós

A primeira etapa para sinterização dos pós é a preparação das misturas. Para prepara-las os pós foram pesados em uma balança analítica de precisão. Com o objetivo de homogeneização da mistura os pós foram misturados em um moinho SPEX em intervalos de moagem de 15 minutos seguidos de intervalos de descanso de 15 minutos, totalizando 2 horas. As misturas foram realizadas via úmida utilizando como meio fluido o ciclohexano. Para facilitar o entendimento e as análises futuras, as misturas receberam os seguintes nomes: ligante (LI), camada corte (CC) e substrato (SU) cada uma das misturas estão especificadas na tabela 3.

Tabela 3: Composição das misturas utilizadas.

Nome	Composição
LI (1)	90%Nb +10%Ni
LI(2)	80%Nb + 20%Ni
LI(3)	70%Nb + 30%Ni
SU	90%WC + 9%Ni +1%Nb
CC	90%cBN + 10%LI(x)

Os procedimentos experimentais na moagem de alta energia, adotados nesta pesquisa, foram os seguintes:

- razão entre a massa das esferas e a massa total dos pós 10:1.
- preparação e limpeza do recipiente (jarra) de moagem e introdução do anel de vedação em sua tampa;
- adição das esferas de moagem;
- fechamento da jarra, com a tampa já contendo o anel de vedação. O procedimento de fechamento foi feito em condições normais de pressão e temperatura. Não foram considerados procedimentos para minimizar a presença de ar no interior do recipiente;

6.2.3 Processo de Sinterização

Com o objetivo de obter uma estrutura sólida coerente, como alto grau de densificação, as pastilhas foram produzidas via sinterização HP-HT. O primeiro passo para produção das pastilhas duplas foi sinterizar cada uma das misturas (LI, SU, CC), separadamente. Para cada composição presente na tabela 3, foram produzidas quatro lotes de amostras segundo os parâmetros de sinterização mostrados na tabela 4.

Tabela 4: Parâmetro de sinterização das pastilhas.

Nome	Temperatura °C	Pressão (GPa)	Tempo de sinterização (min)
X1	1550	7,7	3
X2	1650	7,7	3
X3	1750	7,7	3
X4	1850	7,7	3

É importante ressaltar que em todos os casos foi utilizado o diagrama simples de potência elétrica, com tempo de permanência igual para todas amostras, variando apenas a temperatura, como mostra a Figura 49.

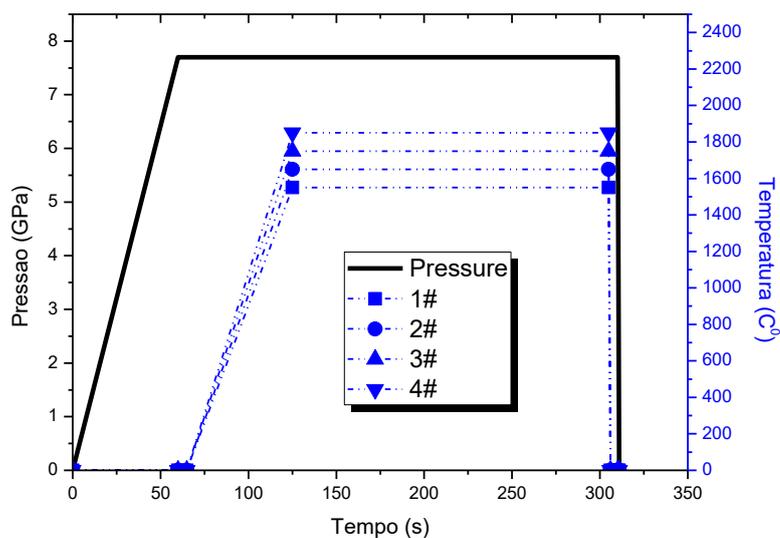


Figura 49: Diagrama esquemático de sinterização das amostras.

Para alcançar os parâmetros de sinterização mostrados na tabela 4 foi utilizada uma prensa industrial de 630 toneladas de força, modelo DO138B equipada com dispositivo de alta pressão (DAP) do tipo toroidal, utilizando cápsulas deformável de calcita (Figura 50).

Depois do estudo de cada camada sinterizada separadamente, para que suas propriedades fossem estudadas, as pastilhas foram montadas em duas camadas, (WC-Ni-Nb / cBN-LI) utilizando como ligante a composição (LI1, LI2 ou LI3), com melhor conjunto de propriedades físicas.

As pastilhas serão montadas em 2 camadas, onde cada camada terá sua função estrutural. A camada WC, com função de aumentar a tenacidade do compósito. E a segunda camada de cBN-LI, material superduro que conferirá uma alta dureza e resistência ao desgaste das pastilhas, sendo chamada de camada de corte.

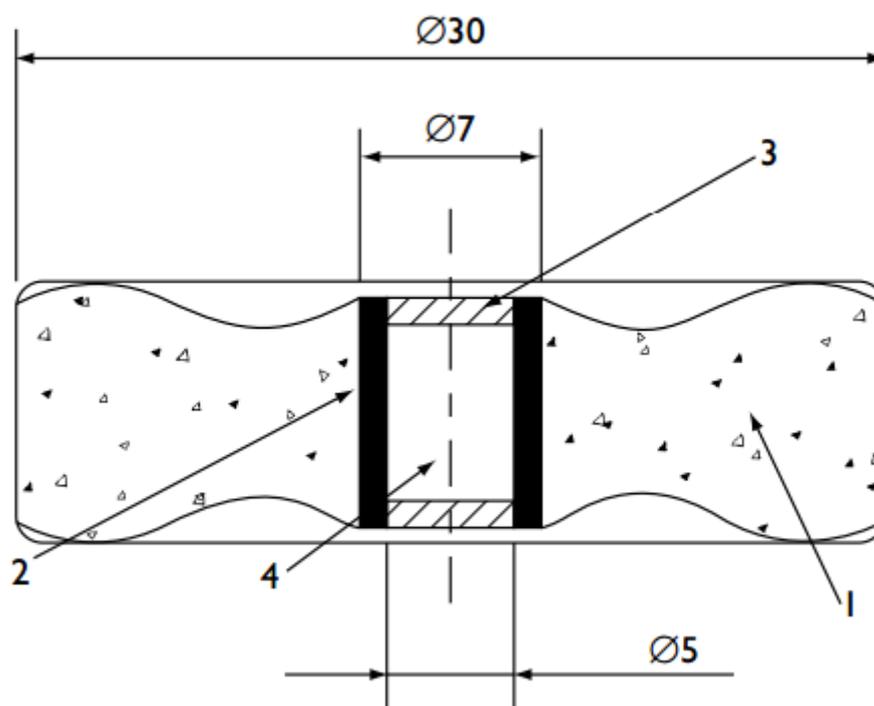


Figura 50: Esquema do dispositivo para o processo de sinterização. 1 – Cápsula; 2 – tubo aquecedor; 3 – Tampas de grafite; e 4 – mistura.

A montagem das pastilhas ocorre dentro do tubo aquecedor, (5mm de diâmetro interno e 7mm de altura), devido ao volume reduzido do tubo, as camadas são cuidadosamente depositadas no seu interior. O resultado da sinterização é a produção de insertos de aproximadamente 5mm de diâmetro e 4mm de altura.

Foram investigados os mecanismos de consolidação que atuam no sistema em estudo. Determinando a região termodinâmica (pressão e temperatura) onde é possível a sinterização e aplicação dos parâmetros que permitam a obtenção dos melhores insertos. É interessante também investigar a influência da temperatura e tipo de aditivo sobre as propriedades do produto final.

6.3 Caracterização dos Corpos Sinterizados

6.3.1 Ensaio de densificação das pastilhas

Como já foi exposto o grau de densificação de corpos sinterizados tem influência direta nas suas propriedades. Com o objetivo de determinar a densificação das pastilhas sinterizadas foi utilizado o procedimento para determinação da densidade de um monolítico denso, através do método de Arquimedes. Que envolverá as seguintes etapas:

- 1) Determinação da massa do monolítico seca (m_c , g).
- 2) Montagem do aparato para determinação da massa aparente.
- 3) Determinação da massa aparente ou massa úmida (m_{ap} , g).
- 4) Determinação da temperatura da água,
- 5) Cálculo da densidade (d_c , g/cm³).

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

Equação 5: Cálculo da densidade pelo método de Arquimedes.

A densidade teórica ρ_t das misturas foi calculada de acordo com a regra das misturas:

$$\rho = \frac{m_1 + m_2 + \dots + m_n}{\frac{\rho_1}{m_1} + \frac{\rho_2}{m_2} + \dots + \frac{\rho_n}{m_n}}$$

Equação 6: Cálculo da densidade teórica.

Onde:

m_x = massa dos componentes da mistura (g);

ρ_x = densidade dos componentes da mistura (g/cm³);

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

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

Equação 7: Cálculo da densificação das misturas.

O processo de cálculo da densificação foi realizado em todos os grupos de amostras, utilizando um mínimo de 5 amostras por grupo.

6.3.2 Ensaio de dureza e microdureza

Após o embutimento a quente com resina baquelite para possibilitar a preparação de sua superfície, a amostra embutida foi submetida a uma sequência de lixamento onde foram utilizadas lixas d'água (SiC) de 100, 200, 320, 400, 600 e 1200 meshs. Depois destas etapas, as amostras de cBN foram submetidas ao lixamento em uma lixa de diamante de 15microns. A etapa de lixamento teve como objetivo remover o histórico de corte e embutimento.

Após a etapa de lixamento, as amostras foram polidas com pastas diamante de 9, 6, 3, 1 e 1/4 de microns. O polimento em cada granulometria teve duração aproximada de 45 minutos. Ao final do polimento foi possível obter a revelação dos grãos e uma indentação visível e confiável.

As amostras foram submetidas ao teste de dureza Vickers. O equipamento foi previamente calibrado com bloco padrão. A carga utilizada para a indentação foi de 15kgf, com uma pré-carga de 3Kg. Esta carga foi aplicada na superfície da amostra por meio de um pistão e mantida durante 10 segundos, sendo depois retirada e sua impressão observada por meio de microscópio óptico confocal.

Foram também realizados ensaios de microdureza nas amostras que não contem cBN e WC, utilizando carga de 200g e tempo de aplicação de 10 segundos.

O equipamento utilizado determina os valores de dureza na escala Vickers e a conversão para GPa foi realizada utilizando a equação:

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

Equação 8: Conversão da escala Vicker para GPa.

6.3.2.1 Cálculo da tenacidade à fratura

Uma propriedade muito importante que pastilhas utilizadas em usinagem devem possuir é alta tenacidade à fratura, pois as mesmas estão a todo momento sob o efeito de impactos sucessivos. Portanto, é importante conhecer e avaliar a tenacidade à fratura das pastilhas sinterizadas.

O ensaio de tenacidade à fratura dos compósitos foi realizado pelo método de indentação Vickers. Este método determina K_{1c} medindo o comprimento de trincas geradas pelas impressões produzidas no ensaio de dureza (Niihara, 1983; Dias, 2004).

Na determinação da tenacidade à fratura, foram utilizadas as endentações e trincas que formam nas amostras durante as medidas de dureza, bem como o valor da carga aplicada. O valor desta propriedade foi determinado pela equação abaixo (Hanyaloglu *et al.*, 2001):

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

Equação 9: Cálculo da tenacidade à fratura.

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

Equação 10: Cálculo do parâmetro W.

Onde:

K_{1c} = tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2}),

HV = dureza Vickers (Kgf/mm²),

P = carga de impressão (Kgf),

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

6.3.3 Ensaio de compressão

É importante conhecer a resistência à compressão e a rigidez das amostras, pois essas propriedades terão influência direta na vida útil das pastilhas quando em condições de trabalho.

Para a realização do ensaio de compressão, será utilizada a máquina de ensaios mecânicos Instron, modelo 5582. Nesse ensaio, é registrada a relação entre a força compressiva aplicada e a deformação sofrida pelo corpo de prova até a sua destruição. O objetivo deste teste é determinar a tensão máxima suportada pelos compósitos assim como, o seu módulo de elasticidade.

6.3.4. Análise microestrutural

As análises micrograficas terão como objetivo mostrar a cada camada ligante e associar o aspecto dessas camadas com as propriedades apresentadas pelos compósitos, buscando estabelecer uma relação entre o aspecto apresentado e as propriedades obtidas, após o processo de sinterização. Foi utilizado Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca Shimadzu, modelo Supercan - SSX – 550, com EDS acoplado, e microscópio ótico confocal (laser), OLYMPUS.

O mapeamento por EDS está relacionado à distribuição dos elementos presentes na amostra por EDS, em raios X característicos. Por meio do EDS foi possível investigar os diferentes processos difusionais presentes na sinterização das pastilhas, além de analisar a interface da ligação das camadas. A formação de novas fases também foi acompanhada pelo EDS, além de investigar distribuição das diferentes fases pela estrutura. A existência de poros é outra informação importante. A estrutura foi observada por meio de microscopia ótica confocal (laser) e eletrônica de varredura.

6.3.6 Análise de DRX

A análise por Difração de raios X (DRX) teve como objetivo a caracterização das camadas do material sinterizado, assim como determinação de cada uma das fases formadas durante o processo de sinterização.

As amostras foram inicialmente preparadas e posteriormente analisadas com o uso do difratômetro modelo URD65, da Shimadzu DRX 7000. Os difratogramas obtidos foram analisados e comparados com os valores observados com os padrões (fichas) PDF, segundo o sistema JCPDS, Joint Committee of Powder Diffraction Standards, a fim de identificar as fases presentes em cada amostra. Os parâmetros experimentais foram os seguintes: varreduras variando de 20 a 120 (2θ), com passos de 0,05 graus, utilizando velocidade de 2 graus por minuto.

6.3.7 Análise de FTIR

Com o objetivo de se verificar a possível transformação do cBN em hBN, foi utilizada a análise de espectroscopia FT-IR. Através desta análise é possível verificar os picos característicos de cBN e hBN, como mostrado no trabalho de (WANG, 2014), (Figura 51).

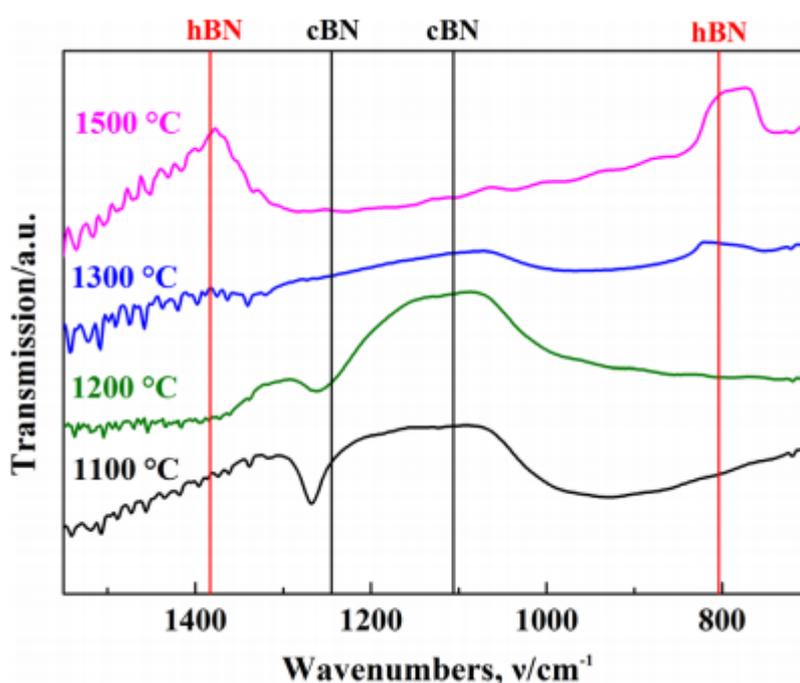


Figura 51: Espectro FT-IR de um compósito de metal duro com cBN (WANG, 2014).

Para esta análise, depois de sinterizadas, as pastilhas foram transformadas em pó e misturadas em KBr. O equipamento foi operado no modo de transmitância, com comprimento de onda variando de 700 a 1500 cm^{-1} . É importante conhecer e estudar essa transformação, pois, o hBN é indesejado para pastilhas que serão aplicadas em usinagem, devido a sua interferência negativa nas propriedades das pastilhas.

6.3.8 Ensaios de torneamento para insertos

Os ensaios de torneamento têm como objetivo avaliar o desempenho do inserto em condições reais de trabalho. Foi utilizado para execução dos testes um torno semiautomático modelo ROMI TORMAX 20A disponível no SMSD (Setor de Materiais Super Duros). Para fixação das pastilhas, utilizou-se um porta ferramenta em aço 1040, elaborado pelos pesquisadores do SMSD de acordo com a geometria das pastilhas sinterizadas. A condição de desgaste, as operações de faceamento para desbaste e acabamento e os parâmetros de usinagem foram empregados em conformidade com a norma ISO-3685 para o aço ASI 4140, sob condições de usinagem sem refrigeração.

O material foi fixado em uma placa de três castanhas e em um contraponto o diâmetro inicial é de 85mm e o comprimento do tarugo a ser usinado é de 400mm. Esta fixação tem por objetivo garantir estabilidade e rigidez, para poder manter segurança e precisão na realização dos ensaios.

A relação entre o comprimento e diâmetro do material usinado não deve ser superior a 10 (dez). Essa relação reduz a possibilidade de vibrações, que quando ocorre provoca a interrupção do ensaio (ISO 3685, 1993).

Durante os ensaios, o suporte juntamente com a pastilha foram removidos para a medição do desgaste no microscópio CONFOCAL. Após a medição do desgaste, o suporte foi colocado na mesma posição para não ocorrer interferência no processo. As medições de rugosidade da superfície usinada foram realizadas através de um rugosímetro de contato da MITUTOYO modelo SJ-210. As medições serão realizadas entre cada passe, e serão medidos o flanco, a aresta e a rugosidade do tarugo usinado.

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

Foram fixados os parâmetros de profundidade de corte e avanço e a velocidade de corte, baseados em testes similares realizados com PcBN por outros autores (Yinjuan, 2015), seguindo a norma (ISO 3685, 1993). Por se tratar de pastilhas cerâmicas, com características voltadas para o acabamento foram utilizadas altas velocidades de corte.

Tabela 5. Parâmetros de corte utilizados nos ensaios.

Velocidade de corte V_c (m/Min)	Avanço f (mm/ver)	Profundidade de corte a_p (mm)
100	0,2	0,2

A norma ISO 3685 (1993) recomenda diferentes critérios aceitáveis para determinar o fim de vida útil da ferramenta. O presente trabalho considerou um desgaste de flanco VB_{max} de 0,30 mm ou falha catastrófica da ferramenta como sendo o critério de fim de vida útil para as pastilhas. Os parâmetros de rugosidade foram utilizados com o objetivo da comparação das propriedades de corte das diferentes pastilhas.

As falhas estruturais nas peças sinterizadas, antes e após o uso, em teste foram identificadas e relacionadas com a matéria-prima ou etapa de processo de fabricação. Ações para a possível correção das falhas foram propostas.

7 RESULTADOS E DISCUSSÃO

7.1 Caracterização dos Pós

A primeira etapa da realização do trabalho foi a caracterização da matéria prima, os pós. A primeira análise realizada nos pós foram as morfológicas, realizadas através da microscopia confocal. Os tamanhos médios de grãos de cada pó utilizado neste trabalho é mostrado na Tabela 6.

Tabela 6: Tamanho de grãos médios dos pós utilizados neste trabalho.

	Tamanho médio das Partículas (μm)	Desvio (μm)
cBN	9	2
WC	3	1
Nb	17	14
Ni	9	7

Pode ser observado uma estreita distribuição granulométrica para os grãos de WC e cBN porém, para os pós de Nb e Ni uma larga distribuição é apresentada, como está sendo mostrado na Figura 52. Essa grande distribuição granulométrica dos ligantes utilizados pode ser muito benéfica para os processos de sinterização, pois grãos de tamanhos diferentes podem contribuir para diminuição da porosidade ainda no estado compactado (CALLISTER, 2012). Se tratando do cBN e do WC, é muito importante que os pós tenham pequena variação dimensional, para que possam produzir sinterizados com propriedades uniformes. Ainda é importante ressaltar que grãos pequenos de cBN favorecem o aumento da tenacidade a fratura (GARRETT, 2013).

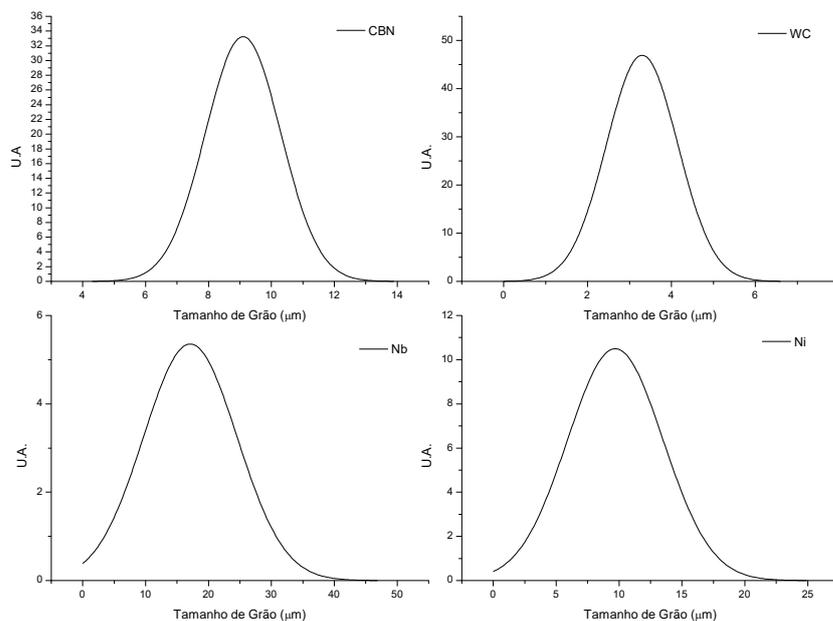


Figura 52: Distribuição granulométrica dos pós utilizados.

As morfologias dos grãos estão sendo apresentadas nas Figuras 53 - 56. As micrografias apresentadas foram realizadas através de microscopia confocal. Assim como mostrado nas curvas de distribuição granulométricas (Figura 52), as Figuras 53 e 54 mostram pequena variação nos tamanhos de grãos do cBN e WC.

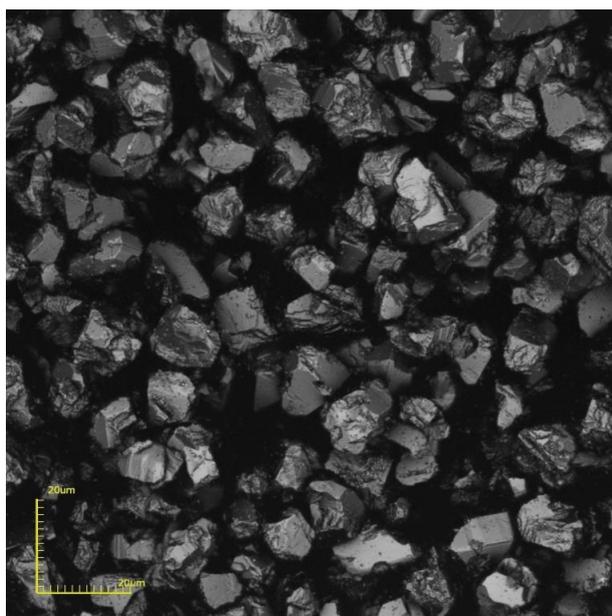


Figura 53: Micrografia de grãos de cBN com aumento de 2136 x produzidos através de microscopia CONFOCAL.

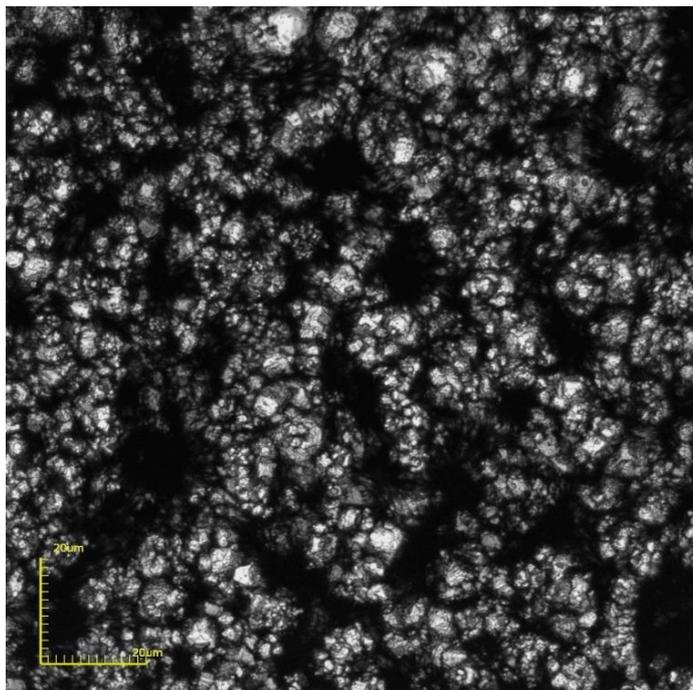


Figura 54: Micrografia de grãos de WC com aumento de 2136 x produzidos através de microscopia CONFOCAL.

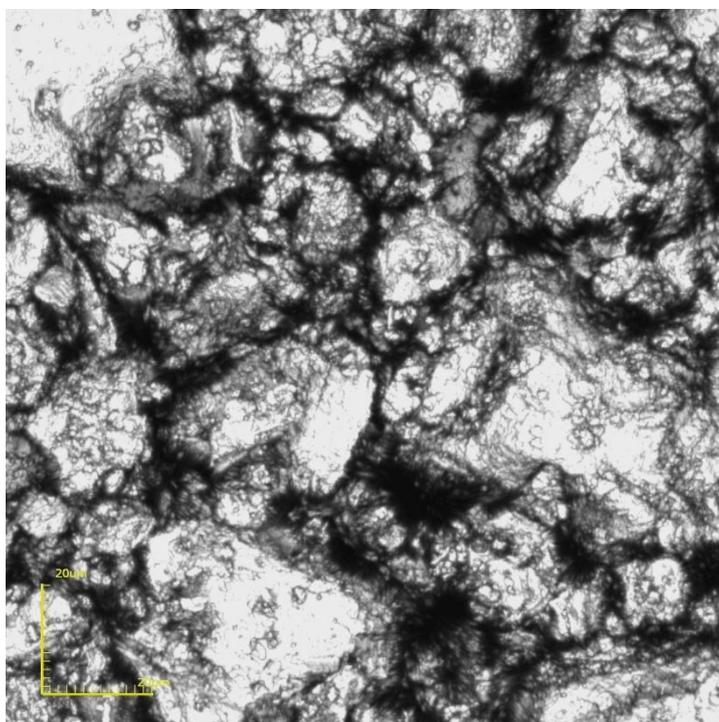


Figura 55: Micrografia de grãos de Nb com aumento de 2136 x produzidos através de microscopia CONFOCAL.

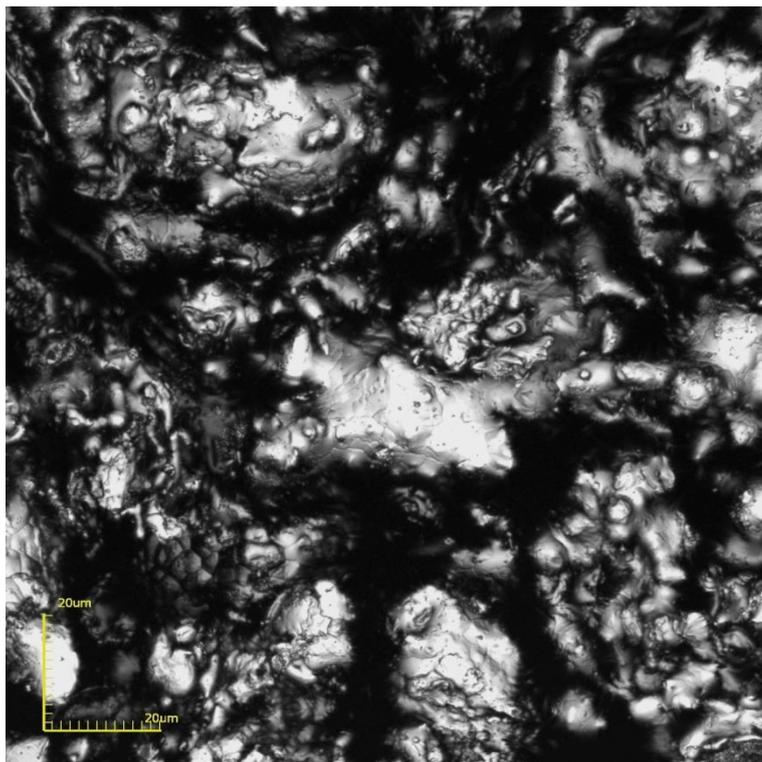


Figura 56: Micrografia de grãos de Ni com aumento de 2136 x produzidos através de microscopia CONFOCAL.

A segunda parte da caracterização dos pós foi realizada através da análise de DRX, com o objetivo de avaliar as fases presentes. Como pode ser observado nas Figuras 57 a 60 em nenhum dos pós foi encontrado picos de fases indesejáveis. Esta análise é importante para o cBN, ressaltando o não aparecimento de fases como hBN e wBN. Estas seriam fases prejudiciais para os compósitos sinterizados no que se refere a aplicação do presente trabalho, devido à dureza inferior destas se comparadas ao cBN.

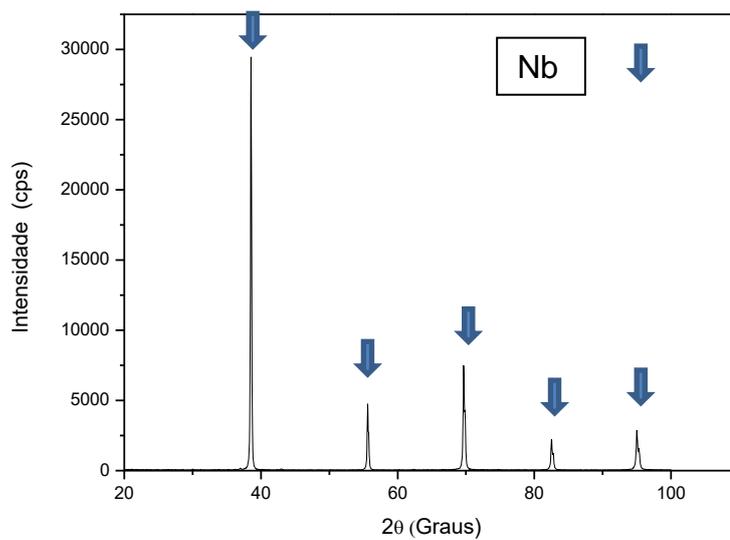


Figura 57: Difratoograma de raio-X do pó de Nb.

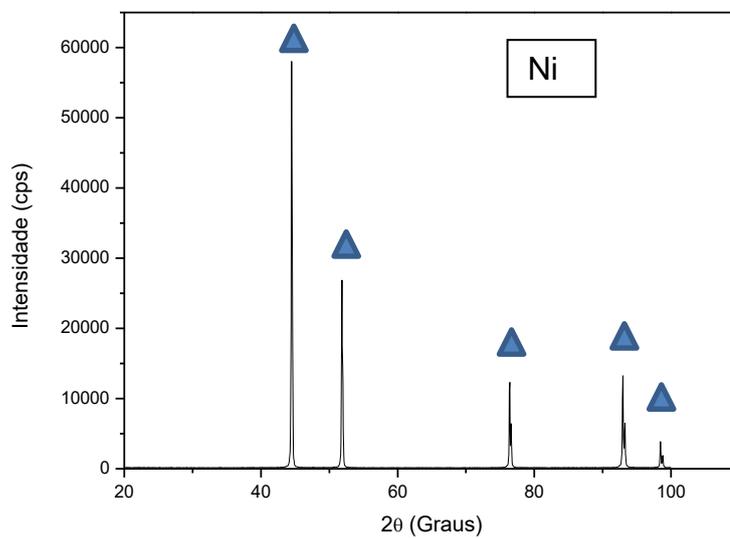


Figura 58: Difratoograma de raio-X do pó de Ni.

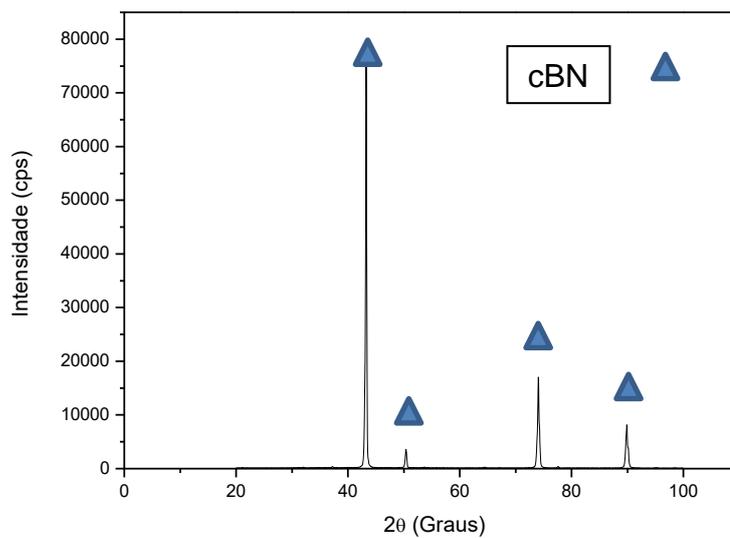


Figura 59: Difratoograma de raio-X do pó de cBN.

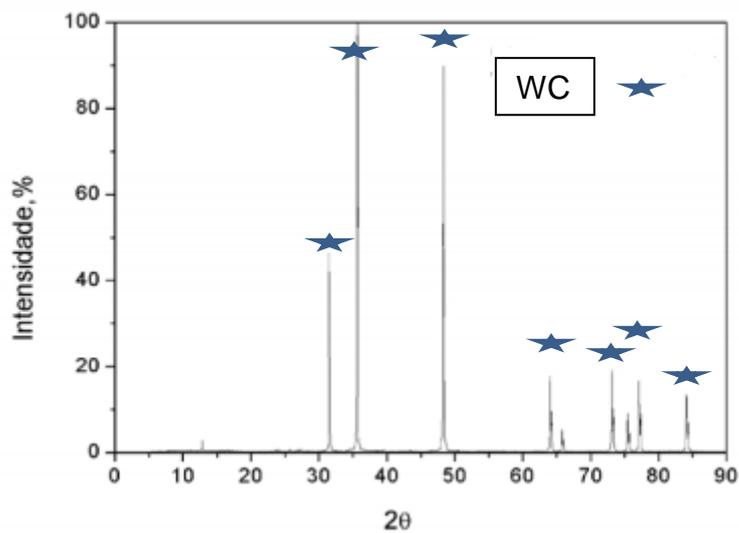


Figura 60: Difratoograma de raio-X do pó de WC.

7.2 Caracterização do sistema ligante (Nb-Ni) utilizada na sinterização do cBN e WC.

Antes da sinterização das pastilhas de dupla camada (cBN/WC), foi realizado um estudo sobre os possíveis ligantes que seriam utilizados na sinterização, devido a afinidade química com o cBN e algumas propriedades tal como alto ponto de fusão. O ligante utilizado será majoritariamente composto por Nb. Outra importante observação é a busca por nacionalização dos insertos produzidos, pois o Brasil tem as maiores reservas de Nb do mundo. As adições de Ni estão ligadas a afinidade com o Nb e cBN, facilitando a sinterização que também se deve ao seu baixo ponto de fusão.

Para uma exploração inicial foram realizadas as sinterizações com misturas contendo 10, 20 e 30% de Ni em Nb, com o objetivo de avaliar a sinterabilidade, assim como as propriedades requeridas para um ligante sinterizado em HPHT. Os parâmetros de sinterização foram similares aos utilizados na sinterização do cBN, 7,7GPa e 1550°C com um tempo de 3 minutos.

A primeira análise realizada nos ligantes sinterizados foi o DRX, que está sendo mostrado no gráfico da Figura 61.

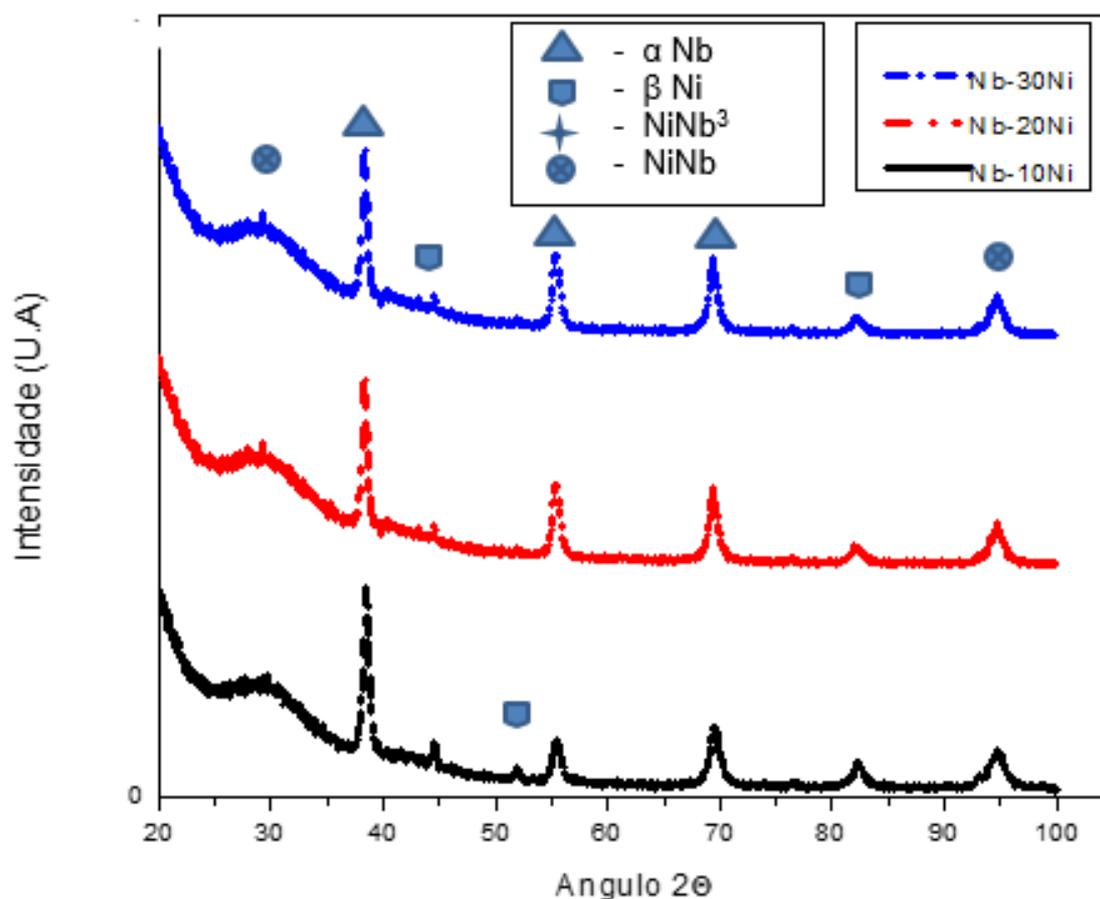


Figura 61: DRX das ligas de Nb-Ni.

Duas fases eram esperadas depois da sinterização das amostras com diferentes teores de Ni, sendo elas α -Nb e NiNb. A fase NiNb aparece encoberta por uma grande quantidade de ruído, (que pode ser proveniente de uma fase amorfa do suporte), que comumente ocorre para baixos ângulos de difração. Porém, também foi encontrado picos de NiNb_3 . Esta fase é importante para o desenvolvimento desta liga pois aumenta significativamente a sua dureza. Pelos difratogramas do Raio-X não pode ser observado uma diferença significativa nas proporções das fases presentes nas 3 diferentes ligas.

Através do ensaio de dureza realizado nas ligas pode se obter o resultado que está sendo mostrado no gráfico da Figura 62.

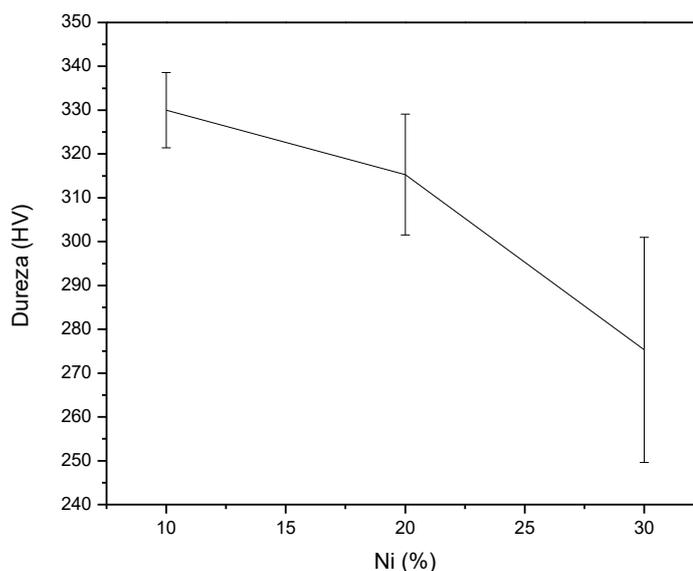


Figura 62: Dureza em função da adição de Ni nas amostras sinterizadas de Nb.

Embora estatisticamente os resultados de dureza apresentados sejam muito próximos, pode ser observado uma tendência a diminuição da dureza com o aumento do teor de Ni. Isso pode ser explicado pelo aumento da porosidade, que fica claro nas micrografias apresentadas nas Figura 63 a 65. O aumento na quantidade de micro poros pode estar afetando diretamente a dureza da liga. Porém, esses micro poros não são suficientes para diminuir as propriedades mecânicas como, rigidez e limite de escoamento mostrados na Figura 66.

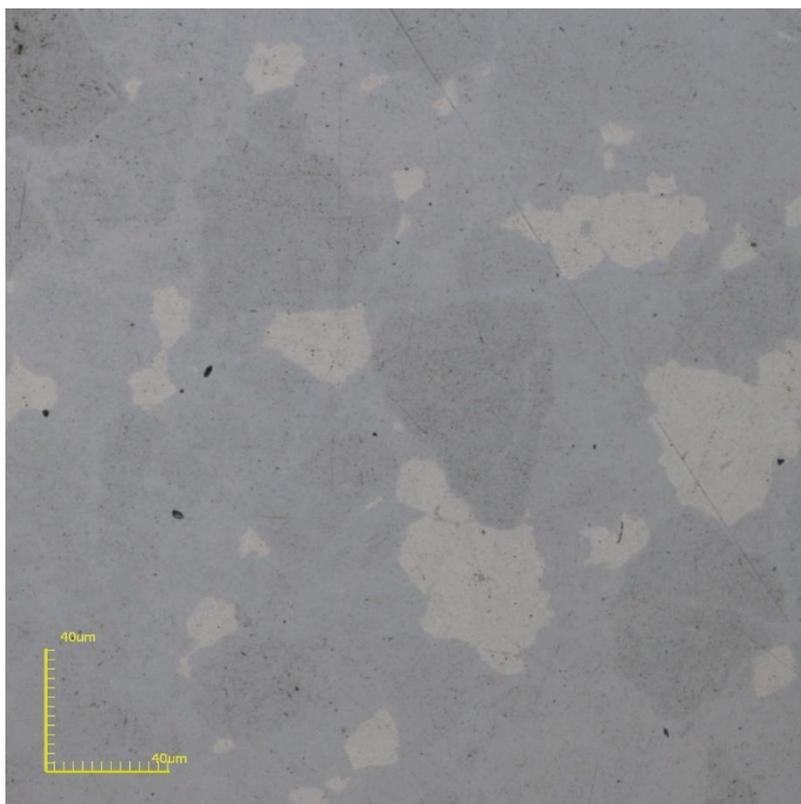


Figura 63: Micrografias com o aumento de 1175X. 1-Nb-10%Ni.

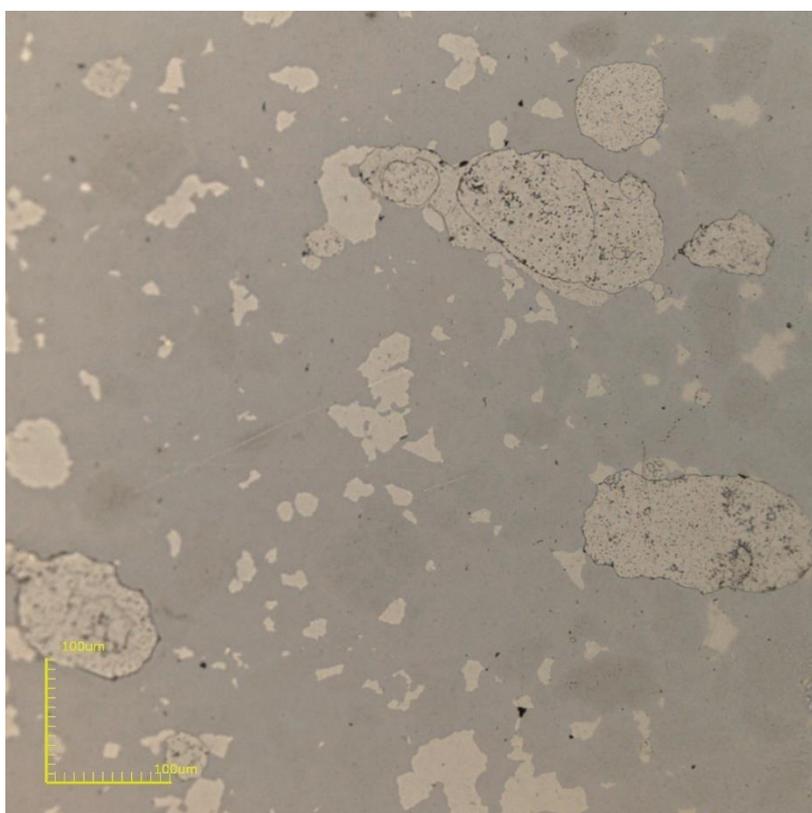


Figura 64: Micrografias com o aumento de 1175X Nb-20%Ni.

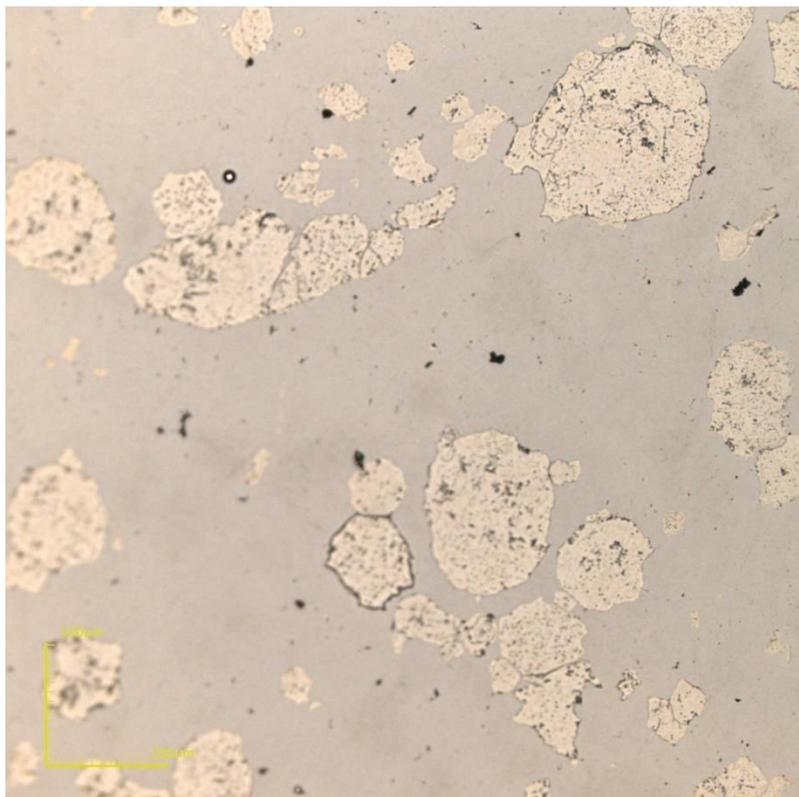


Figura 65: Micrografias com o aumento de 1175X Nb-30%Ni.

Com os resultados mostrados na Figura 66 pode-se perceber um pequeno aumento nos módulos de elasticidade das ligas com 20 e 30% de Ni quando comparadas com a liga de 10% de Ni. Este aumento também pode ser acompanhado pelo aumento no limite de escoamento. Com o Aumento do teor de Ni nas ligas as proporções das fases mudam aumentando o teor da fase NiNb, desta maneira a liga torna-se mais rígida e aumenta também o seu limite de escoamento.

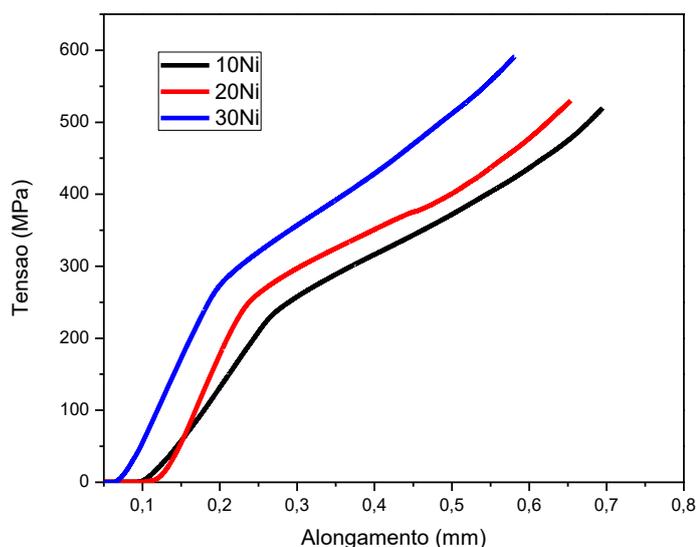


Figura 66: Tensão de deformação para um ensaio de compressão das ligas de Nb com 10, 20 e 30% de Ni.

Observando os gráficos produzidos no ensaio de compressão pode se perceber que a liga com 10% de Ni apresentou menor tensão de escoamento (σ_e) e menor módulo de elasticidade (E) se comparada com as ligas com 20 e 30% de Ni. É importante ressaltar este fato pois com menor módulo de elasticidade, o ligante pode produzir melhor molhabilidade nos grãos de cBN. Os resultados obtidos com o cálculo do módulo de elasticidade e tensão de escoamento estão sendo apresentados na tabela 7.

Tabela 7: Módulo de elasticidade e tensão de escoamento das ligas de Nb-Ni.

	E (GPa)	Desvio (GPa)	σ_e (MPa)	Desvio (MPa)
10%Ni	101	3	240	10
20%Ni	107	4	260	10
30%Ni	108	4	287	9

Na Figura 67 está sendo mostrado o gráfico que relaciona a densificação com a composição das amostras sinterizadas.

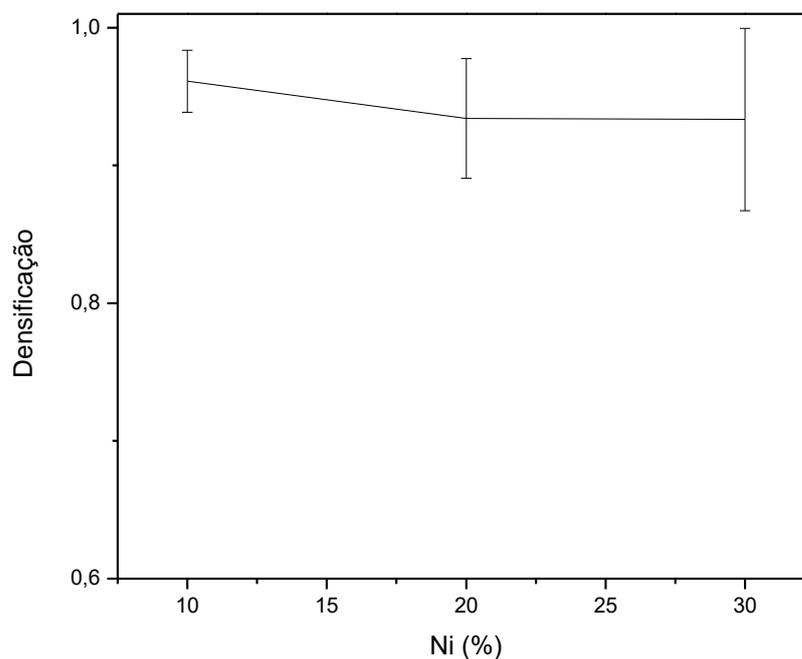


Figura 67: Densificação das ligas de Nb-Ni.

Estaticamente todos os resultados de densificação são iguais. Esses estão mostrando uma alta densificação das ligas, o que comprova que ocorreu uma boa sinterização para ambos os casos. Logo, o processo de sinterização utilizado foi satisfatório. Pode-se perceber que as ligas com 10% de Ni tiveram menor quantidade de poros se comparadas com as ligas de 20 e 30%. As ligas com 10% de Ni também apresentaram melhores resultados de dureza, em contrapartida apresentaram uma rigidez ligeiramente menor. As condições utilizadas na sinterização foram as mesmas utilizadas na sinterização de cBN, o que torna as ligas de Nb-Ni promissoras na sinterização de ligas cBN. Sobretudo, para utilizações em altas temperaturas.

Devido a maior dureza alcançada e o baixo aparecimento de poros, o ligante utilizado na sinterização do cBN é composto por 90% de Nb e 10% de Ni.

7.3 Sinterização da camada de WC

Como apresentado na metodologia e embasado na revisão bibliográfica, a camada suporte das pastilhas será composta majoritariamente de WC e o ligante utilizado na sinterização desta camada será composto de 10%Nb e 90% de Ni. A

utilização de Ni como substituto para o Co na sinterização de metal duro (WC-Co) já é uma realidade e tem apresentado bons resultados (TARRAGÓ, 2015). A utilização de Nb neste trabalho está relacionada a interface de ligação com a camada de cBN, que possui como ligante a liga composta de 90%Nb e 10% de Ni.

A seguir estão sendo apresentados alguns resultados relacionando sinterização e as propriedades da camada suporte composta por 90% WC, 9% Ni e 1%Nb. As pastilhas com esta composição foram sinterizadas sob pressão de 7,7GPa e temperaturas de 1550, 1650, 1750 e 1850°C.

Na Figura 68 está sendo mostrado o gráfico relacionando a densificação das pastilhas de WC com a temperatura de sinterização

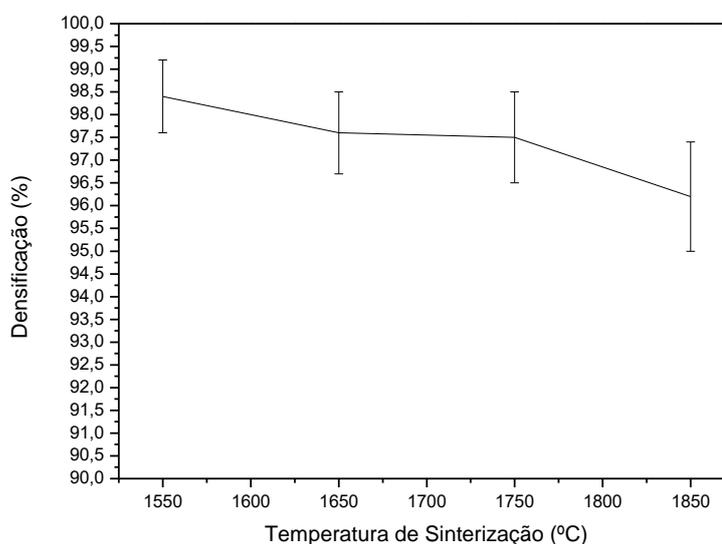


Figura 68: Densificação das pastilhas de WC em função da temperatura de sinterização.

Embora todos os resultados estejam estatisticamente iguais, observa-se que com o aumento da temperatura existe uma tendência da diminuição da densificação. Esta tendência pode ser explicada devido ao surgimento de novas fases durante a sinterização em altas temperaturas como o intermetálico NbNi (menos denso que o WC,) como será mostrado nas análises de DRX, e também pelo aumento da porosidade que pode ser observado nas altas temperaturas, mostrado nas micrografias. Porém, o mais importante a ser ressaltado são as grandes densidades

alcançadas de 98,5% e estes resultados podem ser atribuídos aos ligantes utilizados. Trabalhos realizados sob condições de pressões similares e ligantes diferentes alcançaram somente 95% de densificação (RODRIGUES, 2006). Desta maneira estes resultados ressaltam a importância dos ligantes utilizados para as sinterizações do WC sob condições de altas pressões e altas temperaturas.

Nas imagens das Figuras 69 - 72 são mostradas a micrografias produzidas por MEV das pastilhas de WC sinterizadas sob pressões de 7,7 GPa e temperaturas de 1550, 1650, 1750 e 1850°C respectivamente.

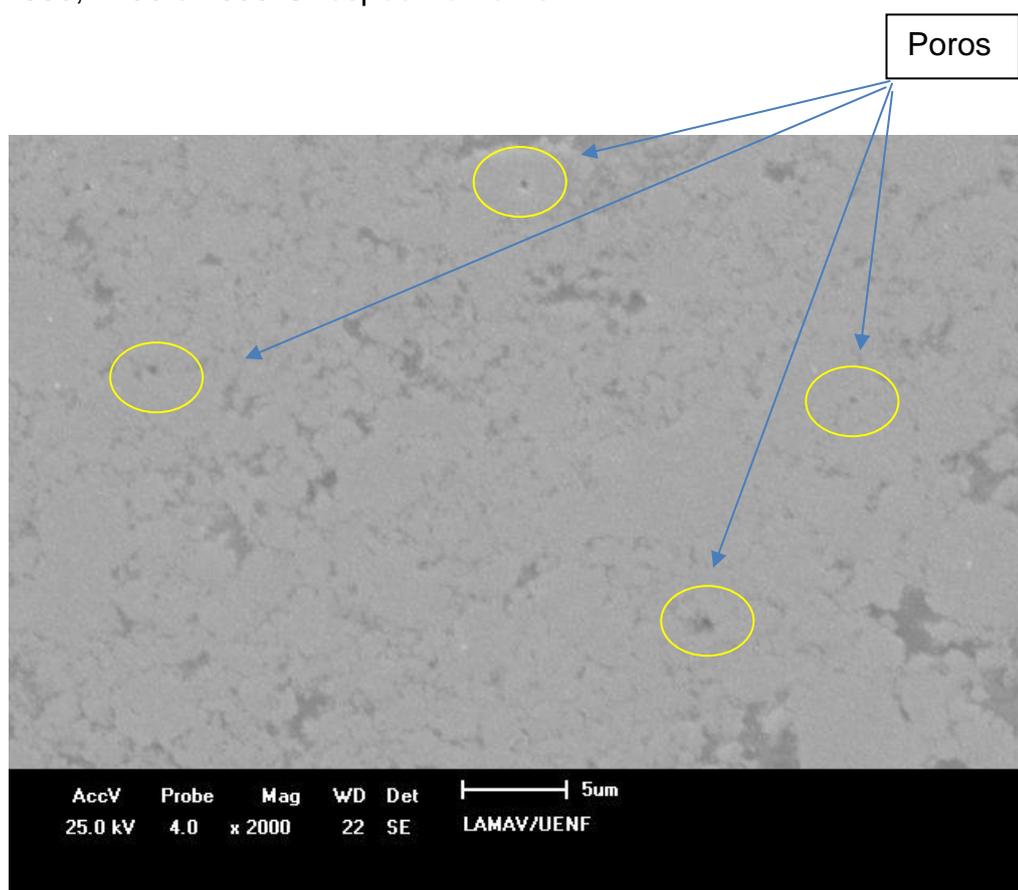


Figura 69: Micrografia da liga com 90%WC 9%Ni 1%Ni, sinterizada a 1550°C, com aumento de 2000X no MEV.

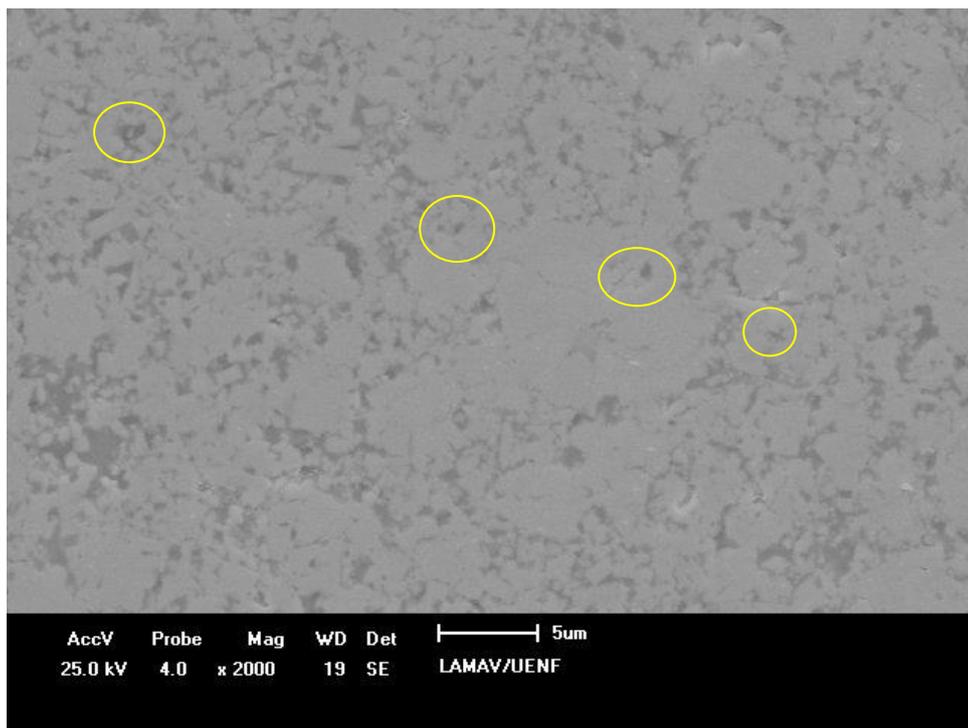


Figura 70: Micrografia da liga com 90%WC 9%Ni 1%Ni, sinterizada a 1650°C, com aumento de 2000X no MEV.

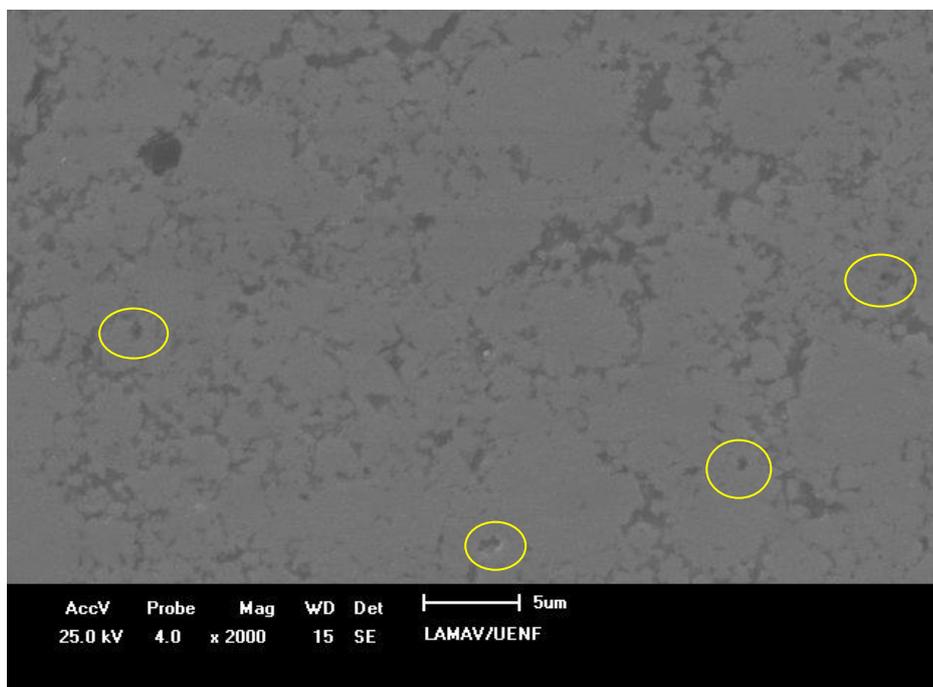


Figura 71: Micrografia da liga com 90%WC 9%Ni 1%Ni, sinterizada a 1750°C, com aumento de 2000X no MEV.

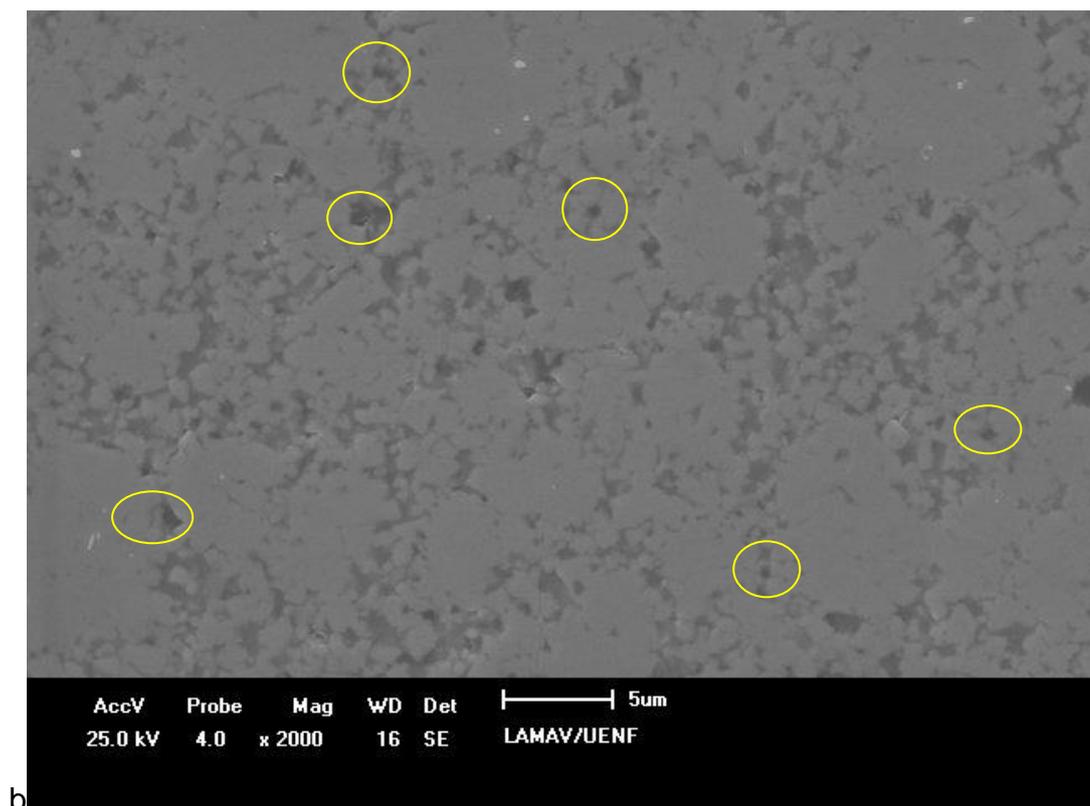


Figura 72: Micrografia da liga com 90%WC 9%Ni 1%Ni, sinterizada a 1850°C, com aumento de 2000X no MEV.

Em todas as micrografias podem ser observadas a presença de porosidade (destacada por círculos), porém elas ficam mais evidenciadas para as maiores temperaturas. Isso pode estar atrelado a oxidação do carbono principalmente nas temperaturas maiores (LUZ, 2007).

Luz (2007) destaca que a oxidação direta pode estar presente nos carbeto refratários em temperaturas a partir de 1500°C e que cresce com o aumento desta. Acredita-se que no processo de sinterização utilizado neste trabalho os mecanismos de oxidação podem estar presentes, pois a atmosfera não é controlada e nenhum antioxidante é utilizado. Como os processos oxidativos estão atrelados a temperatura, o aumento da porosidade com o aumento da temperatura pode ser explicado pelos mecanismos oxidativos. O que também explica a diminuição da densificação com o aumento da temperatura.

Na Figura 73 está sendo mostrado o difratograma de DRX das pastilhas de WC sinterizadas nas temperaturas de 1550, 1650, 1750 e 1850°C.

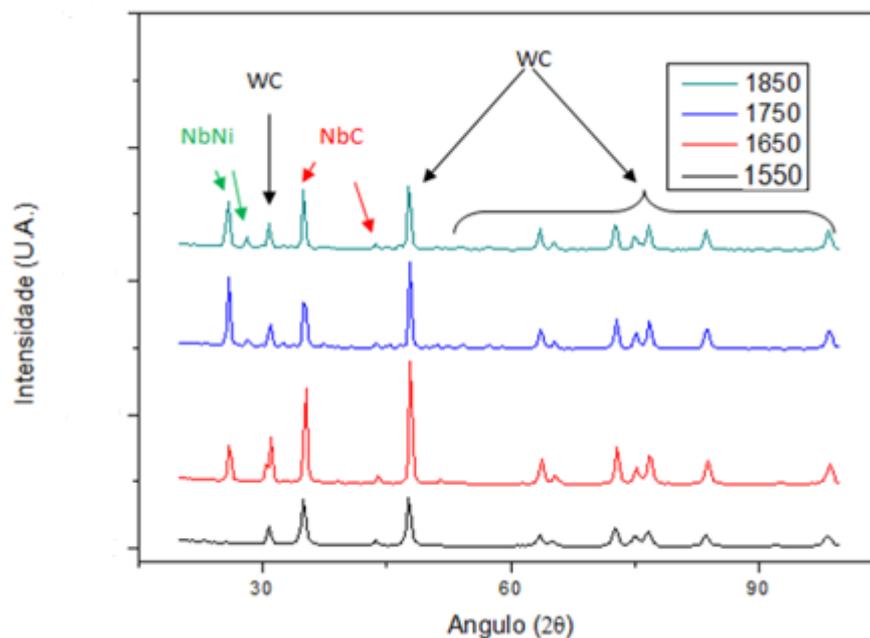


Figura 73: Difratoograma de DRX das pastilhas de WC - (Ni-Nb) sinterizadas nas temperaturas de 1550, 1650, 1750 e 1850°C.

Através da análise dos difratogramas pode-se perceber duas fases presentes em todas as temperaturas de sinterização, são elas WC e NbC. É importante ressaltar o surgimento da fase NbC, pois está pode contribuir para o aumento da dureza. Por outro lado, nas sinterizações realizadas em 1650, 1750 e 1850°C apareceu uma nova fase NbNi. É importante ressaltar que em nenhuma das temperaturas de sinterização apareceu fases neta, e a este fato atribui-se a utilização do Nb como ligante, pois este forma fases como NbC que retém carbono na estrutura.

Nas Figuras 74 - 77 são mostrados os gráficos relacionando a pressão e a resistência elétrica com o tempo de sinterização, para todas as temperaturas de sinterização.

Nestes gráficos, a pressão mostrada é a que está incidida sobre o DAP (dispositivo de alta pressão), que gera uma pressão sobre a amostra de 7,7GPa. Um ponto importante a ser mencionado é o início da curva de resistência elétrica, que em todas as sinterizações mostra um grande pico. Isso ocorre logo no início do estabelecimento do circuito elétrico, não apresentando nenhuma relevância.

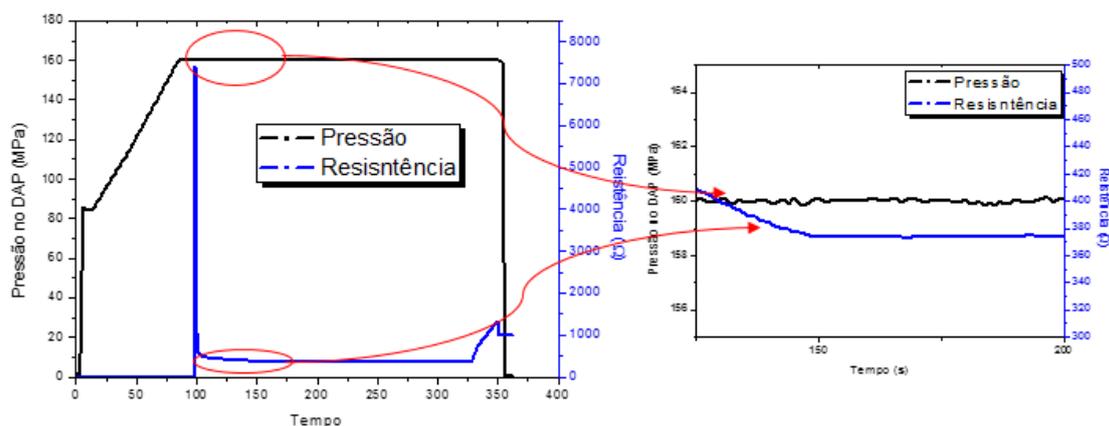


Figura 74: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo para as amostras de WC-(Nb-Ni) sinterizadas a 1550°C.

Comparando os gráficos da sinterização em 1550, com os de 1650, 1750 e 1850°C (Figuras 73, 74, 75 e 76 respectivamente), pode-se observar que ocorrem nestes últimos uma pequena tendência a diminuição da resistência elétrica com o decorrer do tempo. Esta diminuição da resistência elétrica está alinhado com os resultados obtidos na análise de DRX, pois o surgimento de uma nova fase metálica (NiNb ou NiNb₃) contribui para o aumento da condutividade das amostras. É importante ressaltar que o que está sendo analisado aqui é a diminuição da resistência em cada amostra, ou seja, a taxa de diminuição e não o valor absoluto de resistência, pois este último será analisado no gráfico da Figura 78.

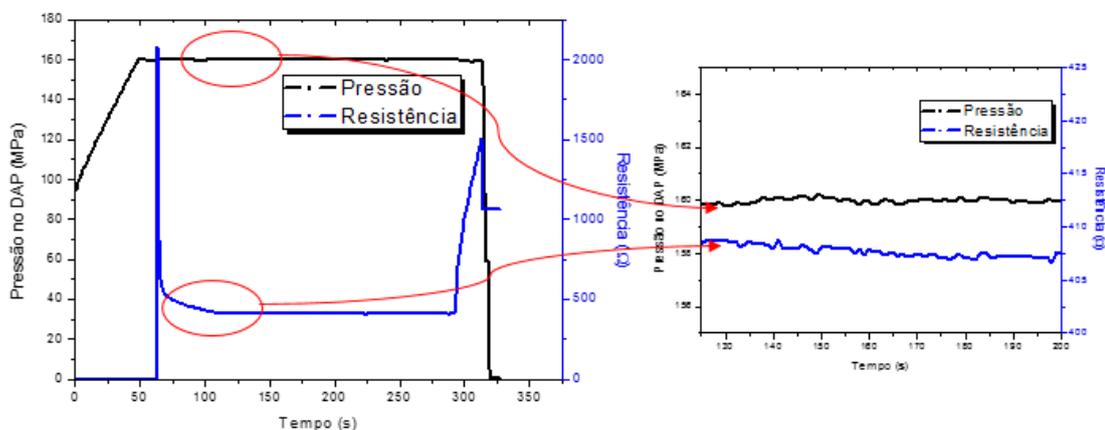


Figura 75: Pressão e resistência elétrica de sinterização como o tempo para as amostras de WC-(Nb-Ni) sinterizadas a 1650°C.

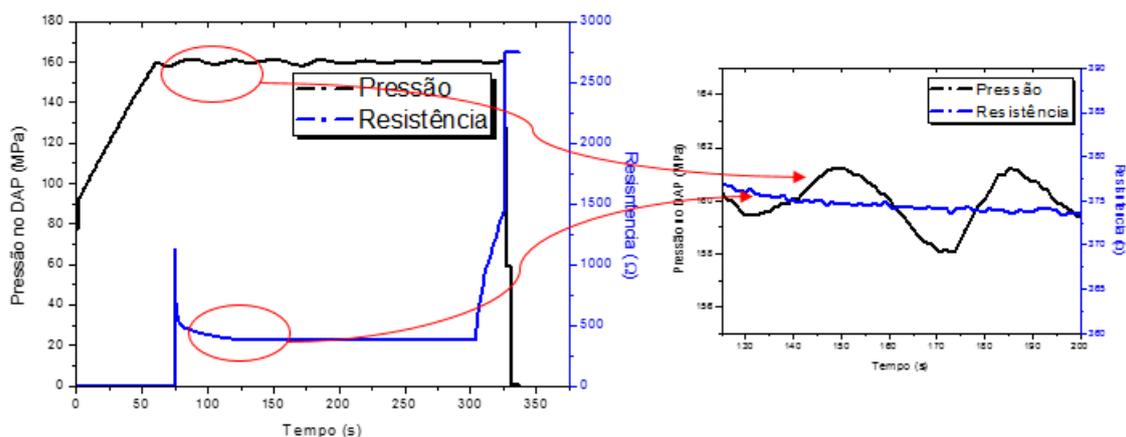


Figura 76: Pressão e resistência elétrica de sinterização como o tempo para as amostras de WC-(Nb-Ni) sinterizadas a 1750°C.

Quanto à pressão de sinterização, também existe uma oscilação presente nos gráficos das Figuras 73, 74 e 75. Esta oscilação pode estar relacionada a alguma transformação de fase, e estas transformações alteram diretamente o volume das amostras que modificam a pressão. A transformação do composto intermetálico, NiNb ou/e NiNb₃ como mostrou o DRX, pode estar relacionada a estas oscilações na pressão de sinterização.

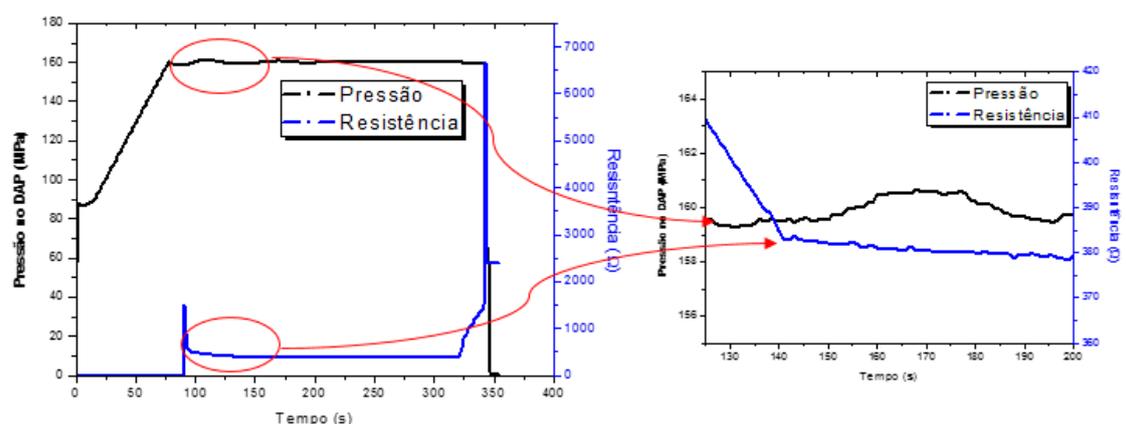


Figura 77: Pressão e a resistência elétrica de sinterização como o tempo para as amostras de WC-(Nb-Ni) sintetizadas a 1850°C.

Na Figura 78 está sendo mostrado o gráfico relacionando a resistência elétrica com tempo nas diferentes condições de sinterização.

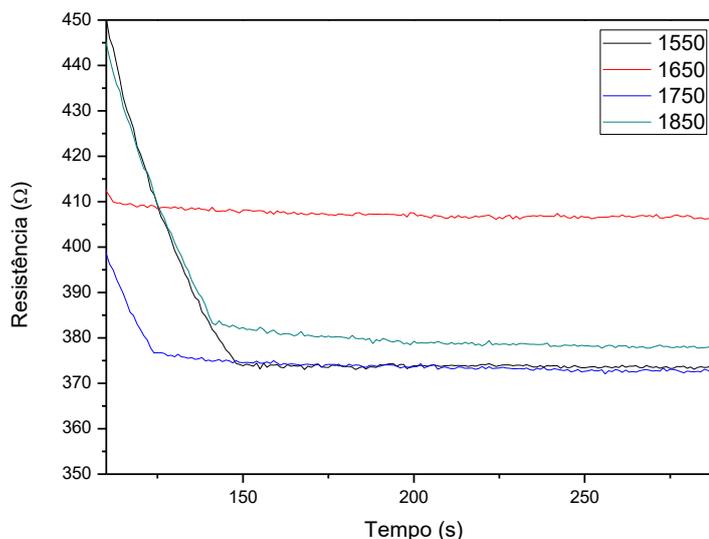


Figura 78: Resistência elétrica em função do tempo para as diferentes temperaturas de sinterização.

Sabe-se que para materiais condutores com o aumento da temperatura ocorre um aumento da resistência elétrica (BAGNATO, 2006). Então para as amostras sinterizadas o esperado seria obter a menor resistência elétrica para a temperatura de 1550°C. No entanto, a única resistência elétrica que se destaca é a obtida na temperatura de 1650°C, desta maneira presume-se que pode estar ocorrendo um processo concorrente para o aumento da condutividade principalmente nas temperaturas de 1850 e 1750°C. Tem-se desta maneira mais uma confirmação de surgimento de compostos intermetálicos como, NiNb e NiNb₃, como foi mostrado nos DRX da camada de WC-Ni-Nb e somente na liga Ni-Nb.

7.4 Sinterização da camada de cBN

Assim como ocorreu na camada suporte composta majoritariamente por WC, a camada de corte foi composta majoritariamente por cBN, tendo composição fixa de 90%cBN, 9%Nb e 1%Ni e sendo sinterizada utilizando pressões da ordem de 7,7GPa e temperaturas de 1550, 1650, 1750 e 1850°C.

Para caracterização das pastilhas sinterizadas o primeiro passo foi analisar a densificação, relacionando-as a temperatura de sinterização. Os resultados desta análise estão sendo mostrados no gráfico da Figura 79.

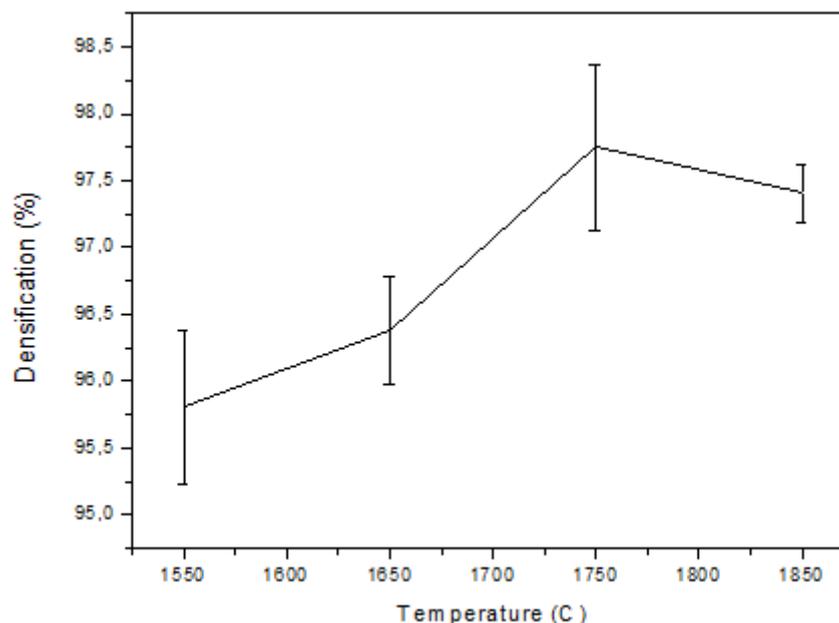


Figura 79: Gráfico relacionando a densificação das pastilhas de cBN-(Nb-Ni) com a temperatura de sinterização.

Como pode ser observado na Figura 79, apesar de estatisticamente os resultados da densificação das temperaturas de 1550 e 1650°C serem iguais, existe uma tendência ao aumento da densificação entre as temperaturas 1550 e 1750°C. Esta tendência pode ser explicada pelo aumento dos mecanismos difusivos que crescem com aumento da temperatura e contribuem para o coalescimento dos grãos de cBN (SHONHIWA, 2008). Para a temperatura de 1850°C a densificação é estatisticamente igual a de 1750°C, porém, existe uma tendência à queda o que pode ser explicado pelo surgimento de novas fases menos densas como o hBN, como será discutido adiante.

Para analisar a microestrutura e a morfologia das amostras foram realizadas análises microscópicas utilizando o MEV, as micrografias são apresentadas nas Figuras 80 - 83.

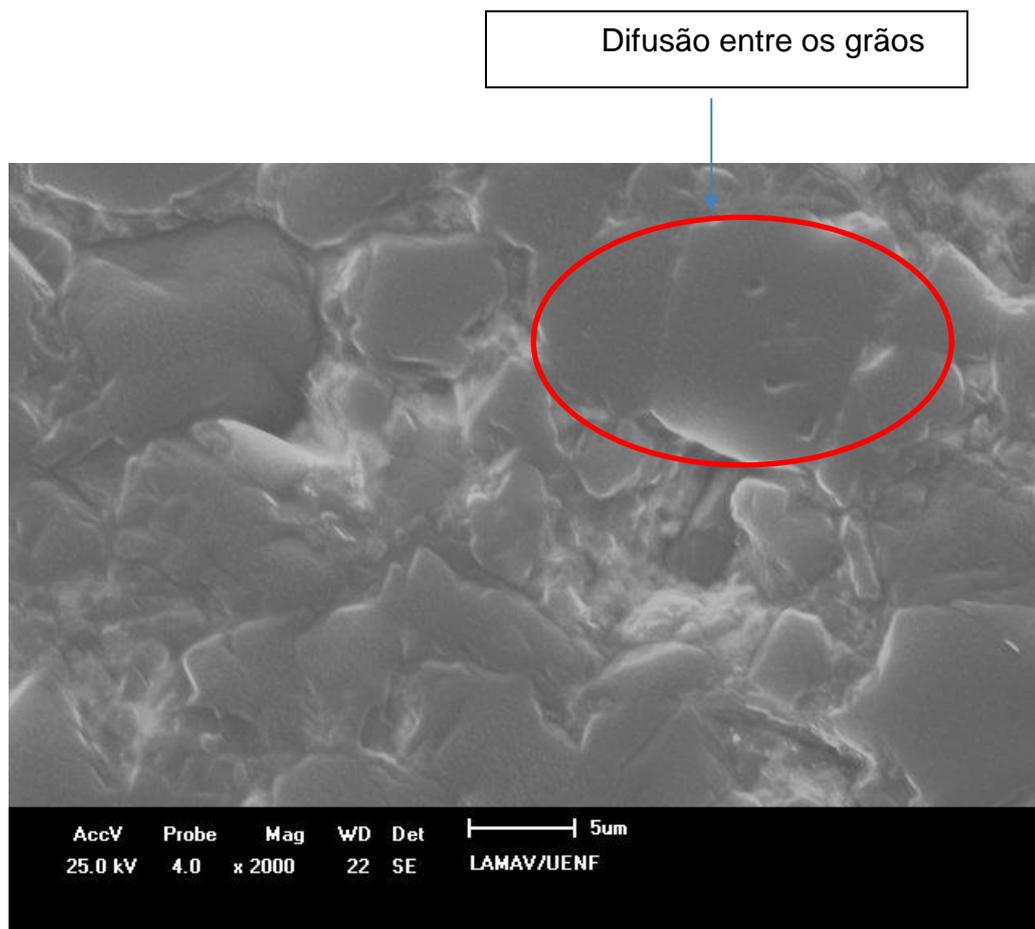


Figura 80: Micrografia obtida no MEV da liga com 90% cBN + 9%Nb + 1%Ni, sinterizada a 1550°C com aumento de 2000X.

Como exposto no item anterior, as análises micrográficas deixam claras a presença do mecanismo de coalescência. Nas Figuras 80 e 81 estão em destaque a difusão de dois grãos de cBN. É muito importante dar um destaque à estes detalhes pois deixa claro que a os processos de sinterização direta do cBN estão ocorrendo, isto é, não somente uma ligação através do ligante, mas a união entre os grãos de cBN. Este tipo de ligação faz com que as pastilhas produzidas permaneçam com a dureza próxima da dureza máxima do cBN.

Na figura 81, o que está em destaque é o fechamento de poros, sendo esta a última etapa da sinterização em fase sólida (MARCHI, 1999). Desta forma, mais uma vez comprovando a sinterização entre os grãos de cBN e a eficácia do método de sinterização utilizado.

Última etapa de difusão entre os grãos de cBN.

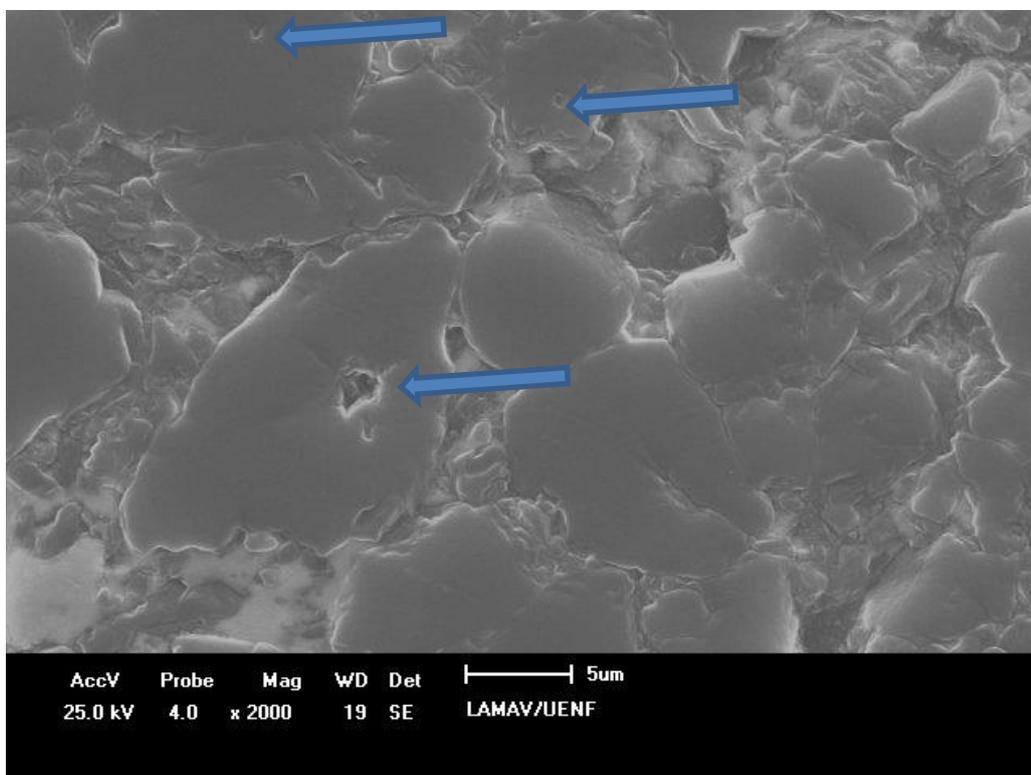


Figura 81: Micrografia obtida no MEV da liga com 90% cBN + 9%Nb + 1%Ni, sinterizada a 1650°C com aumento de 2000X.

Comparando as imagens das Figuras 80 e 81 pode-se observar a incidência de maiores grãos presentes na Figura 81, demonstrando desta forma que existe uma evolução dos processos de sinterização com o aumento da temperatura. O crescimento dos grãos ocorre principalmente por processos difusivos que são por sua vez ativados pela temperatura, o que explica o aparecimento dos grãos maiores.

Por outro lado, esse crescimento de grãos não aparece na micrografia da Figura 83 para a temperatura de 1850°C. Pode estar ocorrendo nessa temperatura processos concorrentes de transformação para a fase hBN, como mostra os resultados de DRX e FTIR.

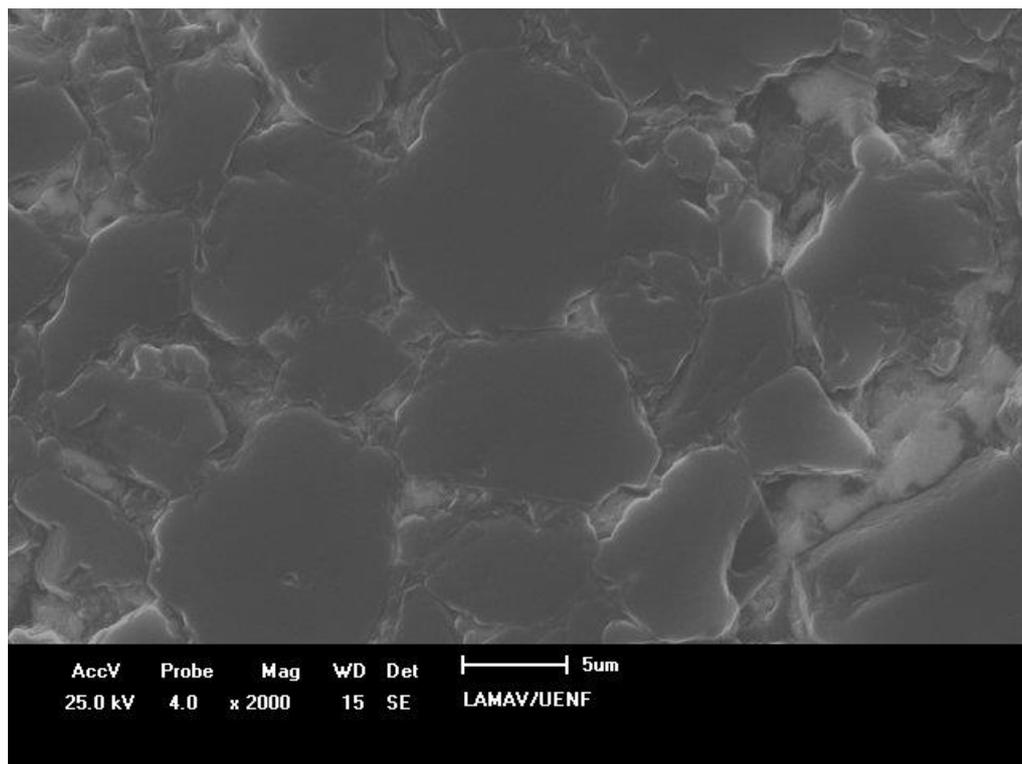


Figura 82: Micrografia obtida no MEV da liga com 90% cBN + 9%Nb + 1%Ni, sinterizada a 1750°C com aumento de 2000X.

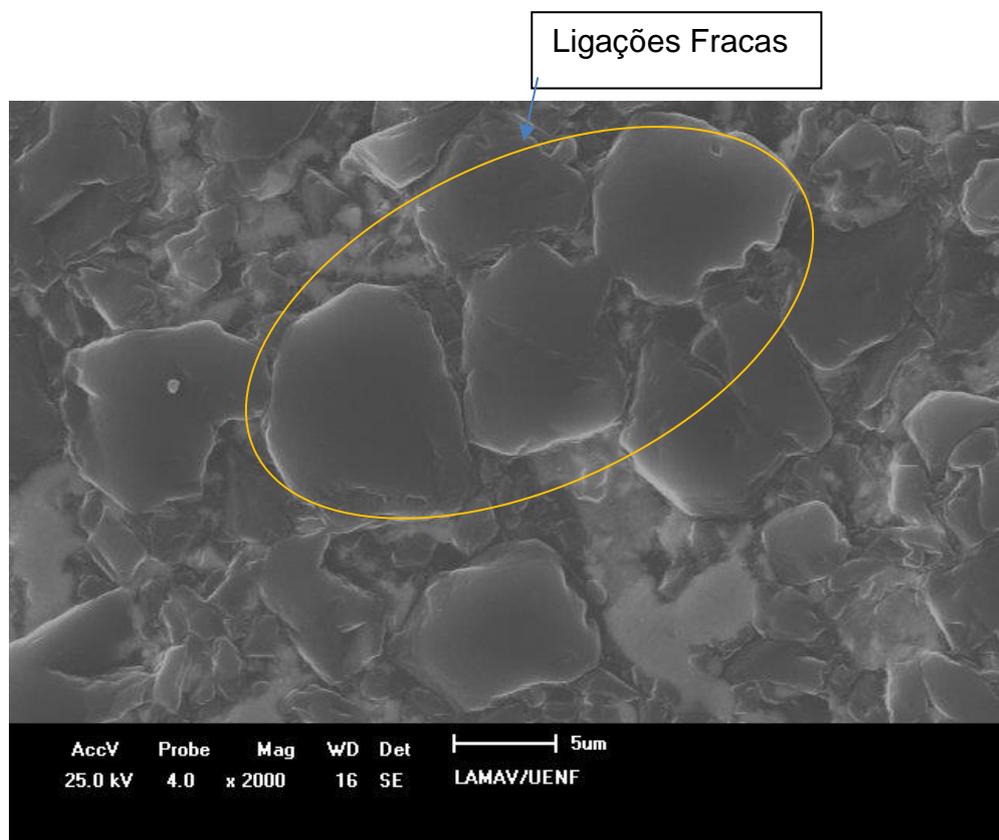


Figura 83: Micrografia obtida no MEV da liga com 90% cBN + 9%Nb + 1%Ni, sinterizada a 1850°C com aumento de 2000X.

Na Figura 83 fica claro o que existem regiões com ligações fracas envolvendo os grãos de cBN. Isso pode ocorrer devido aos processos de transformação do cBN para hBN, diminuindo a dureza do material.

Na Figura 84 são mostrados os resultados das análises de DRX para as diferentes temperaturas de sinterização das amostras.

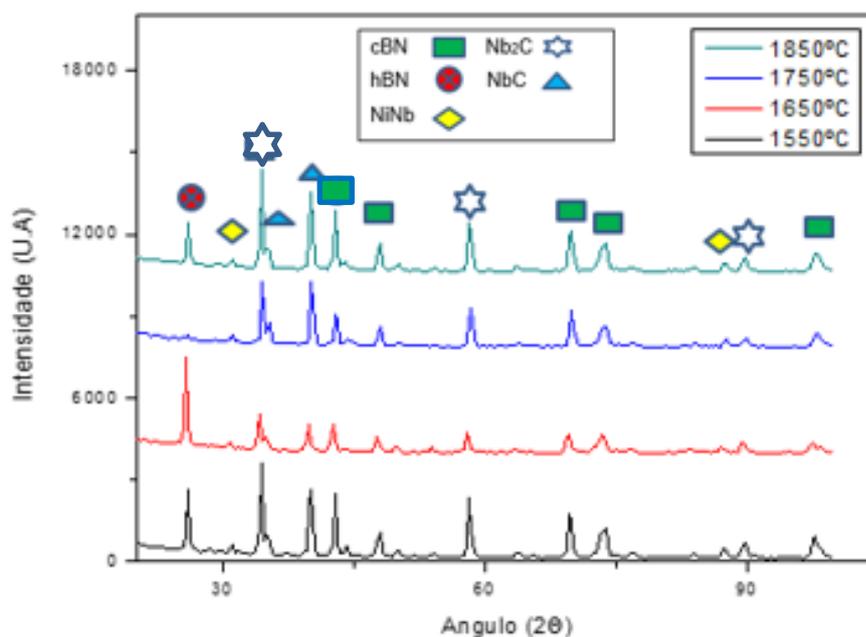


Figura 84: Difratograma de DRX das pastilhas de cBN sinterizadas nas temperaturas de 1550, 1650, 1750 e 1850°C.

Pode ser observado em todas as amostras uma homogeneidade em se tratando das fases presentes. Entre todas as fases, a mais prejudicial é o hBN, pois o hBN proveniente da transformação do cBN contribui para a diminuição das propriedades mecânicas das pastilhas, principalmente a dureza.

Nos dois tipos de carbetos de Nb presentes, o carbono pode ser proveniente do tubo aquecedor (grafite) utilizado na sinterização. Apesar de serem fases com menor dureza que o cBN, essas fases possuem dureza muito superior ao composto intermetálico NiNb. Como a formação do NiNb é concorrente com a formação dos carbetos, a grande importância da formação dos carbetos é a inibição da formação do NiNb. É importante lembrar que as fases com menos de 3% podem não serem detectadas por DRX.

Para uma melhor análise das transformações do cBN em hBN foram realizadas análises de FTIR nas amostras sinterizadas. Os resultados são apresentados nos gráficos da Figura 85.

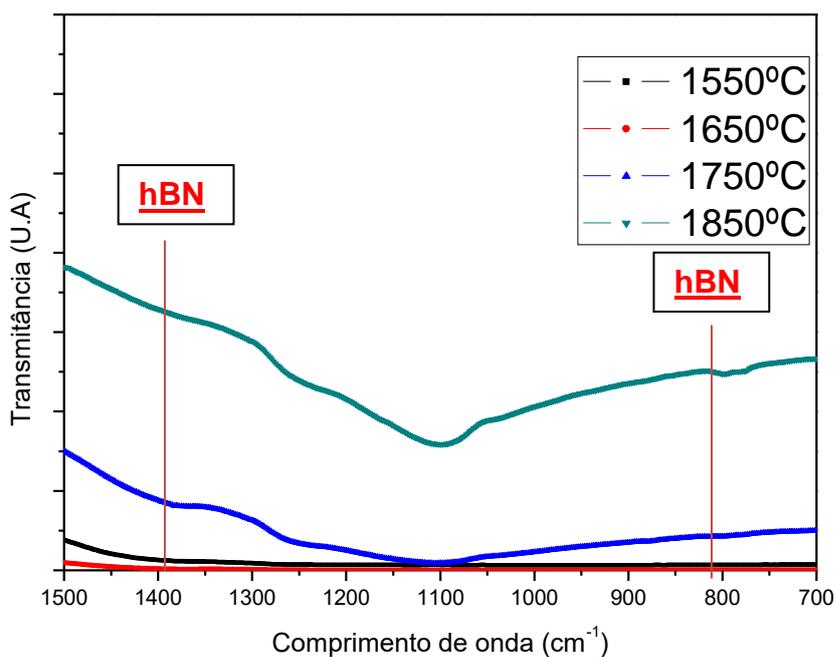


Figura 85: Análise de FTIR das pastilhas sinterizadas em varias temperaturas de PcBN.

As bandas que caracterizam a presença de hBN aparecem para os comprimentos de onda de 1380 e 810cm^{-1} (WANG, 2014). Como pode ser observado na Figura 85, as análises de FTIR mostraram bandas maiores de hBN para as amostras sinterizadas a 1750°C e a 1850°C , o que já poderia ser esperado para essas temperaturas. Mesmo utilizando elevadas pressões de sinterização, as altas temperaturas utilizadas podem ser responsáveis pela transformação do cBN em hBN (YINJUAN, 2015). Para as temperaturas de 1550°C e 1650°C as bandas ficaram quase que imperceptíveis, mostrando que a sinterização ocorreu dentro da região de estabilidade do cBN.

Para uma análise do processo de sinterização e das variáveis envolvidas no sistema, os gráficos que relacionam a pressão e a resistência elétrica com o tempo de sinterização estão apresentados nas Figuras 84, 85, 86, 86 e 87.

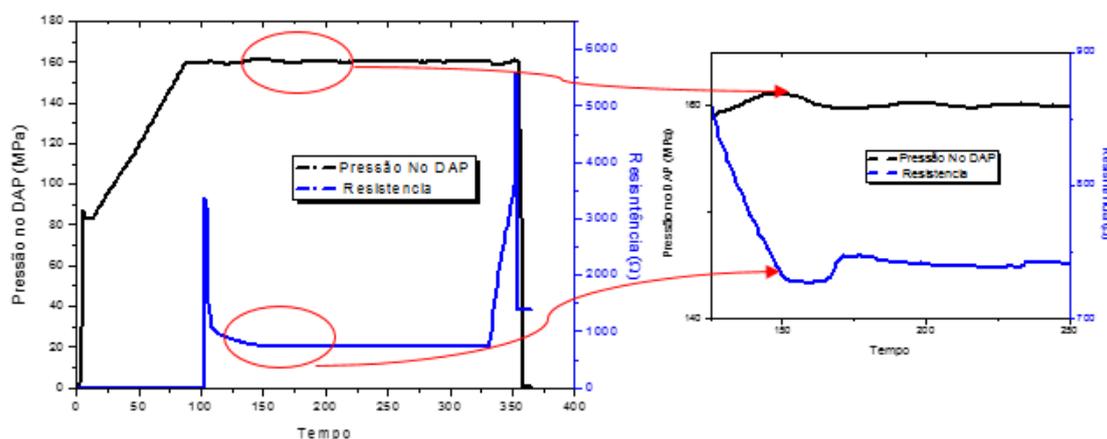


Figura 86: Pressão e resistência elétrica de sinterização como o tempo para as amostras de cBN sintetizadas a 1550°C.

O aumento da densificação leva ao fechamento de poros e, desta forma diminui o caminho médio do fluxo de elétrons passando por dentro da amostra sinterizada. Isso leva a uma diminuição da resistência à passagem de corrente elétrica. Em todos os gráficos, desde a Figura 84 até a 87, pode ser observado um gradiente de resistência negativo, mostrando que com o decorrer do tempo de sinterização a resistência diminui, indicando desta forma a evolução da sinterização.

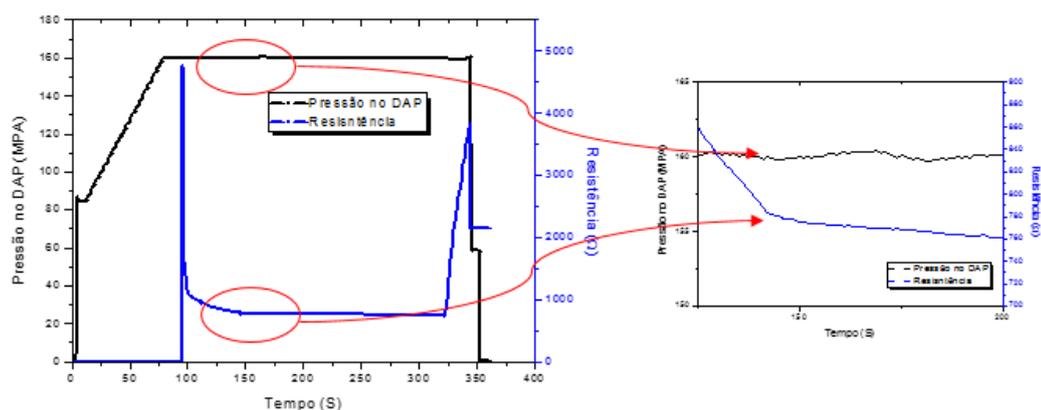


Figura 87: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo, para as amostras sintetizadas a 1650°C.

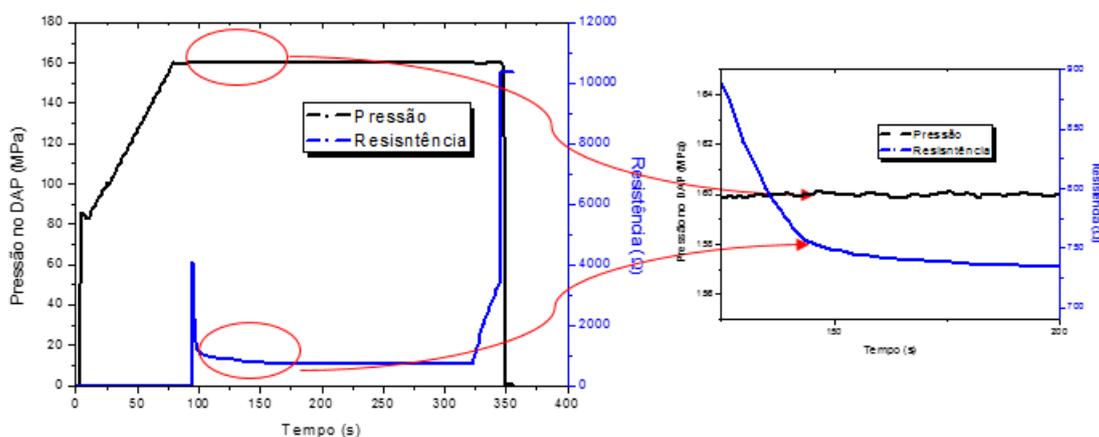


Figura 88: Gráfico relacionando a pressão e a resistência (elétrica) de sinterização como o tempo, para as amostras sintetizadas a 1750°C.

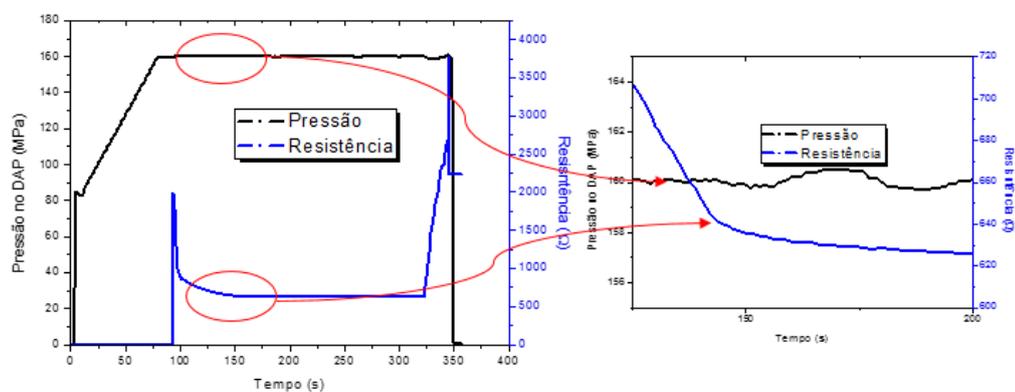


Figura 89: Pressão e resistência elétrica)de sinterização como o tempo, para as amostras sintetizadas a 1850°C.

7.5 Sinterização das pastilhas duplas.

Depois da sinterização do ligante e das duas camadas que comporiam as pastilhas, o grande desafio foi a sinterização conjunta das duas camadas. Desta forma utilizando os mesmos parâmetros de sinterização as pastilhas duplas foram sinterizadas sob pressões de 7,7GPa e temperaturas variando de 1550, 1650, 1750 e 1850°C. Os resultados obtidos com essas sinterizações estão apresentados nessa seção. As primeiras análises realizadas foram as morfológicas. Nas Figuras 90 a 92 estão apresentas a morfologia e as análises químicas produzidas MEV e EDS das pastilhas sinterizadas a 1550°C.

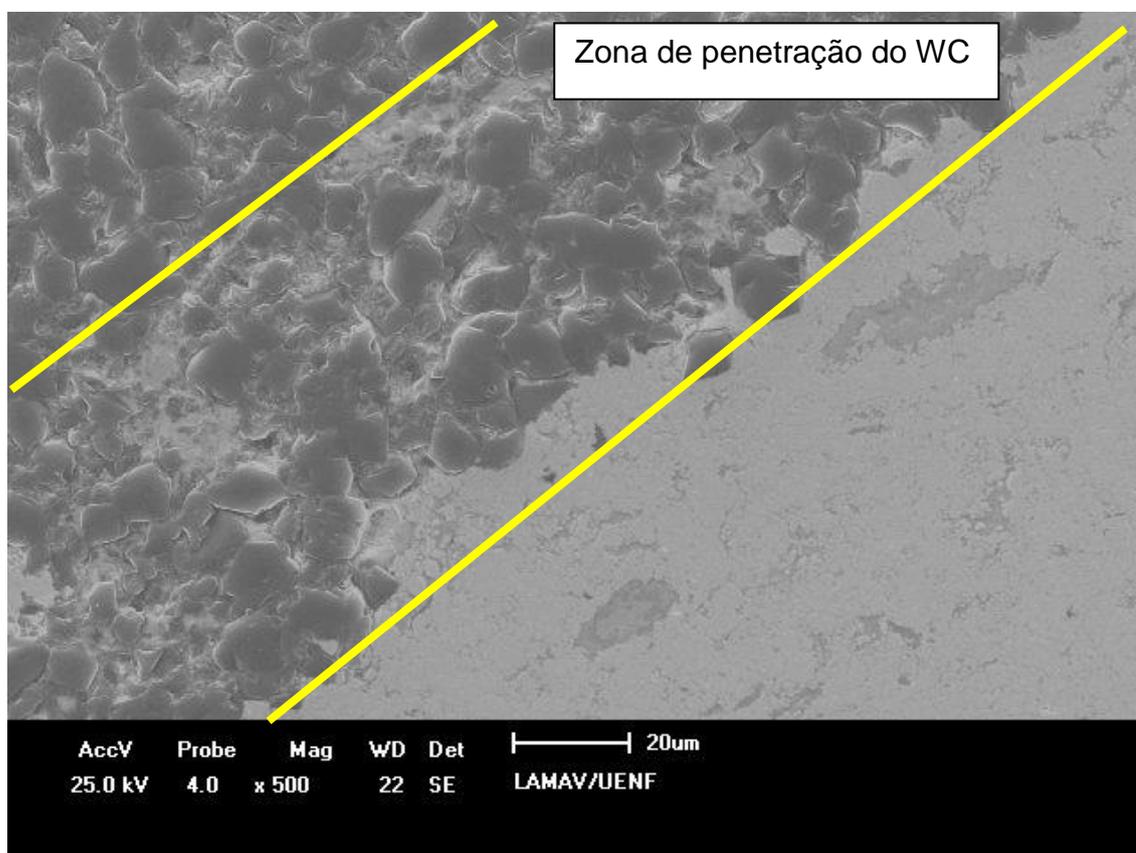


Figura 90: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1550°C, com aumento de 500X.

Na Figura 90 está sendo mostrada a microestrutura da região de interface entre as duas fases. Pode-se observar boa ligação entre as fases sem o aparecimento de trincas e uma infiltração do WC para dentro da região de cBN, zona de penetração do WC. Esta camada de WC percola os grãos de cBN cimentando toda essa região,

sendo este um forte indício que a interface entre as camadas da pastilha dupla é fortemente ligada quimicamente, o que impedirá a fratura entre as camadas durante o uso. Na imagem da Figura 91 pode-se observar essa mesma região porém com ampliação da resolução. Logo na região de interface observa-se que os grãos de cBN estão muito bem percolados pelos grãos de WC, o que demonstra boa molhabilidade entre eles, o que já era previsto por outros trabalhos (HUIYONG, 2011 e CONG, 2016).

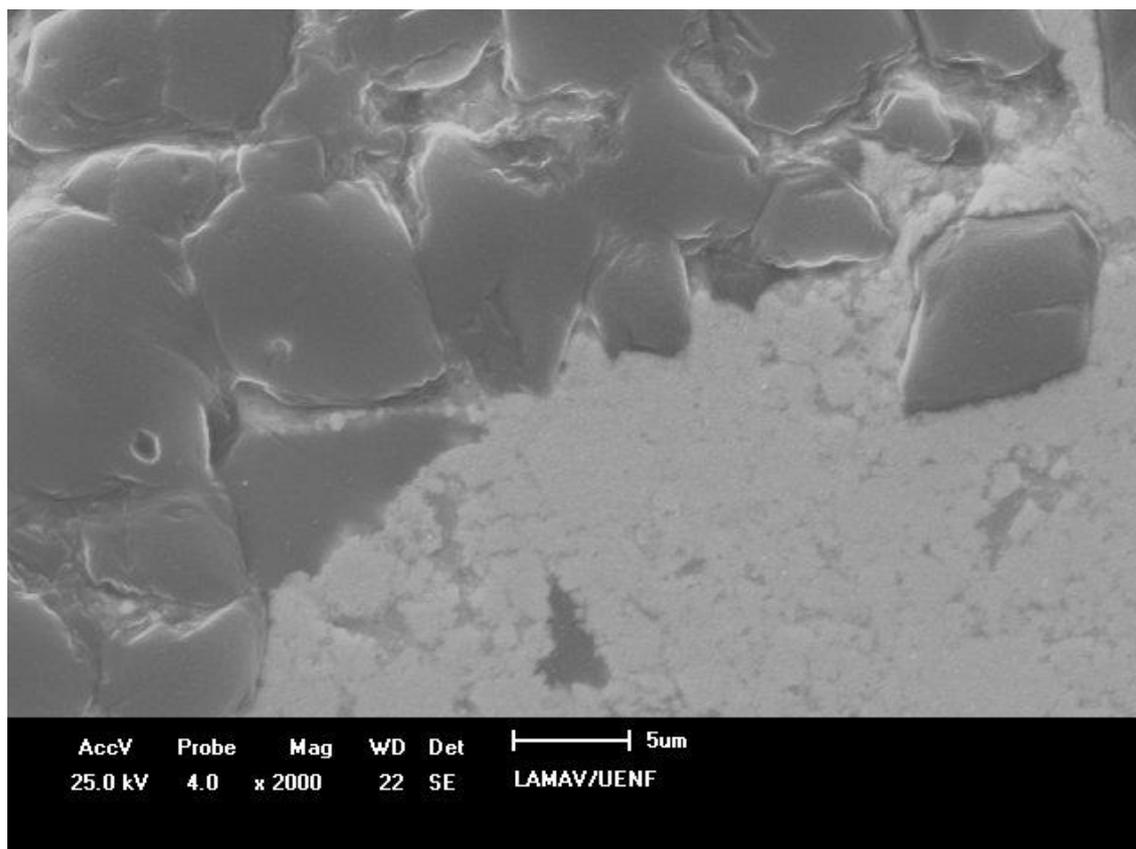


Figura 91: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1550°C, com aumento de 2000X.

Na Figura 92 é mostrado o mapa composicional da região de interface entre as camadas de cBN e WC. Nesta região pode ser observado um papel muito importante do Ni pois, por possuir o menor ponto de fusão entre todos os pós utilizados e mesmo estando em menor concentração na camada de cBN, se homogeneíza em toda a região de interface. Desta forma, o Ni pode ser um dos responsáveis pela boa ligação entre as camadas, evitando que tensões cisalhantes possam romper a ligação entre as camadas.

O carbono presente em toda a região deve-se tanto ao WC do metal duro quanto a forte penetração do WC na camada a base de cBN. Observa-se uma maior concentração de Nb na camada de cBN pois com altas pressões e temperaturas ocorre a expulsão do ligante da camada de WC à camada a base de cBN, (difusão intergranular). Ocorre uma difusão do Nitrogênio proveniente do cBN e desta forma, também acredita-se que está ocorrendo difusão dos pequenos grãos de cBN para dentro da camada de WC. Esses mecanismos de difusão ajudam a fortalecer as ligações interfaciais.

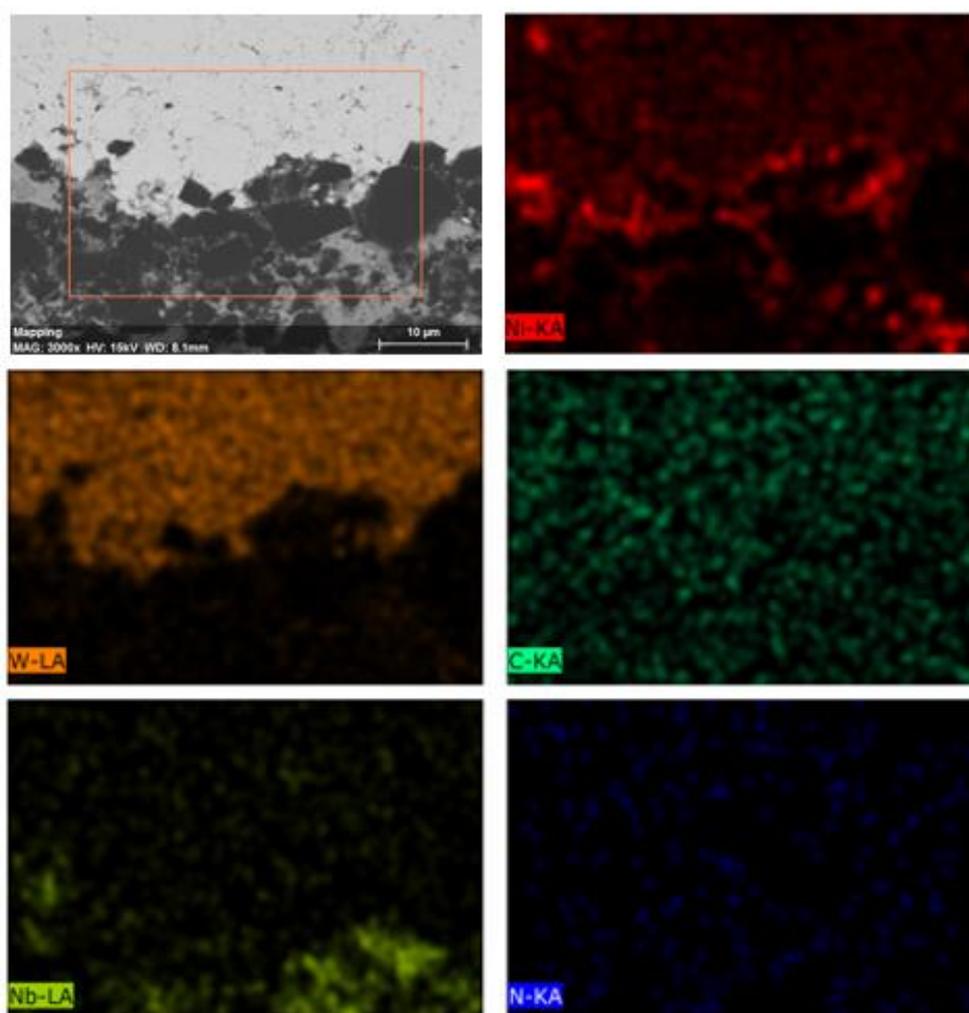


Figura 92: Mapa composicional obtido através de EDS em uma magnificação de 3000X, da pastilha sinterizada a 1550°C.

Nas Figuras 93 a 95 são apresentas a morfologia e as análises químicas produzidas pelo MEV e EDS das pastilhas sinterizadas a 1650°C. Igualmente ao que foi apresentado para as sinterizações na temperatura de 1550°C. Observa-se boa

ligação interfacial entre as camadas. Outra vez, acredita-se que os mecanismos difusionais foram os principais responsáveis por essas ligações.

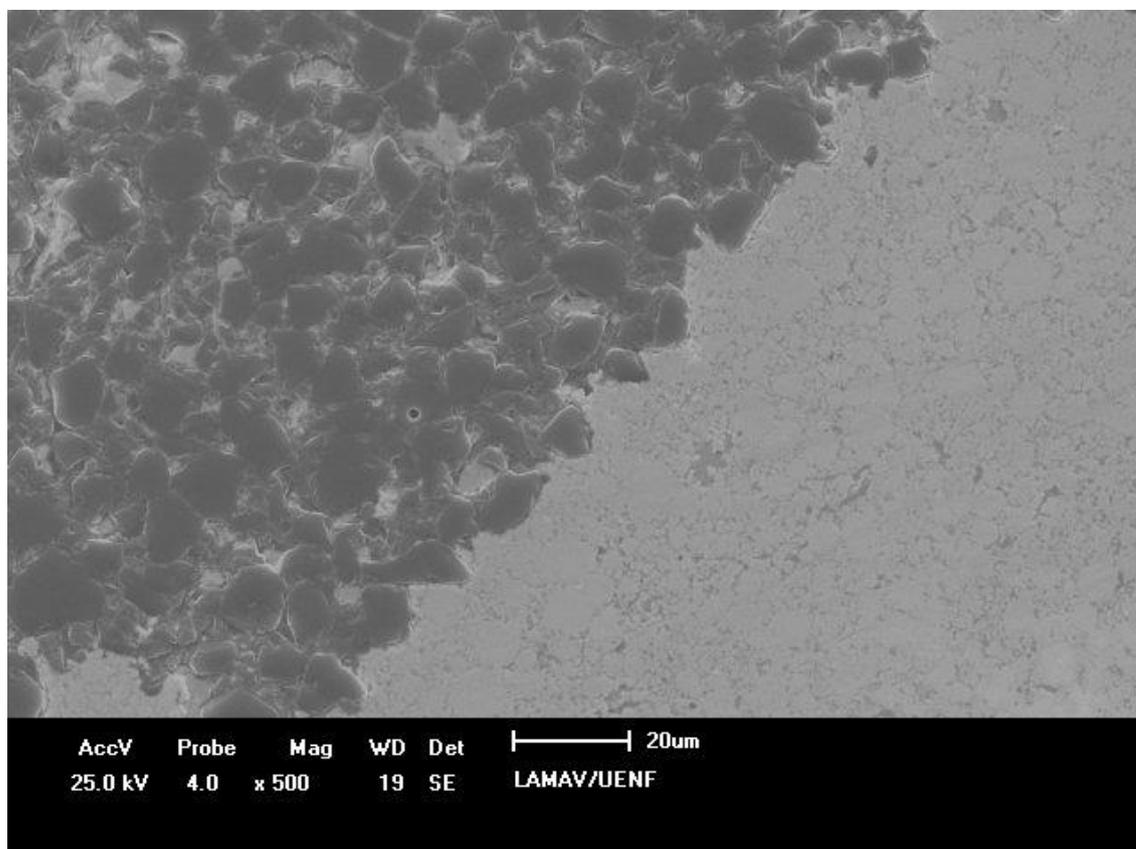


Figura 93: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1650°C, com aumento de 500X.

Um fato muito importante a ser mencionado é a homogeneidade dos parâmetros pressão e temperatura, na região de interface. Pode-se observar que na ligação entre os grãos de cBN e WC continua ocorrendo a interdifusão dos grãos de cBN. Já é conhecido que essa interdifusão somente ocorra para altos parâmetros de pressão e temperatura, o que prova que a pressão está sendo transmitida de igual forma em toda amostra (FUKUNAGA, 2016).

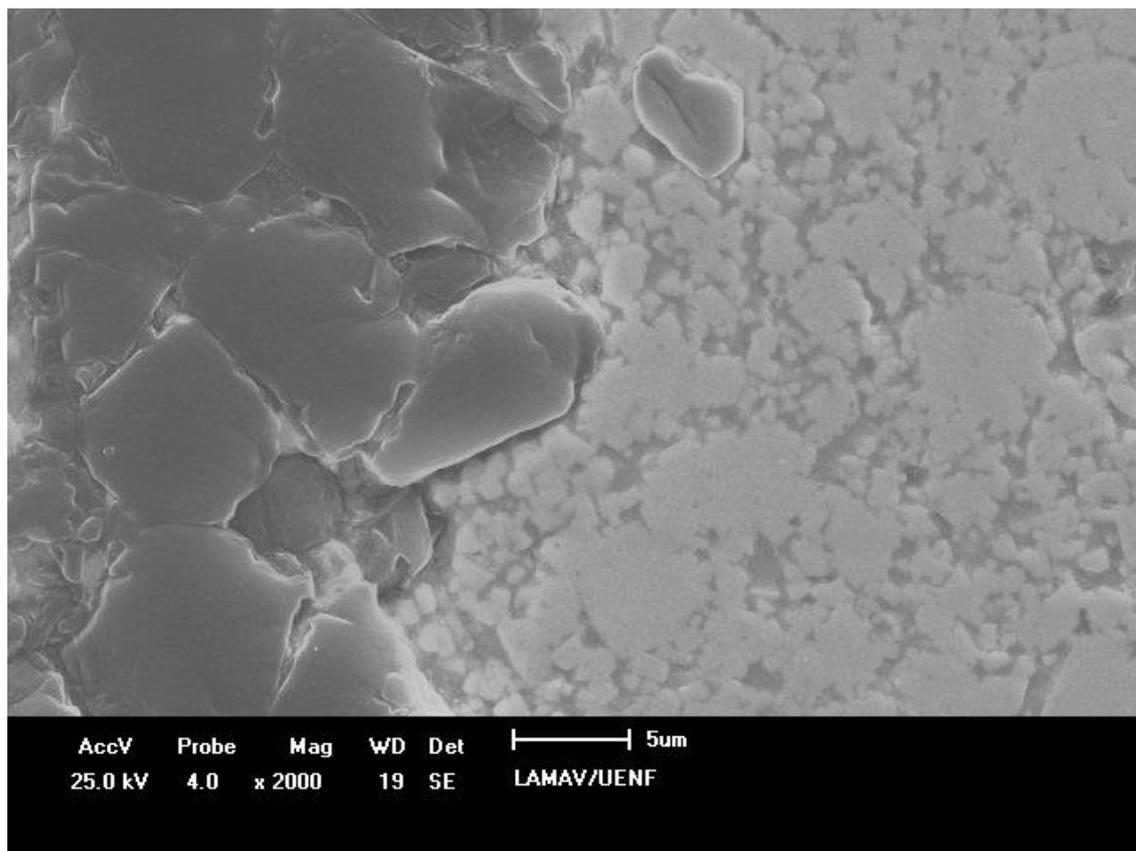


Figura 94: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1650°C, com aumento de 2000X.

Na imagem da Figura 95 pode-se observar que ocorre uma maior difusão do Nb se comparado ao sinterizado a 1550°C, essa maior difusão está diretamente ligada a temperatura, o que já é esperado visto que a temperatura influencia diretamente a difusão. Até mesmo com o WC ocorreu maior difusão se comparado ao da sinterização a 1550°C. Com os outros elementos não ocorreram modificações significativas.

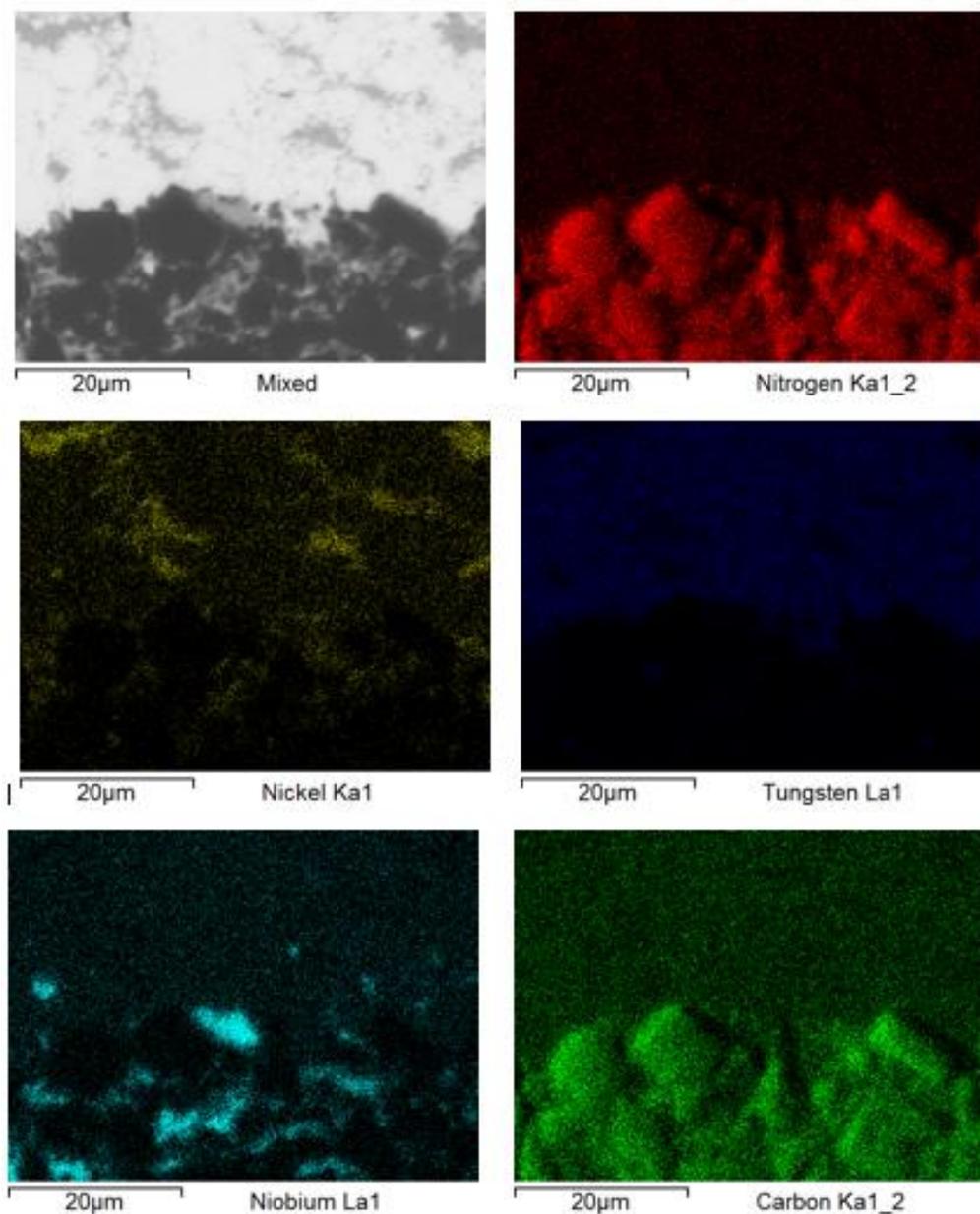


Figura 95: Mapa composicional obtido através de EDS em uma magnificação de 3000X, da pastilha sinterizada a 1650°C.

Nas Figuras 95 a 97 são apresentas a morfologia e as análises químicas produzidas MEV e EDS das pastilhas sinterizadas a 1650°C. Em todas a imagens continua-se observando ligações contínuas entre as fases, sem aparecimento de trincas ou zonas com baixa sinterização.

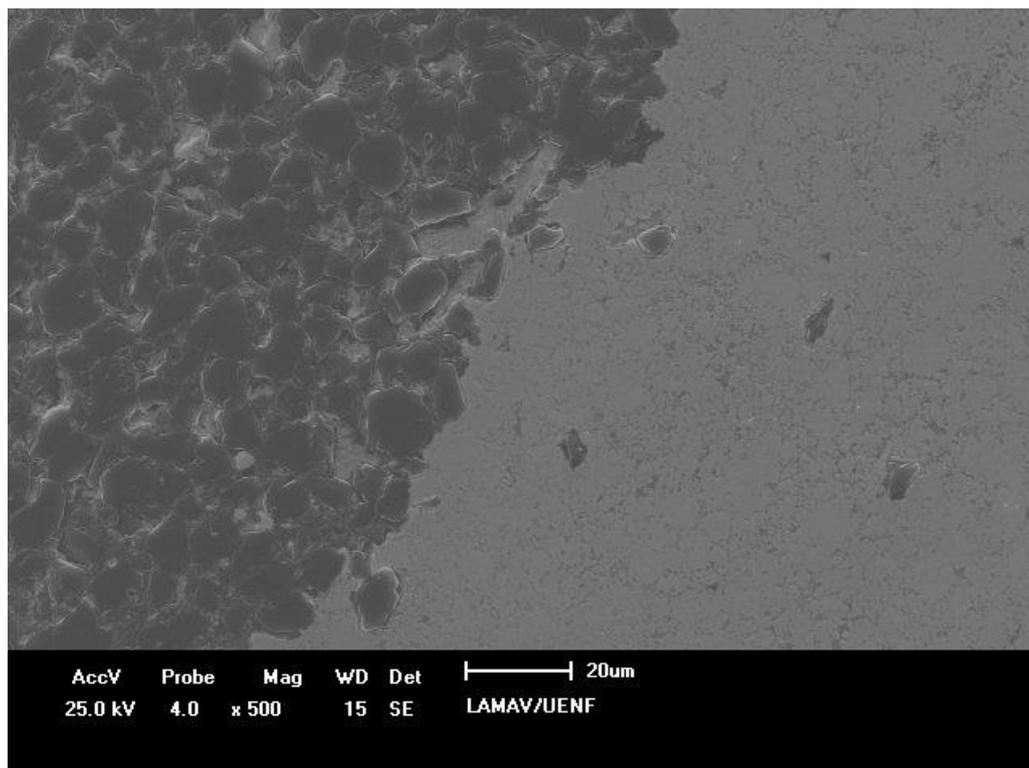


Figura 96: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1750°C, com aumento de 500X.

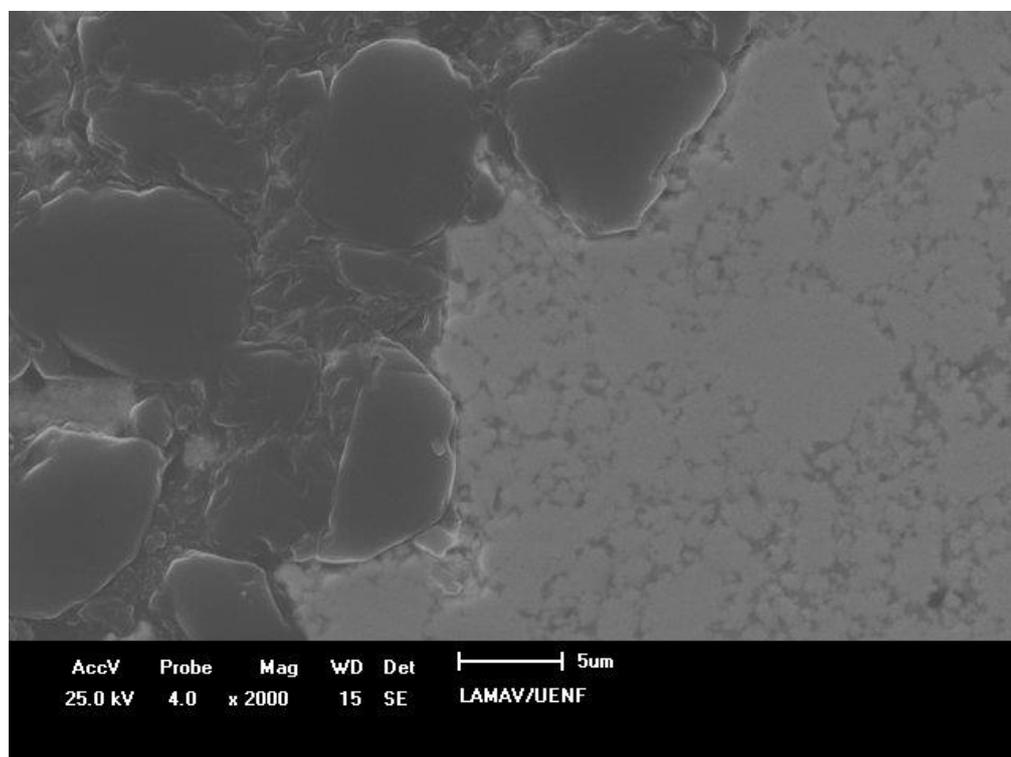


Figura 97: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1750°C, com aumento de 2000X.

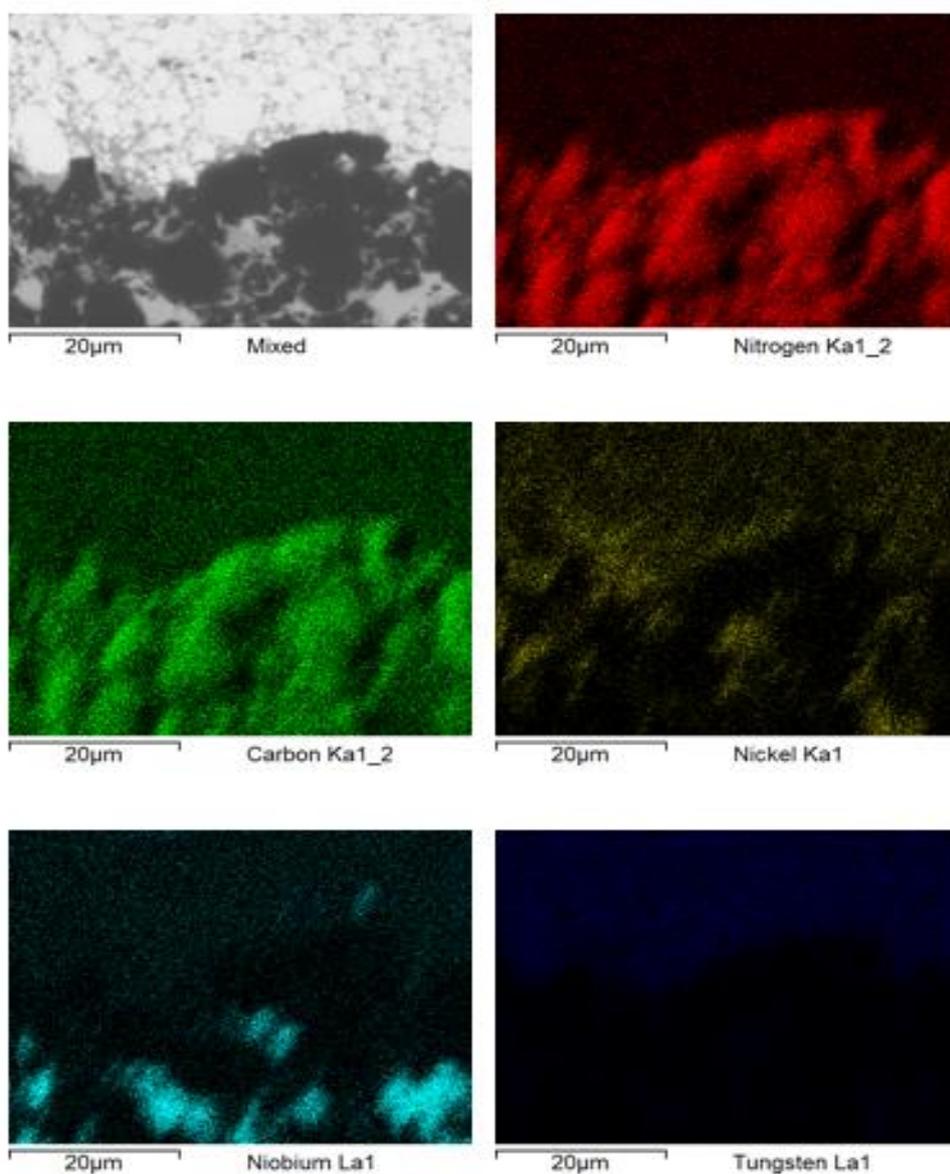


Figura 98: Mapa composicional obtido através de EDS em uma magnificação de 3000X, da pastilha sinterizada a 1750°C.

O que continua se destacando na imagem produzida por EDS é a migração do Ni para dentro da camada de cBN e, nesta última imagem, também se observou grande migração de Nb.

Nas Figuras 99 a 101 são apresentadas a morfologia e as análises químicas produzidas MEV e EDS das pastilhas sinterizadas a 1850°C.

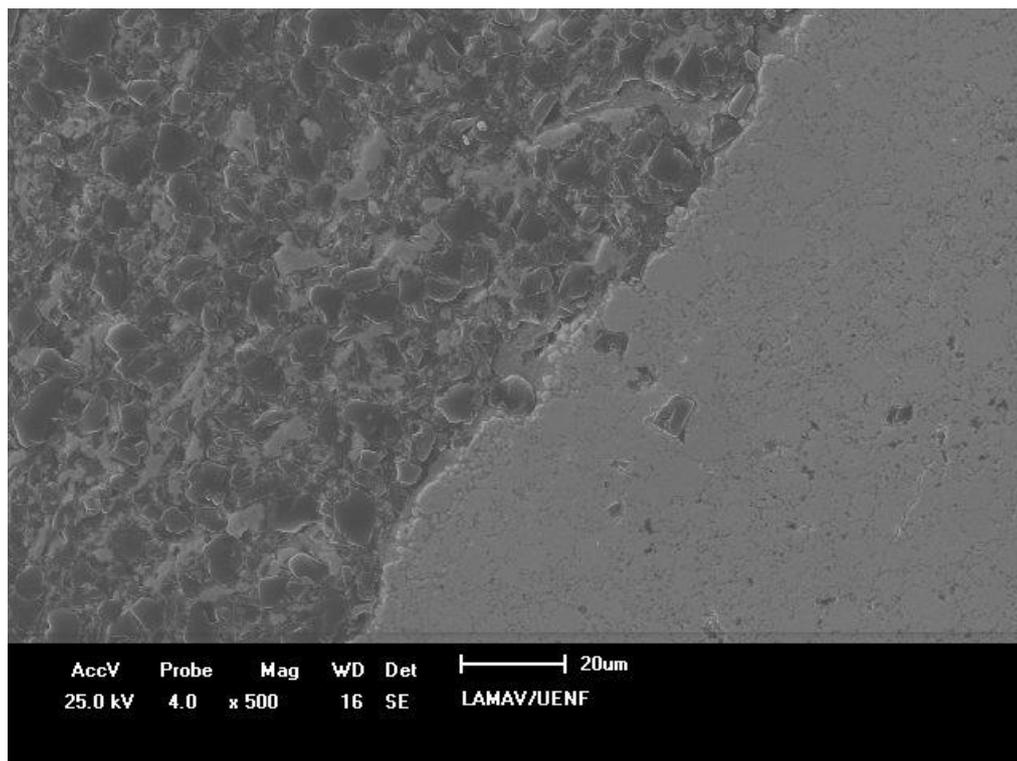


Figura 99: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1850°C, com aumento de 500X.

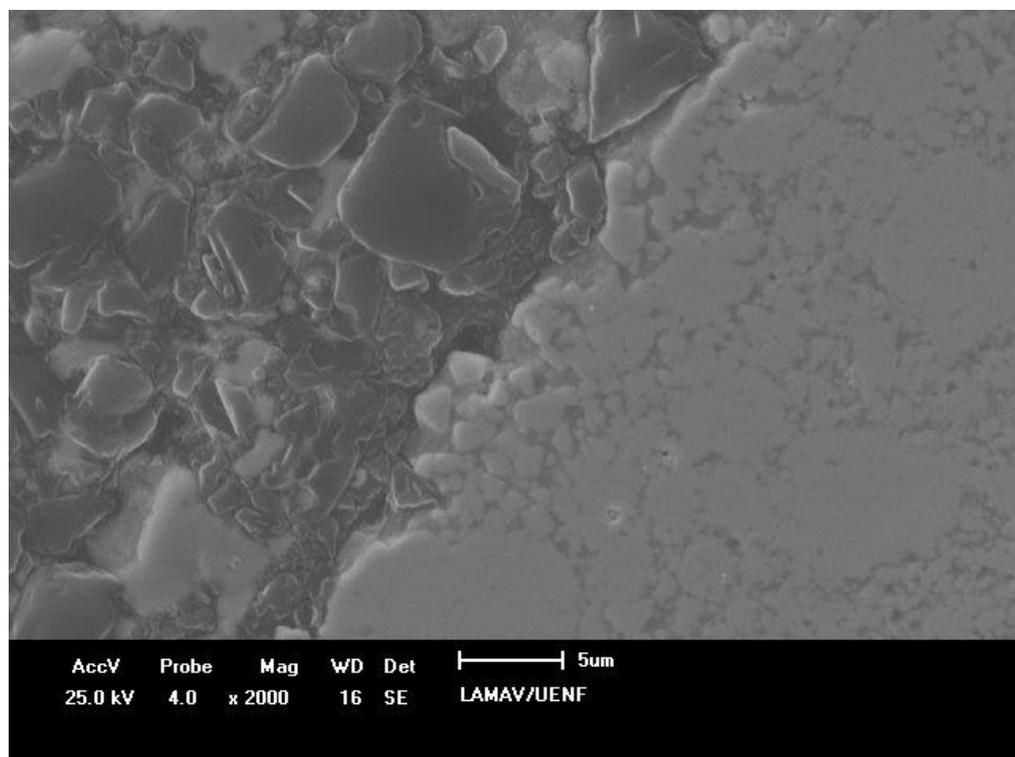


Figura 100: Micrografia obtida por MEV da região de interface entre as camadas de cBN e WC da pastilha sinterizada a 1850°C, com aumento de 2000X.

Nas micrografias produzidas para as amostras sinterizadas a 1850°C fica mais evidente que ocorre uma diminuição dos grãos de cBN, o que torna a apontar para algum mecanismo concorrente à difusão dos grãos. Além disso, uma forte migração do WC também ocorre, onde neste caso, temos situações opostas ocorrendo. Se por um lado a migração do WC contribui para uma melhor ligação entre as fases, e isso pode ser um aliado a resistência final das pastilhas, por outro lado o aparecimento de grãos menores pode embasar o surgimento de outras fases como hBN, que é uma fase muito prejudicial às propriedades mecânicas da pastilha, isto podendo ser evidenciado via DRX e FT-IR como mostraram os resultados anteriores.

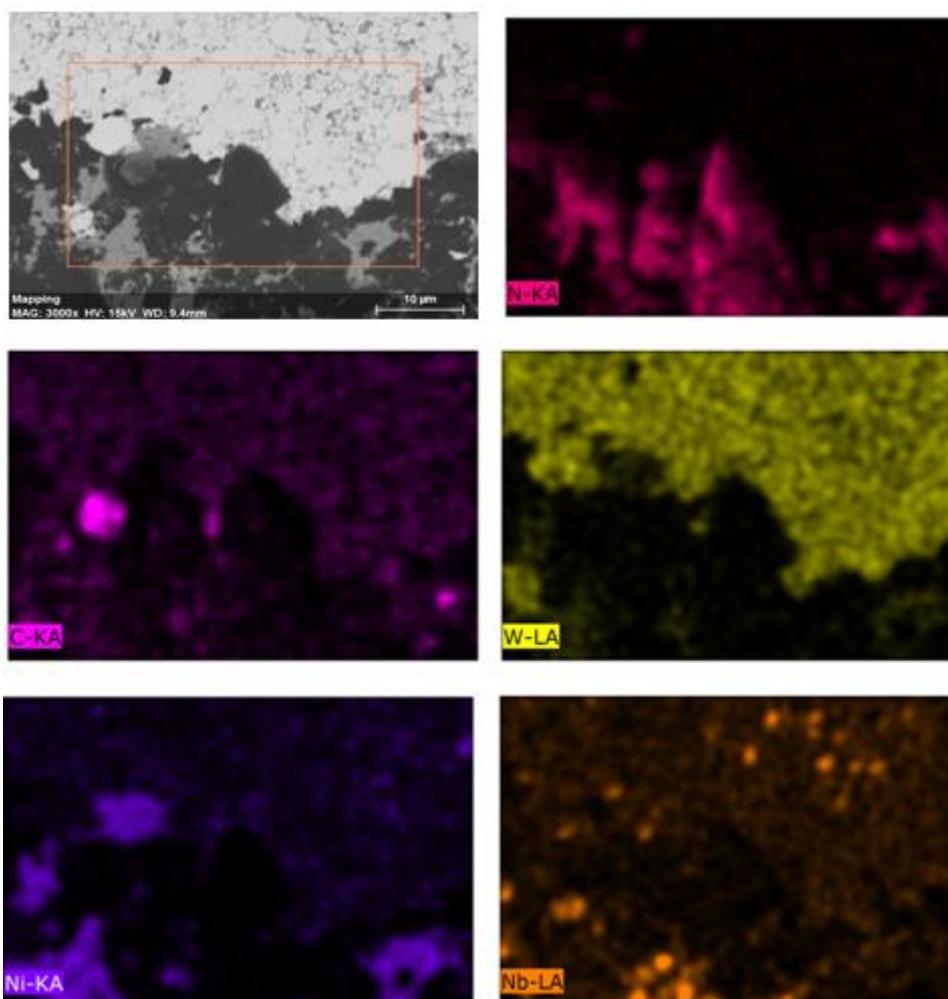


Figura 101: Mapa composicional obtido através de EDS em uma magnificação de 3000X, da pastilha sinterizada a 1850°C.

7.6 Propriedades mecânicas das pastilhas

7.6.1 Camada WC Nb-Ni

Nesta seção serão apresentados os resultados das análises físicas e mecânicas realizadas em cada uma das camadas, assim como as realizadas nas pastilhas de dupla camada. É importante ressaltar que os ensaios foram realizados com o mínimo de 3 amostras para cada análise. Na Figura 102 são mostrados os resultados obtidos no ensaio de resistência à compressão das pastilhas de WC.

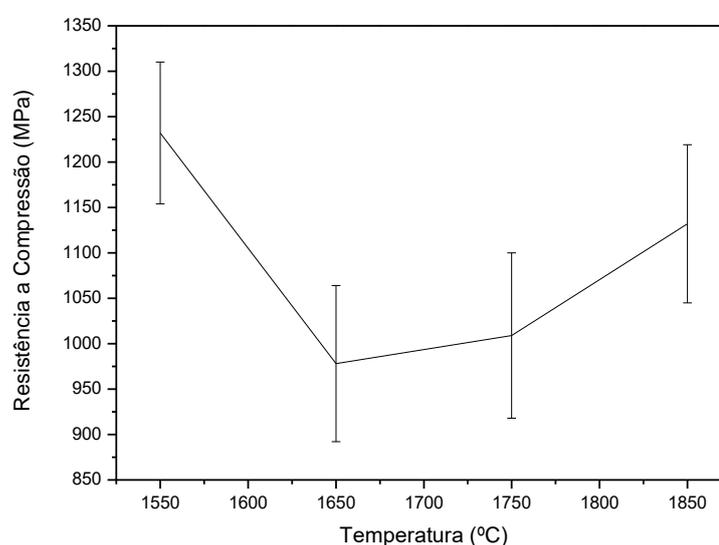


Figura 102: Gráfico relacionando a resistência a compressão da pastilha de WC com a temperatura de sinterização.

Os valores de resistência à compressão alcançados estão dentro do que se encontra na literatura se comparados a compósitos de WC-Co. AIJUN (2016) encontrou valores em torno de 1000MPa. O que surpreende é a tendência a diminuição da resistência com o aumento da temperatura de sinterização. Como já foi dito anteriormente essa diminuição pode estar ligada com a oxidação do Carbono presente no WC e formação de poros devido à essa reação, como foi observado nas micrografias.

Na Figura 103 são apresentados os resultados obtidos no ensaio de compressão, no entanto o que está sendo relacionado é o módulo de elasticidade com

a temperatura de sinterização das amostras. Observa-se que todos os valores são estatisticamente iguais, porém observando a média pode-se notar uma leve tendência de queda com o aumento da temperatura de sinterização. Este fato pode estar atribuído ao mesmo mencionado anteriormente, isto é, a oxidação do carbono.

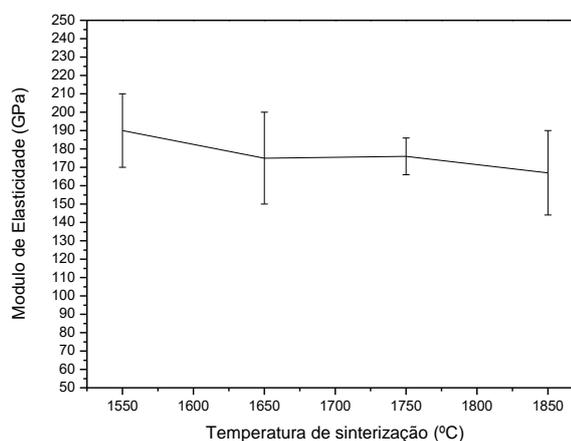


Figura 103: Gráfico relacionando a temperatura de sinterização com o módulo de elasticidade das pastilhas de WC.

7.6.2 Camada de cBN Nb-Ni

Na figura 104 é mostrado o resultado do ensaio de compressão nas pastilhas de cBN.

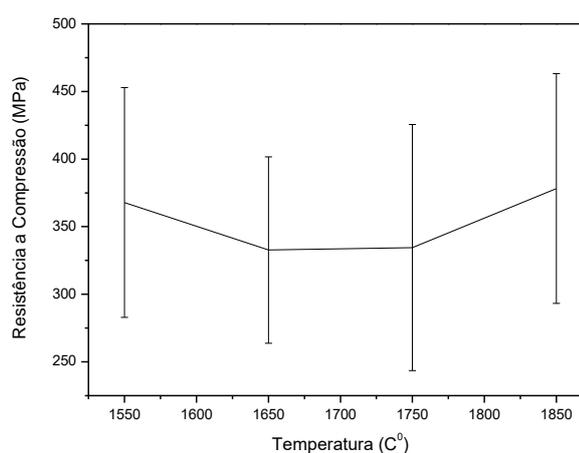


Figura 104: Gráfico relacionando a resistência a compressão da pastilha de cBN com a temperatura de sinterização.

Os resultados do ensaio de compressão para o cBN apresentaram valores abaixo do encontrados na literatura. Barreto (2007) encontrou valores próximos a 800Mpa, porém em seu trabalho a quantidade de cBN na mistura era menor que 70%. No presente trabalho, com uma quantidade tão elevada de cBN, as pastilhas apresentaram uma extrema fragilidade, a ponto de qualquer concentrado de tensão poder provocar uma falha. Neste contexto, acredita-se que o fator responsável pela diminuição da resistência a compressão seja a grande fragilidade das pastilhas de cBN.

Na Figura 105 está sendo mostrado os resultados obtidos com a análise do módulo de elasticidade das pastilhas.

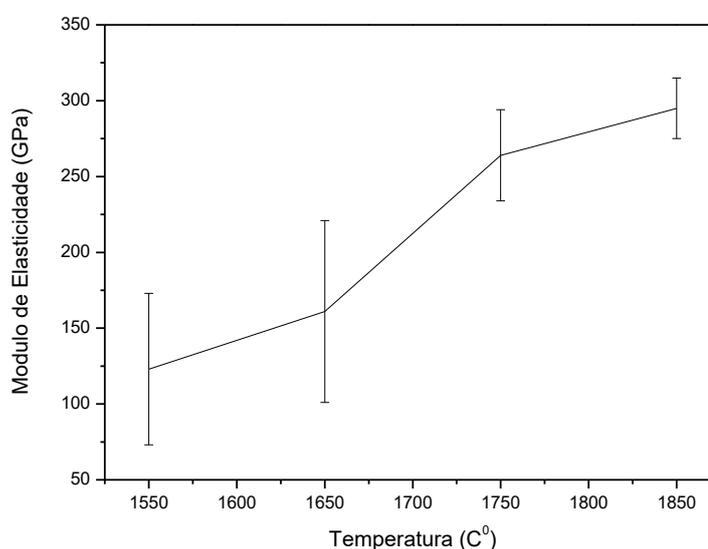


Figura 105: Gráfico relacionando a temperatura de sinterização com o módulo de elasticidade das pastilhas de cBN.

Os valores de módulo de elasticidade apresentados estão dentro dos encontrados na literatura. DUFRAME (2016) encontrou valores para PcBN que variam entre 66 a 365GPa. Comparando com os valores de resistência à compressão pode-se notar que o módulo tende a crescer com o aumento da temperatura de sinterização, enquanto a resistência à compressão permaneceu constante para todas as temperaturas. Pois o módulo de elasticidade está diretamente ligado com as forças

de ligação interatômicas, que está aumentando com a diminuição dos interstícios formados entre os grãos de cBN.

7.6.3 Pastilha de dupla camada cBN/WC ligantes.

Na Figura 106 está sendo apresentado os resultados do ensaio de compressão das pastilhas de dupla camada.

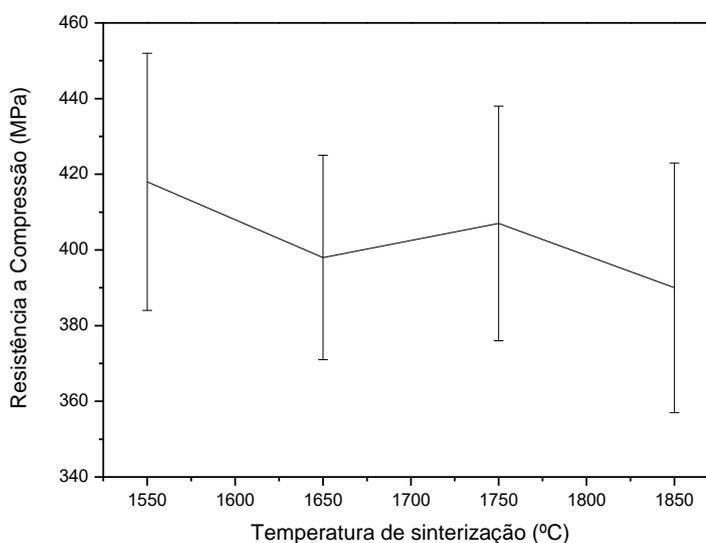


Figura 106: Gráfico relacionando a resistência a compressão das pastilhas de dupla camada com a temperatura de sinterização.

Pode se observar que a resistência à compressão permanece constante para todas as temperaturas e a resistência das pastilhas duplas está muito abaixo dos valores encontrados para o WC, porém estão em linha com os valores da camada de cBN. Acredita-se que os mecanismos de fragilização da camada de cBN foram preponderantes para os baixos valores de resistência à compressão encontrados. No entanto, estes valores mesmo a baixo dos encontrados para o WC, são satisfatórios em se tratando de insertos para usinagem.

Na Figura 107 estão sendo apresentados os valores do módulo de elasticidade relacionado com a temperatura de sinterização das pastilhas de dupla camada.

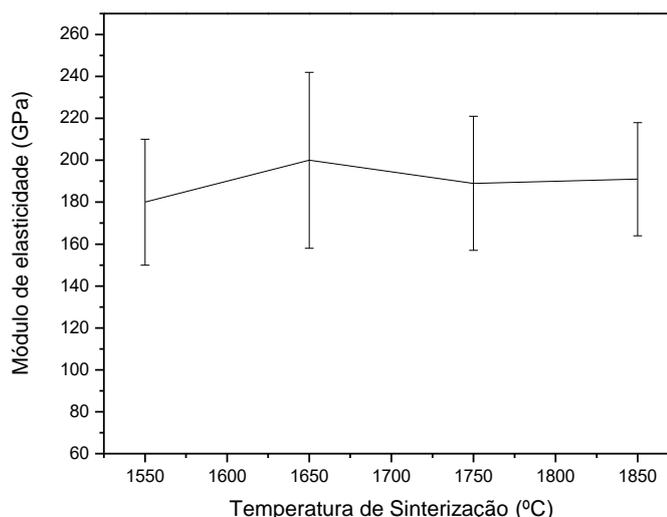


Figura 107: Gráfico relacionando a temperatura de sinterização com o módulo de elasticidade das pastilhas de dupla camada.

Outra vez, os valores encontrados são estatisticamente iguais, e similares aos encontrados para as camadas quando separadas. Não existem valores na literatura que possam ser comparados a estes pois ainda não foram criadas pastilhas duplas com esta configuração.

Os resultados apresentados na Tabela 8 são referentes aos obtidos no ensaio de dureza e tenacidade. 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. Foram realizados 3 indentações em cada amostra, sendo utilizada 3 amostras para cada parâmetro de sinterização.

Tabela 8: Dureza e tenacidade a fratura da camada de WC.

Temperatura de sinterização (C°)	Dureza Vickers (GPa)	Desvio (GPa)	Tenacidade a Fratura (MPa.m ^{1/2})	Desvio (MPa.m ^{1/2})
1550	11	1	13,3	0,5
1650	5,1	0,3	11,8	0,4
1750	6,0	0,9	12,3	0,4
1850	4,4	0,6	12	2

Com os resultados contidos nesta tabela foi construído o gráfico da figura 108.

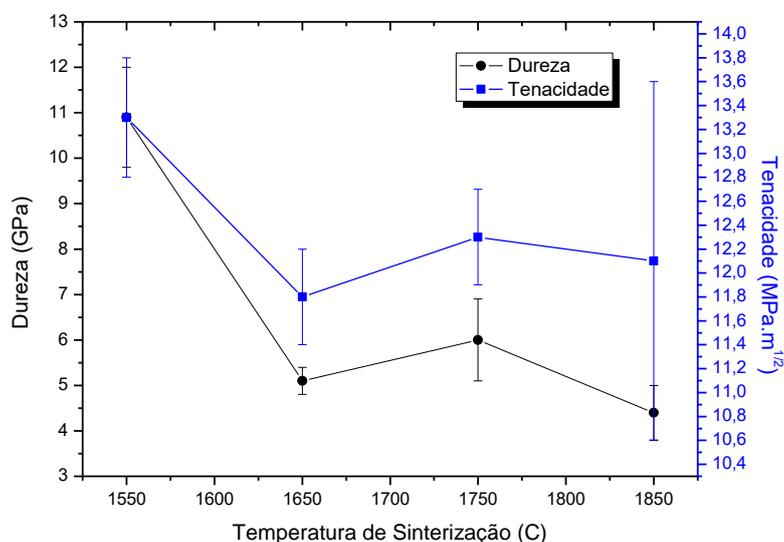


Figura 108: Gráfico relacionando a dureza e tenacidade a fratura com a temperatura de sinterização da camada de WC.

Através dos valores obtidos pode-se observar uma diminuição significativa da dureza com o aumento da temperatura de sinterização. Esses resultados estão em acordo com os apresentados anteriormente. Esta diminuição da dureza pode ser caracterizada pela formação da fase NbNi presente somente nas temperaturas de 1650, 1750 e 1850°C. Além de ficar evidente a influência da porosidade como foi apresentado anteriormente. No entanto, é importante ressaltar que os resultados alcançados para a temperatura de 1550°C, se comparados aos apresentados na literatura, mostram como são promissores os ligantes e a técnica de sinterização utilizada neste trabalho. No trabalho de Yung (2016), os resultados de dureza e tenacidade utilizando o Ni como ligante alcançaram aproximadamente 11 GPa e 13.5 MPa.m^{1/2} respectivamente.

Os resultados de tenacidade à fratura não foram influenciados significativamente pelas novas fases que surgiram em altas temperaturas, pois se trata de um composto intermetálico (NiNb) com ductilidade maior que as fases de cBN e WC.

Na Tabela 9 são apresentados os resultados do ensaio de dureza realizado na camada de cBN das pastilhas duplas.

Tabela 9: Dureza e tenacidade a fratura da camada de cBN.

Temperatura de sinterização (C°)	Dureza Vickers (GPa)	Desvio (GPa)	Tenacidade a Fratura (MPa.m ^{1/2})	Desvio (MPa.m ^{1/2})
1550	43	6	4,2	0,3
1650	17	6	3,2	0,3
1750	38	4	4,3	0,1
1850	40	10	4,1	0,4

Com os resultados apresentados na Tabela 8 foi construído o gráfico apresentado na Figura 109.

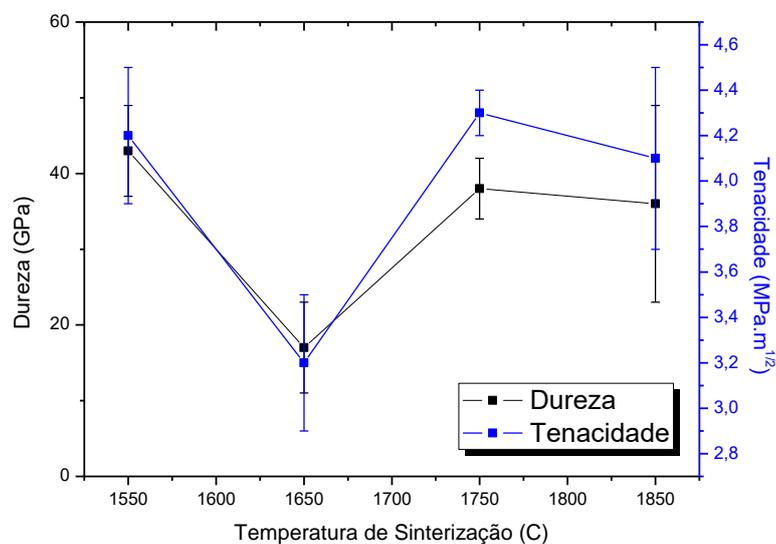


Figura 109: Gráfico relacionando a dureza e tenacidade a fratura com a temperatura de sinterização da camada de cBN.

Os resultados do ensaio de dureza encontrado para a camada de cBN são impressionantes, pois colocam o PcBN sinterizado no seletor grupo dos superpuros o que comprova que ocorreu a sinterização direta dos grãos de cBN (BRITO, 2007). Desta forma, fazendo com que o cBN policristalino tenha dureza muito próxima do cBN monocristalino (VEPREK, 1999). Se comparados aos valores apresentados na

Tabela 1 (BOBROVINITCHII, 2009), pode-se perceber que mesmo para quantidade de cBN superiores a 95%, a dureza encontrada aqui foi superior a encontrado por outros pesquisadores. Este fato está ligado diretamente aos parâmetros e aos ligantes utilizados na sinterização, neste ponto ressaltando ainda mais os ligantes Nb-Ni, pois a sinterização em HPHT do cBN foi realizada nestes outros trabalhos. Em relação ao desenvolvimento da tecnologia de sinterização aos ligantes utilizados e os parâmetros este trabalho gerou uma patente (FILGUEIRA, 2016)

Os resultados de tenacidade estão dentro do esperado para uma pastilha cerâmica, valores abaixo do encontrado para a camada de metal duro, porém ainda assim satisfatórios.

Os últimos ensaios de dureza foram realizados na interface entre as camadas de cBN e WC, os resultados estão apresentados na Tabela 9 e no gráfico da Figura 110.

Tabela 10: Resultados de dureza e tenacidade a fratura das regiões interfaciais pastilhas duplas.

Temperatura de sinterização (C°)	Dureza Vickers (GPa)	Desvio (GPa)	Tenacidade a Fratura (MPa.m ^{1/2})	Desvio (MPa.m ^{1/2})
1550	17	3	6,4	0,3
1650	16	2	6,8	0,3
1750	15	3	5,9	0,1
1850	25	1	6,9	0,4

Comparando os valores de dureza para as diferentes temperaturas, observa-se que para as três primeiras temperaturas a dureza permanece constante, diferente do que acontece para a temperatura de 1850°C em que dureza tem um salto significativo. Este ganho de dureza pode estar atrelado ao gradiente de difusão que ocorreu na sinterização desta temperatura, fazendo com que ocorra uma zona mista de cBN/WC mais intensa que a ocorrida para as outras temperaturas.

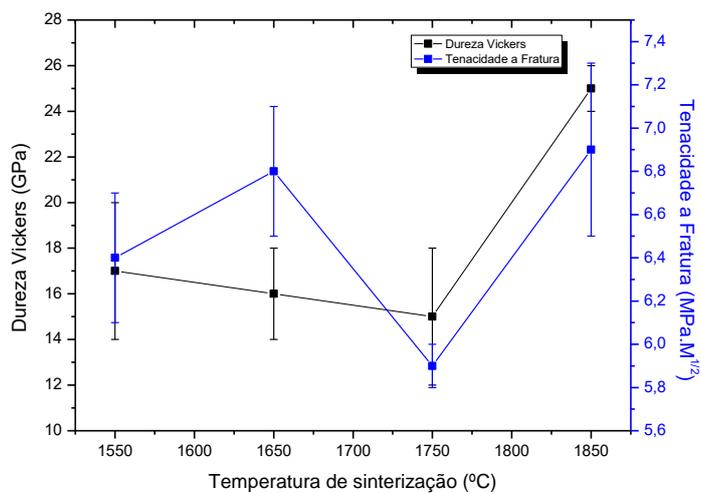


Figura 110: Gráfico relacionando a dureza e tenacidade a fratura com a temperatura de sinterização das pastilhas de dupla camada.

7.7 Ensaio De Usinagem

7.7.1 Análise do material a ser usinado.

O aço utilizado nos ensaios de usinagem apresenta microestrutura ferrítica perlítica, não temperado, com dureza de 43HRC. A microestrutura do aço é apresentada na Figura 111.

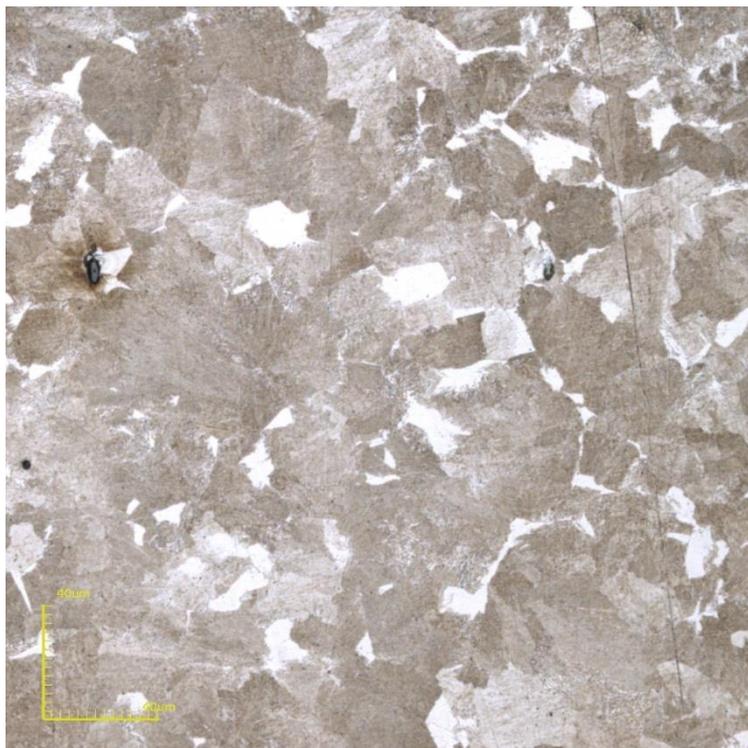


Figura 111: Micrografia do aço AISI 4140 utilizado no ensaio de usinagem.

7.7.2 Ensaio com as Pastilhas de WC

O ensaio de usinagem foi realizado em um tarugo de aço AISI 4140, com 250mm de comprimento por 71mm de diâmetro. Para cada temperatura de sinterização foram submetidas três amostras, e é importante ressaltar que as pastilhas não foram afiadas. Os parâmetros de usinagem utilizados foram: velocidade de corte 100m/min, avanço de 0,2mm/rev. e profundidade de corte de 0,2mm - o ensaio foi realizado sem refrigeração. Para o desenvolvimento deste ensaio foram admitidos três critérios de fim de vida das ferramentas: desgaste de flanco máximo $VB_{max} = 0,30$ mm, ou rugosidade máxima da superfície usinada $Ra = 6,3\mu m$, ou falha catastrófica da ferramenta.

As primeiras análises foram realizadas nas pastilhas de WC sem a camada de cBN, com o objetivo de comparar com os resultados obtidos com as pastilhas de dupla camada. Na figura 112 estão apresentados os resultados obtidos com os ensaios de usinagem realizados nas pastilhas de WC.

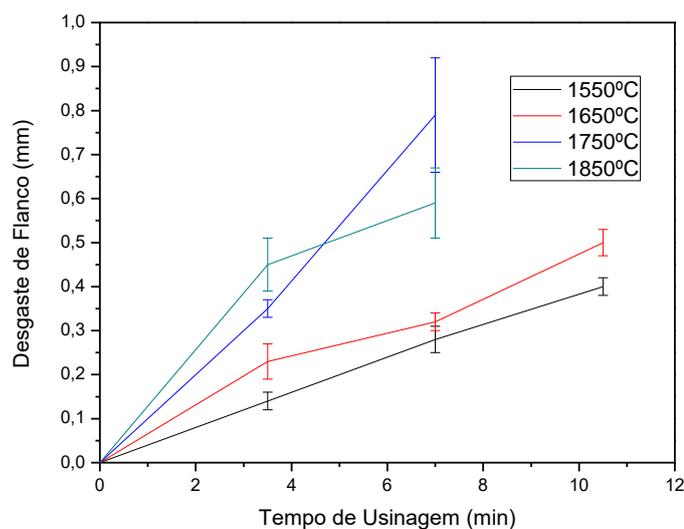


Figura 112: Gráfico relacionando o desgaste de flanco com o tempo de usinagem para as pastilhas de WC sinterizadas nas diferentes temperaturas.

Pode-se observar que os melhores resultados foram alcançados para as pastilhas sinterizadas a 1550°C seguida das pastilhas sinterizada a 1650°C. Perceber-se uma tendência de diminuição da vida útil da ferramenta com o aumento da temperatura de sinterização, isto já poderia ser previsto analisando os resultados anteriores de densificação e principalmente dureza. Atribui-se a esses resultados a formação de poros em altas temperaturas e a maior formação do intermetálico NiNb.

As amostras sinterizadas a 1550°C obtiveram em média vida útil maior que 7 minutos de corte, esses valores são considerados altos se comparada a outros trabalhos encontrados na literatura. Por exemplo, o trabalho de Sawka (2016) utilizando pastilhas de metal duro recoberto por alumina, usinando um aço carbono C45, em um único passe (~3min) chegou a alcançar 2,4 mm de desgaste de flanco. O artigo não deixa claro quanto a continuação do ensaio.

Analisando a rugosidade da superfície do aço depois de cada passe foi construído o gráfico da Figura 113.

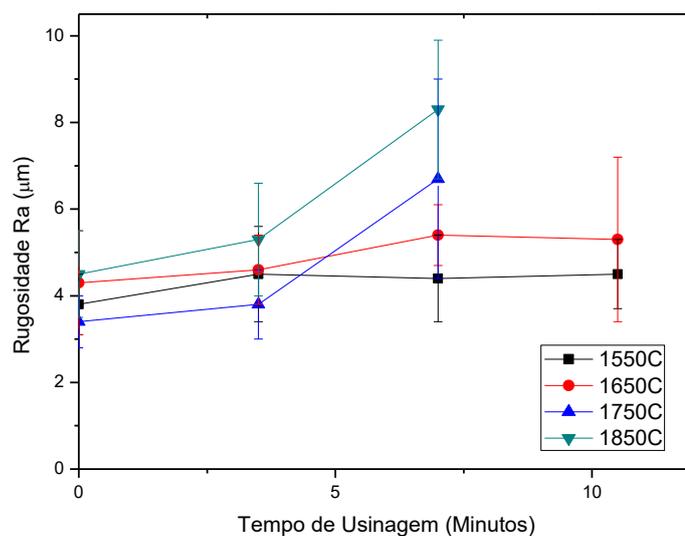


Figura 113: Gráfico relacionando a rugosidade da superfície usinada de um aço 4140, com o tempo de usinagem das pastilhas de WC.

A rugosidade da superfície usinada foi um dos critérios de fim de teste adotados nesse trabalho. Observando a figura pode-se perceber que esse critério seguiu os resultados alcançados para o desgaste de franco das pastilhas. Em nenhum momento foi um critério limitante para o fim da vida útil das pastilhas. É importante ressaltar que nem sempre o R_a está diretamente relacionado com o desgaste de flanco.



Figura 114: Fotos dos cavacos produzidos na usinagem do aço 4140 pela pastilha de WC.

Analisando a forma do cavos pode-se perceber um cavado descontínuo e helicoidal. 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 fluido 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 cabe aqui realizar uma profunda análise do formato do cavaco, pois este formato está muito mais ligado a geometria da ferramenta do que com o material que a compõe. No presente estudo, a geometria da ferramenta não foi trabalhada. No entanto, pressupõe-se que os bons resultado alcançados no acabamento do aço usinado estão ligados a capacidade de corte da pastilha, e esta depende da forma do cavaco retirado.

A Figura 115 apresenta aspectos da pastilha antes e depois do ensaio de usinagem, tanto da aresta de corte quanto da superfície de folga.

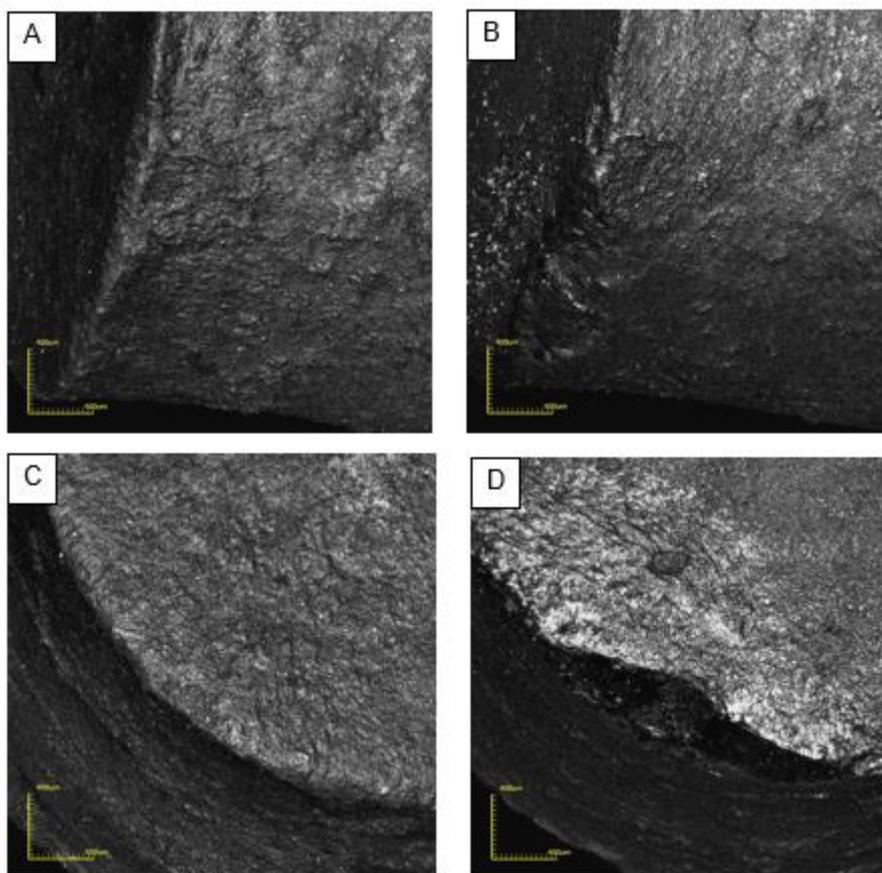


Figura 115: Fotos das pastilhas de WC sinterizada a 1550°C. A- Superfície de folga antes da usinagem; B- Superfície de folga Depois de 8 minutos de corte; C- Superfície de saída antes da Usinagem; D- Superfície de saída depois de 8 minutos de usinagem.

Pode-se observar um aspecto grosseiro nas pastilhas mesmo antes do ensaio pois as mesmas em nenhum momento tiveram a superfície preparada para corte ou afiamento. O desgaste de flanco foi medido utilizando essas micrografias com auxílio do CONFOCAL, desta maneira pode-se ter com precisão em cada passe usinado.

7.7.3 Ensaio com as Pastilha de cBN

Seguindo os mesmos parâmetros utilizados para o ensaio descrito no item anterior, foi realizado o ensaio nas pastilhas de cBN, os resultados obtidos para a análise do desgaste de flanco estão sendo demonstrados na Figura 116.

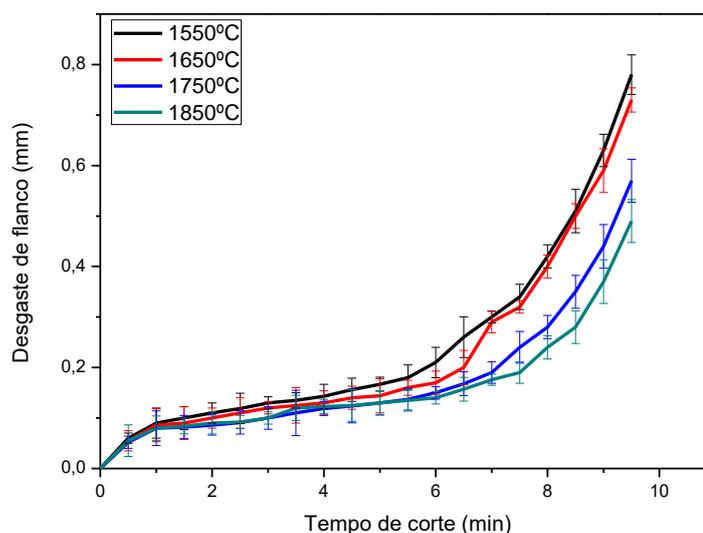


Figura 116: Gráfico relacionando o desgaste de flanco das pastilhas de cBN com o tempo de corte.

Esses resultados mostram que com o aumento da temperatura de sinterização existe uma diminuição do desgaste da pastilha com o tempo de usinagem. Confirmando assim os resultados das análises anteriores, que mostraram que as pastilhas sinterizadas a maiores temperaturas possuem menos poros e são mais densas. Porém os resultados encontrados para as pastilhas sinterizadas a 1750 e 1850°C não obtiveram diferenças estatísticas significativas. Os resultados similares encontrados para 1750°C e 1850°C podem ser explicados pela formação de hBN, pois, como mostram os resultados de FT-IR existe uma maior formação deste para a temperatura de 1850°C. Desta forma, mesmo que continue ocorrendo andamento da sinterização e um maior fechamento dos poros para 1850°C, a formação de hBN interfere negativamente nas propriedades das pastilhas.

A Figura 117 mostra o resultado obtido para a análise da rugosidade da superfície usinada. Como já foi dito anteriormente, a rugosidade superficial não tem uma ligação direta com o desgaste da ferramenta de corte. Desta forma é importante ressaltar que em nenhum momento a rugosidade alcançada superou o valor limite de 6,3 μm (critério de fim de teste).

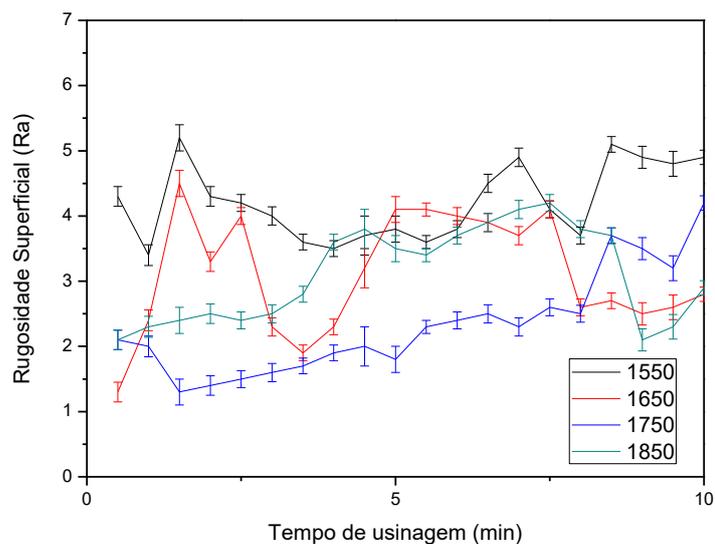


Figura 117: Gráfico relacionando a rugosidade (Ra) com o tempo de usinagem das pastilhas de PcBN, para as pastilhas sinterizadas nas diferentes temperaturas.

Na imagem da Figura 118 pode ser observado os cavacos formados durante a usinagem. Os cavacos produzidos foram cavacos contínuos e em fitas. Segundo Ferraresi (1970), esses cavacos podem ser prejudiciais, principalmente quando produzidos em locais pequenos. Por outro lado, cavacos contínuos são defendidos por alguns autores como benéficos para o acabamento superficial (STEMMER 2005).

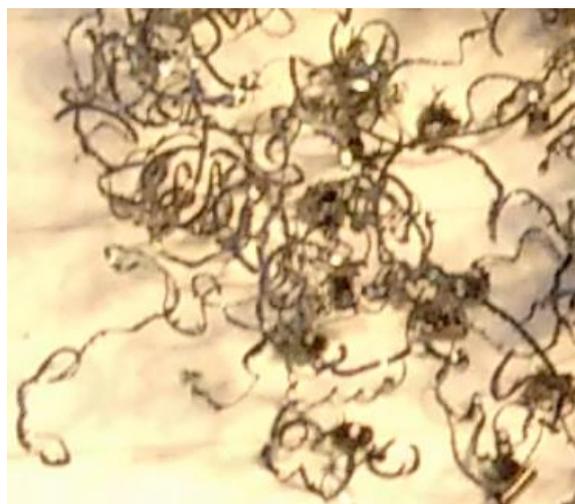


Figura 118: Foto do cavaco produzido na usinagem do aço 4140 pela pastilha de PcBN.

Por fim, na Figura 119 é apresentado as imagens das pastilhas de cBN antes e depois do processo de usinagem, onde pode ser observado no flanco da pastilha um processo de lascamento, isto é, uma fratura frágil além do processo de desgaste abrasivo. A quebra da pastilha fica mais evidente na imagem da superfície de saída (Figura 119 D).

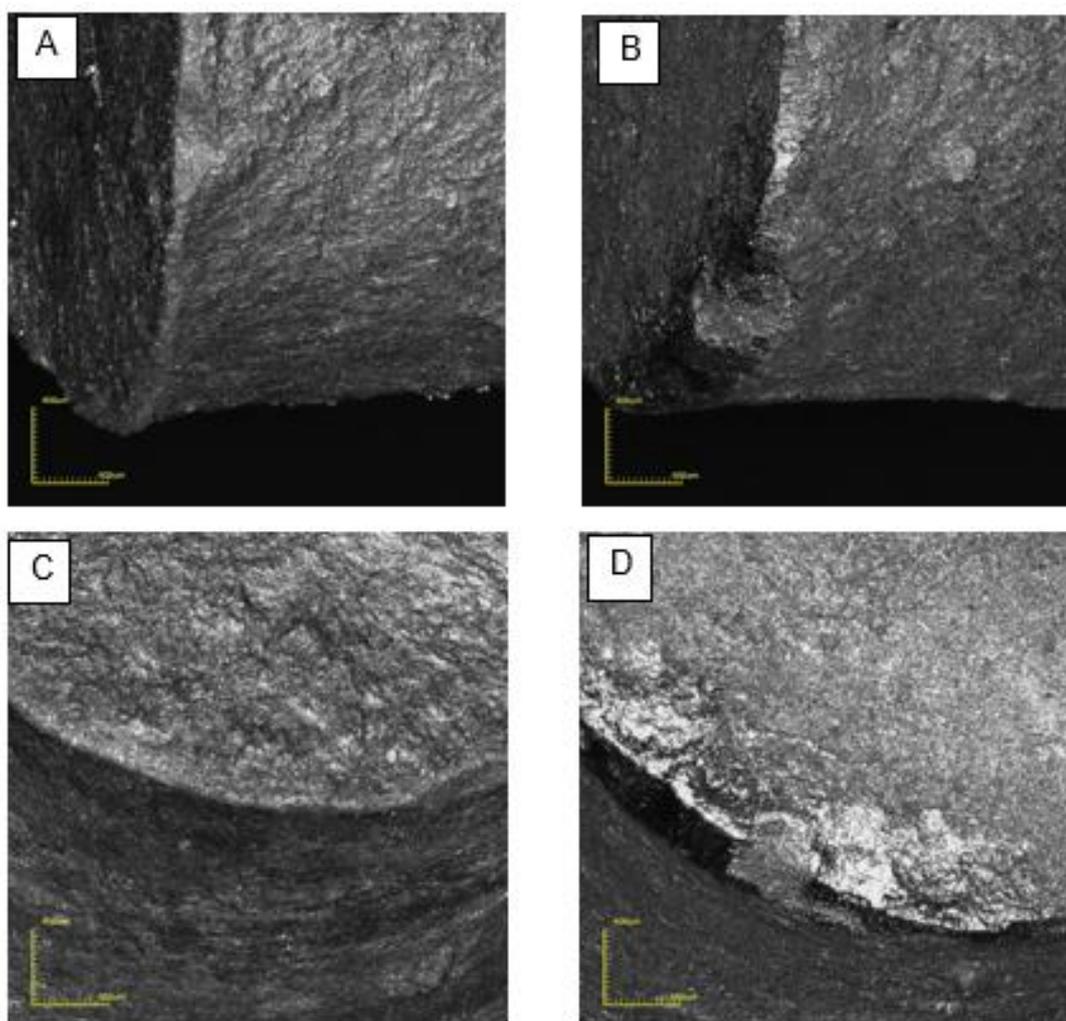


Figura 119: Fotos das pastilhas de PcBN sinterizada a 1550°C. A- Superfície de folga antes da usinagem; B- Superfície de folga Depois de 8 minutos de corte; C- Superfície de saída antes da Usinagem; D- Superfície de saída depois de 8 minutos de usinagem.

7.7.4 Ensaio de Usinagem Nas Pastilhas Duplas

O último ensaio realizado nas pastilhas foi o ensaio de usinagem utilizando as pastilhas duplas, onde o cBN foi utilizado como parte cortante da ferramenta e o WC como parte suporte. Os resultados de desgaste de flanco são apresentados na Figura 120.

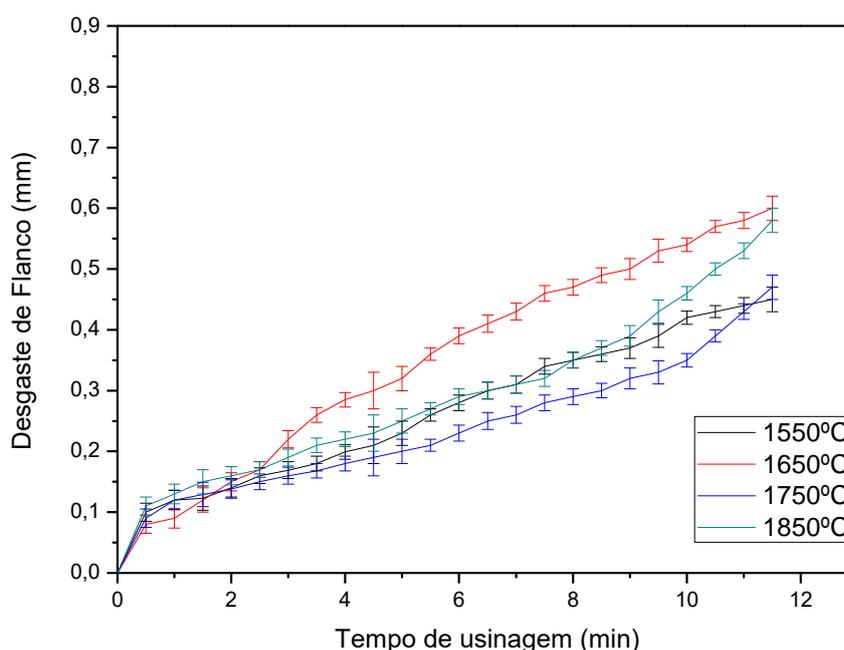


Figura 120: Gráfico relacionando o desgaste de flanco das pastilhas de cBN com o tempo de corte.

Pode-se observar valores muito próximos aos que foram encontrados para as análises realizadas nas pastilhas de cBN sem acamada de WC. Porém, cabe aqui ressaltar que o objetivo da camada de WC é aumentar a vida útil das ferramentas no que tange a fraturas frágeis devido a impactos sofridos durante a usinagem. E quanto a este fato, ressalte-se que não foi observado pastilhas (de dupla camada) fraturadas durante o ensaio de usinagem.

Comparando com os valores apresentado por WENPING, (2005), e MITSUBISHI 2016, os resultados aqui apresentados tanto de desgaste de flanco como da rugosidade da superfície usinada, mostram-se promissores. Cabendo ressaltar que

as pastilhas utilizada neste trabalho são pastilhas não recobertas, em contraste com as apresentas tanto por Wenping, (2005).

Na Figura 121 está sendo apresentado as análises de rugosidade obtidas na superfície usinada do aço 4140.

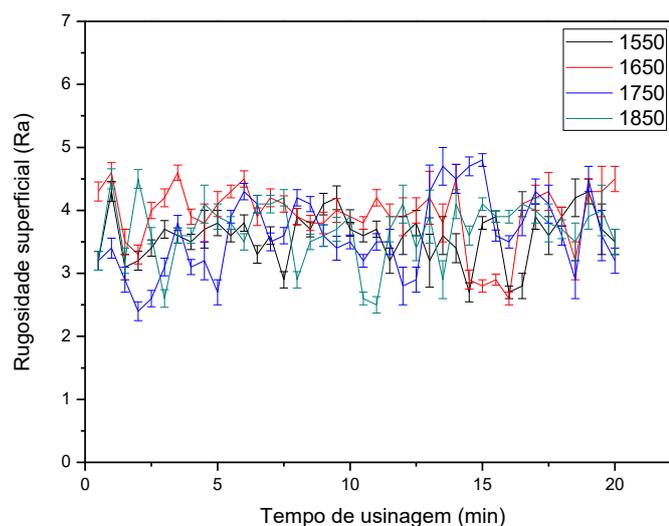


Figura 121: Relação entre a rugosidade (Ra) da superfície usinada de um aço 4140 com o tempo de usinagem, para as diferentes pastilhas.

Outra vez os parâmetros de fim de teste não foram alcançados em nenhum estágio do ensaio. Mostrando, desta maneira, que mesmo sem nenhum tipo de afiação, as pastilhas tiveram um bom desempenho em relação ao acabamento superficial. Sabemos que esses valores podem ser significativamente melhorados com melhorias realizadas na geometria das pastilhas.

A grande variação dos resultados apresentados nesta análise são característicos, pois nem sempre ocorre uma relação direta entre acabamento superficial e desgaste das pastilhas. O acabamento também pode estar relacionado à outros fatores, como, formação de cavaco, força de corte e temperatura de usinagem.

Na Figura 122 são observados aspectos da pastilha, onde pode ser visto o desgaste de flanco. Em todo o trabalho, o desgaste de flanco foi utilizado como base para a análise dos ensaios de usinagem e todo o desgaste foi medido através de microscopia ótica confocal a laser.

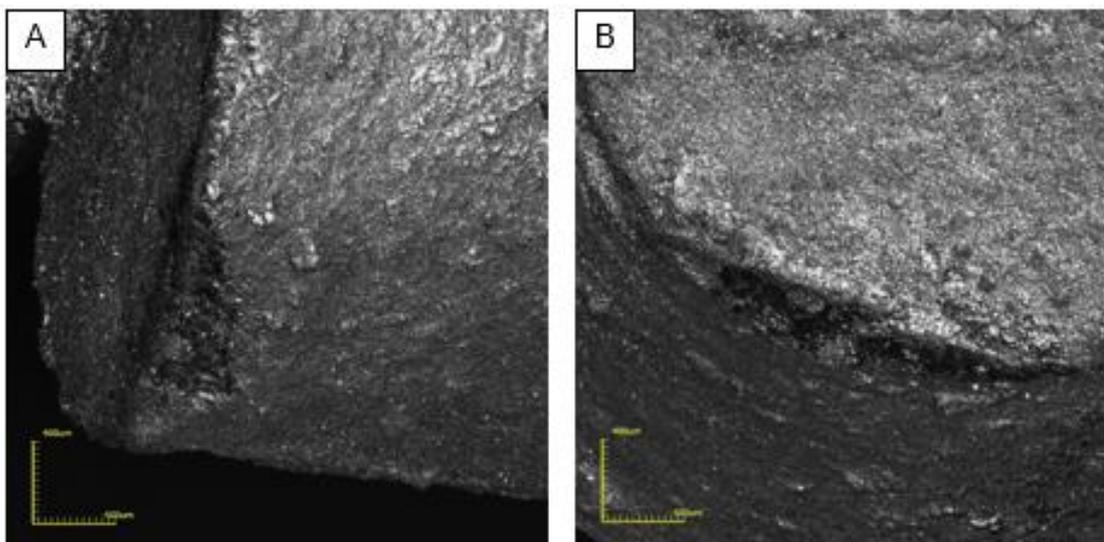


Figura 122: Fotos da pastilha de dupla camada sinterizada a 1750°C. A- Superfície de folga Depois de 10 minutos de corte; B- Superfície de saída depois de 10 minutos de usinagem.

A Figura 123 mostra os cavacos gerados no processo de usinagem com as pastilhas duplas.



Figura 123: Fotos dos cavacos produzidos na usinagem do aço 4140 pela pastilha de dupla camada sinterizada a 1550°C.

Como pode ser observado o cavaco gerado tem aspecto descontínuo e helicoidal. Segundo Ferraresi (1970) esse é o melhor tipo possível de cavaco que favorece tanto o acabamento quanto aumenta a vida útil da ferramenta.

CONCLUSÕES

Através da análise dos resultados obtidos, pode-se concluir que a metodologia proposta para a fabricação de pastilhas de dupla camada foi satisfatória, atendendo as demandas da indústria metal mecânica.

No desenvolvimento do ligante utilizado, foram utilizadas três composições de Nb com 10, 20 e 30% de Ni, sendo alcançada as melhores propriedades para a composição com 10% em Ni. Entre as propriedades alcançadas estão:

- Dureza de até 330HV, para um ligante utilizado na sinterização de uma pastilha de usinagem. A dureza é um parâmetro muito importante, pois o desgaste da ferramenta está diretamente ligado com sua dureza.
- Densificação próxima de 99% para as amostras com 10% de Ni. A alta capacidade de sinterização foi responsável pela alta densificação das pastilhas de cBN.
- Por fim, a utilização do Nb como ligante alcançou as expectativas, promovendo uma excelente sinterabilidade do cBN, como pode ser observado nas micrografias, além de permitir boa ligação entre as duas camadas, WC/cBN.

A camada de WC teve como objetivo diminuir os efeitos de concentradores de tensão, proporcionando um aumento da vida útil das ferramentas, minimizando os mecanismos de quebra por fratura. As principais propriedades a se destacar desta camada foram as seguintes:

- Alta densificação, principalmente para a temperatura de 1550°C, chegando a 98,5%. As altas sinterizações encontradas demonstraram que os ligantes e os parâmetros de sinterização foram eficientes.
- Por meio das análises micrográficas realizadas pode-se perceber uma excelente sinterização dos grãos de WC, além de uma boa percolação do ligante. Este fato é muito importante, pois demonstra que o Nb-Ni podem ser um bom substituto para o Co na fabricação de metal duro.
- O WC-Nb-Ni apresentou boa combinação de dureza e tenacidade, chegando a alcançar 10,9 GPa na escala Vickers de dureza, e 13,3MPa.m^{1/2} de tenacidade a fratura.

A camada de corte constituída de cBN teve como objetivo aumentar a vida útil das ferramentas minimizando os mecanismos de desgaste, principalmente por apresentar alta dureza. As principais propriedades analisadas na camada de cBN foram:

- Dureza na faixa de 40GPa, o que coloca o PcBN dentro do seletto grupo dos materiais superduros. Este alto valor de dureza ganha um destaque grande pois se trata de um sinterizado de grãos de cBN com 10% de ligante (Nb-Ni). É importante ressaltar que a dureza é uma das principais propriedades requeridas em se tratando de pastilhas de usinagem.
- Além disso, também apresentou boa resistência ao desgaste quando submetido em usinagem apresentando vida útil de até 7 minutos.

Por fim, o grande desafio que seria sinterizar as duas camadas ao mesmo tempo foi superado, as ligações das camadas foram excelentes e este fato pode ser atribuído principalmente aos ligantes utilizados, Nb e Ni.

As pastilhas duplas foram satisfatoriamente sinterizadas, suas propriedades alcançadas e em alguns momentos superaram as expectativas. A metodologia inovadora juntamente com os ligantes, nunca antes utilizados com essa finalidade, foram os responsáveis por todo o êxito deste trabalho.

As pastilhas apresentaram bom desempenho na usinagem, chegando a alcançar algo perto de 10 minutos, cabe ressaltar que as pastilhas não foram recobertas. Estes resultados demonstram que a metodologia proposta foi eficiente na fabricação de pastilhas duplas cBN/WC.

9. Referências Bibliográficas

AIJUN, L., NING L., Effect of WC-Co granules on mechanical properties and microstructure of Ti(C,N)-based cermets. *Ceramics International* 42 (2016) 15274–15284.

AMORIM, H. J., Estudo da relação entre velocidade de corte, desgaste de ferramenta, rugosidade e forças de usinagem em torneamento com ferramenta de metal duro. Dissertação de mestrado. UFRGS, 2002.

ANDRZEJ, M., KONRAD, C., MARCIN, R., Microstructure of the cBN/WC6Co composite produced by the pulse plasma sintering (PPS) method., *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 50 (2015) 197–203.

BAGNATO, V. S., RODRIGUES, V., Mechanical model for the electro-conductivity in metals: temperature effects). *Revista Brasileira de Ensino de Física*, v. 28, n. 1, p. 35 - 39, (2006)

BARRY, J., AKDOGAU, G., SMYTH, P. et al, Application areas for pcBN materials. In: *International Industrial Diamond Conference*, Barcelona, Spain, (2005).

BILGE, Y., HASAN, M., Spark plasma sintering of Co–WC cubic boron nitride composites., *Materials Letters* 63 (2009) 1041–1043.

BINGMIN, Y., XIAOPENG J., CHAO, F. , NING, C., YADONG, L., SHISHUAI, S., HONG-A. M., The effect of phosphorus and nitrogen co-doped on the synthesis of diamond at high pressure and high temperature, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 54 (2016) 309–314

BOBROVNITCHI, G.S, Apostila: Materiais Superduros e Sua Tecnologia. Revisada e Corrigida Pelo Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais UENF em (2015).

BOBROVNITCHII, G., SKURY, A. L. D., FILGUEIRA, M., TARDIM, R.C., 2009, PASTILHAS DE cBN PARA APLICAÇÃO EM USINAGEM DE AÇOS TEMPERADOS, V Congresso Brasileiro De Engenharia De Fabricação 14 a 17 de abril de 2009 - Belo Horizonte - Minas Gerais – Brasil.

BRIDGMAN, P. W. Recent Work in the Field of High Pressures, *Reviews of Modern Physics*, 18 (1), (1946).

Brito, F., Gomes, M., Katarine, F., Lourenço, Magner, J. (2007) Um Estudo Teórico Sobre a Sinterização na Metalurgia do Pó. Departamento de Tecnologia Industrial – CEFET-RN. 23.

BUNDY, F. P., Ultra-high Pressure Apparatus. Physics Reports, Amsterdam, CIMM, (1998).

CLARK, I.E., BEX P.A. The use of PCD for petroleum and mining drilling. Industrial Diamond Review, v. 59, p. 43-49, 1999.

Cong Maoa,b, Xiaoli Suna, Han Huang, Chengwei Kang, Mingjun Zhanga, Yueqin Wub Characteristics and removal mechanism in laser cutting of cBN–WC–10Co composites., Journal of Materials Processing Technology 230 (2016) 42–49.

D., CALLISTER Jr., W., RETHWISCH, G.. Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução, 8ª edição. LTC, VitalBook file, (2012).

DER-LIANG YUNG, MAKSIM ANTONOV, RENNO VEINTHAL, IRINA HUSSAINOVA,. Wear behaviour of doped WC–Ni based hardmetals tested by four methods. Wear 352-353 .171–179, 2016.

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.

DUFRAME, W.L., CERVANTE, O., ELLSWORTH, F., and KURTZ, J. O., Diamond & Related Materials. 62 (2016) 30-41.

E.O. Ezugwu., R.B. Da Silva., J. Bonney., A´.R. Machado., Evaluation of the performance of CBN tools when turning Ti–6Al–4V alloy with high pressure coolant supplies., International Journal of Machine Tools & Manufacture 45 (2005) 1009–1014.

E.O. Ezugwu., R.B. Da Silva., J. Bonney., A´.R. Machado., Evaluation of the performance of CBN tools when turning Ti–6Al–4V alloy with high pressure coolant supplies. International Journal of Machine Tools & Manufacture 45 (2005) 1009–1014.

Eremets, M.I., Takemura, K., Yusa, H., Golberg, D., Blank, V.D., Sato, Y., et al. Disordered state in first order phase transitions: hexagonal-to-cubic and cubic-to-hexagonal transitions in boron nitride. Phys Rev B Condens Matter Mater Phys 1998;57:5655–60

FARIA, J. C., Estudo da usinagem em torneamento da superliga a base de níquel nimonic 80ª. Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Materiais, 2007.

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

Fukunaga O., S. Takeuchi., Growth mechanism of cubic BN using Li₃BN₂ solvent under high pressure., Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials 55 (2016) 54–57.

GAVITO, D.G. Cutting mechanics modeling for polycrystalline diamond compacts and extension to the drill bit, PhD Dissertation, University of Tulsa, Tulsa, 217p, 1998.

Guimarães, L.M. (2013) Estudo do processo de síntese do nitreto cúbico de boro – cBN utilizando Mg como catalisador. Dissertação (mestrado em engenharia e ciência dos materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. http://www.cimm.com.br/portal/noticia/exibir_noticia/2462-respeitando-a-vida-util-das-ferramentas, 18/03/2016.

http://www.mitsubishicarbide.net/contents/mht/pt/html/product/technical_information/grade/turning/coatedcbn.html (05/03/2016).

http://www.sandvik.coromant.com/pt-pt/knowledge/materials/cutting_tool_materials/polycrystalline_cubic_boron_nitride?Country=br (05/03/2016)

Huiyong Rong., Zhijian Peng., Xiaoyong Ren., Chengbiao Wang., Zhiqiang Fu., Longhao Qi., Hezhuo Miao., Microstructure and mechanical properties of ultrafine WC–Ni–VC–TaC–cBN cemented carbides fabricated by spark plasma sintering., Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials 29 (2011) 733–738.

J. Angseryd., M. Elfving., E. Olsson., H.-O. Andrén., Detailed microstructure of a cBN based cutting tool material. Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27 (2009) 249–255.

J.C. Garrett., I. Sigalas., M. Herrmann., E.J. Olivier., J.H. O’Connell., CBN reinforced Y- α -SiAlON composites. Journal of the European Ceramic Society 33 (2013) 2191–2198.

J.M. Tarragó, C. Ferrari, B. Reig, D. Coureaux, L. Schneider, L. Llanes., Mechanics and mechanisms of fatigue in a WC–Ni hardmetal and a comparative study with respect to WC–Co hardmetals. International Journal of Fatigue 70 - 252–257, 2015.

JENNINGS, M., “Amorite, The First Fifteen Years”, IDR., n. 55, v. 567, pp. 151-153, 1995.

JUNIOR, J.S., RAMALHO, A.M., BOBROVNITCHII, G.S., Transformação do nitreto hexagonal de boro em nitreto cúbico de boro com o catalisador magnésio; Revista Matéria, v. 13, n. 2, pp. 258 – 266, 2008.

KURDYUMOV, V. A. et al. (1994) As modificações polimórficas do carbono e nitreto de boro. Moscou: Metallurgic, 320 p.

Luz, A. P., Pandolfelli, V. C., Performance of the antioxidants in carbon containing refractories), Cerâmica 53 (2007) 334-344.

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

MCKIE, A., WINZER, J., SIGALAS, I., HERRMANN, M., WEILER, L., Mechanical properties of cBN–Al composite materials., Ceramics International 37 (2011) 1–8.

Monteiro, C. A. O. (2012) Obtenção e caracterização de materiais superduros a partir de sinterização de wbn e aditivos em altas pressões e altas temperaturas. Dissertação (mestrado em engenharia e ciência dos materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro.

Noberto Moro,, Andre Paegle Aura., Processo de fabricação Metalurgia do Pó, CEFET_SC, 2007.

O. Osipov, G. Bobrovnitchii, M. Filgueira,. Uma contribuição ao estudo da sinterização de estado sólido do diamante (A contribution to the study of the diamond solid state sintering),. Cerâmica 49 (2003) 151-157

PEÇANHA Jr., LUIZ ANTÔNIO FONSECA., Sinterização de compósitos tib2 - aln via plasma pulsado aplicado a ferramenta de corte. Tese apresentas ao PPGCM-UENF, 2013.

Ran Lv., Jin Liu., Yongjun Li., Sicheng Li., Zili Kou., Duanwei He., High pressure sintering of cubic boron nitride compacts with Al and AlN., Diamond & Related Materials 17 (2008) 2062–2066.

RANGEL, J.J.A.; MONTEIRO, S.N.; BOBROVNITCHII, G.S.; SKURY, A.L.D.; Características microestruturais do diamante carbonado produzido com grafite brasileiro. Revista Matéria, v. 13, n. 1, pp. 162 – 170, 2008.

RODRIGUES, M.F., BOBROVNITCHII, G.S., QUINTANILHA, R., CÂNDIDO, R., SILVA, G., FILGUEIRA, M., Sinterização da Liga WC/10Co Por Altas Pressões. Revista Matéria, v. 11, n. 3, pp. 174 – 180, 2006.

Rosemar B. da Silva., Álisson R. Machado., Emmanuel O. Ezugwu., John Bonney., Wisley F. Sales., Tool life and wear mechanisms in high speed machining of Ti–6Al–4V alloy with PCD tools under various coolant pressures. *Journal of Materials Processing Technology* 213 (2013) 1459– 1464.

Sawka, A., Kwatera, A., Woźnicki, A., Zasadziński, J., Cemented carbide cutting tools life with nanocrystalline Al₂O₃ layer deposited by MOCVD., *archives of civil and mechanical engineering* 16 (2016) 351–364.

SCOTT, D.E. The history and impact of synthetic diamond cutters and diamond enhanced inserts on the oil and gas industry. *Industrial Diamond Review*, n. 1, p. 48, 2006.

Shonhiwa, A.T. Alumina - cubic boron nitride composite materials, Ph.D. Thesis, University of Witwatersrand, Johannesburg, p, (2008).

Silva, L. R., Coelho, R.T., Catai, R.E. (2004) Desgaste de ferramentas no torneamento com alta velocidade de corte da superliga “waspaloy”. *Revista Escola de Minas, Ouro Preto*, 57(2):p.109-114.

Simões, D.G.; De Lazzari, C.P.; Cintho, O.M.; Capocchi, J.D.T. SÍNTESE DE CARBETO DE NIÓBIO POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, 2012.

Soares., Sergio Renato da Silva., Sinterização de TiB₂ em altas pressões, Tese apresentada ao PPGCM, UFRGS, 2003.

SOUSA., ANDRÉA GONÇALVES., Estudo da viabilidade de fabricação de ferramenta de corte em cerâmica baseada em alumina-titânia reforçada com óxido de lantânio. Dissertação apresentada ao UFPE, (2013).

Souza, A. J., Processo de Fabricação por Usinagem, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Departamento de Engenharia Mecânica, 2011.

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

Sumiya, K., Harano, Y., Ishida Mechanical properties of nano-polycrystalline cBN synthesized by direct conversion sintering under HPHT H., *Diamond & Related Materials* 41 (2014) 14–19

Teles, J. M., Torneamento de Ferro Fundido Nodular Ferritizado com Nióbio Utilizando Ferramentas de Metal Duro. Dissertação apresentada ao curso de pós-graduação em Engenharia Mecânica da UFI, 2007.

Trent, M. C., Wright, P. K., Metal cutting principles – 4th edition, Butterworth Heinemann, USA, 2000.

Uhlmann, E., Braeuer, G., Wiemann, E., Keunecke, M. cBN Coatings and cutting tools. Technical University Berlin. Institute for Machine Tools and Factory Management, (2009).

Valpassos, J.M., Ramalho, A.M., Bobrovnitchi, G.S., Monteiro, S.N. (2007) Sinterização de pastilhas de nitreto cúbico de boro utilizando como ligantes compostos de titânio. *Revista Matéria*. v. 12, nº 03. 438-445p.

Valpassos, J.M., Ramalho, A.M., Bobrovnitchi, G.S., Monteiro, S.N. (2007). Estudos preliminares da sinterização do nitreto de boro empregando ligantes à base de titânio. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*. v. 4, nº 02. 12-16p.

Veprek, S. (1999) "The Search for Novel, Superhard Materials", *Journal Vacuum Science Technology*, A 17(5), pp. 2401-2420.

W. Grzesika., P. Kiszka., D. Kowalczyk., J. Rech., Ch. Claudin., Machining of nodular cast iron (PF-NCI) using CBN tools. *Procedia CIRP* 1 (2012) 483 – 487

W. Guo, X.Jia, J.Shang, H. W. Xu, H. A. Ma., Effect of Al additive on the formation of cubic boron nitride in Li₃N–hBN system under HPHT, W. Guo et al. / *Journal of Crystal Growth* 312 (2010) 3544–3548

Wang Bo, Yi Qin, Feng Jin, Jian-Feng Yang, Kozo Ishizaki, Pulse electric current sintering of cubic boron nitride/tungsten carbide–cobalt (cBN/WC–Co) composites: Effect of cBN particle size and volume fraction on their microstructure and properties., *Materials Science & Engineering A* 607 (2014) 490–497.

Wang, C., Yang Y., Yanga G., (2004) Nanothermodynamic analysis of the low-threshold-pressure-synthesized cubic boron nitride in supercritical-fluid systems. *Applied Physics Letters*, 84(16): 3034-3036.

Wenping Jiang, Ajay P. Malshe, R. Calvin Goforth, Cubic Boron Nitride (cBN) based nano composite coatings on cutting inserts with chip breakers for hard turning applications., *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 1849–1854.

Wenping Jiang, Ajay P. Malshe., R. Calvin Goforth., Cubic Boron Nitride (cBN) based nanocomposite coatings on cutting inserts with chip breakers for hard turning applications., *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 1849–1854.

Wenping Jiang, Ajay P. Malshe., R. Calvin Goforth.; Cubic Boron Nitride (cBN) based nanocomposite coatings on cutting inserts with chip breakers for hard turning applications.; *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 1849–1854.

WENTORF, R. H. (1961) Synthesis of boron cubic form of boron nitride. *Journal of Chemistry Physics*. v. 34, nº 3, p. 809-812.

WENTORF, R.H., "Cubic form of boron nitride", *Journal of Chemical Physics*, v. 26, pp. 956-968, 1957.

WENTORF, R.H., "High pressure chemistry", *Journal of Chemical Engineering*, v. 68, pp.177-186, 1961.

WENTORF, R.H., "Synthesis of the cubic form of boron nitride", *Journal of Chemical Physics*, v. 4, n. 3, pp. 809-812, 1961.

Will G.; Nover G.; Von der Gonna J. New experimental results on the phase diagram of boron nitride . *Journal Of Solid State Chemistry*, 2000, v. 154, p. 280 -285.

X.C. Wang, X.P. Jia*, T.C. Zhang, G.Z. Ren, H.J. Liu, C.Y. Zang, P.W. Zhu, H.A. Ma, G.T. Zou., BN synthesis in the system of hBN–Mg and bonded water., *Diamond and Related Materials* 12(2003)57–60

Xavier, F.A. (2003) Aspectos tecnológicos do torneamento do ferro fundido vermicular com ferramentas de metal-duro, cerâmica e cBN. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânicas) – Florianópolis –SC., Universidade Federal de Santa Catarina,UFSC, p.144.

Xiao-Zheng Rong., Takaaki Tsurumi., Osamu Fukunaga., Toyohiko Yano., High-pressure sintering of cBN-TiN-Al composite for cutting tool application., *Diamond and Related Materials* 11(2002)280–286.

Yinjuan Liu, Duanwei He□, Li Lei, Xiaofang Chen, Chao Xu, Pei Wang, Fangming Liu, Yu Zhang, Yi Hu., High pressure infiltration sintering of cBN–Si composites., *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 50 (2015) 247–252.

Z.N. Farhat., Microstructural characterization of WC-TiC-Co cutting tools during high-speed machining of P20 mold steel., *Materials Characterization* 51 (2003) 117–130.

ZEILMANN, R. P. (2004) Usinagem e retificação. In: LMP, Konig. p. 11-12.

Zhao, Yucheng., Wang, Mingzhi., Effect of sintering temperature on the structure and properties of polycrystalline cubic boron nitride prepared by SPS., *journal of materials processing technology* 209 (2009)355–359.