

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO – UENF  
CENTRO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA – CCT  
LABORATÓRIO DE MATERIAIS AVANÇADOS – LAMAV

PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS  
MATERIAIS

**“OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL COMPÓSITO  
NANOESTRUTURADO NO SISTEMA cBN-TiB<sub>2</sub>-Al”**

**SAMARA VENINA SIMEN DE AZEREDO SILVA**

Orientadora: Prof<sup>a</sup> Ana Lúcia Diegues Skury

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ  
JUNHO – 2011

**“OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL COMPÓSITO  
NANOESTRUTURADO NO SISTEMA cBN-TiB<sub>2</sub>-Al”**

**SAMARA VENINA SIMEN DE AZEREDO SILVA**

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

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

JUNHO – 2011

## FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

35/2011

Silva, Samara Venina Simen de Azeredo

Obtenção e Caracterização de Material Compósito Nanoestruturado no Sistema cBN- TiB<sub>2</sub>-Al / Samara Venina Simen de Azeredo Silva. – Campos dos Goytacazes, 2011.

ix, 110 f. : il.

Dissertação (Mestrado 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, 2011.

Orientadora: Ana Lucia Diegues Skury.

Área de concentração: Materiais de Alta Dureza.

Bibliografia: f. 100-110.

1. Compósito nanoestruturado 2. Ligante 3. Nitreto cúbico de Boro (cBN) I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de

**“OBTENÇÃO DE MATERIAL COMPÓSITO NANOESTRUTURADO NO  
SISTEMA cBN-TiB<sub>2</sub>-Al”**

**SAMARA VENINA SIMEN DE AZEREDO SILVA**

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

Aprovada em 15 de Junho de 2011

Comissão Examinadora:

---

Dra. Simone Souto da Silva Oliveira (DSc) – JBM/FAETEC

---

Dra. Marcia G. de Azevedo Bastos (DSc) – LAMAV/CCT/UENF

---

Prof. Sérgio Neves Monteiro (PhD) – LAMAV/CCT/UENF

---

Prof<sup>a</sup>. Ana Lucia Diegues Skury – Orientadora (DSc.) – LAMAV/CCT/UENF

## DEDICATÓRIA

À minha mãe Elizabeth Simen e ao meu noivo  
Victor Chagas, pelo amor, carinho e compreensão.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus, por estar sempre me guiando, acompanhando meus passos e dando-me forças necessárias para completar mais uma etapa da minha vida.

A minha mãe Elizabeth Simen, que sempre esteve ao meu lado em cada momento, me apoiando durante esta jornada que se encerra.

As minhas primas Alice e Helena, que mesmo sem saber contribuíram muito para minha felicidade ao longo dessa jornada.

Ao meu noivo Victor Chagas, pelo carinho, dedicação, pelas valiosas orientações e pelo incentivo durante este período de estudo.

A Prof<sup>ª</sup>. Dr. Ana Lúcia Diegues pela oportunidade oferecida, e pelo fato de acreditar no meu potencial de trabalho, dando-me atenção, orientação e conselhos profissionais. Tenho muita gratidão à professora e amiga que me acolheu nos momentos difíceis.

A todos os professores do LAMAV, principalmente os que se tornaram além de mestres, amigos inesquecíveis, que muito contribuíram na minha formação.

Ao professor Eduardo Atem, por ter me ajudado mesmo sem me conhecer, e pelos seus ensinamentos.

Ao professor Sérgio Neves por seus ensinamentos e pela paciência.

Ao professor Guerold, por seus ensinamentos e ajuda durante o curso.

Aos professores Anatoly e Lioudimila pelo carinho e amizade.

Tenho muito a agradecer as minhas amigas Denise, Luciana, Shirlene e Simone, pelo carinho e pela ajuda prestada durante todo o curso.

A todos do setor de materiais superduros, que me ajudaram desde funcionários aos Professores Doutores.

Aos amigos Hugo, Thiago Morette, Márcia, Laís e Paula por estarem junto a mim, me auxiliando em conversas importantes e de grande apreço.

A todos os funcionários do LAMAV, especialmente a Renan da Silva Guimarães, Carlan, Luciana Lezira e Camila pelos auxílios prestados e informações técnicas valiosas. A todos os profissionais de apoio e guardas do LAMAV a Ivanilda, Márcia, Vivian, Alex e Matheus pela amizade.

Enfim a todos os companheiros, funcionários e amigos do LAMAV, que de alguma forma contribuíram para o sucesso do meu trabalho.

## CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

### 1.1 Aspectos gerais

O aperfeiçoamento das técnicas de usinagem assim como o desenvolvimento da indústria metal/mecânica, tem sido relacionado principalmente a aplicações de novos materiais avançados e a ferramentas de corte para materiais ferrosos. O Nitreto cúbico de Boro (cBN) é um material promissor dentre esses materiais.

Aproximadamente na metade do século XIX, na Europa, foram produzidos os primeiros rebolos com abrasivos naturais. O cBN é um material sintético, obtido através da transformação alotrópica do Nitreto hexagonal de Boro, mediante elevadas pressões e temperaturas (Wentorf, 1957).

Entre os materiais mais utilizados para ferramentas de corte destacam-se o diamante e o Nitreto cúbico de Boro (cBN), sendo o último destinado a indústria metal/mecânica (materiais ferrosos). Vale ressaltar que o cBN apresenta dureza somente inferior a do próprio diamante como material aplicado na indústria. Entretanto, o mesmo se faz superior ao diamante em alguns aspectos: apresenta alta resistência à oxidação, além de uma maior inércia química a ligas ferrosas, assim como aços e superligas a base de níquel (Evelyn e Taniguchi, 1998).

O progresso técnico e a efetividade da produção industrial atual estão intimamente ligados à aplicação de novos materiais para ferramentas, principalmente materiais superduros (Junior *et al.*, 2008). Os materiais superduros são materiais que possuem uma dureza acima de 40 GPa, o diamante e o cBN encontram-se nessa faixa conforme pode ser observado na figura 1. Já os ditos materiais de alta dureza são materiais que possuem dureza entre 10 a 40 GPa na escala Vickers (HV), são os carbeto (WC, SiC, BC e TiC), alumina ( $Al_2O_3$ ) e o nitreto de titânio (TiN). As ligas de metal duro (WC-Co) tem sua dureza em torno do limite inferior dessa faixa (de 10 a 20 GPa) (Vesprek, 1999). A classe dos materiais superduros, engloba os materiais que geralmente são produzidos por altas pressões e altas temperaturas (diamante e cBN). Recentemente uma nova classe de materiais superduros tem sido industrialmente produzida a partir de materiais nanoestruturados.

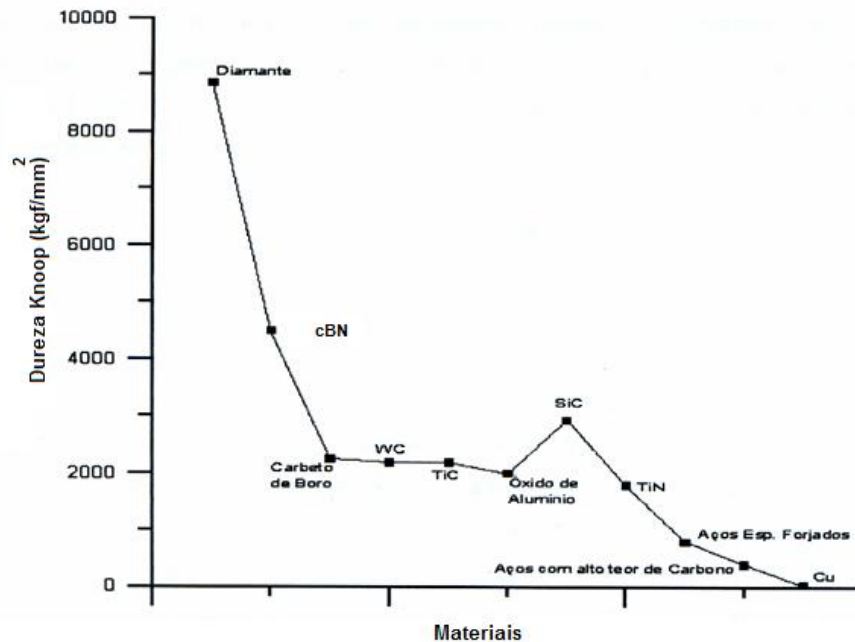


Figura 1– Comparação entre as durezas de diversos materiais (Vesperk, 1999).

Historicamente, podem ser diferenciados dois períodos de desenvolvimento em pesquisa e aplicação de microestruturas finas. O primeiro está compreendido entre 1870 a 1970, quando foi reconhecido que a microestrutura dos materiais é um parâmetro determinante nas suas propriedades físicas (Greer, 1998). O segundo período teve início por volta de 1970, com o reconhecimento de que estas microestruturas permitiam a geração de sólidos com novas estruturas atômicas e/ou eletrônicas. Dadas às dimensões estes sólidos são denominados materiais nanoestruturados, ou sinonimamente nanofases sólidas ou materiais nanocristalinos (Greer, 1998).

Os materiais nanoestruturados (nanocompósitos), que apresentam tamanhos e dimensões nanométricas, destacam-se por potencializar as propriedades físicas e químicas dos materiais. Em nanoescala surgem fenômenos novos que não aparecem na macroescala. As mudanças mais importantes de comportamento são causadas não apenas pela ordem de magnitude da redução de tamanho, mas por novos fenômenos intrínsecos que se tornam predominantes em nanoescala e que não são observáveis em escala maior (Durán *et al.*, 2006). A microestrutura, dimensão e distribuição dos grãos, morfologia de contornos de grãos de interface a arranjos atômicos formados nos produtos finais determinam essas propriedades.



Os materiais nanoestruturados podem ser preparados por diversos processos, tais como, solidificação rápida, deposição de plasma, deposição por feixe molecular epitaxial, sputtering, entre outros. Um método eficiente é a Síntese Mecânica (SM), usualmente conhecida com moagem de alta energia (Suryanarayana, 2001).

A Síntese Mecânica ou moagem de alta energia é um dos métodos mais utilizados para a produção de nanocompósitos, este método baseia-se na redução do tamanho dos grãos para nanômetros, através de severas deformações mecânicas usando moinho de alta energia. As colisões das esferas com as partículas do material geram um pó onde ocorre a reação de estado sólido (Trichês, 2009). Uma das linhas de produção dos compactos a partir de pós de cBN com dimensões de nanômetros são obtidos por moagem de alta energia.

Experimentalmente já foi determinado que, no tratamento por altas pressões e altas temperaturas (APAT) as mudanças estruturais observadas nos nanopós, quando comparadas com os micropós, ocorrem em pressões e temperaturas mais baixas. Este efeito é causado pelos altos valores de energia superficial e com o elevado potencial químico dos nanopós. Isto implica em que a sinterização em condições menos severas e ainda, o crescimento de grão é praticamente excluído (Gameza, 1999).

Por outro lado, a sinterização do cBN, devido ao elevado caráter covalente de suas ligações, é um processo severo uma vez que são necessárias pressões acima de 7,0 GPa para a obtenção de compactos bem consolidados (Hibbs e Wentorf 1974). Neste contexto, diversos pesquisadores (Wentorf, 1972; Rong e Fukunaga, 1994; Rong *et al.* 2002, Silva e Skury, 2010) tem desenvolvido pesquisas visando a diminuição dos parâmetros de sinterização via utilização de ligantes e aditivos tendo em vista a diminuição dos parâmetros de sinterização. Entre os ligantes utilizados, destaca-se a aplicação do alumínio e do titânio (Rong *et al.*, 2002).

Entretanto, tem sido reportado na literatura que durante o processo de sinterização no sistema Al-cBN ocorre a formação de AlN, AlB<sub>2</sub> e  $\alpha$ -AlB<sub>2</sub> com rápido crescimento de grão resultando em redução da resistência mecânica dos compósitos. Na tentativa de inibir o crescimento de grãos, Rong e colaboradores (2002) adicionaram TiN como aditivo ao sistema Al-cBN, conseguindo obter compactos com maior resistência mecânica do que aquela observada em compactos obtidos no sistema Al-cBN. Porém, foi observado a excessiva formação de clusters de TiB<sub>2</sub> e AlN a qual foi

responsável pelo surgimento de fratura intergranular e pela queda na resistência mecânica.

Neste contexto, fica evidente que a obtenção de compactos (compósitos) a base de cBN constitui-se em um amplo campo de pesquisa. Nesta dissertação de mestrado, visando suprimir as dificuldades aqui apontadas, foi feito um estudo relacionado com a obtenção de compósitos nanoestruturados no sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al

## **1.2 Objetivos**

O principal objetivo desta proposta é produzir e caracterizar os compósitos nanoestruturados à base de cBN via sinterização sob altas pressões e altas temperaturas, utilizando TiB<sub>2</sub> e Al como ligantes para a produção de insertos destinados à aplicação em ferramentas de corte utilizadas na indústria metal/mecânica, elevando suas propriedades e almejando aperfeiçoar a tecnologia de produção dos mesmos, eliminando os defeitos decorrentes do processo de produção e aumentando as propriedades físico-mecânicas dos compósitos do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al. Deste modo, foi desenvolvida a tecnologia baseada na aplicação com ciclos ou sem ciclos dos parâmetros de sinterização (pressão, temperatura e tempo).

Como objetivo secundário, este trabalho visa contribuir com a nacionalização de todas as etapas de produção dos compósitos à base de cBN, usando metodologia própria.

## **1.3 Justificativas**

De acordo com dados reportados da literatura, a usinagem é dos processos mais importantes da manufatura básica. A situação atual do mercado brasileiro mostra um aumento significativo na utilização de cBN e seus compósitos, entretanto, o Brasil não detém a tecnologia de altas pressões para a produção destes.

Deste modo, o conhecimento detalhado dos processos de fabricação dos compósitos nanoestruturados a base de cBN é de suma importância para a produção destes materiais no país a partir de tecnologia própria.

Portanto, do ponto de vista técnico/científico, justifica-se a execução do presente projeto, uma vez que a realização destes estudos permitirá estudar o processo da sinterização do compósito nanoestruturado a base de cBN utilizando dispositivo de alta pressão tipo bigorna.

A presente dissertação está estruturada de forma que no capítulo 2 é feita uma revisão sobre a produção e a caracterização dos materiais à base de cBN, bem como do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al são abordadas as características do processo de sinterização e os conceitos básicos envolvidos no processamento de materiais sob altas pressões e altas temperaturas.

No capítulo 3 é abordada a metodologia de processamento em altas pressões e altas temperaturas e de preparação das amostras, bem como as técnicas analíticas durante o trabalho: Medição de Massa específica, Análise de Microdureza, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS), Análise de Desgaste por Torneamento e Microscopia Confocal a Laser.

No capítulo 4 são apresentados, interpretados e discutidos os resultados obtidos através da produção e caracterização dos compósitos do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al obtidos sob (APAT). Por fim, no capítulo 5 são apresentadas as conclusões do trabalho.

## CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Características e Propriedades do cBN

O Nitreto de Boro foi descoberto por V.H. Balmer em 1842, apresentando-se na forma hexagonal ou semelhante ao grafite (hBN) (Wentorf, 1957). As similaridades apresentadas entre o hBN e o grafite, levaram Jaeger e Westenbrink a descrever a possibilidade da existência da modificação cúbica do Nitreto de Boro (cBN), com a estrutura blenda-de-zinco ou esfalerítica (Jaeger e Westenbrink, 1926). No ano de 1957, Wentorf fez pela primeira vez uma suposição teórica acerca da possibilidade de existência da estrutura cúbica do Nitreto de Boro ser semelhante à estrutura do diamante, a semelhança entre as duas estruturas pode ser observada na figura 2 (Wentorf, 1957).

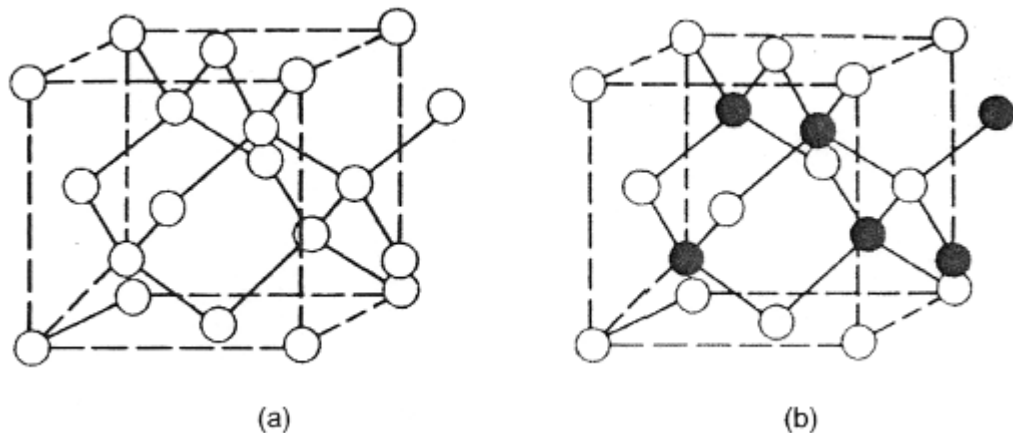


Figura 2 – Estruturas Cristalinas, onde a) diamante; b) cBN. (Kurdiumov *et al.*, 1994).

Estando a indústria automotiva atualmente mais competitiva do que em qualquer época na história, há uma tendência em reduzir os custos de produção e otimizar a eficiência, seja na produção como no desempenho dos componentes industriais. Conseqüentemente, o emprego de componentes com materiais mais avançados e modernas tecnologias tornam-se inevitáveis. Geralmente os novos equipamentos

desenvolvidos são mais complexos, além de serem mais resistentes do que aqueles que ficaram ultrapassados. Seus componentes também requerem usinagem com tolerância mais apurada e melhor acabamento superficial. De fato, a tendência de utilização de novos tipos de ferramentas nas modernas linhas de produção automobilística e outras áreas industriais tem contribuído para o desenvolvimento tecnológico, além de prover o crescimento exponencial das ferramentas de corte (Fleming e Wickman, 2006).

Apesar do Nitreto cúbico de Boro (cBN) ser superado pelo diamante em termos de dureza, como pode ser observado na figura 3, ele é mais resistente a oxidação sob altas temperaturas em torno de 700°C, já que a importância do cBN reside em processos de usinagem de metais ferrosos de elevada dureza. Os cristais de cBN podem ser obtidos pela síntese a partir da mistura de Nitreto hexagonal de Boro (hBN), aplicando altas pressões e altas temperaturas (APAT), durante um determinado tempo (Junior *et al.*, 2008).

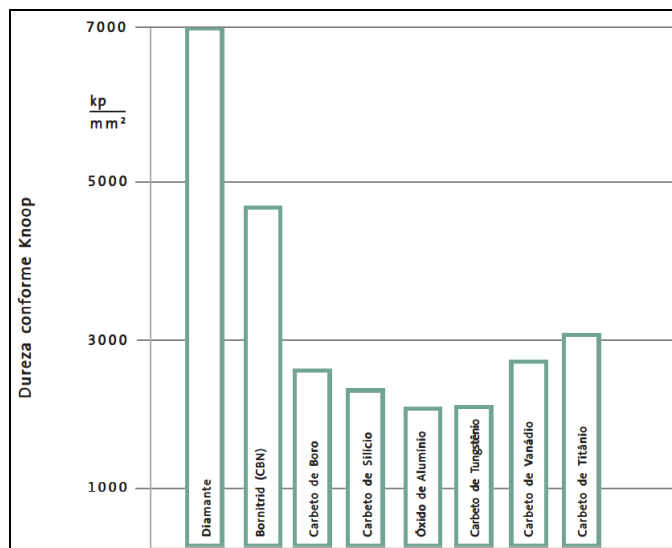


Figura 3 – Comparação de dureza Knoop entre materiais superduros e de alta dureza (Winter, 2008).

Com o advento deste material na década de 70 e mais adiante o desenvolvimento de alguns compósitos a base de cBN permitiram o tratamento de alguns materiais de difícil usinagem, particularmente aços de alta-dureza (acima de 50

HRc), ferros fundidos não maleáveis e ligas a base de níquel. A usinagem de materiais de elevada dureza, inclui materiais termicamente tratados (por tempera, cementação, revestimentos, entre outros processos), denomina-se usualmente de torneamento rígido. Além disso, as ferramentas a base de cBN proporcionam elevado acabamento superficial das peças por elas trabalhadas, eliminando em alguns casos a necessidade de uma posterior etapa de retificação (Chou *et al.*, 2002).

Quase todos os cristais de Nitreto cúbico de Boro (cBN) são monocristalinos, apesar de, recentemente, terem sido produzidos blocos microcristalinos com cristais de dimensões inferiores a  $1\mu\text{m}$ . Na sua forma microcristalina o cBN é mais resistente (menos friável). Os monocristais de cBN são blocos angulosos de superfícies muito lisas, o que torna difícil a aderência ao ligante. Analogamente ao diamante um pré-revestimento com níquel melhora a aderência ao ligante, normalmente, uma resina (Vieira, 2004). Na figura 4 podem ser observados cristais de cBN.

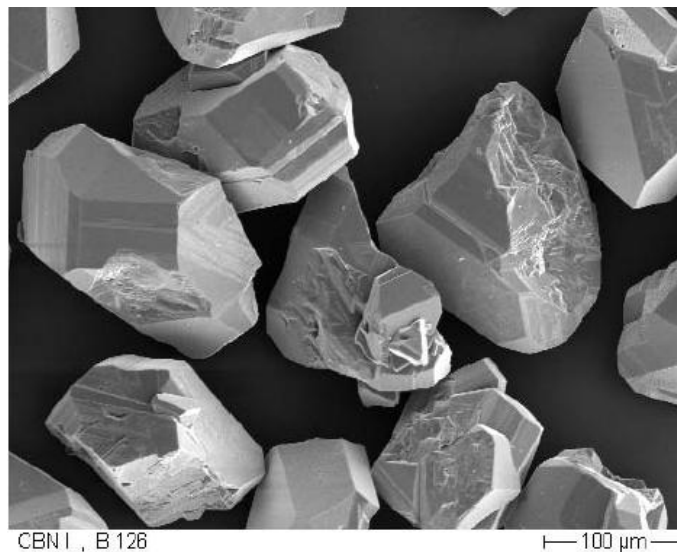


Figura 4 – Nitreto cúbico de Boro (Winter, 2003).

Embora o cBN não possua a mesma dureza que o diamante, o cBN possui resistência as altas temperaturas que são geradas no processo de retificação. O cBN é utilizado em operações onde normalmente seria utilizado o óxido de alumínio, ou seja, em materiais ferrosos, que possuem carbono, como aços temperados e aços sinterizados (Winter, 2003).

## 2.2 Materiais Nanoestruturados

A nanotecnologia é a habilidade de manusear a matéria em escala nanométrica, com finalidade de criar estruturas com arranjo diferenciado. Além disso, os fenômenos associados às dimensões em que a nanotecnologia atua são imprevisíveis e sua compreensão pode levar à formação de materiais com características físicas, químicas, mecânicas e biológicas inéditas (Azevedo *et al.*, 2006). Na figura 5 podemos observar que a Nanociência e Nanotecnologia são multidisciplinares, uma vez que a produção de novos materiais com propriedades especiais requer trabalhos de químicos, físicos, engenheiros, biólogos e cientistas de materiais entre outros (Durán *et al.*, 2006).

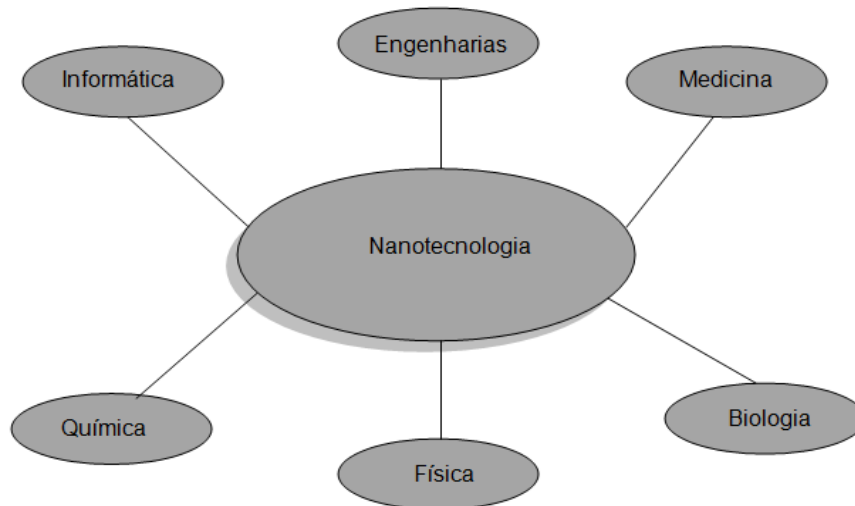


Figura 5 – Representação da interdisciplinaridade da nanotecnologia (Pacheco, 2006).

Nanomateriais são materiais que possuem pelo menos uma de suas dimensões da ordem de dezenas de nanômetros ( $10^{-9}$  m). Nesta escala as dimensões dos blocos que constituem a microestrutura dos materiais são comparáveis as dimensões dos comprimentos críticos de alguns fenômenos físicos, tais como: comprimento de coerência, livre caminho médio para fônons e elétrons, etc. Desta maneira, a interpretação e o entendimento de fenômenos associados às propriedades dos nanomateriais extrapolam os limites de validade das leis da física clássica (Tjong e Chen, 2004).

Segundo Sundararaman (1995), os materiais nanoestruturados são definidos como materiais policristalinos de fase simples ou multifásicos com tamanho de grão da ordem de nanômetros e são constituídos principalmente de cristalitos. Durante a incorporação de defeitos em materiais policristalinos os átomos que compõem os grãos nanométricos migram para regiões de contorno destes para formar arranjos desordenados, com isso os grãos (ordenados) tornam-se cada vez menores, atingindo tamanho nanométrico, e recebem o nome de cristalito (Campos, 2005).

Do ponto de vista estrutural, os materiais nanoestruturados são descritos por modelos que consideram a existência de, basicamente, duas componentes distintas: uma cristalina que preserva as características estruturais dos cristais na forma volumétrica (*bulk*), com cristalitos de dimensões de alguns nanômetros, e outra composta por centros de defeitos, tais como contornos de grãos, contornos interfaciais, discordâncias, etc., a qual é chamada de interfacial (Trichês, 2009).

O tamanho reduzido causa um aumento na fração volumétrica dos contornos de grão e interfaces, alterando as propriedades físicas e químicas do material em comparação aos materiais policristalinos convencionais. Estas modificações das propriedades também estão ligadas à forma dos cristalitos, a baixa densidade e ao número de coordenação entre os constituintes estruturais (Birringer, 1989).

Segundo Santos (2002), os materiais nanoestruturados possuem geralmente propriedades diferentes dos policristais convencionais e sólidos amorfos, tais como aumento de resistência ou dureza, ductilidade ou tenacidade, propriedades magnéticas e calor específico.

Recentemente os materiais cristalinos vêm sendo divididos em duas subclasses: *i*) submicrométrica, com tamanho do cristalito entre 100 e 300 nm e *ii*) nanocristalina, com tamanho de cristalito inferior a 100nm (Tjong e Chen, 2004).

A figura 6 ilustra esquematicamente as duas componentes. Uma chamada de cristalina, a qual possui basicamente a mesma estrutura dos materiais bulk (ordem de longo alcance), e a outra interfacial, composta pelos átomos que restam nas regiões de interface e do contorno de grãos. Na representação esquemática da figura 6, o material nanoestruturados formado por átomos com arranjo cristalino (círculos pretos) e átomos com arranjo cristalino de contorno (círculos brancos) pode ser observado de forma clara. Os átomos de contorno são mostrados em posições regulares da rede cristalina



(Birringier, 1989; Gleiter, 1989). Fundamentalmente uma estrutura cristalina é formada a partir da minimização da energia livre existente entre os átomos que compõem o material. Desta forma um cristal perfeito é aquele que minimiza o seu estado de energia livre. A orientação dos cristalitos não só determina a morfologia das regiões de contorno de grãos como também os espaçamentos interatômicos nestas. Como estas regiões estão sob o efeito do campo cristalino gerado pelos cristalitos, a orientação relativa destes cristalitos tem grande importância na determinação da estrutura da componente interfacial (Zhu *et al.*,1987).

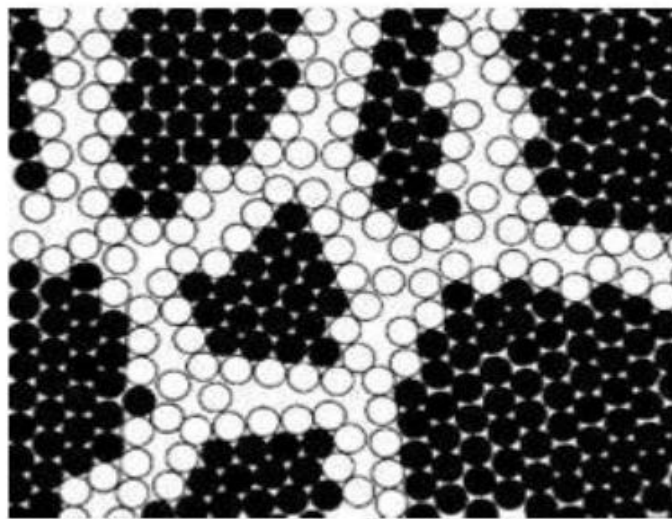


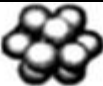





Figura 6 – Representação esquemática do material nanoestruturado formado por átomos (Gleiter, 1989).

Embora apresentem propriedades diferentes, os materiais nanoestruturados são metaestáveis, o que implica que suas características dependem do modo de preparação e variação do tempo e da temperatura. Devido à pequena dimensão de sua estrutura, existe uma elevada fração volumétrica de contornos de grão (Santos, 2002). Os nanomateriais com cristalitos inferiores a 20 nm possuem aproximadamente 50% dos átomos na região de contorno de grão e interfaces (componente interfacial). Uma característica marcante do material nanoestruturado é a elevada razão entre a área superficial dos cristalitos e o volume dos mesmos. Com a diminuição do tamanho do cristalito, o percentual de átomos na superfície dos mesmos aumenta como pode ser observado na tabela 1. Deste modo, altas frações de átomos na superfície dos

crystalitos associados aos seus tamanhos e formas extremamente pequenas, fazem com que os materiais nanoestruturados apresentem propriedades diferentes dos materiais *bulk* (Tjong e Chen, 2004).

O modelo apresentado na tabela 1 também pode ser representado por outra estrutura geométrica, o cubo como pode ser observado na figura 7. A área superficial/volume, alcançados com a diminuição das dimensões de um material são de suma importância no que diz respeito às nanoestruturas. Este efeito também pode ser explicado pelo estudo de uma estrutura geométrica simples, o cubo, onde existe a relação entre a área superficial e o volume de um cubo com lado  $m$ , com redução do tamanho da partícula. Inicialmente o cubo de lado  $m$ , é dividido em unidades menores, de lados  $m/2$  e  $m/4$ , onde o volume não é alterado, porém a área superficial é gradativamente aumentada.

Tabela 1 – Relação entre o número total de átomos e o percentual de átomos na superfície (Tjong e Chen, 2004).

Átomos	Número total de átomos	Átomos na superfície (%)
	13	92
	55	76
	147	63
	309	52
	561	45
	1415	35

Considerando uma aproximação, onde cada átomo corresponda a um cubo, é possível ver que para a última estrutura, de 64 cubos, a maioria deles 60 encontra-se

diretamente na superfície, desta forma, características intrínsecas do material tornam-se diretamente governadas por propriedades superficiais, podendo assim ocorrer um aumento substancial dessas propriedades (Miyata, 2007).

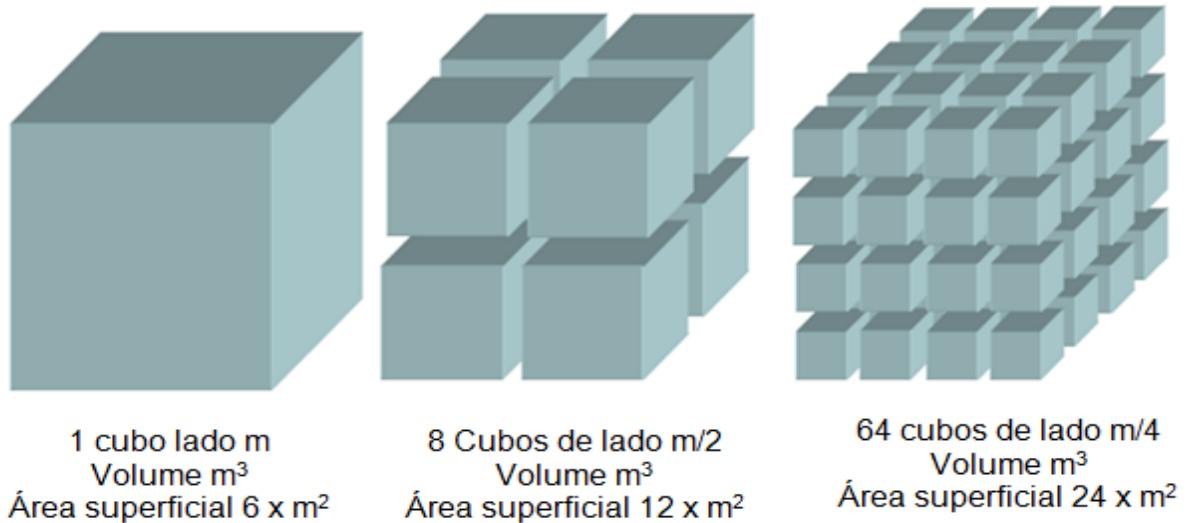


Figura 7 – Relação entre a área superficial e o volume de um cubo de lado m, com redução do tamanho da partícula (Miyata, 2007).

### 2.3 Classificação dos Materiais Nanoestruturados

Segundo Gleiter (1995), os materiais nanoestruturados podem ser divididos em três categorias:

- A primeira categoria compreende materiais com dimensões reduzidas e/ou dimensionalmente na forma de nanopartículas, fios, fitas ou filmes finos. Este tipo de estrutura pode ser obtido por várias técnicas, tais como deposição química ou física de vapor, condensação de gás inerte, precipitação de vapor, líquido supersaturado ou sólido.
- A segunda categoria compreende materiais em que a microestrutura é limitada por uma região superficial fina (nanométrica) do volume do material. Por exemplo, “nanoclusters” de grafite recoberto com uma camada de partículas de cobalto (Chen *et al.*, 1998). Pode-se obter este tipo de estrutura por técnicas como deposição química ou física de vapor e irradiação laser. Sendo este último

um procedimento largamente aplicado para modificar a composição e/ou a estrutura atômica da superfície de um sólido em escala nanométrica.

- A terceira categoria consiste em sólidos volumétricos com microestrutura na escala de nanômetros. A liga  $Ti_5Si_3$  é um exemplo deste tipo de material (Santos, 2002). Existem várias técnicas para se obter este tipo de estrutura desde a mistura mecânica (moagem) até a deposição química ou física de vapor.

De acordo com Gleiter (1995), os vários tipos de materiais nanoestruturados podem ser classificados de acordo com sua composição química e a forma dimensional dos cristalitos (elemento estrutural). A figura 8 mostra esquematicamente esta classificação dos materiais.

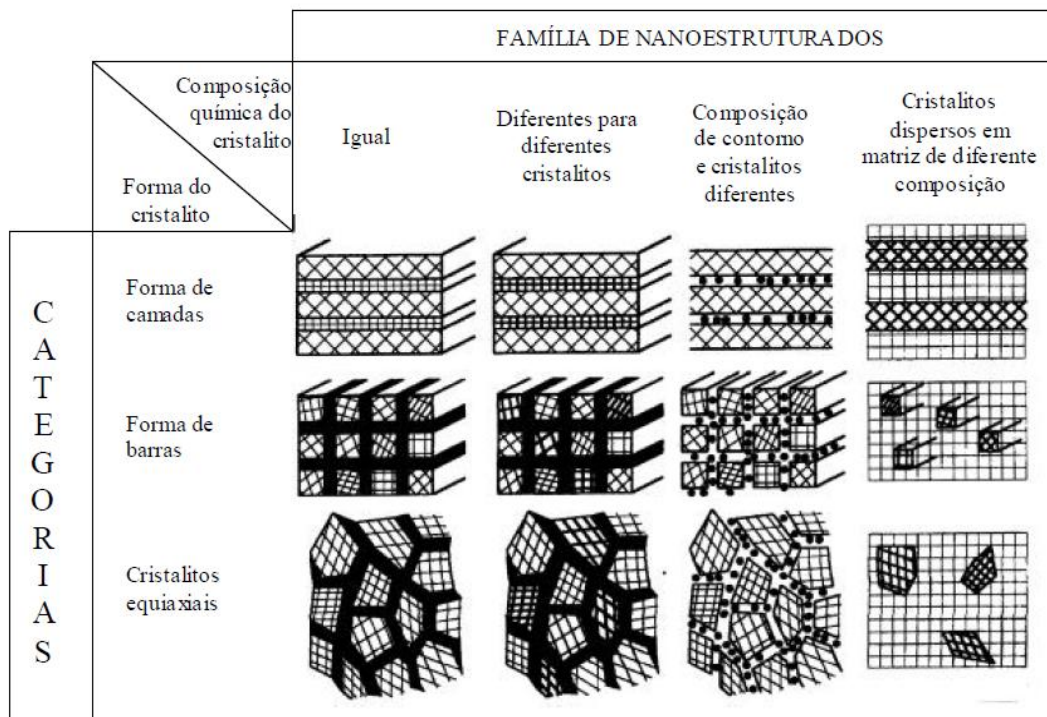


Figura 8 – Esquema da classificação dos materiais nanoestruturados de acordo com a composição química e a forma dimensional (Gleiter, 1995).

Segundo Gleiter (1995), os materiais nanoestruturados se dividem em três classes pela forma dimensional e pela composição química se dividem em quatro classes ou famílias. Quanto a forma dimensional dos materiais nanoestruturados tem-se a seguinte divisão:

- 1- Cristalitos em forma de camada;
- 2- Cristalito em forma de barras de secção circular, com diâmetro em dimensões nanométricas;
- 3- Cristalitos de forma equiaxiais.

Quanto às classes ou famílias dos materiais nanoestruturados em relação à composição:

- 1- Na primeira família, todos os cristalitos e contornos interfaciais têm a mesma composição química (exemplo, polímeros semicristalinos, que tem empilhamento de cristalitos lamelares separados por regiões não cristalinas).
- 2- Na segunda família, os cristalitos têm diferentes composições químicas.
- 3- A terceira família é obtida quando ocorre uma variação de composição química entre os cristalitos e a região interfacial. Neste caso, tem-se uma segregação de átomos de forma preferencial para as regiões interfaciais, de modo que ocorra uma modulação estrutural (cristal X interface) e uma modulação química localizada.
- 4- A quarta família corresponde a cristalitos (de camadas, secção circular e equiaxiais) de diferentes composições químicas, dispersos na matriz (por exemplo, ligas endurecidas por precipitação).

Outra classificação de materiais nanoestruturados é baseada no dimensionamento nanoestrutural, resultando em quatro classes, conforme é ilustrado na figura 9. A classificação da figura 8 denomina o dimensionamento zero os agrupamentos de átomos denominados clusters (aglomerados de pontos, átomos ou nanopartículas). Os arranjos de camadas sobrepostas são arranjos unidimensionalmente e tridimensionalmente respectivamente e os arranjos tridimensionais são as estruturas equiaxiais. Quanto à utilização, os nanoestruturados unidimensionais são de grande interesse na nanoeletrônica. Os bidimensionais possuem uma alta concentração de contornos de grão, tendo em torno de 50% dos seus átomos situados nesta região. Os nanoestruturados de arranjo tridimensional têm seu estudo focado nas propriedades mecânicas, físicas e magnéticas (Lu, 1996).

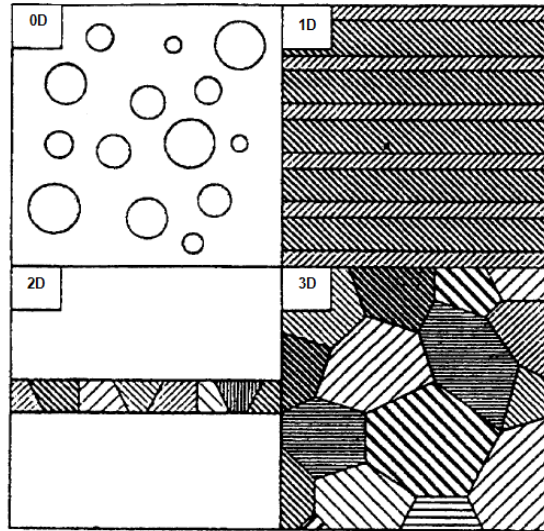


Figura 9 – Esquema de classificação das nanoestruturas de acordo com o dimensionamento (Lu, 1996).

Segundo Lima (2008), nanoestruturas com dimensão zero (0D) são chamadas de clusters, estes são largamente utilizados na construção de dispositivos em nanoescala e acredita-se que eles possam ser o limite da miniaturização dos dispositivos existentes. Estruturas com duas dimensões (2D) em escala nanométrica são denominados filmes. Finalmente, passam a existir as nanoestruturas unidimensionais (1D) que abrangem nanoestruturas com formatos de fios, hastes, tubos e fitas. Esta categoria tornou-se o foco da pesquisa nos últimos anos, principalmente pelas suas potencialidades de aplicações (Lima, 2008). Já as estruturas com três dimensões (3D) apresentam forma volumétrica.

#### 2.4 Propriedades dos Materiais Nanoestruturados

As propriedades elétricas, magnéticas, mecânicas, térmicas e ópticas dos materiais nanoestruturados dependem diretamente do tamanho, estrutura, e obviamente da composição química dos seus cristalitos (Gleiter, 1989; Tjong e Chen, 2004).

Os materiais nanoestruturados diferem dos materiais policristalinos pelo tamanho das unidades estruturais em que são compostos, e frequentemente mostram

propriedades diferentes daquelas dos materiais convencionais quando comparados para a mesma composição química. Estas mudanças incluem um aumento na condutividade elétrica em cerâmicas e magnéticas em nanocompósitos, aumento na resistividade dos metais (Suryanarayana, 1995).

A determinação dos desvios de propriedades físicas nos nanomateriais em função da partícula é um grande desafio experimental, especialmente pela dificuldade de compreender a contribuição da componente interfacial e de determinar o tamanho da partícula, mesmo usando técnicas tal como a microscopia eletrônica (Tonejc *et al.*, 1991; Tonejc *et al.*, 1994).

## 2.5 Síntese de Nanomateriais

Entre os materiais avançados mais estudados recentemente destacam-se os nanomateriais. Melhoramentos significativos nas propriedades físicas dos materiais, como aquelas observadas quando estes se encontram na forma nanométrica, vem sendo alcançados através de modificações nos seus métodos de fabricação (Gleiter, 1989; Tjong e Chen, 2004 b). Alguns métodos de obtenção de materiais nanoestruturados são apresentados na tabela 2, dentre eles a mistura mecânica ou moagem, que é o método mais utilizado para a obtenção de pós para a obtenção materiais superduros nanoestruturados (Silva e Skury, 2010).

Tabela 2 – Métodos de síntese de materiais nanoestruturados (Suryanarayana, 1995).

Fase inicial	Técnicas
Vapor	Condensação na presença de gás inerte Desintegração de catodo Plasma Deposição de vapor (físico e químico)
Líquido	Eletrodeposição Solidificação rápida
Sólido	Mistura mecânica/moagem Desgaste por deslizamento Erosão por centelha (eletrodo)

### 2.5.1 Síntese Mecânica ou Moagem de Alta Energia

A síntese mecânica internacionalmente conhecida como *mechanical alloying* ou moagem de alta energia (MAE), é um método que envolve repetidas soldas a frio, fraturas e re-soldas das partículas de pó em um moinho de alta energia (Suryanarayana, 2001).

No início do processo de moagem, as partículas frágeis são fragmentadas e as partículas dúcteis tornam-se achatadas por um processo de microforjamento. As partículas achatadas sofrem soldagem, enquanto as partículas frágeis são distribuídas na superfície do material mais macio (Nowosielski & Pilarczyk, 2005).

Segundo Campos (2005), tem-se como vantagem na moagem de alta energia o baixo custo e a possibilidade da produção de novas ligas, destacando-se o fato de que as limitações impostas pelos diagramas de fase são contornadas, pois os materiais permanecem todo o tempo em estado sólido. O processo de moagem para obtenção dos pós compósitos nanoestruturados a base de cBN apresentado no esquema na figura 10 consiste nas seguintes etapas:

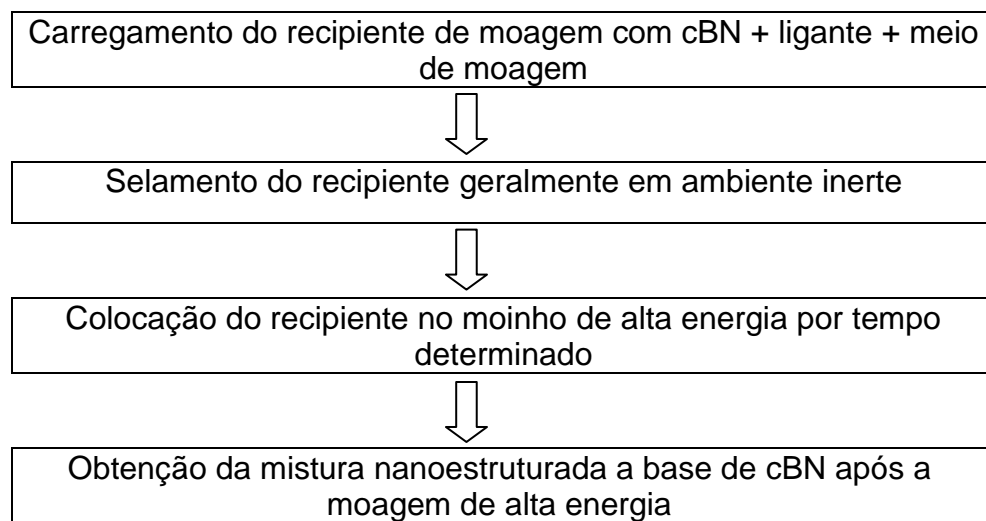


Figura 10 – Esquema do processo de moagem de alta energia para obtenção da mistura nanoestruturada a base de cBN.

A fim de evitar o excesso de soldagem a frio, particularmente para materiais macios, uma mistura de 1 a 2% em peso de agente de controle (em geral ácido



esteárico) pode ser adicionada. O processo de moagem pode parecer em linhas gerais simples, porém são pelo menos dez variáveis do processo que são determinantes da qualidade do produto. São reportados problemas quanto à contaminação do pó com as ferramentas de moagem e ou agentes de controle, porém existem dificuldades quanto a saná-los, visto que existe uma interação entre as variáveis e a dificuldade de avaliar certos parâmetros *in situ* (Suryanarayana, 2001).

O princípio básico da moagem de alta energia consiste em sucessivos processos de deformação, soldagem e fratura que acontecem sempre que um determinado número de partículas de pó se situa entre duas bolas durante uma colisão, como está ilustrado na figura 11.

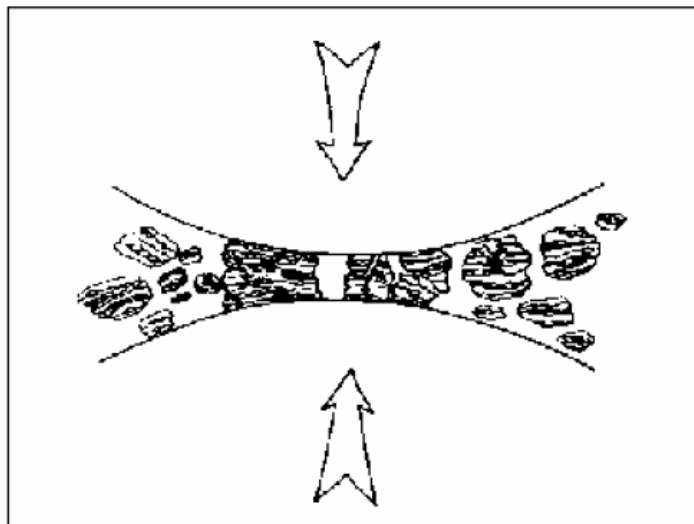


Figura11 – Colisão entre duas bolas atuando sobre o material particulado durante o processo de moagem de alta energia (Koch, 1991).

O cBN é um material considerado frágil. Segundo Benjamim (1976), o sistema para ser processado por MAE deve conter necessariamente, pelo menos 15% de um componente dúctil para que a ligação seja atingida, pois a soldagem a frio não ocorre se as partículas não forem dúcteis. Pode-se esperar que a moagem desse sistema possa simplesmente reduzir o tamanho dos pós que o compõe até o limite de cominuição. Entretanto, neste sistema o componente mais frágil é incorporado pelo menos frágil.

O processo de moagem depende fundamentalmente do comportamento mecânico das partículas dos pós envolvidos. Cabe, em primeiro lugar, mencionar que o processo de moagem de alta energia teve um desenvolvimento distinto dentro da área de materiais cerâmicos, na qual é mais conhecido por síntese mecânica. Quando se realiza a moagem em um sistema com componentes frágeis, predomina o fenômeno da fratura. Os pós sofrem diminuição de tamanho até o limite chamado limite de cominuição, a partir do qual não sofre mais redução de dimensões, o que possivelmente ocorre pelo fato de que as partículas, ao serem tão pequenas, apenas se deformam com o choque e não se fraturam, ou porque as partículas tendem a se aglomerar com o aumento da energia superficial, ou ainda, devido às mudanças estruturais nas suas camadas superficiais (Koch, 1991).

### **2.5.1.1 Variáveis do Processo**

Apesar da simplicidade na execução e da viabilidade, a síntese mecânica é um processo complexo e, portanto, envolve a otimização de um grande número de variáveis para atingir a fase e/ou microestrutura desejada para o produto final. Alguns parâmetros importantes têm efeito direto na constituição do produto final, como por exemplo: tipo de moinho, recipiente de moagem, velocidade, tempo, tipo e tamanho do meio de moagem, razão entre as massas das esferas e da amostra, preenchimento do recipiente, agentes de controle do processo, e temperatura (Campos, 2005). Devido à correlação existente entre essas variáveis a concepção de modelos teóricos que consigam prever de maneira precisa o produto final da moagem é uma tarefa árdua e que requer grande habilidade computacional além de profundos conhecimentos de física e química. Como consequência, a maioria dos modelos encontrados descreve somente partes dos mecanismos envolvidos durante a síntese mecânica (Maurice; Courtney, 1994; Lima *et al.*, 2000).

De acordo com dados reportados da literatura, a descrição das variáveis é fundamental para garantir a reprodutibilidade da síntese mecânica, bem como para elucidar influências que estas podem exercer sobre a caracterização do produto final (Ersching, 2009).

### **2.5.1.2 Tipos de Moinho**

Existem diferentes tipos de moinhos que podem ser usados para realizar o processo MAE. Esses moinhos diferem na sua capacidade volumétrica, velocidade de operação e na sua capacidade de controlar a operação, variando a temperatura de moagem e minimizando a contaminação da mistura de partida (Milheiro, 2006). A seguir, apresenta-se uma breve descrição de alguns modelos de moinhos disponíveis para o processo de moagem.

#### **2.5.1.2.1 Moinho de Bolas Convencional e de Alta Energia**

Esses moinhos giram em torno de seu eixo de revolução. Os pós e esferas de moagem são arrastados pela parede do recipiente e quando atingem certa altura caem devido à ação da gravidade. Além disso, as esferas deslizam umas sobre as outras. A combinação desses movimentos induz colisões frontais e de fricção nos pós. Os moinhos de bolas com diâmetro do recipiente de moagem pequeno são de baixa energia ou moinho de bolas convencional. Para esse tipo de moinho se tornar de alta energia, o diâmetro do recipiente de moagem tem que ser de no mínimo 4m, as bolas de moagem que caem de elevada altura atingem alta velocidade na queda e assim as colisões são de alta energia (Janot *et al.*, 2005).

#### **2.5.1.2.2 Moinho Planetário**

O moinho planetário possui este nome devido ao movimento do vaso de moagem ser semelhante ao movimento de um planeta. Ele é arranjado em um disco suporte rotativo e um mecanismo especial faz com que ele gire ao redor de seu próprio eixo. A força centrífuga produzida através da rotação do vaso de moagem ao redor de seu próprio eixo é aquela produzida pela rotação do disco, atuam ambas, no conteúdo do vaso de moagem (o material a ser moído e as bolas de moagem).

Adicionalmente, o vaso gira em translação a uma velocidade angular  $\omega$ , na direção oposta à rotação do vaso (Biondo, 2005). Como o vaso de moagem e o disco de suporte giram em sentidos opostos, as forças centrífugas atuam alternadamente no

mesmo sentido e em sentidos opostos. Isso leva as bolas de moagem a se moverem na parede interna do vaso de moagem – causando um efeito de fricção, seguindo pelo efeito do material sendo moído e das bolas de moagem deslocando e viajando livremente no interior do vaso de moagem, e colidindo contra a parede interna oposta, o efeito do impacto pode ser observado na figura 12 (b). Em geral existe uma programação de tempo de moagem, da velocidade de rotação e também das pausas, que são de extrema importância para o controle do aquecimento, pois não existe um sistema de refrigeração para o vaso (Biondo, 2005).

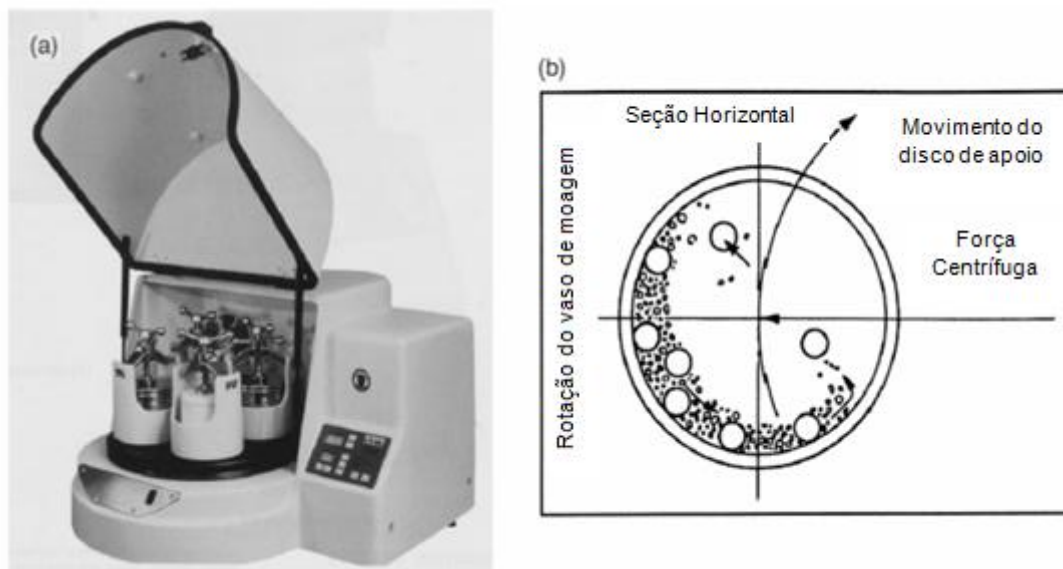


Figura 12 – (a) Moinho Planetário (b) Dinâmica de Moagem (Suryanarayana, 2001).

### 2.5.1.2.3 Moinho Oscilatório

Esse tipo de moinho se move nas três direções do espaço com uma alta frequência, até 100 Hertz, impelindo os corpos de moagem durante a MAE. Esse tipo de moinho envolve principalmente choques de impacto frontal (Janot *et al.*, 2005).

#### 2.5.1.2.4 Moinho Atritor

O princípio do moinho Atritor é diferente dos outros, pois o seu recipiente permanece estático durante a moagem, o que movimenta as esferas e o pó durante a moagem é um eixo com vários agitadores girando com uma velocidade de rotação de 100 a 1000 rpm no interior do moinho, como pode ser visto na figura 13. Os choques cisalhantes e de fricção são preponderantes aos de impacto frontal (Janot *et al.*, 2005).

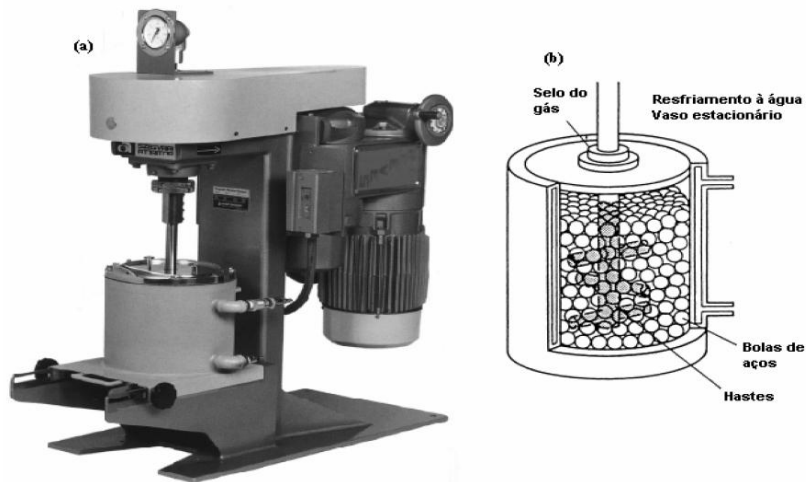


Figura 13 – (a) Moinho Attritor, (Modelo 1 - S), (b) Montagem do vaso de moagem, preenchido por bolas de aço (Suryanarayana, 2001).

#### 2.5.1.2.5 Moinho de Alta Energia (SPEX)

O moinho do tipo SPEX produzido pela SPEX Cert Prep, Metuchen, New Jersey, como pode ser observado na figura 14 (a), é o de maior poder energético, porém de menor produção, em volume de material. Seu princípio de funcionamento consiste em um recipiente, contendo bolas de moagem e o material a ser moído, vibrando simultaneamente em torno dos três eixos, gerando uma elevadíssima frequência de choques entre as bolas e as paredes do recipiente (Suryanarayana, 2001). O meio de moagem pode ser observado de forma nítida na figura 14 (b).

Devido à amplitude (5 cm) e velocidade (1200 rpm) do movimento empregado no recipiente, a velocidade das bolas no seu interior é alta (5 m/s) conseqüentemente, a

força de impacto das bolas é alta (Voronin *et al.*, 2003). Portanto, apesar da velocidade linear das bolas neste tipo de moinho ser menor que as alcançadas no moinho do tipo planetário, a frequência de impacto é maior. Desse modo, o moinho SPEX é considerado de alta energia quando comparado com o moinho do tipo planetário.

O moinho de alta energia SPEX 8000 pode moer até 2g de uma só vez, este tipo moinho possui um recipiente de moagem onde são inseridas as ferramentas de moagem e a amostra. Este recipiente é preso a um suporte e colocado em movimento seguindo trajetórias repetitivas numa frequência de algumas centenas de vezes por minuto. O movimento de agitação descrito pelo recipiente é em forma de “8”. A cada agitação as bolas colidem com a amostra e as paredes internas do recipiente, misturando e moendo a amostra. De acordo com dados reportados da literatura, pós nanométricos são muito utilizados para a fabricação de nanocompósitos a fim de melhorar as propriedades mecânicas e a resistência ao desgaste (Silva *et al.*, 2008).

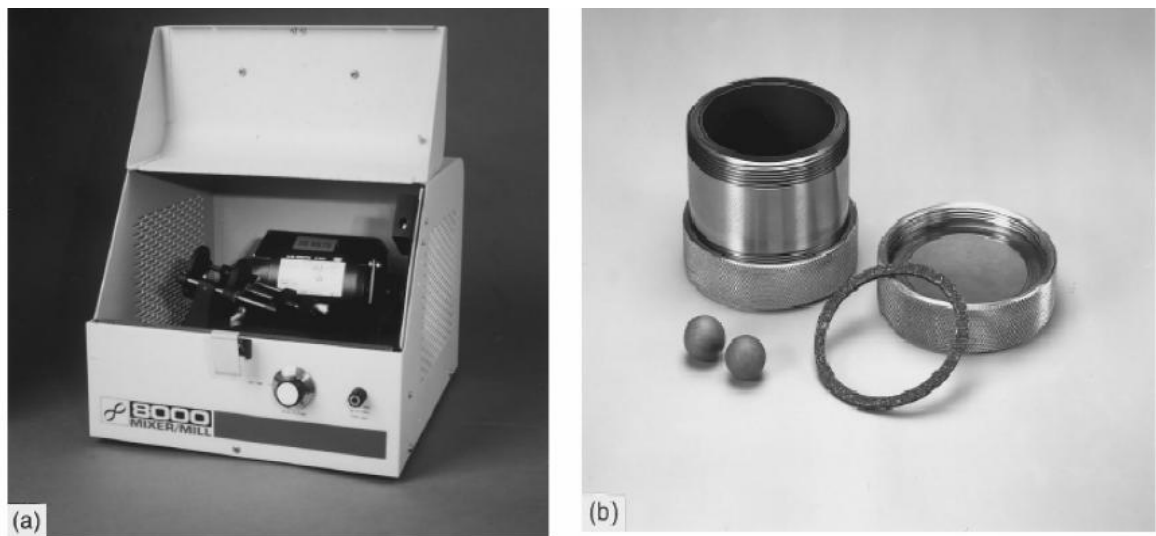


Figura 14 – (a) moinho SPEX 8000, (b) conjunto de vaso de moagem, tampa e bolinhas.

### 2.5.1.3 Velocidade de Agitação

É fácil perceber que quanto maior for a frequência de vibração (velocidade de rotação), maior será a energia das ferramentas de moagem. Dependendo do tipo de moinho, altas frequências de vibração podem levar a temperatura do pote a valores

altíssimos. Isso pode ser vantajoso em casos onde a difusão é requerida para promover a homogeneização e/ou a síntese, mas em outros pode ser uma desvantagem, pois acelera processos de transformação/decomposição de soluções sólidas supersaturadas e/ou fases metaestáveis e pode facilitar a contaminação dos pós. No caso particular de nanocristais, o aumento da temperatura com altas intensidades de moagem provoca a recristalização (tamanho médio de cristalitos aumenta e a microdeformação diminui) (Suryanarayana, 2001).

#### **2.5.1.4 Tempo de Moagem**

O tempo de moagem é um dos parâmetros mais importantes da moagem de alta energia. Normalmente o tempo é escolhido de modo a alcançar um estado estacionário entre os mecanismos de fratura e solda a frio das partículas dos pós. O tempo requerido varia dependendo do tipo de moinho, da intensidade de moagem, do poder de microforjamento e da temperatura de moagem. A escolha do tempo é decidida de acordo com a combinação desses parâmetros e do sistema de pós. Entretanto o nível de contaminação aumenta e algumas fases indesejáveis são formadas quando os pós são moídos por longo tempo. Portanto, estudos estruturais sistemáticos em função do tempo de moagem são muito importantes para obtenção de um material com percentual de pureza elevado (Suryanarayana, 1998; Ersching, 2009).

#### **2.5.1.5 Materiais Utilizados nas Ferramentas de Moagem**

Os materiais mais utilizados como meio (ou ferramenta) de moagem são derivados do aço (inoxidável, temperado, dopado com Cr, etc.) e do carbetto cementado (WC-Co). A densidade do meio de moagem deve ser alta o suficiente para que as bolas criem forças de impacto nos pós. Entretanto, assim como no caso do recipiente, alguns materiais especiais são usados como meio de moagem, incluindo o Cu, Ti, Nb, Zircônia ( $ZrO_2$ ), ágata, safira, nitreto silício ( $Si_3N_4$ ) e Cu-Be (Campos, 2005). É desejável, sempre que possível, que o pote e as esferas sejam do mesmo tipo de material dos pós, a fim de evitar contaminações (Ersching, 2009).

Apesar da maioria das investigações sobre moagem de alta energia usar bolas do mesmo tamanho, existem casos onde bolas de diferentes tamanhos são usadas, ao mesmo tempo estudos indicam que a energia de colisão pode ser aumentada com o uso de bolas de tamanhos diferentes (Gavrilov *et al.*, 1995). No estágio inicial de moagem as partículas de pó moído fixam na superfície das ferramentas de moagem (bolas e recipientes). Esta é uma vantagem, pois, propicia o revestimento do meio de moagem e evita contaminação do pó. Entretanto, a espessura do revestimento do meio de moagem deve ser menor possível para evitar a formação de um produto final heterogêneo. Uma desvantagem desse revestimento é que se torna difícil desprender o pó das ferramentas de moagem e isso diminui o rendimento do processo (Campos, 2005).

#### **2.5.1.6 Razão entre as Massas**

A razão entre as massas das bolas e da mistura de pós (internacionalmente conhecida pela sigla BPR) é uma das variáveis importantes do processo de moagem. Os valores usados vão desde 1:1 até 220:1, sendo 10:1 o mais usado em moinhos de alta energia (SPEX) e 50:1 nos moinhos de alta capacidade, como os de atrito. A BPR está diretamente ligada ao tempo de moagem, quanto maior BPR menor o tempo de moagem (Suryanarayana *et al.*, 1992). Com o aumento da BPR o número de bolas aumenta e o número de colisões entre elas também, conseqüentemente a energia de colisão disponível é muito maior, tornando o processo mais rápido, com mais energia disponível, mais calor é gerado e deste modo mais fortes são as interações entre o meio de moagem e a amostra. Esses fatores podem modificar a constituição do produto final (Campos, 2005).

#### **2.5.1.7 Preenchimento do Recipiente**

Uma vez que as interações entre as partículas do pó ocorrem quando as bolas exercem força de impacto sobre elas, o espaço livre, ou seja, o preenchimento do recipiente de moagem é fundamental para o sucesso do processo. As bolas e partículas de pó devem se movimentar livremente no interior do recipiente. Recomenda-se que



aproximadamente 50% do espaço do recipiente de moagem seja mantido vazio. Porém, se a quantidade de pó e bolas preenchendo o recipiente for pequena o rendimento será também pequeno e o risco de contaminação aumenta (Campos, 2005).

#### **2.5.1.8 Atmosfera de Moagem**

A atmosfera de moagem é utilizada como proteção contra oxidação dos pós, um efeito prejudicial na não utilização da atmosfera protetora na moagem de alta energia é a contaminação dos pós.

A atmosfera de moagem tem efeito sobre a contaminação do produto obtido. A presença de ar no recipiente de moagem pode causar a formação de óxidos e nitretos, principalmente se tratando de pós reativos. Pode-se contornar este problema preenchendo ou evacuando o sistema com um gás inerte como o argônio de alta pureza e coletando as amostras dos recipientes de moagem em câmaras de atmosfera controlada (Suryanarayana, 2001).

#### **2.5.1.9 Agente de Controle do Processo**

Os agentes de controle do processo (ACPs), chamados também de lubrificantes, são adicionados a mistura de pós para diminuir a soldagem a frio durante a moagem, com conseqüente diminuição do tamanho das partículas, e também evitar que o pó fique aderido nas esferas e nas paredes internas do recipiente de moagem (Suryanarayana, 2001; Koch, 1991).

Os lubrificantes são na maioria orgânicos, podendo estar nas formas sólida, líquida ou gasosa. Eles atuam na superfície das partículas interferindo na soldagem a frio (especialmente se elas forem dúcteis) e na diminuição da tensão superficial do material. Na prática, uma ampla variedade de lubrificantes é usada numa escala de até 5% de carga de pós, entre eles: ácido esteárico, ciclo-hexano, metanol, etanol, tolueno anidro. Não existe um lubrificante universal e o mesmo influencia diretamente na moagem de alta energia.

O tipo e a quantidade de lubrificante utilizada na moagem de alta energia dependem das características de soldagem a frio das partículas, da estabilidade

térmica e química do lubrificante, da natureza e da quantidade dos pó utilizados na moagem, do meio de moagem e da possibilidade de interação/reação entre os componentes do lubrificante e dos pós (Suryanarayana, 2001).

Os compostos orgânicos empregados como ACPs, podem ser incorporados aos pós durante a moagem de alta energia, constituindo uma fonte de contaminação séria (Koch, 1989).

#### **2.5.1.10 Temperatura de Moagem**

A temperatura de moagem é outro parâmetro importante na decisão da constituição do pó moído. Desde que processos de difusão são envolvidos na formação de ligas, mesmo que o produto final seja uma solução sólida, um intermetálico, uma nanoestrutura ou uma fase amorfa, é esperado que a temperatura de moagem tenha um efeito significativo em qualquer sistema de liga (Silva, 2007).

Segundo Campos (2005), durante a formação de fases nanocristalinas as deformações do material são menores e os tamanhos de partículas maiores para moagens feitas a altas temperaturas.

#### **2.5.1.11 Contaminação**

Um conceito muito importante no processamento de materiais por moagem de alta energia é a natureza das impurezas incorporadas ao pó, contaminando-o. O pequeno tamanho das partículas, a grande área superficial disponível e a formação de novas superfícies durante a moagem são fatores que contribuem com o aumento da probabilidade de contaminação do pó. Logo, a contaminação parece ser um problema difícil de ser evitado em materiais produzidos por moagem de alta energia. Assim, algumas precauções devem de ser tomadas para minimizar este problema (Campos, 2005).

A contaminação dos pós pode ser investigada através das seguintes análises (Suryanarayana, 2001):

- 1- Pureza química dos pós da mistura de partida;
- 2- Atmosfera de moagem e agentes controladores de processo;

3- Recipiente de moagem e esferas de moagem;

A presença de certas quantidades de impurezas altera a formação das fases e a constituição das ligas, ocasionando diferenças nos resultados publicados na literatura. A extensão da contaminação é diretamente proporcional à velocidade de moagem, ao processo de moagem.

No trabalho de Silva *et al.*, (2006), devido à contaminação com o ferro, oriundos dos frascos e meios de moagem, tanto dos moinhos (SPEX) e do Planetário, os pós nanométricos foram submetidos a uma lixívia ácida, utilizando-se uma solução de 20% de ácido clorídrico visando minimizar tal contaminação.

## 2.6 Processo de Sinterização em Altas Pressões e Altas Temperaturas

Levando-se em consideração os objetivos do presente trabalho, faz-se necessária uma breve revisão sobre o processo de sinterização do cBN em altas pressões e altas temperaturas.

A sinterização é uma técnica conhecida pelo homem desde os primórdios da civilização. Acredita-se que os primeiros produtos tenham sido tijolos aquecidos em buracos abertos para aumentar sua resistência. Também há relatos da utilização desse processo pelos Incas para sinterização de jóias de ouro/platina e pelos egípcios para a sinterização de metais e cerâmicas por volta do ano 3000 antes de Cristo (Chinelatto, 2002).

Segundo German (1994), a sinterização é definida como um processo termodinâmico no qual um sistema de partículas (agregado ou compactado de pó) adquire uma estrutura sólida coerente através da redução de área superficial. Isto resulta na formação e crescimento de pescoços interpartículas de grãos como pode ser observado na figura 15, o que leva normalmente o sistema a densificação e contração volumétrica. Na técnica de Metalurgia do Pó a sinterização constitui-se como a etapa mais importante. Não existe, até o momento, uma teoria de sinterização que seja de aplicação universal. O processo de sinterização geralmente é dividido em seis estágios distintos, mas não necessariamente em sequência, conforme segue:

1- Ligação inicial entre as partículas na formação de um pescoço;

- 2- Crescimento dos pescoços interpartículas;
- 3- Fechamento dos canais que interligam os poros;
- 4- Arredondamento de poros;
- 5- Contração de poros ou densificação;
- 6- Crescimento eventual de poros;

A sinterização consiste no aquecimento dos compactos, a temperaturas elevadas sob condições controladas de tempo, temperatura e do meio em que os compactos estão inseridos. Como resultado, as partículas que constituem o compacto ligam-se entre si e o material adquire as características adequadas de densidade, dureza e resistência mecânica.

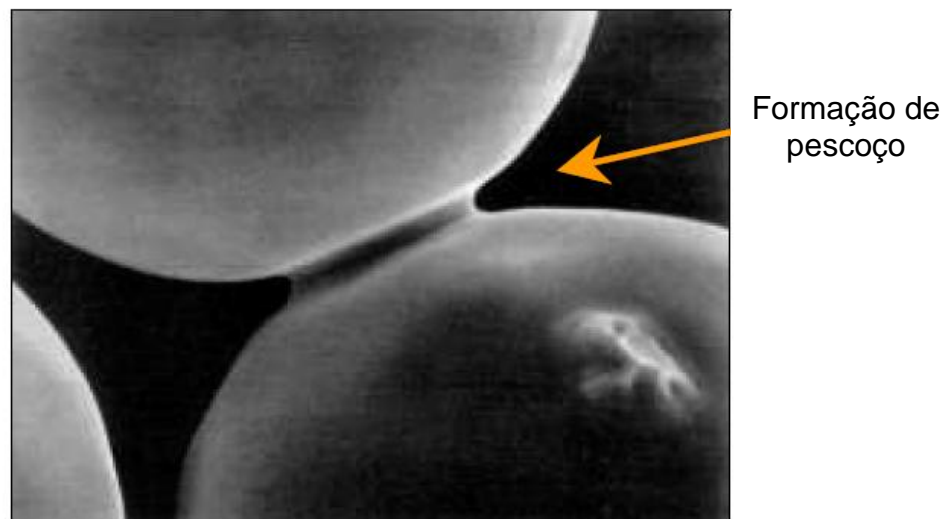


Figura 15 – Formação de pescoço, em consequência da ligação inicial entre as partículas durante o processo de sinterização (German, 1994).

As etapas fundamentais existentes no processo de obtenção de um composto sinterizado a partir dos pós obtidos através de várias técnicas de fabricação, podem ser realizadas separadamente ou simultaneamente através de duas etapas.

A primeira etapa refere-se a moldagem ou a compactação pela aplicação de pressão nos pós à temperatura ambiente no interior de matrizes, cujas cavidades correspondem normalmente à forma e dimensões das peças finais.

A segunda refere-se ao aquecimento ou sinterização, sob condições controladas. Esta última etapa confere resistência mecânica e outras propriedades aos compactos obtidos na etapa anterior, os quais, apenas compactados, não possuem características físicas e mecânicas que permitam seu emprego imediato.

### **2.6.1 Particularidades da Sinterização do cBN**

Apesar de possuir propriedades físicas similares as do diamante, o cBN possui a característica inconveniente de reagir com o material da matriz durante o processo de obtenção, feita através da sinterização. Uma maneira de eliminar este efeito negativo é aplicar altas pressões (até 9,0 GPa) durante o processo de sinterização (Bobrovitchii *et al.*, 2008).

Durante a sinterização de materiais a base de cBN, a formação da estrutura cristalina determina a intensidade dos processos que ocorrem na etapa inicial, quando é realizada a compactação do pó no dispositivo de alta pressão sem aquecimento. Nesta etapa, ocorre a quebra dos grãos – em consequência de tensões relativamente grandes. Ocorre também o deslizamento e deslocamento de partículas do pó, uma em relação à outra, resultando no aumento da porosidade geral do compacto, do diâmetro dos poros e da superfície específica (Bozhko e Ignatucha, 1985).

De acordo com dados reportados da literatura, a partir do estudo da porosidade, composição de fase e estrutura das amostras produzidas por sinterização de nanopós de cBN, sob alta pressão utilizando ligante, pode-se verificar uma característica especial da consolidação do nanopó sob os parâmetros de pressão e temperatura, ou seja, a formação de volumes locais de diferentes densidades que causam o aumento da porosidade, o surgimento de gradientes de tensões, a transformação reversa do cBN em hBN e início da redução da pressão e temperatura. Também foi verificada a obtenção de uma estrutura homogênea (Bezhenar, 2007).

### **2.6.2 Sinterização Direta do cBN**

Durante este tipo de sinterização os grãos de cBN deformam-se plasticamente sob a ação das altas pressões e altas temperaturas, formando uma estrutura que

possui tensões residuais causadas por deformações não uniformes. O aumento significativo da área de contato das partículas de cBN, sob aquecimento leva ao aumento da densidade, resistência mecânica, dureza, condutividade térmica e outras propriedades estruturais dos policristais (Bozhko e Bezhenar, 1986). Segundo Vereshagin *et al.*, (1968), para obter policristais de qualidade, é necessário usar altas pressões, acima de 7,7GPa e temperaturas acima de 2000°C por um tempo acima de 600s. Entretanto, para fins industriais esses parâmetros são inviáveis. Este tipo de sinterização do cBN de forma direta tem como vantagem a obtenção de compactos de cBN com elevada dureza.

### **2.6.3 Sinterização do cBN Utilizando Ligantes**

O uso de ligantes na sinterização do compósito leva a formação de uma fase contínua entre as partículas de cBN, o que fornecerá as características mecânicas aos insertos. No caso da sinterização com ligantes, simultaneamente ao crescimento da área de contato entre os grãos de cBN, ocorre uma interação físico-química com o material ligante. A escolha ideal da composição e quantidade de ligantes conduz a formação de uma estrutura dura que preenche os poros e se distribui homogeneamente nas fronteiras dos grãos de cBN. A formação correta desta fase contínua garante a resistência das ligações entre os grãos que, na maioria dos casos, determina a resistência do policristal. Devido a isso, a sinterização de cBN com ligantes permite obter materiais com propriedades físico-mecânicas elevadas, aplicando parâmetros de pressão e temperatura mais baixos do que na sinterização direta (Farafontov e Kaluchnikov, 1978).

### **2.6.4 Principais Ligantes Utilizados na Obtenção dos Compósitos a Base de cBN**

Diversos tipos de ligantes podem ser empregados na obtenção de compactos de a base de cBN, sendo comum o uso de alumínio e nitreto de titânio. De acordo com a quantidade de ligante utilizada o compacto de cBN pode ser classificado como de alta liga ou de baixa liga. Existe influência também do tipo e quantidade de ligantes sobre as propriedades físicas e mecânicas do compósito. Os ligantes utilizados na produção de

insetos de cBN geralmente são metais do grupo IV e VI da tabela periódica ou seus compostos. Além disso, pode ser adicionado ao sistema materiais como Al, Ti, Si ou compostos dos mesmos, sobretudo óxidos e nitretos. (Patente EUA, 1982). Quanto à granulometria, em dados reportados em algumas patentes encontram-se valores de até 200  $\mu\text{m}$ .

Segundo Valpassos *et al.* (2007), a escolha do ligante para compósitos de cBN deve ser baseada na combinação de diversos fatores tais como:

- Propriedades mecânicas elevadas que possibilitem manter as características de corte do compósito nos processos de usinagem;
- Significativo grau de adesão entre o material ligante e as partículas de cBN;
- Ausência de fases indesejáveis, que são aquelas que durante a aplicação da pressão e da temperatura prejudiquem a sinterização;
- Coeficiente de dilatação e compressibilidade semelhante ao das partículas de cBN para prevenir o surgimento de trincas na interface do compósito;
- Consideração de fatores tecnológicos tais como disponibilidade de mercado e facilidade para pré-tratamento, tais como: trituração, moagem, aquecimento, oxidação etc.

O diboreto de titânio ( $\text{TiB}_2$ ), como material ligante apresenta propriedades interessantes, entre as quais pode-se citar o coeficiente de dilatação em torno de ( $4,6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) que é próximo do coeficiente do cBN ( $3,5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ). A alta dureza do  $\text{TiB}_2$  (30 GPa) e a baixa reatividade aos compostos ferrosos qualificam este material como um promissor ligante para sinterização do cBN (Shulzhenko, 1993).

Segundo estudos relacionados à sinterização de cBN utilizando Al como ligante apresentado por Souza *et al.* (2007) e Bobrovnitchii *et al.* (2010), mostram os melhores resultados de usinagem, seja quanto ao desgaste da ferramenta ou em relação ao acabamento superficial.

## 2.7 Aplicações dos Compósitos a Base de cBN e Comparação entre suas Propriedades

A versatilidade e as diversas vantagens do cBN e de seus compósitos elevaram nos últimos anos a sua produção mundial e consumo nos mais diversos ramos da indústria metal/mecânica (Fleming e Wickman, 2006). Na tabela 3 são mostrados os ramos de aplicação de ferramentas a base de cBN.

A combinação ótima da área superficial dos grãos de cBN com a cerâmica refratária, sua resistência, além das propriedades da cerâmica ligante, determinam as propriedades do compósito. As principais propriedades que, em certo nível, influenciam majoritariamente sobre a resistência ao desgaste e resistência mecânica do material instrumental são densidade, dureza e tenacidade à fratura (Novikov *et al.*, 1991). A propriedade mais significativa do cBN é a capacidade de resistir à ação do calor durante os processos de usinagem. A oxidação notável do cBN, sob aquecimento durante uma hora, começa somente a partir de 1200°C (Nikitina e Michina, 1970).

Tabela 3 – Aplicações de algumas marcas de materiais a 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 de aços endurecidos e ferros fundidos refinados
Sumiboron BN 200	Usinagem contínua e intermitente dos aços ligados endurecidos, ferros fundidos de alta resistência ao desgaste
Compósitos Kiborit	Acabamento final de aços endurecidos e ferros fundidos cinzentos e usinagem contínua e intermitente de aços com alta dureza e ligas endurecidas

O nitreto cúbico e Boro (cBN) é um material de usinagem de alto rendimento, reduzindo em 50% o tempo e em 30-40% os custos de usinagem. Ao contrário do



diamante policristalino, o cBN não reage aos derivados de carboretos que se encontram nestes materiais (Pragotec, 2011). Na tabela 4 pode-se observar algumas propriedades técnicas de alguns materiais. Outras aplicações típicas do material cBN podem ser verificadas:

- Materiais ferrosos com dureza de 45 HRc;
- Aços fundido, ferro fundido cinzento, fundidos dúcteis;
- Fundidos com superfície endurecida a base de cromo;
- Carbuteros calcinados;
- Superligas-ligas, usadas na fabricação de aviões e reatores;
- Aço aglutinado;
- Aço trabalhado a frio e a quente;
- Aço utilizado nos mancais de rolamento e nas molas;
- Peças com superfícies endurecidas;
- Ligas a base de cobalto, níquel e ferro.

Tabela 4 – Comparação entre propriedades técnicas (PragoTec, 2011).

Propriedades	cBN	Diamante Monocristalino	Metal Duro ISSO – K10	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sialon
Módulo de Young (GPa)	630	1045	615	372	300
Módulo de elasticidade em deslize (GPa)	279	401	258	147	K.A.
Constante de Poisson (GPa)	0,22	0,2	0,22	0,24	K.A.
Resistência à tração (GPa)	0,45	2,6	1	0,24	K.A.
Resistência à flexão (GPa)	2,75	8,68	4,51	4	3,6
Dureza Knoop em carga de 20 N (GPa)	30-40	56-102	17,9	17	13
Condutibilidade térmica (Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	100	500-2000	100-110	8,2	20-24

Diante da grande influência dos parâmetros do processo sobre as propriedades do compósito a base de cBN, ou na produção do mesmo, os valores de dureza e de condutividade térmica destes produtos apresentam grande variação. Entretanto, os compósitos à base de cBN tendem a apresentar melhores propriedades (Neo *et al.*, 2003). Na tabela 5 são apresentadas marcas comerciais de compósitos a base de cBN produzidos pelas empresas de porte mundial.

Tabela 5 – Características físico-mecânicas dos compósitos industriais a base de cBN. (Barry, 2005; Novikov *et al.*, 2005).

Propriedades	Elbor	Belbor	Kirobit	BZN	Amorite
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	3,31-3,45	3,42-3,50	3,2-3,34	3,48	3,37
Dureza Knoop (GPa)	32-38	38	32-36	35-45	28,5
Coeficiente de Poisson	0,6	-	0,16	-	0,22
Módulo de Young (GPa)	680-720	720	850-910	-	680-720
Tenacidade à fratura $K_{Ic}$ MPa.m <sup>1/2</sup>	3,7-4,2	10,8	13,5	8,6	13,1
Tamanho de grão (µm)	5-20	0,2-5	3-14	1,0	0,12

## 2.8 Particularidades sobre o Processo de Usinagem com cBN

Embora muito antes o homem já utilizasse de maneira muito primitiva os princípios da usinagem para a confecção e acabamento de utensílios que lhe seriam úteis para defesa e busca de alimentos, a história do corte de materiais, de forma mecanizada, data somente do final do século XVIII, antes disso não existiam máquinas de usinagem (Jesus, 2004).

De todos os processos conhecidos que dão forma aos metais, os processos de usinagem são os mais utilizados e tem maior variedade de tipos de operações

Segundo Galoppi *et al.* (2006), as ferramentas à base de cBN foram desenvolvidas para usinar materiais endurecidos nos casos em que ferramentas à base de carbetos não apresentam a dureza necessária em altas velocidades de corte e,

consequentemente, altas temperaturas, e as ferramentas de alumina não oferecem a resistência adequada. A principal vantagem do cBN deve-se a sua dureza estável em altas temperaturas ( $\pm 1800$  HV a  $1000^{\circ}\text{C}$ ) e a baixa solubilidade com aços.

Em todas as classes do processo de usinagem que utilizam abrasivo na usinagem, o grão tem que ser mais duro do que a peça de trabalho no ponto de interação. Isto significa que o grão deve ser mais duro que a peça de trabalho na temperatura de interação. Temperaturas de curta duração podem ser muito altas, por isso os grãos abrasivos devem manter sua dureza mesmo em altas temperaturas (William *et al.*, 2003).

O desgaste em ferramentas de corte pode ser descrito por uma pequena quantidade de mecanismos à saber: abrasão, adesão, difusão, deformação, plástica e fratura. Estes mecanismos estão representados esquematicamente nas figuras 16 e 17 (Galoppi *et al.*, 2006).

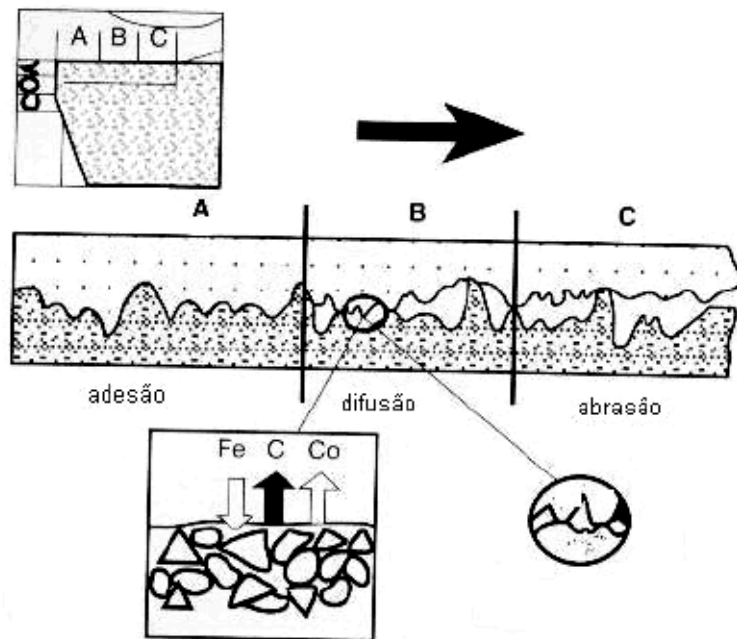


Figura 16 – Principais mecanismos de desgaste (adesão, difusão e abrasão) (Galoppi *et al.*, 2006).

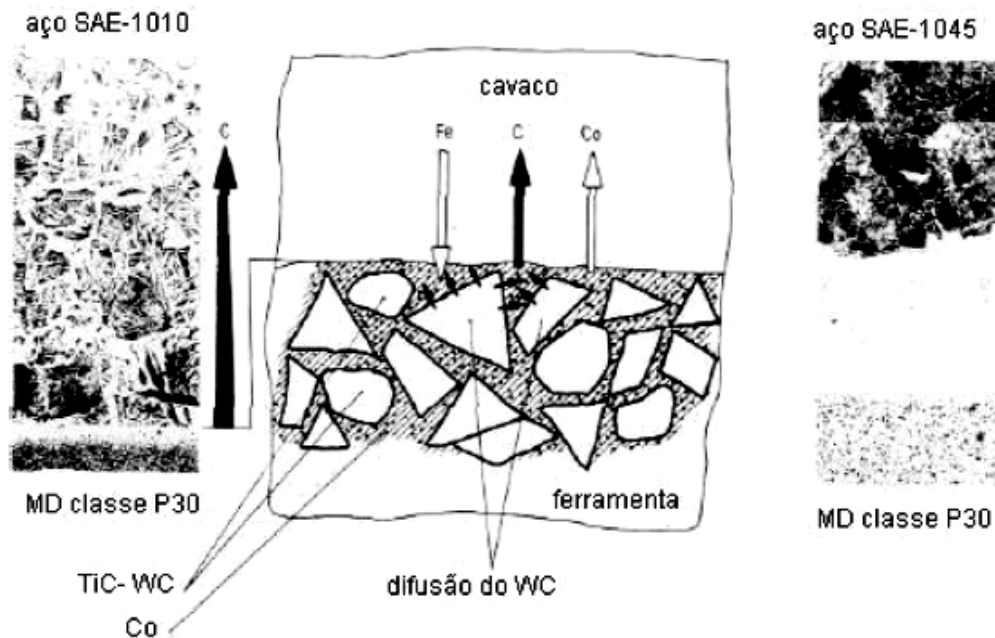


Figura 17 – Difusão do material da ferramenta na peça (cavaco) (Galoppi *et al.*, 2006).

A usinagem de metais ocupa mais uma posição de grande destaque dentro da indústria, está presente em praticamente todas as fases da manufatura de componentes nas mais diversas áreas. Porém ao se abordar o processo de usinagem atualmente, observa-se que o principal foco é o aumento da produtividade aliada às normas ambientais, que são reflexo da mudança de comportamento da sociedade frente aos problemas ambientais gerados, os problemas causados ao meio ambiente pelos fluidos de corte ocorrem quanto ao seu descarte de forma inadequada, podendo danificar o solo e a água. No presente trabalho não foram utilizados fluidos de usinagem (Faria, 2007).

Alguns estudos mostram que compósitos a base de cBN podem ser utilizados na usinagem de metal duro, com boa qualidade superficial e vida útil da ferramenta prolongada (Liu, *et al.*, 2003).

O processo de usinagem pode ser subdividido em etapas básicas convencionais e não convencionais de remoção de cavaco, estas etapas podem ser observadas no fluxograma apresentado na figura 18, entre as etapas estão torneamento que é um processo convencional e foi utilizado neste trabalho.

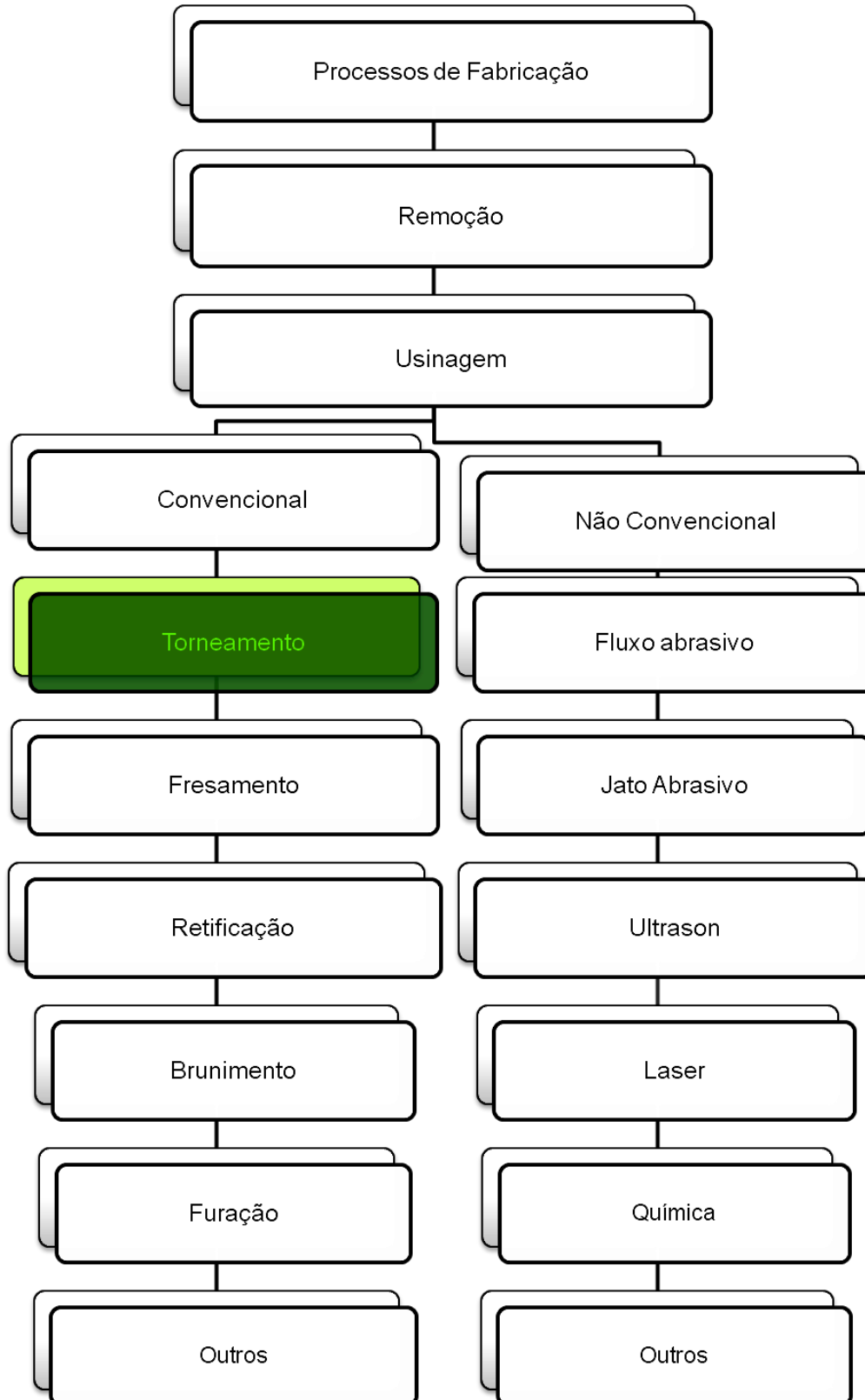


Figura 18 – Fluxograma acerca dos processos de usinagem.

Dentro do processo de usinagem, para cada atividade desenvolvida existe uma enorme variedade de máquinas suporte de ferramentas e ferramentas de corte que podem realizar de processos comuns aos mais complexos.

A ferramenta fundamental usada no processo de usinagem é o porta ferramenta com o inserto, pode ser fixado por brasagem ou ainda por um tipo de suporte. Contudo, a atenção deste trabalho será voltada apenas para a atividade de torneamento, pois esta foi a atividade empregada na metodologia deste trabalho.

### **2.8.1 Torneamento**

O torneamento é um processo de usinagem convencional com retirada de cavaco, onde um material sólido cilíndrico é transformado retirando-se cavaco de seu contorno com o intuito de se obter um objeto com formas definidas e preciso.

O acabamento superficial do torneamento em aços, utilizando as extremidades de corte geometricamente definidas, tem sido emergente como uma alternativa ao processo de retífica convencional. A avaliação de alguns materiais de ferramentas de baixo carbono e superduros, especificamente nitreto cúbico de boro (cBN) e cerâmica de carbeto de titânio com base alumina, é a chave técnica do torneamento, de qualquer maneira, apesar dos registros e reivindicações benéficas, incluindo o baixo custo, a flexibilidade, e produção favorável ao meio ambiente, a utilização industrial do torneamento duro tem permanecido em baixa, em relação ao espectro potencial de aplicações (König, 1993).

O processo de acabamento por torneamento rígido é vantajoso para as indústrias de usinagem, pois apresenta alta produtividade, e ainda a opção da usinagem a seco o que melhora a integridade da superfície, melhorando assim as propriedades do componente usinado e ainda evitando fluido de corte, cujo descarte é prejudicial ao ambiente. Com isso podendo substituir o custoso processo de acabamento superficial de retificação tradicionalmente utilizado (More *et al.*, 2006).

No processo de torneamento, a usinagem pode ser executada na maioria das vezes em duas etapas:

- 1- A primeira é o desbaste, onde se faz a retirada da maior quantidade de material, apresentando desta forma uma profundidade de corte alta e avanço elevado. Como consequência, acarreta uma rugosidade alta na peça e acabamento superficial ruim.
- 2- A segunda etapa é o acabamento, onde a quantidade de material a ser removido é pequena, causando uma baixa rugosidade superficial. Para a realização desta etapa, utiliza-se baixa profundidade de corte e avanços pequenos.

### 2.8.2 Rugosidade

Após o processo de usinagem, tem-se uma superfície efetiva que pode ser medida e avaliada com relação à superfície ideal se for traçado um plano perpendicular à superfície efetiva, tem-se o perfil efetivo da peça usinada. Deste perfil efetivo, depois de medido obtêm-se a rugosidade (Batista, 2006).

Segundo Camargo (2002), a rugosidade de uma superfície usinada pode ser avaliada por vários parâmetros que levam em conta uma ou mais características da superfície, como o comprimento da rugosidade (1), o comprimento da ondulação (2), a amplitude das cristas (3), a amplitude da ondulação (4) e sua orientação (5), como mostrado na figura 19.

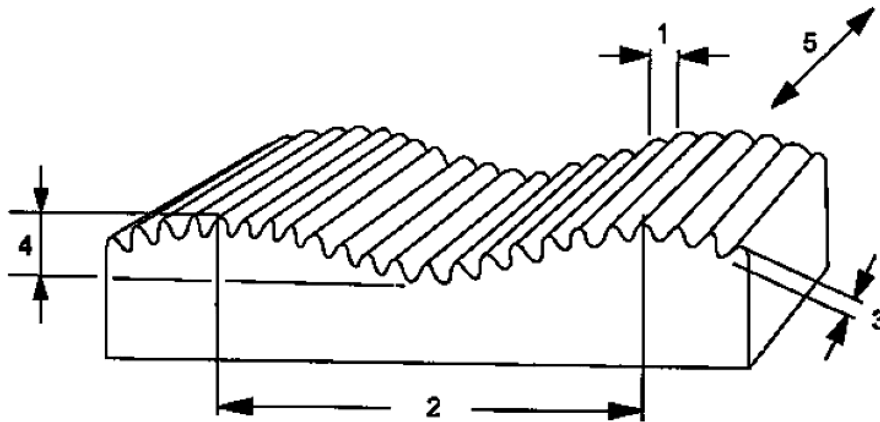


Figura 19 – Elementos de uma superfície usinada (Camargo, 2002).

De acordo com Çolac (2005), diferentes perfis podem ter o mesmo valor de rugosidade  $R_a$ , como mostrado na figura 20.

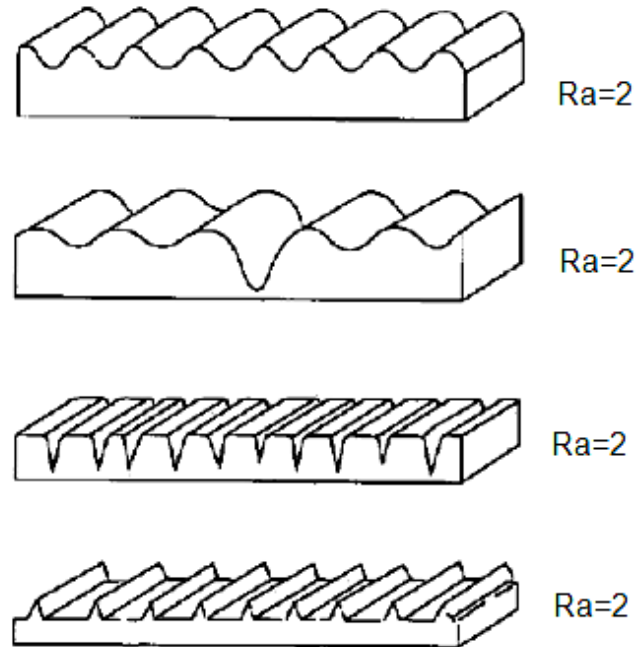


Figura 20 – Diversos perfis com rugosidade  $R_a=2$  (Camargo, 2002).

Segundo Camargo (2002), existem outros parâmetros de medição que fornecem informações dos valores reais de altura entre os picos e vales do perfil de rugosidade como os parâmetros:

$R_z$  – É o parâmetro que faz a média aritmética dos valores dos maiores picos e vales dentro do comprimento de amostragem.

$R_t$  – É parâmetro que mede a distância entre o maior pico e o vale mais profundo.

$R_a$  – É o parâmetro que mede a altura da área entre o perfil de rugosidade e uma linha média dos valores absolutos.

## 2.9 – Tarefa Técnica a ser Resolvida

Com finalidade de se diversificar as pesquisas relacionadas à fabricação de ferramentas de corte a base de cBN, visando atender as necessidades do complexo



nacional da indústria metal/mecânica, este trabalho teve como objetivo principal estudar a possibilidade de elaborar uma tecnologia para a fabricação de compósitos a base de cBN utilizando  $TiB_2$  e Al como ligantes, ou seja, a tarefa técnica consiste em obter um compósito a base de cBN que tenha propriedades compatíveis com as encontradas nas pastilhas comerciais. A escolha deste ligante se dá pelas boas propriedades sob altas temperaturas do  $TiB_2$ , baixo ponto de fusão do Al, e ainda pela reatividade dos mesmos o que acarreta a formação de novas fases importantes. São estas propriedades de dureza elevada, alta resistência ao desgaste e principalmente a promoção de uma qualidade superfície que possa substituir o processo de retificação.

## CAPÍTULO 3 – METODOLOGIA

### 3.1 Apresentação

Neste trabalho, propõe-se o desenvolvimento tecnológico dos compósitos à base de cBN, os quais foram manufacturados via sinterização. Este capítulo descreve o material utilizado neste trabalho para a confecção e testes dos compósitos do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al, processados no SMSD/LAMAV/UENF, e os métodos de análise empregados. A figura 21 mostra o fluxograma experimental realizado.

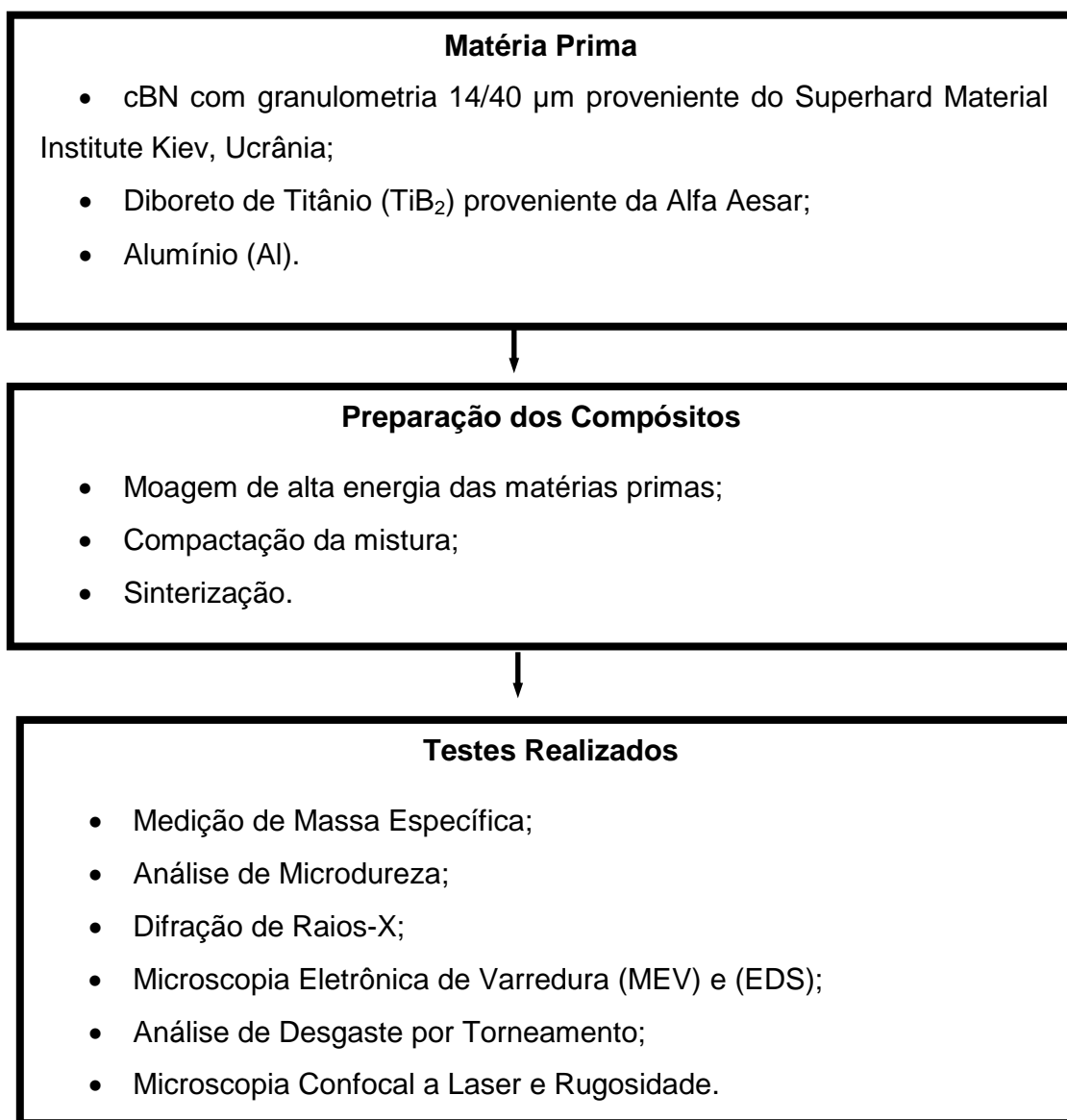


Figura 21 – Fluxograma das etapas experimentais

### 3.2 Procedimento Experimental

A preparação da mistura reativa foi realizada da seguinte forma: inicialmente foi realizada a pesagem dos pós nas proporções desejadas, (60%p cBN, 30%p TiB<sub>2</sub> e 10%p Al), as principais características dos pós podem ser observadas na tabela 6. Os pós foram pesados em uma balança analítica SCALTEC modelo SBC 31-2220g com resolução de 0,0001g. Após a pesagem, a mistura foi submetida ao processo de moagem de alta energia.

Tabela 6 – Principais características dos pós utilizados.

Material	Pureza	Granulometria	Ponto de Fusão (°C)	Densidade Aparente a 20°C
cBN	91%	14/40µm	3100	-
TiB <sub>2</sub>	99,5%	-325 Mesh	2900	4,5 (g/cm <sup>3</sup> )
Al	99,5%	-325 Mesh	660,4	2,71 (g/cm <sup>3</sup> )

#### 3.2.1 Moagem de Alta Energia (MAE)

Após o processo de preparação, a mistura foi submetida ao processo de moagem de alta energia com o intuito de obter uma mistura nanométrica dos pós.

Os procedimentos experimentais voltados à moagem de alta energia adotados nesta pesquisa foram os seguintes:

- Cálculo da razão entre a massa total dos reagentes e a massa das esferas (poder de forjamento);
- Preparação e limpeza do recipiente de moagem e introdução do anel de vedação a sua tampa;
- Adição das ferramentas de moagem (esferas maciças de aço inox).
- Fechamento do recipiente com a tampa já contendo o anel de vedação. O procedimento de fechamento será feito sob atmosfera normal ao ar livre em condições

normais de pressão e temperatura. Não foram considerados procedimentos para minimizar a presença de ar no interior do recipiente.

– Montagem do recipiente carregado em um moinho de alta energia (SPEX 8000) e início da moagem de alta energia.

– Programação do tempo de moagem e de descanso durante o processo de moagem de alta energia, neste caso, foi 1 hora de moagem do cBN, e 30 minutos de moagem do cBN, TiB<sub>2</sub> e Al, este tempo foi necessário para se obter misturas de pós em escala nanométrica. Assim, o temporizador do moinho foi programado para períodos de 30 minutos de moagem e 15 minutos de descanso.

– Interrupção da moagem de alta energia após o intervalo de tempo programado para a coleta das amostras.

### **3.2.2 Preparação dos Compactos e da Célula de Reação**

Após o término da moagem o material obtido foi compactado e diretamente instalado nas cápsulas deformáveis apropriadas para a execução do processo de sinterização. Após completa mistura dos pós, estes foram divididos em porções de aproximadamente 0,275g de mistura reativa que foi submetida à pré-compactação por compressão uniaxial de 500MPa em matriz de aço na prensa hidráulica de 20 ton, modelo LA4C 100B da L&A Indústria e Comércio LTDA. O compacto verde foi colocado cuidadosamente no interior do tubo aquecedor que foi selado com os disco de grafite. Após este processo a cápsula montada foi levada a estufa por 30min a 80°C, os componentes da célula reativa podem ser observados separadamente na figura 22, na figura 23 pode-se observar o esquema de montagem da cápsula. Além da mistura, a célula reativa é constituída pelos seguintes componentes:

- 1 – Meio comprimível, constituído por uma cápsula de calcita;
- 2 – Tubo aquecedor de grafite com 7mm de altura, 7mm de diâmetro e espessura de 1mm;
- 3 – Discos constituídos de 50%p de grafite e 50%p de calcita de 1,0mm de espessura e diâmetro de 5 mm;
- 4 – Compacto verde da mistura reativa.

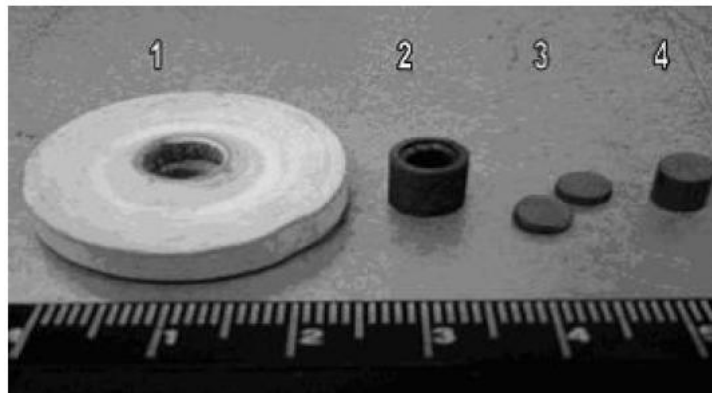


Figura 22 – Componentes da montagem da célula reativa: (1) cápsula de calcita; (2) tubo aquecedor; (3) tampa de grafite/calcita; (4) compacto verde da mistura reativa.

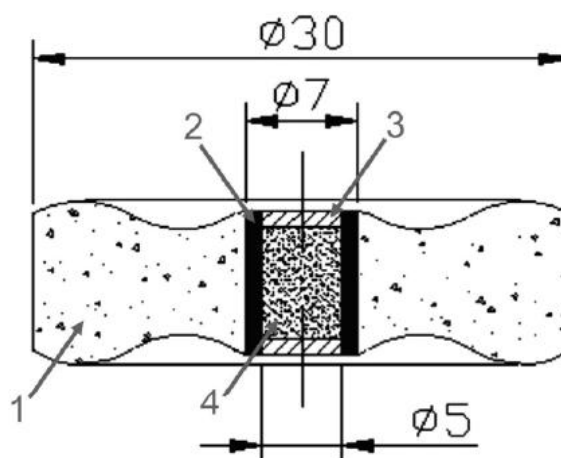


Figura 23 – Esquema da montagem da cápsula deformável, e dimensão, para a sinterização do cBN, onde: 1 – cápsula de deformável; 2 – mistura reativa; 3 – tampinhas isolantes feitas de calcita 50% e grafite 50%; 4 – tubo aquecedor de grafite.

### 3.2.3 Calibração do Conjunto DAP–Célula de Reação

Devido à impossibilidade da mensuração direta da pressão e da temperatura no interior da câmara de compressão, o processo de calibração da pressão foi realizado utilizando determinados materiais que apresentam transições de fase em pressões conhecidas, que podem ser verificadas pela variação de resistividade elétrica.

### **3.2.3.1 Pressão**

A calibração da pressão dentro da câmara de compressão foi realizada através do acompanhamento de mudanças de fase em pressões definidas. Como calibrantes podem ser utilizados Bismuto, que apresenta transição de fase em 2,55 e 7,7 GPa, e o Seleneto de Chumbo, o qual apresenta transição em 4,3 GPa, no presente trabalho foi utilizado o Bismuto.

Para a calibração da pressão um pedaço de papelão com diâmetro de 7mm foi posicionado no interior da amostra, com um pequeno fio de bismuto próximo a sua extremidade. A cápsula foi posicionada entre as superfícies de trabalho do DAP tipo bigorna com concavidade toroidal, e todo esse conjunto ficou inserido entre os blocos de apoio (ou compressão) da prensa hidráulica especial de 630 ton.

Para a execução deste processo, procedeu-se a circulação de uma corrente elétrica constante através do calibrante. Em função da pressão aplicada no cilindro da prensa hidráulica, fez-se o monitoramento da variação da resistência elétrica no momento de transição de fase do calibrante, obtendo a relação entre a pressão no interior da câmara de compressão e a pressão no cilindro principal da prensa.

### **3.2.3.2 Temperatura**

Para a calibração da temperatura um orifício de 1,5mm de diâmetro foi feito ao longo do sentido radial da cápsula, figura 24, nesse orifício foi inserido um tubo isolante de alumina, diâmetro interno inferior a 1mm, e por dentro do mesmo foram colocados os fios do termopar tipo K (cromel-alumel), de forma que a junção dos fios ficou no centro da amostra. A cápsula foi colocada entre as superfícies de trabalho do DAP tipo bigorna com concavidade toroidal, e todo esse conjunto ficou inserido entre os blocos de apoio (ou compressão) da prensa hidráulica especial de 630 ton. A pressão hidráulica aumentou até 6 GPa e a corrente elétrica foi acionada. De acordo com trabalhos anteriores, os valores de temperatura, foram monitorados por um termômetro, estabilizaram após 20s.

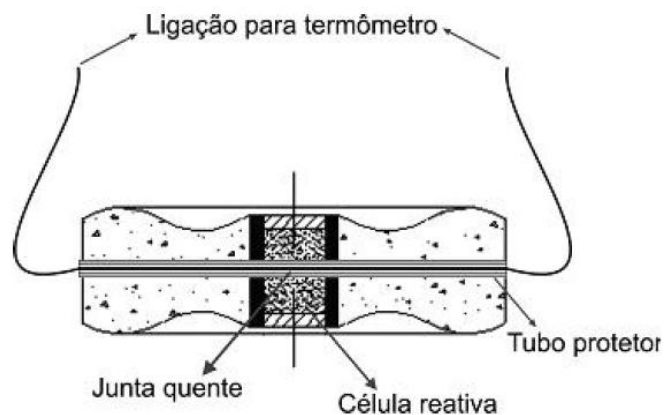


Figura 24 – Esquema de montagem do termopar para a calibração de temperatura.

### 3.2.4 Sinterização das Amostras

Esta etapa objetivou a obtenção de um compósito resistente à base de cBN. As cápsulas com as amostras inseridas no interior foram posicionadas entre as superfícies de trabalho do DAP tipo bigorna com concavidade toroidal, e todo esse conjunto foi inserido entre os blocos de apoio (ou compressão) da prensa hidráulica especial de 630 ton, modelo D0138 da Ryazantyaspressmach como pode ser observado na figura 25.



Figura 25 – Prensa de 630 ton detalhe do conjunto de dispositivos e cápsula deformável.

Para a realização do processo de sinterização, foi usado o de regime baseado na aplicação com ciclos e sem ciclos dos parâmetros de pressão e temperatura. Um diagrama esquemático do método de aplicação de altas pressões e altas temperaturas está mostrado na figura 26. Neste diagrama é possível observar o modo de variação e aplicação dos parâmetros de temperatura, pressão e tempo no processo cíclico de sinterização que foi utilizado neste trabalho.

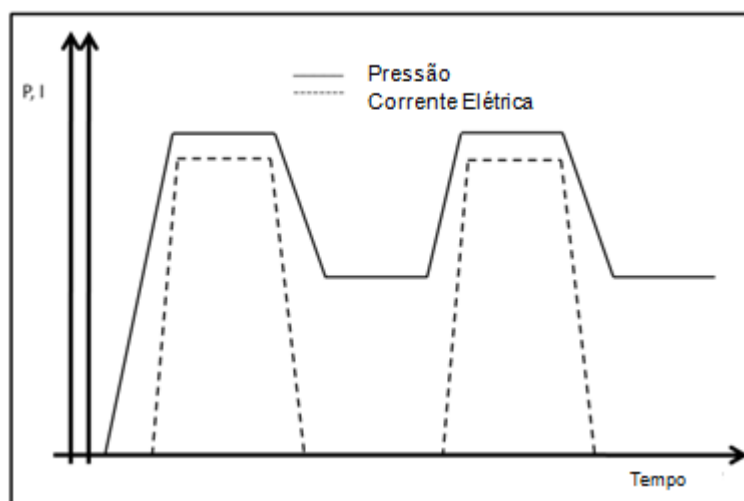


Figura 26 – Diagrama esquemático do ciclo de aplicação dos parâmetros de sinterização.

A aplicação da pressão é feita em dois patamares diferentes, onde durante a sinterização a pressão foi elevada até 7,5 GPa e mantida nesse patamar de pressão enquanto a corrente elétrica foi acionada, a fim de se alcançar temperatura entorno de 1650°C. Na segunda etapa dos experimentos a pressão foi novamente aumentada até 6 GPa posteriormente a 6,6 GPa e mantida neste patamar de pressão enquanto a corrente elétrica foi acionada, a fim de se alcançar temperatura entorno de 1800°C.

Esses parâmetros foram mantidos constantes por períodos de 3 min, após o qual o aquecimento é desligado e a pressão é deixada decrescer naturalmente.

O processo de sinterização foi avaliado com variação de 1, 2 e 3 minutos para as amostras dos grupos sem ciclos e 1, 2 e 3 ciclos para as amostras dos grupos com variações cíclicas. O objetivo variação da sinterização com ciclos e sem ciclos e com tempos de processamento diferentes foi avaliar se os ciclos e o tempo de



processamento influenciam consideravelmente na qualidade do produto sinterizado, para desta forma, otimizar a produção do mesmo.

### 3.2.5 Caracterização

#### 3.2.5.1 Determinação da Densidade

A medida da densidade é um aspecto importante a ser avaliado, pois com a densificação consegue-se avaliar a efetividade da sinterização. A densidade (massa específica aparente) foi determinada através do Método Dimensional de acordo com a norma ASTM C373-72. A massa específica aparente (MEA) foi calculada utilizando a seguinte expressão:

$$\rho_{ap} = \frac{M}{V} \quad (\text{eq. 1})$$

Onde  $\rho_{ap}$  é a massa específica aparente da amostra sinterizada (em  $\text{g/cm}^3$ ); M e V são respectivamente, a massa (g) e o volume ( $\text{cm}^3$ ) das amostras sinterizadas. A densidade relativa foi calculada, dividindo-se a densidade aparente pela densidade teórica.

#### 3.2.5.2 Análise de Microdureza

A dureza de um sólido pode ser explicada como sendo a capacidade que o mesmo tem de resistir à penetração de outro corpo sem sofrer deformação constante, ou seja, a dureza de um material está relacionada ao seu limite elástico pela própria definição. O material que é submetido a teste de dureza, irá sofrer fluxo plástico em função da pressão média a que estiver sendo submetido, podendo essa pressão média ser correlacionada diretamente com sua dureza. Existe uma estreita relação entre os valores de dureza e a curva característica de tensão por deformação do material (Sasso, 2008).

Ensaio de microdureza enquadram-se dentro dos ensaios de dureza por penetração, que envolvem forçar uma ponteira, geralmente de diamante, de geometria específica, sobre a superfície do material ensaiado. A microdureza caracteriza-se pelo uso de cargas baixas, que irão produzir impressões com dimensões da ordem de micrometros. A escolha de uma técnica apropriada para materiais a base de cBN está limitada ao tamanho dos compósitos sinterizados produzidos, que geralmente são pequenos (Warren, 2007).

No presente trabalho as medidas de microdureza Vickers foram realizadas utilizando microdurômetro Shimadzu Type M com carga de 9,81 N, foram realizadas dez medições na superfície de cada amostra como pode ser observado no desenho esquemático na figura 27 obtendo-se a média, as medições foram realizadas a partir da metade da superfície de cada amostra. A microdureza é importante porque está relacionada a notáveis propriedades do material em estudo ou aspecto de desempenho deste incluindo abrasão, usinabilidade entre outros.

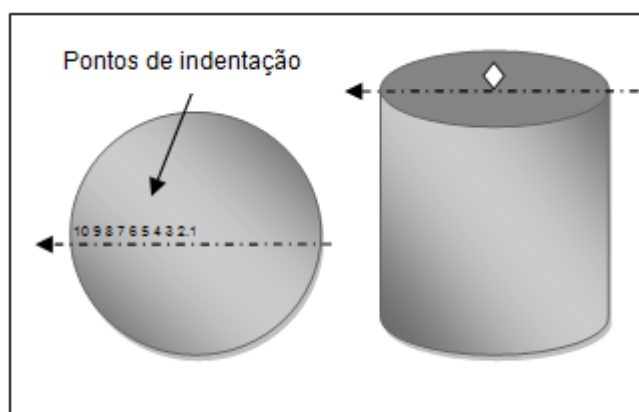


Figura 27 – Desenho esquem tico dos pontos de indentaç o do ensaio de microdureza Vickers.

### 3.2.5.3 Tenacidade   Fratura

A tenacidade   fratura de um material   um par metro muito importante,   a resist ncia do material   propagaç o de trincas, sendo caracterizada por um fator cr tico de intensidade de tens o ( $K_{Ic}$ ) como o valor limite de intensidade de tens o que pode ser aplicado a um material, onde ocorrer  a propagaç o de trincas (McKie, 2009).

Segundo a Teoria de Griffith, pode ser definido como um Fator de Intensidade de Tensão (K) que estabelece a magnitude do campo de tensão causado por uma trinca. Ou seja, depende da geometria e tamanho da trinca e da intensidade da carga aplicada. Existem variadas funções que definem este fator K como pode ser visto na equação 2 (Garcia *et al.*, 2000).

$$K = f(\sigma, a) \quad (\text{eq. 2})$$

Onde:

a = dimensões da trinca;

$\sigma$  = tensão

A fratura frágil é especificada através do valor crítico do fator de intensidade de tensão, que é chamado de tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ). Geralmente o fator  $K_{Ic}$  é utilizado ao que se refere a um modo específico de fratura – a plana.

Como citado anteriormente, existem várias maneiras de se obter o valor de  $K_{Ic}$ , para isso são utilizadas as indentações e trincas que se formam nas amostras durante as medidas de microdureza e a carga aplicada, como pode ser observado na figura 28. A medida de  $K_{Ic}$  é obtida através da equação 3 (Hanyaloglu *et al.*, 2001).

$$K_{Ic} = 1,705 \times (W \times HV)^{0,16} \quad (\text{eq. 3})$$

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

Onde:

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

HV = dureza Vickers (kgf/mm<sup>2</sup>);

P = carga aplicada (kgf);

L = somatório das trincas superficiais formadas (mm);

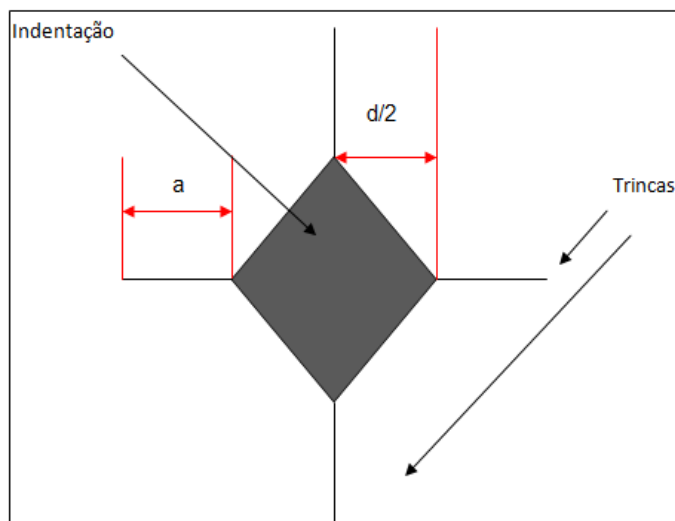


Figura 28 – Desenho esquemático de uma indentação de ensaio de microdureza Vickers com as trincas formadas durante a aplicação da carga.

#### 3.2.5.4 Difração de Raios-X

A análise por Difração de Raios-X (DRX) teve como objetivo a caracterização qualitativa do material sinterizado. Esta análise foi utilizada com o intuito de investigar a formação dos compostos durante a sinterização tais como (nitretos de titânio e alumínio), e ainda fases prejudiciais como (hBN, carbeto de titânio) e contaminações como (grafite).

As amostras foram inicialmente preparadas e posteriormente analisadas utilizando o Difratômetro modelo URD65 da marca Seifert. Os difratogramas obtidos foram analisados comparando 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.

#### 3.2.5.5 Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS)

A Microscopia Eletrônica de Varredura teve como objetivo analisar e identificar as camadas de ligante formada, 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, operado com voltagem de 10 kV. As imagens foram obtidas através de elétrons secundários.

Algumas amostras foram fraturadas, em sentido longitudinal e transversal, logo após foram fixadas em um suporte específico utilizando fita condutora de carbono e foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura. Não foi necessária a metalização da amostras, pois as mesmas são condutoras.

A técnica de microanálise por EDS (espectroscopia por dispersão de elétrons), também realizada no microscópio eletrônico de varredura, foi utilizada na definição dos elementos contidos no pó nanoestruturado a base de cBN, bem como no compósito obtido após sinterização.

### **3.2.5.6 Análise de Desgaste por Torneamento**

Esta etapa teve como objetivo determinar a efetividade da sinterização através de testes reais de usinagem. O compósito a base de cBN foi fixado no porta ferramentas e este, por sua vez, fixado ao torno mecânico ROMI – TORMAX 20A como pode ser observado na figura 29. O compósito a base de cBN foi submetido ao ensaio de desgaste através da usinagem de uma peça de aço com formato cilíndrico, diâmetros internos e externos de 45mm e 90mm, respectivamente. A condição de desgaste foi avaliada em função da perda de massa do compósito, em operações de torneamento externo de uma peça de aço AISI 4140 temperado e revenido, com dureza de 55 HRc.

Durante os ensaios de torneamento realizados no torno mecânico mostrado na figura 29, utilizando o porta ferramentas ilustrado na figura 30, as pastilhas foram usinadas empregando-se velocidades de corte de (2500 rpm), dois avanços de (0,2 mm/rot e 0,5 mm/rot) e duas profundidades (0,2 mm e 0,5 mm).



Figura 29 – Torno mecânico ROMI –TORMAX 20A.

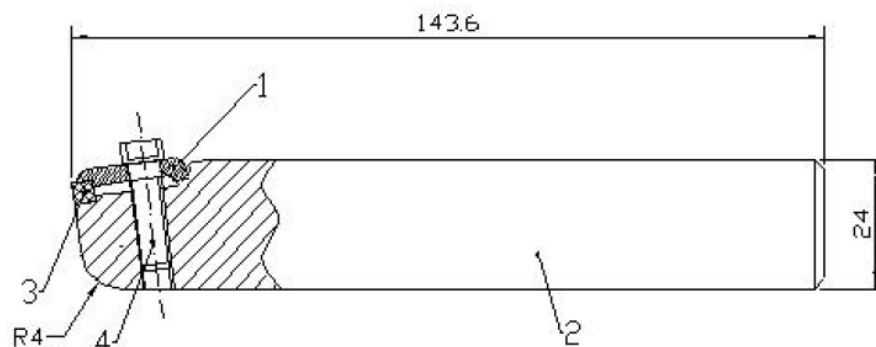


Figura 30 – Porta Ferramenta utilizado para realização dos ensaios de torneamento: 1– arruela de fixação; 2 – suporte; 3 – composto de cBN; 4 – parafuso de Fixação.

O desgaste foi avaliado em função da perda de massa do composto, em operações de torneamento externo (cilindragem) de uma peça de aço AISI 4140 temperada em óleo. Os parâmetros empregados no processo estão apresentados na tabela 7 e foram definidos de acordo com os valores utilizados para operações de desbaste grosseiro, conforme apresentado por alguns fabricantes.

Tabela 7 – Parâmetros utilizados no ensaio de torneamento.

Velocidade de corte ( $V_c$ )	Avanço (a) (mm/rot)	Profundidade de Corte (p) (mm)	Refrigerante
2500 rpm	0,2	0,5	(sem o uso)
2500 rpm	0,5	0,2	(sem o uso)

### 3.2.5.6 Microscopia Confocal e Rugosidade

A Microscopia Confocal a Laser obtém imagens planas tendo como fonte de luz de varredura o laser de alta velocidade na direção XY. Este tipo de microscopia adquire informações de cor através da observação de campo claro. A imagem 3D é criada com a movimentação da lente objetiva na direção Z. O eixo Z é fornecido por uma unidade de peso em coordenação com uma escala linear. O microscópio OLS LEXT 4000 está equipado com um sistema de óptica confocal que só capta a imagem em foco, ao mesmo tempo elimina reflexos. Além disso, a tecnologia confocal pode ser usada como um sensor de altura

Neste trabalho a Microscopia Confocal a Laser teve como objetivo avaliar a superfície do compósito bem como fornecer informações sobre a textura da superfície horizontal e rugosidade. Foi utilizado o microscópio confocal LEXT Olympus OLS4000, o microscópio laser obtém uma resolução mais alta diminuindo o comprimento de onda de uma fonte de luz, este microscópio possui uma boa resolução devido ao emprego de um laser de 405nm, para a medição da rugosidade, pois permite observar a rugosidade em linha e plano podendo ser feita a rugosidade de toda a superfície.

## CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Caracterização dos Pós

Neste capítulo serão apresentados todos os resultados obtidos no presente trabalho de pesquisa, bem como as explicações dos mesmos.

De acordo com a imagem obtida através de microscopia eletrônica de varredura, os cristais de cBN utilizados neste trabalho antes do processo de moagem de alta energia apresentados na figura 31, mostram-se como blocos angulosos de superfície lisa, apresentam morfologia irregular e formato indefinido.

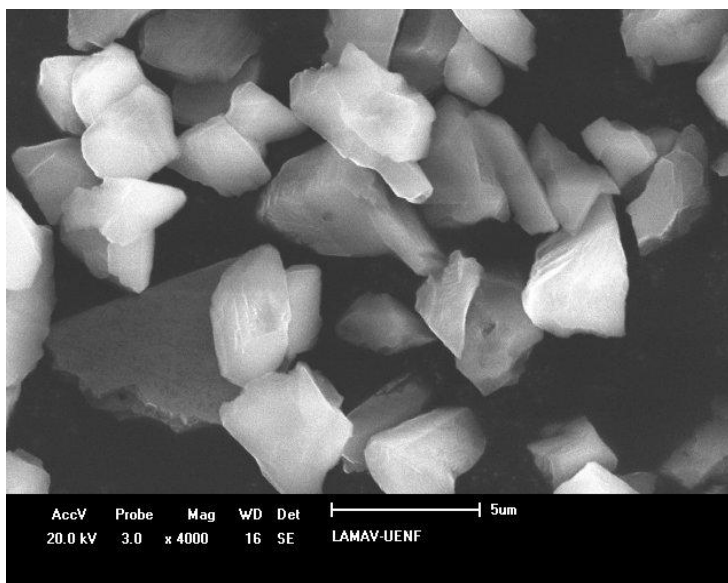


Figura 31 – Micrografia dos cristais de cBN antes do processo de moagem de alta energia.

A morfologia dos pós nanoestruturados do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al é apresentada na figura 32. A matéria-prima original foi transformada utilizando o processo de moagem de alta energia, produzindo o pó nanoestruturado que é constituído por partículas com diferentes morfologias. Podem ser observados blocos angulosos de superfície lisa que são partículas de cBN dispersas no pó. O Al metálico e o TiB<sub>2</sub> também estão presentes na mistura, entretanto devido ao processo de moagem torna-se difícil a identificação dos mesmos.



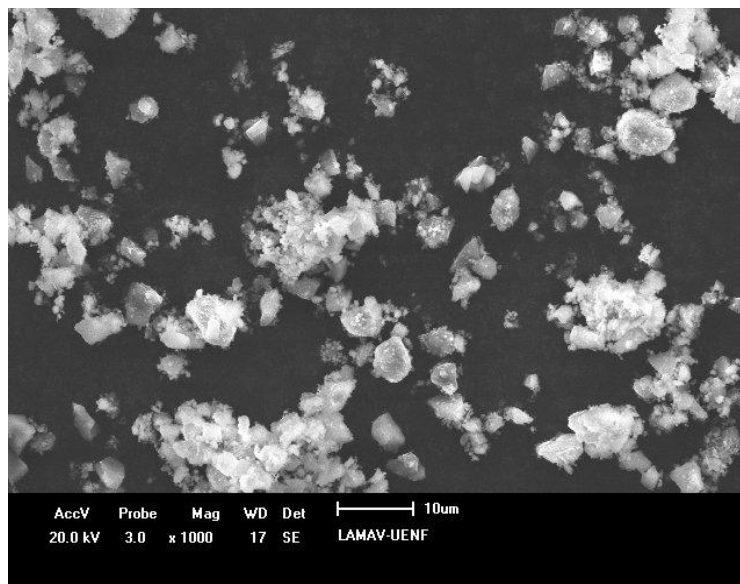


Figura 32 – Micrografia da mistura dos pós após moagem de alta energia.

#### 4.2 Descrição dos Compactos Sinterizados

Foram produzidos ao todo 27 compósitos a base de cBN, que apresentam composição da mistura reativa de 60%p cBN, 30%p TiB<sub>2</sub> e 10%p Al. O ligante é composto por TiB<sub>2</sub> e Al em proporções fixas. Segundo Rong *et al* (2002), pequenas quantidades de Al adicionadas a mistura reativa para a produção dos compósitos ajudam no processo de sinterização.

Os compósitos foram obtidos em formato quase cilíndrico, com superfícies laterais ligeiramente côncavas. A altura ficou entre 5 e 7 mm e o diâmetro médio 5,1 mm. Em relação à massa, as amostras apresentaram uma média de 0,25g, grande parte desta redução da massa se deve a perdas ocorridas durante o processo de pré-compactação e na montagem final da cápsula. Porém, esta redução de massa pode também estar ligada a contrações ocorridas durante o processo de sinterização. A tabela 8 apresenta a descrição dos compósitos sinterizados sob altas pressões e alta temperaturas.

Os compósitos foram divididos em grupos e subgrupos para facilitar o estudo, as amostras 1, 2 e 3 dos subgrupos C5, C8 e C9 passaram por processo de usinagem utilizando avanços de (0,2 e 0,5 mm/rot), profundidades de corte de (0,5 e 0,2 mm) e rotação 2500 rpm.

Foi avaliado o processo de sinterização com variações de 1, 2 e 3 minutos, e 1, 2 e 3 ciclos, pressão entorno de 7,5 GPa e 6,6 GPa e temperatura de 1650°C e 1800°C. O objetivo desta variação foi avaliar se o tempo de processamento e os ciclos influenciam consideravelmente na qualidade do produto sinterizado para, desta forma otimizar o processo.

Tabela 8 – Descrição dos compósitos sinterizados.

Grupos	Subgrupos/Amostras	Composição	Parâmetros
I	C1 (1- 2 - 3)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	7,5 GPa – 1650°C 1 minuto
	C2 (4 - 5 - 6)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	7,5 GPa – 1650°C 2 minutos
	C3 (7- 8 - 9)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	7,5 GPa – 1650°C 3 minutos
II	C4 (10 - 11- 12)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	6,6 GPa – 1800°C 1 minuto
	C5 (13 - 14 - 15)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	6,6 GPa – 1800°C 2 minutos
	C6 (16 - 17 - 18)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	6,6 GPa – 1800°C 3 minutos
III	C7 (19 - 20 - 21)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	6,6 GPa – 1800°C 1 ciclo
	C8 (22 - 23 - 24)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	6,6 GPa – 1800°C 2 ciclos
	C9 (25 - 26 - 27)	60%p cBN + 30%p TiB <sub>2</sub> + 10%p Al	6,6 GPa – 1800°C 3 ciclos

### 4.3 Determinação da Densidade

Com o processamento do material, conforme condições estabelecidas na tabela 8 foram produzidos compactos sinterizados cujas medidas de densificação foram realizadas de acordo com a comparação entre a densidade aparente e teórica.

A tabela 9 demonstra que foram obtidos níveis satisfatórios de densificação para cada subgrupo, e que houve uma variação na densificação dos mesmos devido aos diferentes parâmetros de sinterização de cada subgrupo dentro de seu grupo.

Segundo McKie (2009), a densidade teórica de um material depende da quantidade de fases presentes no material.

Tabela 9 – Densificação das amostras sinterizadas.

Grupos	Subgrupos	Densidade Aparente Média (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade Relativa Média (%)
I	C1	3,05	83,94
	C2	3,22	88,66
	C3	3,33	91,70
II	C4	3,27	90,10
	C5	3,32	91,34
	C6	3,50	96,40
III	C7	3,33	90,18
	C8	3,27	90,00
	C9	3,18	87,40

No trabalho de McKie (2009), a quantidade de Al varia entre 15 e 25% e a densidade dos compósitos ficou entre 3,38 g/cm<sup>3</sup> – 3,41 g/cm<sup>3</sup>. De acordo com Barry (2005) e Novikov *et al* (2005), os compósitos produzidos comercialmente como o Belbor e o Kirobit apresentam densidade de 3,42-3,50 g/cm<sup>3</sup> e 3,20 -3,34 g/cm<sup>3</sup> respectivamente. Neste contexto, pode-se inferir que os compósitos produzidos no

presente trabalho apresentaram valores compatíveis com os dados reportados na literatura e alcançaram excelentes níveis de densificação.

Observa-se na figura 33, os níveis de densificação média das amostras do grupo I subgrupos C1, C2 e C3, sinterizadas sob pressão de 7,5 GPa, temperatura de 1650°C e tempo de processamento de 1, 2 e 3 minutos.

As amostras do grupo I apresentaram níveis de densificação satisfatórios, sendo que as amostras do subgrupo C3 apresentaram uma densificação melhor em relação as demais, devido às mesmas apresentarem tempo de processamento maior. Entretanto, as amostras do subgrupo C2 apresentaram nível de densificação melhor em relação às amostras do subgrupo C1 por terem sido produzidas com tempo superior, porém, apresentaram densificação inferior em relação às amostras do subgrupo C3 que foram processadas com tempo superior. As amostras do subgrupo C1 apresentaram menor densificação em relação as amostras dos outros subgrupos do grupo I, por terem sido obtidas com o menor tempo de processamento.

Portanto, para os parâmetros utilizados nas amostras do grupo I o tempo de processamento das mesmas influenciou significativamente na densificação das amostras desse grupo.

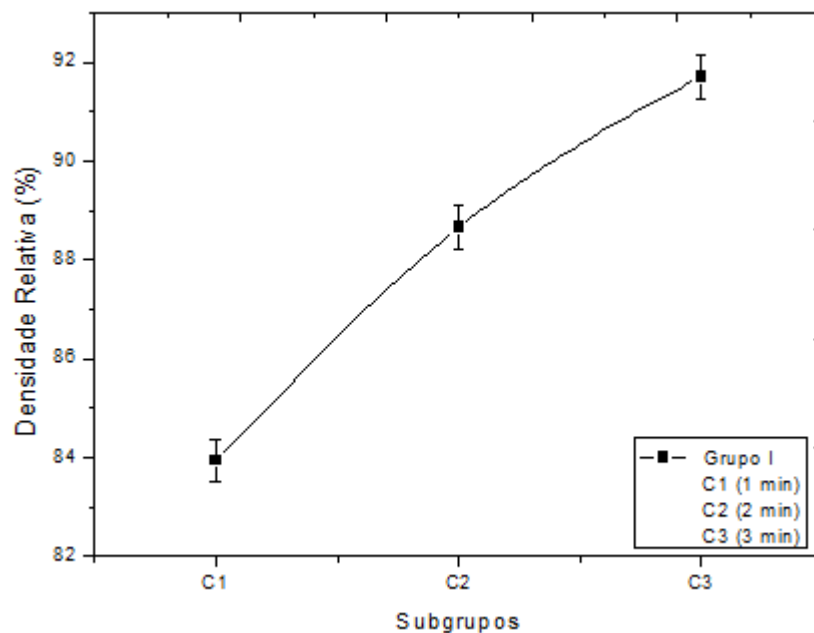


Figura 33 – Densidade relativa média das amostras sinterizadas do grupo I.

Observa-se na figura 34, o resultado da densificação média das amostras do grupo II, sinterizadas sob pressão de 6,6 GPa, temperatura de 1800°C e tempo de processamento de 1, 2 e 3 minutos.

Os resultados mostram que, para as condições estudadas as amostras do subgrupo C6 com um tempo de processamento de 3 minutos apresentaram a melhor densificação deste grupo entorno de 96,40%. Já as amostras do subgrupo C5, mostraram um nível de densificação intermediário de 91,34% em relação às amostras dos subgrupos C6 e C4, devido ao tempo de processamento de 2 minutos. E as amostras do subgrupo C4 apresentaram nível de densificação de 90,10% inferior em relação às demais amostras do grupo II, devido ao seu tempo de processamento de 1 minuto.

Segundo os parâmetros do grupo II observados na tabela 8, pode-se notar que o tempo de processamento apresenta papel relevante na densificação média das amostras deste grupo. Entretanto, houve pouca variação da densificação das amostras dos subgrupos C4 e C5 para tempos de processamento de 1 e 2 minutos respectivamente.

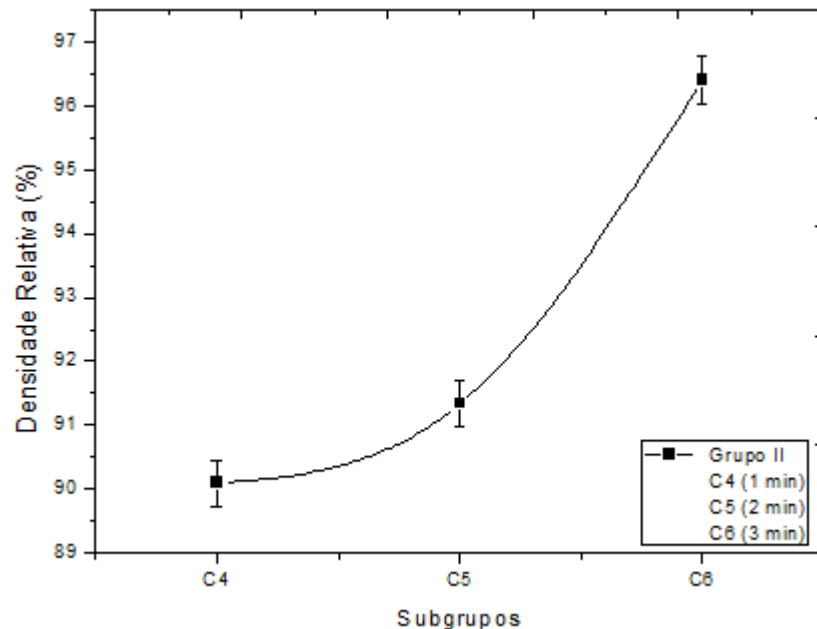


Figura 34 – Densidade relativa média das amostras sinterizadas do grupo II.

Tendo como base o estudo de densificação dos grupos I e grupo II, pode-se notar que a diminuição da pressão, bem como o aumento da temperatura e o aumento

do tempo de processamento, elevam a densificação das amostras do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al. Embora, os dois grupos tenham apresentados níveis de densificação satisfatórios, o grupo II apresentou níveis de densificação melhores por apresentar menor pressão e maior temperatura de processamento. Segundo os estudos de Bezhenar *et al.* (2010), a densidade relativa das amostras de cada composição da mistura reativa aumenta significativamente com o tempo de processamento entre 3-7 minutos, o que também foi observado no presente trabalho para os grupos I e II.

A figura 35 mostra a densificação média dos compósitos a base de cBN do grupo III após sinterização, sob pressão 6,6 GPa, temperatura de 1800°C e tempo cíclico de 1, 2 e 3 ciclos.

Pode-se observar no grupo III que as amostras do subgrupo C7 de 1 ciclo de processamento apresentaram melhor nível de densificação. Já as amostras do subgrupo C8 apresentaram uma densificação intermediária para 2 ciclos de processamento, embora as mesmas não demonstrem variação significativa em relação as amostras do subgrupo C7 com 1 ciclo. As amostras do subgrupo C9 com 3 ciclos de processamento apresentaram menor nível de densificação devido ao aumento do número de ciclos.

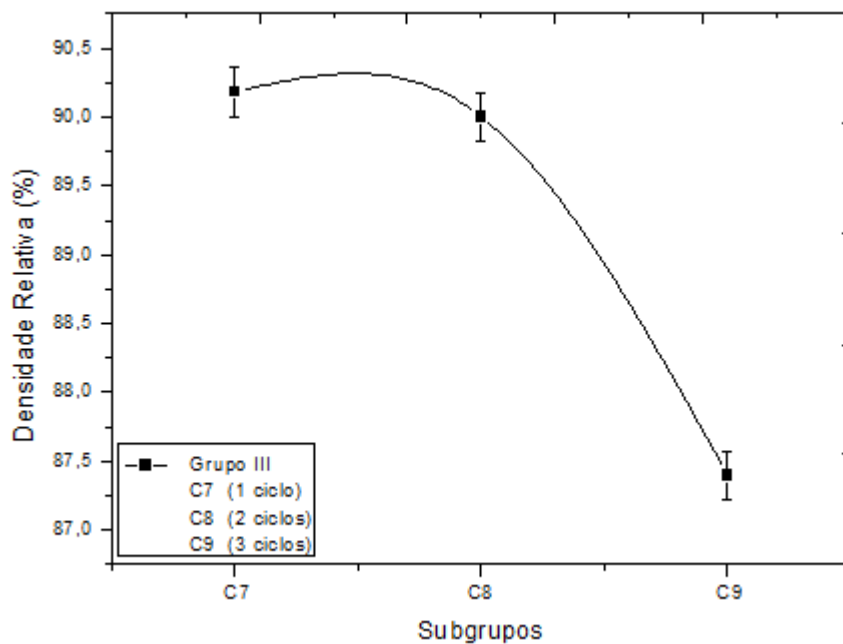


Figura 35 – Densidade relativa média das amostras sinterizadas do grupo III.

Pode-se claramente observar que, os valores de densificação estão entre 87,40% e 90,18% para todos os ciclos estudados no grupo III, e não há diferença significativa nos valores de densificação. Isso indica que houve um nível de densificação satisfatório e que os ciclos não influenciam fortemente na densidade dos compósitos estudados.

#### **4.4 Análise de Microdureza**

Na tabela 10, são expressos os valores de microdureza obtidos nas diferentes condições de processamento do compósito do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al dos diversos grupos. O estudo da microdureza é importante na avaliação das alterações sub-superficiais, ou seja, a medição da microdureza acompanha as mudanças na microestrutura e, neste caso, o método permite avaliar a condição sub-superficial do compósito a base de cBN. Os valores da microdureza e da tenacidade à fratura podem variar devido a não homogeneização das amostras.

A microdureza das partículas aumenta significativamente com o processo de moagem de alta energia, devido ao refinamento produzido na microestrutura (Fogagnolo, 2000). Segundo Valpassos *et al.* (2007), a não-homogeneidade na amostra que pode ser causada ou por heterogeneidade na mistura dos pós ou por gradientes de pressão e/ou temperatura no DAP.

De acordo com os estudos de Rong *et al.* (2002), comparando-se o sistema cBN-Al e cBN-TiN-Al em relação a microdureza apresentada, pode-se observar que o sistema cBN-TiN-Al apresenta melhor valor de microdureza para o mesmo teor de cBN em relação ao sistema cBN-Al. Devido a adição de partículas relativamente duras de TiN. No presente trabalho a microdureza alcançada no sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al se deve ao fato da adição de partículas relativamente duras de TiB<sub>2</sub>, que aumentam a dureza e a condutividade térmica do compósito (Patente EUA, 1982).

Enquanto que no sistema cBN-Al significativa quantidade de AlB<sub>2</sub> é formada em menor quantidade de cBN, ocasionando baixa microdureza, neste sistema a adição de TiN aumenta a microdureza dos compósitos (Rong *et al.* 2002). Compósitos industriais como o Belbor e o BZN apresentam dureza entorno de 38 e 45 GPa respectivamente, o que demonstra que os compósitos do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al produzidos no presente

trabalho apresentam microdureza de acordo com a literatura (Barry, 2005); (Novikov *et al.*, 2005).

Tabela 10 – Valores de microdureza das amostras sinterizadas.

Grupos	Subgrupos	Microdureza Hv Média (GPa)
I	C1	35
	C2	26
	C3	46
II	C4	56
	C5	54
	C6	61
III	C7	56
	C8	55
	C9	58

De acordo com Rong *et al.* (2002), a microdureza dos compósitos é refletida pela quantidade de cBN, ou seja, a microdureza dos compósitos aumenta com o aumento da quantidade de cBN, desde de que a quantidade de Al adicionada seja igual a quantidade de cBN que foi consumida. Entretanto no presente trabalho foram alcançados valores satisfatórios de microdureza para mistura reativa com 60%p de cBN.

As figuras 36 e 37 mostram os valores obtidos de microdureza expressos em GPa para os grupos I e II, de acordo com os parâmetros obtidos na tabela 7. As amostras do grupo I apresentam valores de microdureza abaixo da média em relação aos outros grupos, as amostras do subgrupo C3 obtiveram o maior valor de microdureza médio de 46 GPa para um tempo de 3 minutos de processamento. As amostras do subgrupo C1 obtiveram valor intermediário de microdureza de 35 GPa para um tempo de processamento de 1 minuto, já as amostras do subgrupo C2 apresentaram valor de microdureza de 26 GPa este valor foi inferior as demais amostras do grupo I.



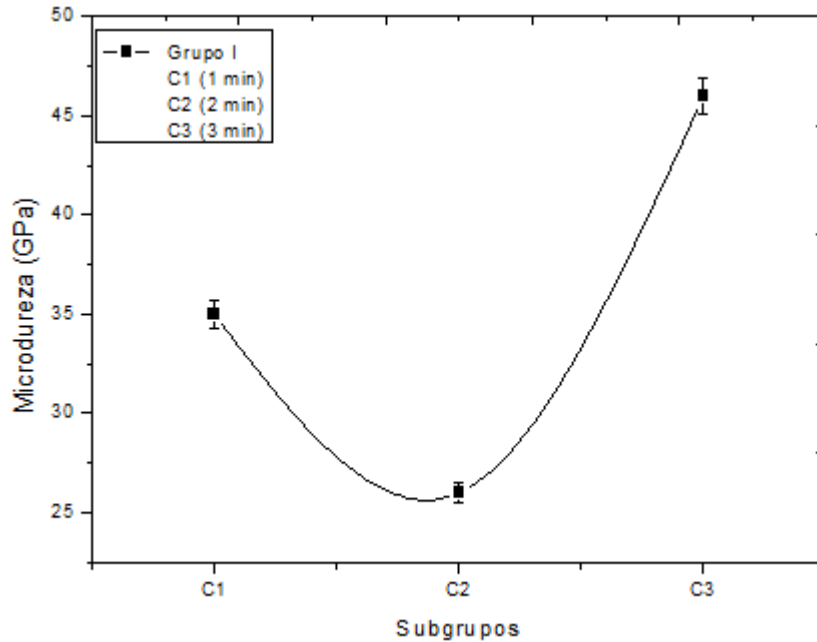


Figura 36 – Microdureza média das amostras sinterizadas do grupo I.

As amostras do grupo II apresentaram valores de microdureza satisfatório, as amostras do subgrupo C6 apresentaram o melhor valor de microdureza médio de 61 GPa para um tempo de processamento de 3 minutos, em relação as amostras dos grupos I e III.

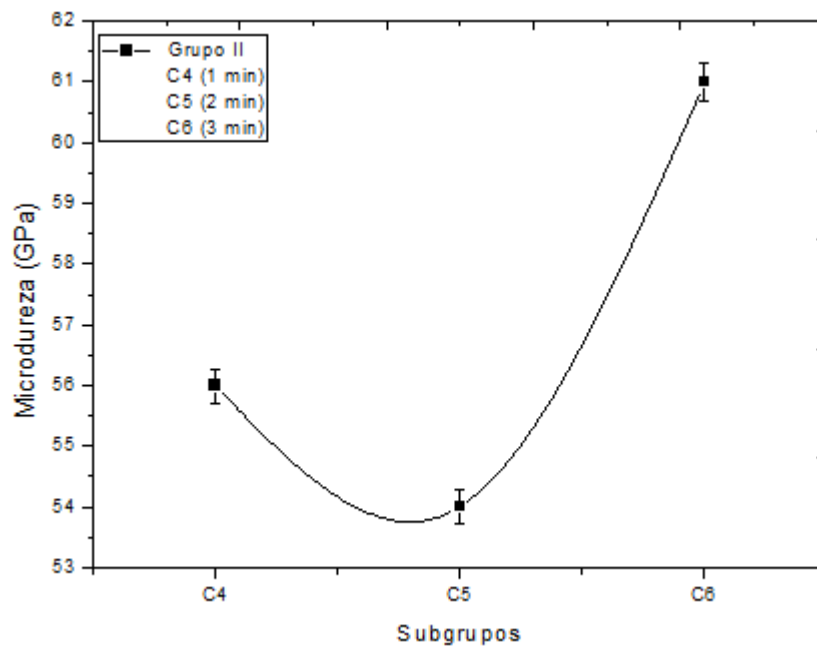


Figura 37 – Microdureza média das amostras sinterizadas do grupo II.

As amostras do subgrupo C4 apresentaram valor médio de microdureza de 56 GPa para um tempo de processamento de 1 minuto. Já, as amostras do subgrupo C5 apresentaram valor de microdureza de 54 GPa para um tempo de processamento de 2 minutos, o valor obtido é inferior a microdureza das amostras do subgrupo C6 porém, está bem próximo ao valor de microdureza das amostras do subgrupo C4.

Fazendo um paralelo entre as amostras do grupo I e II, conclui-se que as amostras processadas com 3 minutos apresentaram microdureza superior em relação às amostras processadas com 1 e 2 minutos que obtiveram microdureza intermediária e inferior respectivamente. Embora, as amostras do grupo II tenham apresentado melhores resultados, os valores de pressão são menores entorno de 6,6 GPa e os valores temperatura são maiores do que o do grupo I entorno de 1800°C.

A figura 38 mostra os valores obtidos de microdureza expressos em GPa para o grupo III, de acordo com os parâmetros obtidos na tabela 7.

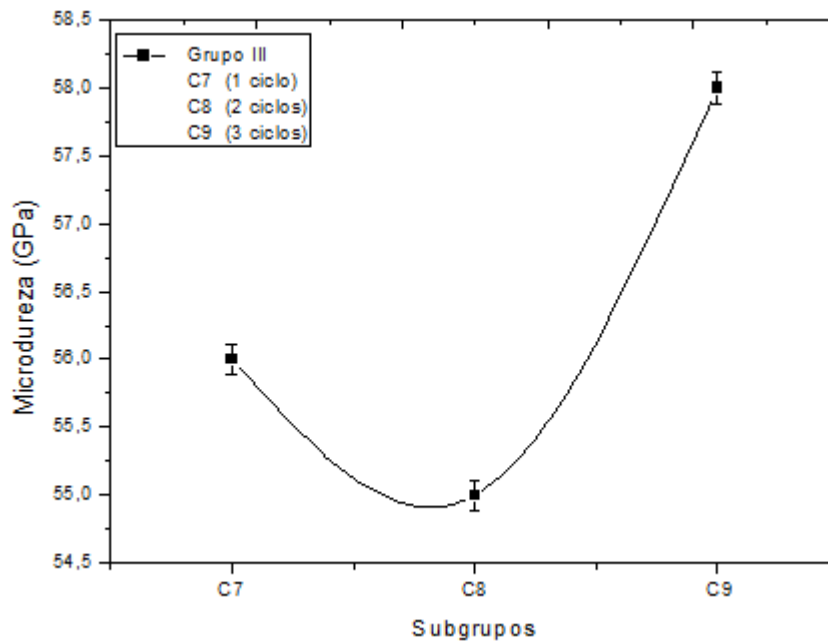


Figura 38 – Microdureza média das amostras sinterizadas do grupo III.

As amostras do grupo III apresentaram valor médio de microdureza de 56,33 GPa, o que é satisfatório. As amostras deste grupo foram processadas através de ciclos, as amostras do subgrupo C8 apresentaram o menor valor de microdureza médio de 55 GPa para um tempo de processamento de 2 ciclos, as amostras do subgrupo C7

apresentaram microdureza média intermediária de 56 GPa para 1 ciclo de processamento, Já as amostras do subgrupo C9 apresentaram o maior valor médio de microdureza do grupo III de 58 GPa para um tempo de processamento de 3 ciclos. Observa-se que houve pouca variação da microdureza entre os subgrupos – menor valor 55 GPa e maior valor de 58 GPa.

Em relação a microdureza dos grupos I, II e III, nota-se que os melhores valores dentro de cada grupo foi obtido com tempo de processamento de 3 minutos ou 3 ciclos. O subgrupo que apresentou o melhor valor de microdureza foi o subgrupo C6 com microdureza média de 61 GPa. As amostras deste grupo foram processadas utilizando pressão entorno de 6,6 GPa, temperatura de 1800°C e tempo de 3 minutos.

#### **4.5 Tenacidade à Fratura**

Os valores de tenacidade à fratura são apresentados na tabela 11 para os diferentes grupos. Em geral a tenacidade à fratura apresenta valores uniformes considerando os valores de cada grupo.

Levando em conta os parâmetros utilizados, além de considerar que estes valores foram calculados com base no ensaio de microdureza, pode-se dizer que os resultados estão aproximadamente entre 10,8 – 13,08 MPa.m<sup>1/2</sup> o que está entre os resultados reportados por (Barry, 2005; Novikov *et al.*, 2005).

Sabe-se, que para os materiais convencionais, a tenacidade à fratura diminui enquanto sua dureza aumenta, mas para materiais nanoestruturados pode-se conseguir uma maior tenacidade à fratura do que esperado para um determinado nível de dureza (Jia *et al.*, 1998).

De acordo com dados reportados por Spriggs *et al.* (2002), Novikov *et al.* (2005), Bezhenar *et al.* (2008) e Bezhenar *et al.* (2009), os compósitos Kirobit-1, Kirobit-2 e AMB90 apresentam valores de  $K_{Ic}$  entre 6,25 – 10,2 MPa.m<sup>1/2</sup>, os compósitos produzidos no presente trabalho apresentam valores superiores de tenacidade à fratura.

Os materiais com grãos nanoestruturados possuem maior área superficial e conseqüentemente mais espaço livre para a fase ligante percolar.

As figuras 39, 40 e 41 apresentam os valores de  $K_{Ic}$  para os grupos I e II, de acordo com os parâmetros obtidos na tabela 8.

Tabela 11 – Tenacidade à fratura das amostras sinterizadas.

Grupos	Subgrupos	$K_{Ic}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> ) Média
I	C1	11,56
	C2	10,8
	C3	12,25
II	C4	12,91
	C5	12,82
	C6	13,08
III	C7	12,90
	C8	12,86
	C9	13,04

Nos gráficos apresentados nas figuras 39, 40 e 41, fica claro que bons resultados de tenacidade à fratura foram conseguidos. Isto pode ser atribuído ao tamanho do grão nanométrico dos pós do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al, e as condições de processamento aperfeiçoadas.

No grupo I das amostras sinterizadas a base de cBN, tem-se uma queda não muito intensa nos valores de tenacidade à fratura para o subgrupo intermediário do grupo, possivelmente por causa de defeitos microestruturais (poros e/ou trincas) nas amostras, os quais atuam como fatores de concentração de tensão, diminuindo a tenacidade do material. Porém, conforme dito, esta variação de tenacidade à fratura é pequena. As amostras do subgrupo C3 apresentaram o maior valor médio de tenacidade à fratura dentro do grupo I, as amostras do subgrupo C1 apresentaram valor intermediário e as amostras do subgrupo C2 apresentaram valor inferior aos outros dois subgrupos do grupo I, mas mesmo assim ainda obtiveram valor médio de tenacidade à fratura satisfatório.

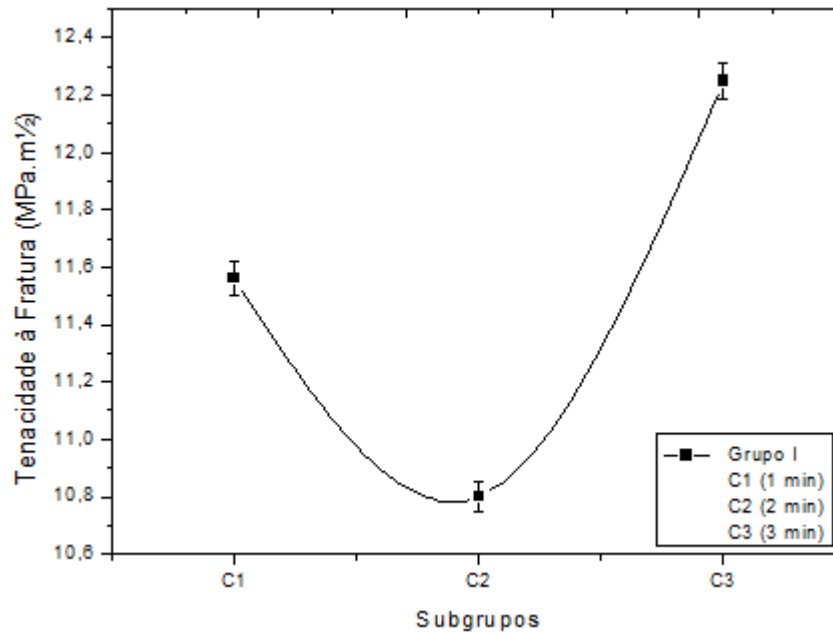


Figura 39 – Tenacidade à fratura média das amostras sinterizadas do grupo I.

Verifica-se que o menor valor de  $K_{Ic}$  para o grupo II foi de 12,82 para as amostras do subgrupo C5 e o maior 13,08 para as amostras do subgrupo C6.

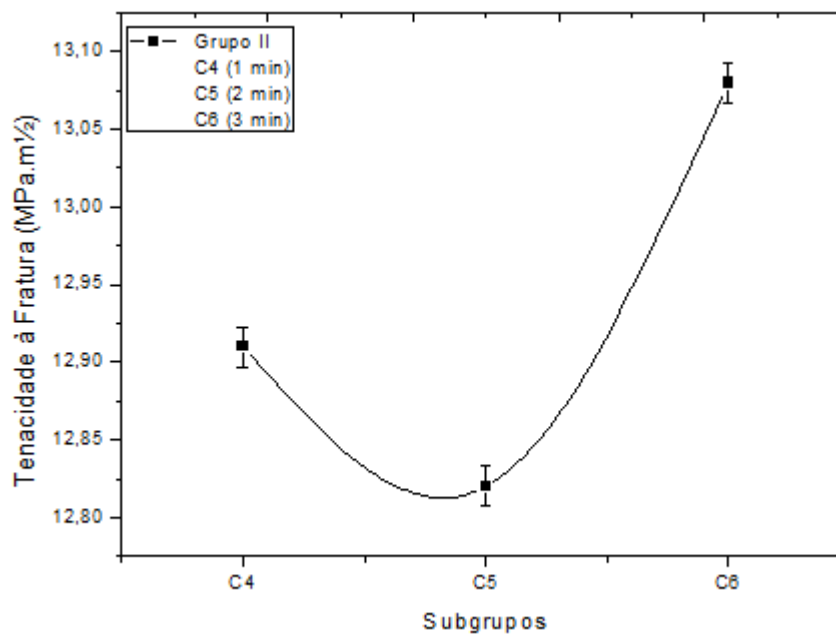


Figura 40 – Tenacidade à fratura média das amostras sinterizadas do grupo II.

Já as amostras do grupo III apresentaram 13,04 como o maior valor apresentado pelas amostras do subgrupo C9 e 12,86 o menor valor para as amostras do subgrupo C8. Nos grupos II e III houve pouca variação da tenacidade à fratura, entretanto também ocorreu uma queda nos valores intermediários como foi observado no grupo I.

Contudo, a tenacidade à fratura apresentada pelos grupos I, II e III está de acordo com os valores reportados da literatura.

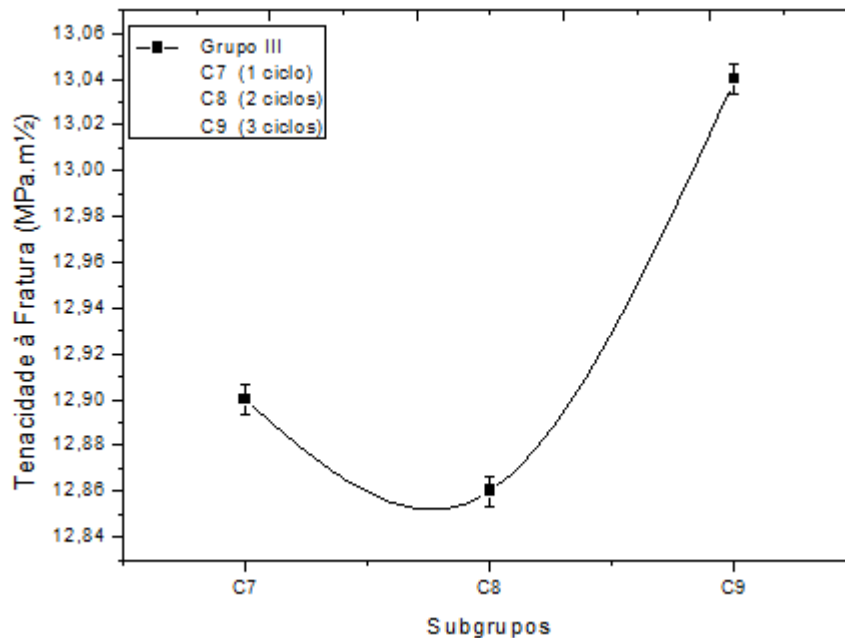


Figura 41 – Tenacidade à fratura média das amostras sinterizadas do grupo III.

Verifica-se então, que os subgrupos que apresentaram os melhores valores de  $K_{Ic}$ , também apresentaram os melhores valores de microdureza, o que justifica que em materiais nanoestruturados a tenacidade à fratura não diminui com o aumento da microdureza. Outro ponto importante é que os melhores valores de microdureza e de tenacidade à fratura foram obtidos com tempo de processamento de 3 minutos ou de 3 ciclos. O grupo I apresentou maior variação de tenacidade à fratura entre os três grupos – menor valor 10,8 MPa.m<sup>1/2</sup> e maior valor de 12,25 MPa.m<sup>1/2</sup>. Todos os valores de microdureza e  $K_{Ic}$  obtidos para os compósitos sinterizados do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al são satisfatórios quando comparados aos valores da literatura.

## 4.6 Difração de Raios-X

A caracterização estrutural das amostras sinterizadas foi realizada através da análise por difração de Raios-X, com o objetivo de identificar as fases presentes no material produzido, tais como: cBN, TiB<sub>2</sub>, AlB<sub>2</sub>, AlN e TiN.

No trabalho de Rong *et al.* (2002), nos difratogramas obtidos foram identificados picos de cBN, TiB<sub>2</sub> e AlN, sendo que a formação de TiB<sub>2</sub> e AlN como principais produtos da reação. Picos de alumínio metálico não foram observados. Durante a sinterização o Al, reagiu com os grãos de cBN e TiN e formou novos compostos AlN e TiB<sub>2</sub>. Enquanto que formação de AlB<sub>2</sub> abaixa os valores de microdureza a formação de TiB<sub>2</sub> e TiN reforçam a matriz e aumentam a microdureza.

No difratograma mostrado na figura 42, pode-se identificar todas as fases, pois a quantidade relativa de fases é razoável para a formação dos picos de difração. Foram identificados picos de difração visível e fases introduzidas no início como cBN e TiB<sub>2</sub>, foi identificado também a formação de AlB<sub>2</sub>. Entretanto isto não significa que não ocorreram reações e surgimento de novas fases, existe a possibilidade da quantidade relativa das fases não ter sido suficiente para a formação de um pico de difração visível. Observa-se que ocorreu formação, mesmo que em pequenas quantidades de fases que não são iniciais.

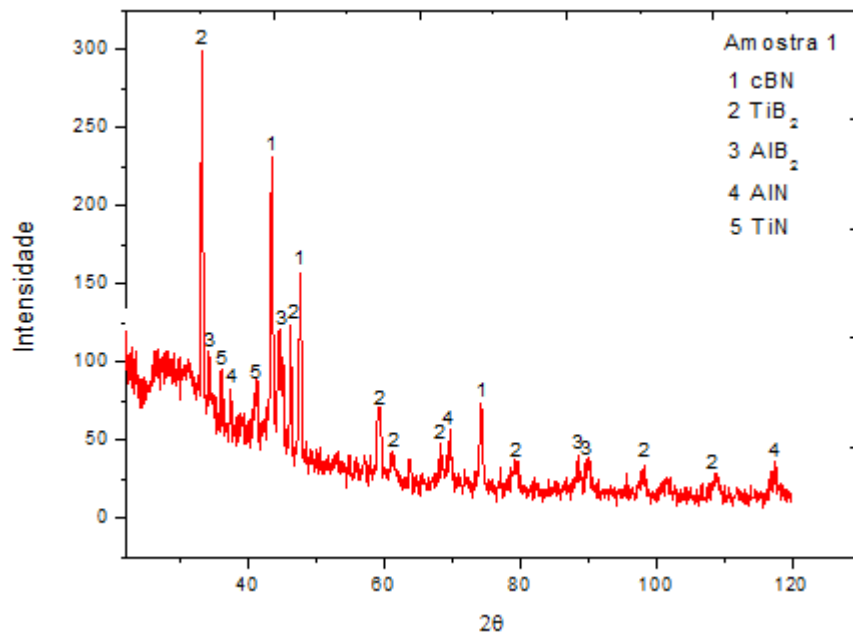


Figura 42 – Difratograma da amostra 1 subgrupo C1, grupo I.

Analisando os difratogramas dos grupos II e III, subgrupo C6 e C8, referentes as figuras 42 e 43 respectivamente, pode-se observar que o Al metálico não foi identificado em nenhum dos difratogramas analisados, o que indica que o mesmo reagiu com cBN e  $TiB_2$  durante a sinterização não ocorreu transformação reversa do cBN em hBN, o que justifica uma boa densificação do compósito.

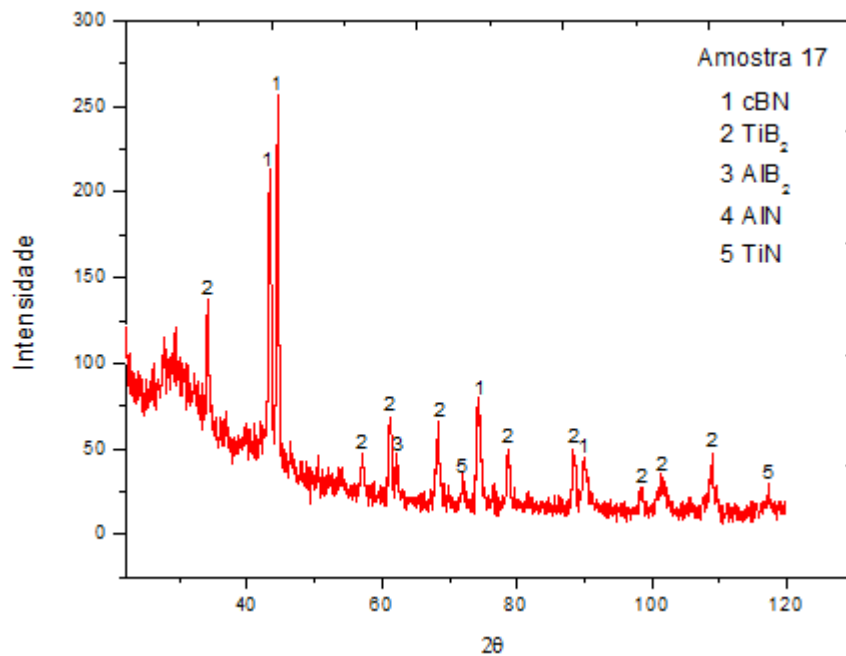


Figura 43 – Difratograma da amostra 17 subgrupo C6, grupo II.

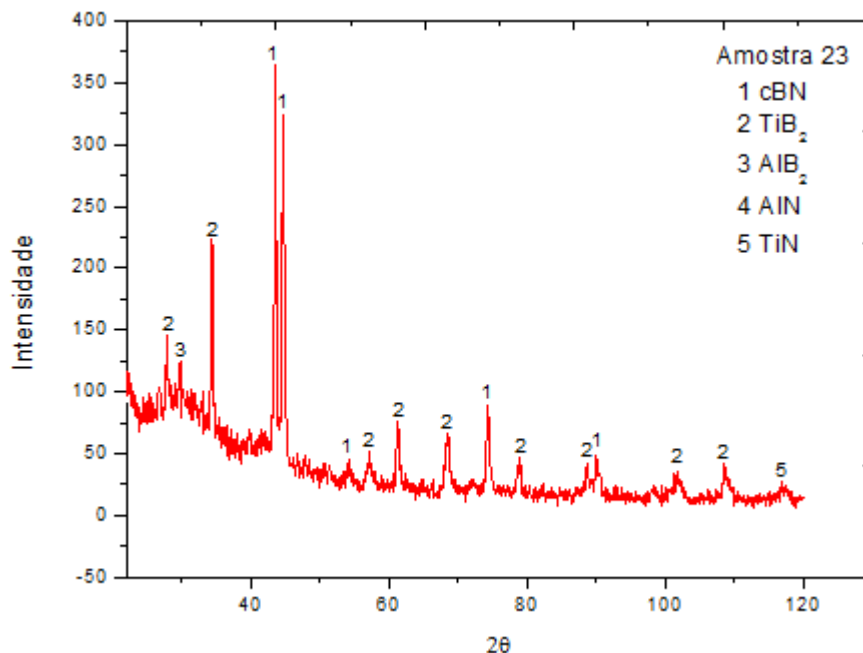


Figura 44 – Difratograma da amostra 23 subgrupo C8, grupo III.



#### 4.7 Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS)

A análise microestrutural através de MEV e EDS dos pós nanoestruturados, bem como das amostras sinterizadas, avalia a eficiência e a homogeneidade estrutural da sinterização realizada. A presença de uma estrutura uniforme ao longo da seção da fratura da amostra revela eficácia no processo de mistura e compactação. Além disso, a avaliação de uma sinterização efetiva pode ser confirmada de acordo a presença de porosidade, aspecto de fratura, formação de novas estruturas entre outras observações.

As microestruturas reveladas pelas amostras analisadas são apresentadas nos grupos I, II e III a seguir.

##### 4.7.1 EDS dos Pós após Moagem de Alta Energia

Foi realizado ainda o EDS do pó nanoestruturado do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al, como pode ser observado na figura 45. Visando avaliar a distribuição dos elementos no pó nanoestruturado. Os resultados da análise quantitativa são apresentados na tabela 12, do mapeamento da distribuição de elementos na figura 45 e os resultados da análise qualitativa na figura 46.

Tabela 12– Composição química do pó nanoestruturado do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al após moagem de alta energia.

Elementos	Composição (%)
B	36,34
N	52,84
Al	0,40
Ti	10,42

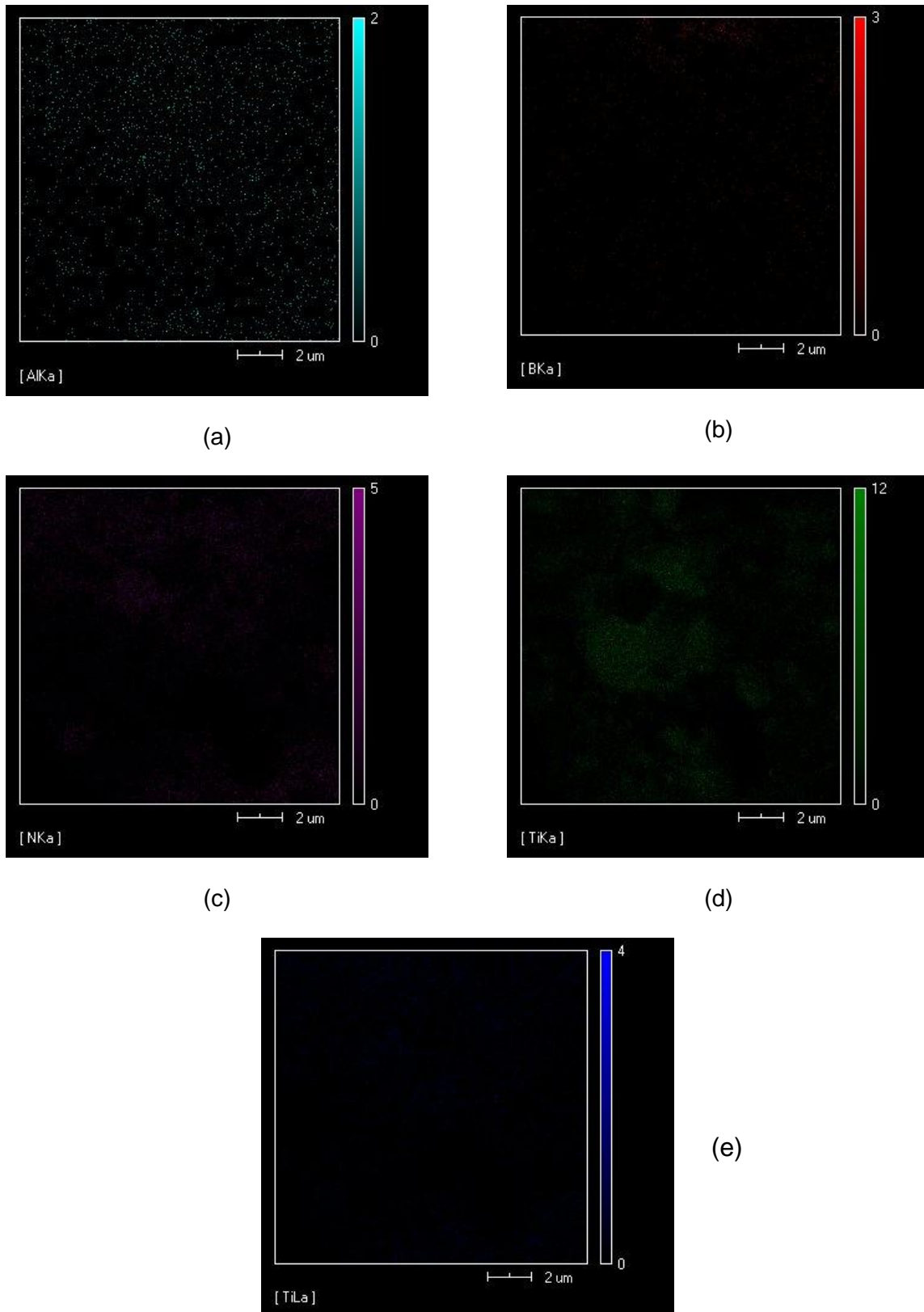


Figura 45 – Mapeamento pó nanoestruturado após moagem de alta energia por EDS em Raios-X característicos dos elementos Al (a); B (b); N (c); Ti (d) e Ti (e).

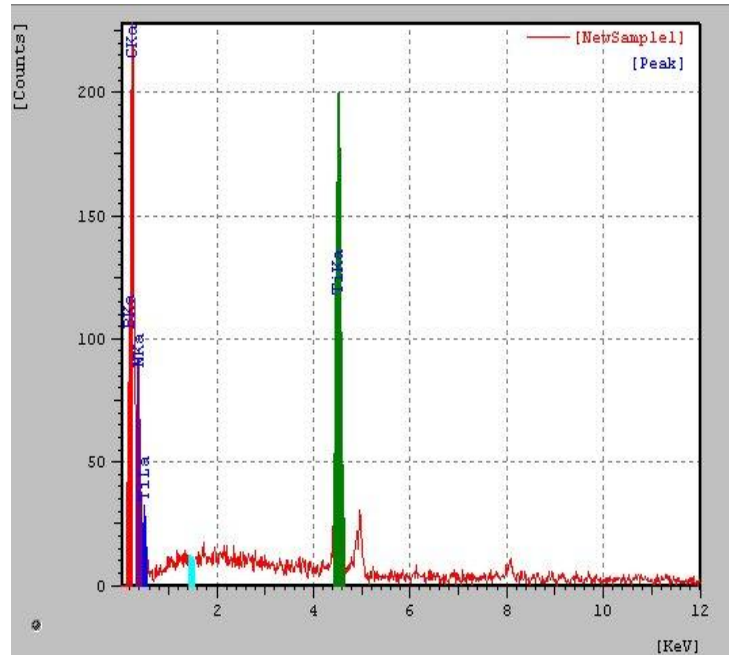


Figura 46 – Resultados da análise qualitativa realizada por EDS do pó nanoestruturado indicados na figura 45.

Diante dos resultados apresentados pelas figuras 45 e 46, observa-se uma boa distribuição do pó nanoestruturado. Foram identificados apenas os elementos do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al introduzidos inicialmente no processo de moagem de alta energia. Não foram identificados picos de hBN formados durante a moagem, pois, a presença de hBN causa uma porosidade eventual nos compósitos, localizando-se na superfície interna dos poros, onde surgem condições necessárias para a ocorrência da transformação reversa de cBN em hBN. Pode-se notar que não houve a formação de fases prejudiciais ou contaminações durante o processo de moagem de alta energia.

#### 4.7.2 Grupo I

As análises das imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de varredura das amostras 4 e 6 do subgrupo C2 são apresentadas nas figuras 47 e 48 com aumento de 18x e 100x respectivamente. A figura 47 mostra uma visão panorâmica do compósito obtido por sinterização. Conforme a figura 48 a região periférica da amostra apresenta uma trinca proveniente de tensões residuais geradas no compósito. Na figura 48 pode-

se concluir que há adesão diminuída entre a matriz e as partículas de cBN, devido a uma má distribuição das mesmas.

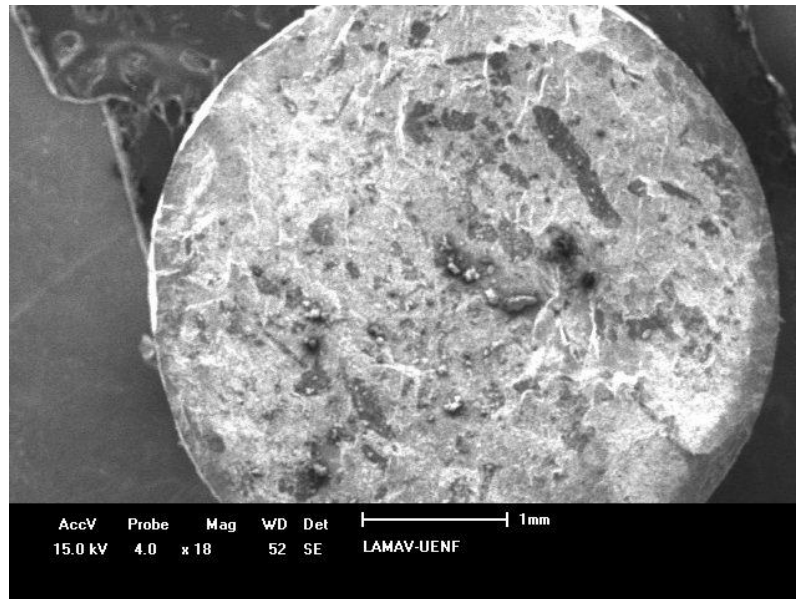


Figura 47 – Micrografia da superfície da amostra 4 do subgrupo C2.

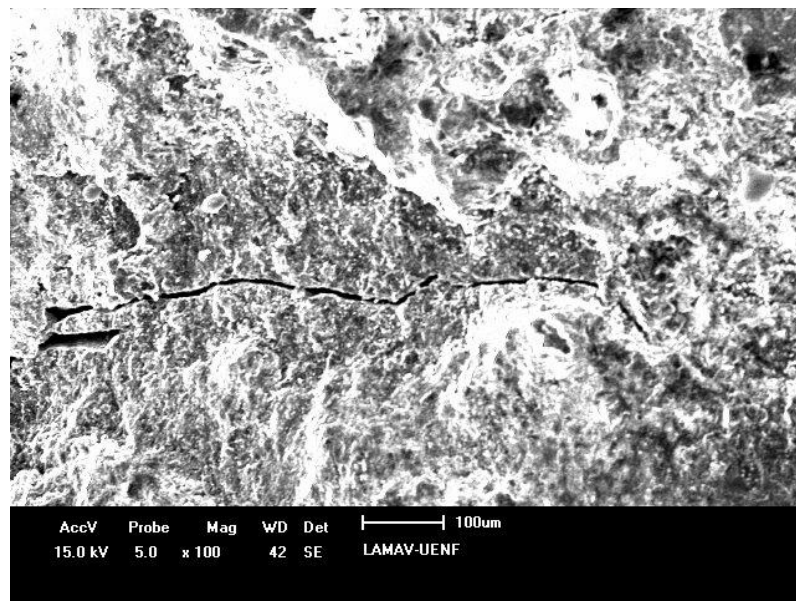


Figura 48 – Micrografia da trinca superficial da amostra 6 do subgrupo C2.

### 4.7.3 Grupo II

Na micrografia da amostra 16 do subgrupo C6, no aumento de 1000x mostrada na figura 49, observa-se a formação de uma fase matriz contínua de camada fina, cisalhamento uniforme e distribuição homogênea dos cristais de cBN.

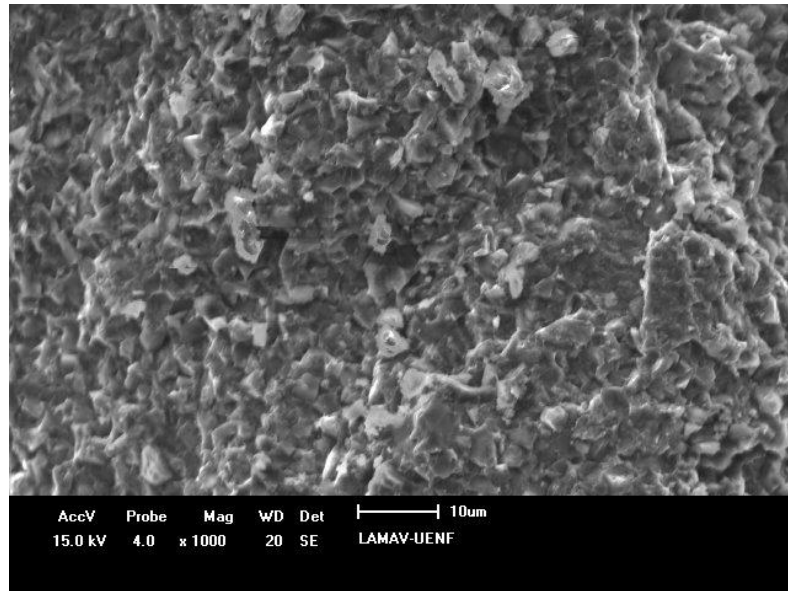


Figura 49 – Micrografia da amostra 16 subgrupo C6, do grupo II.

Segundo o mapeamento da figura 49, pode-se notar uma boa distribuição dos elementos, bem como a presença de elementos contaminantes, tais como carbono e oxigênio, oriundos do processo de produção dos compósitos. No mapeamento figura 50, está relacionada a distribuição dos elementos presentes na amostra no mapeamento por EDS em Raios-X característico dos elementos (a), bem como a presença de elementos Al(b), B(c), C(d), O(e) e Ti(f) dentre eles os elementos contaminantes como o carbono proveniente da tampa de grafite e do tubo aquecedor ambos utilizados durante o processo de sinterização e oxigênio que se apresenta em uma porcentagem significativa, devido ao aumento da temperatura de produção dos compósitos, o que favorece a oxidação dos elementos utilizados.

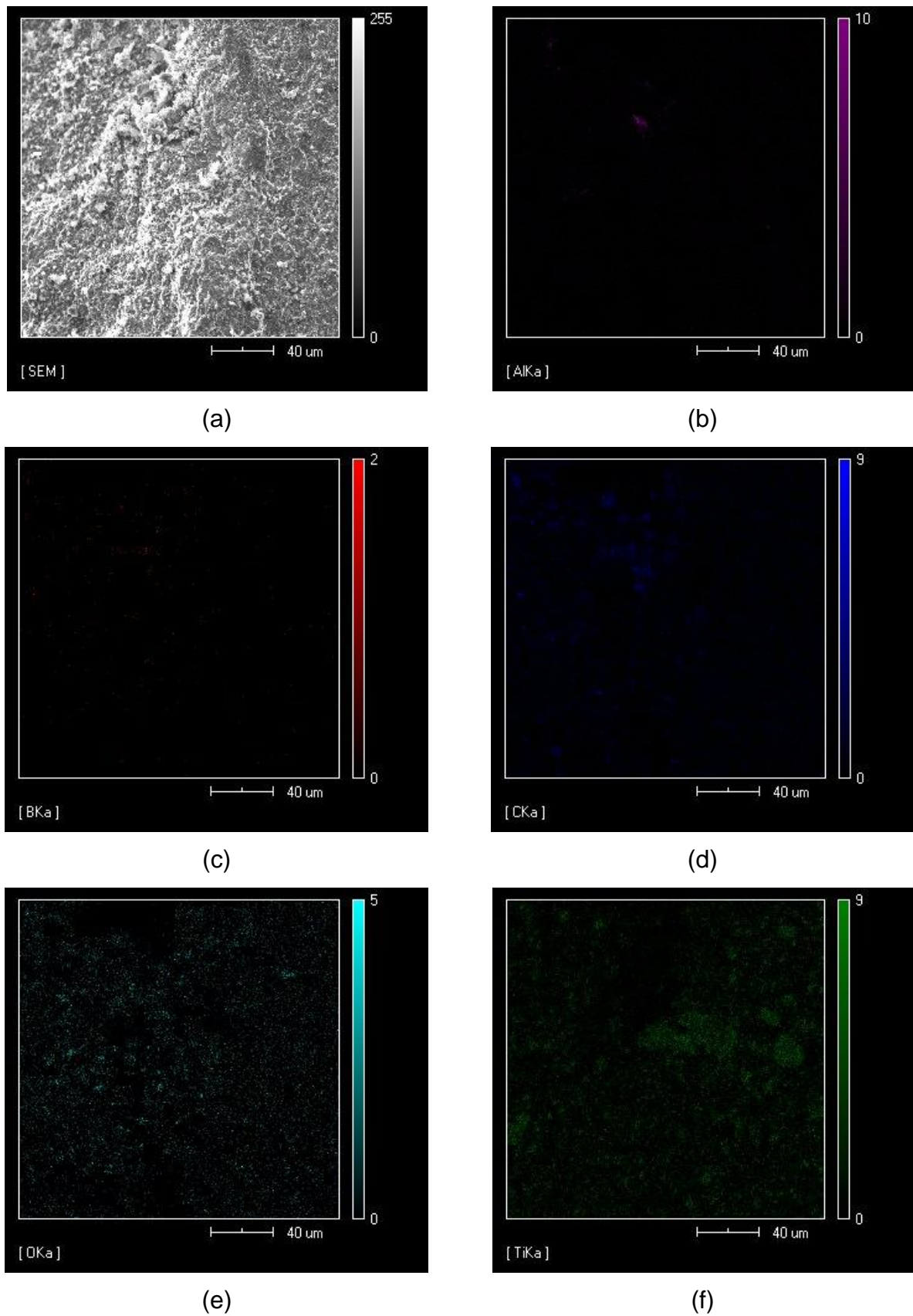


Figura 50 – Micrografia e EDS da amostra 16 do subgrupo C6 com aumento 1000x.

Diante dos resultados apresentados na tabela 13, observa-se as porcentagens dos elementos presentes na amostra do subgrupo C6, bem como os elementos contaminantes, tais como ( C, O, Fe e W).

A presença de carbono em proporção relativamente elevada de (12,068%), é justificada pelo fato de o compacto verde ser colocado dentro um tubo aquecedor feito de grafite e pela utilização de tampas também de grafite que vedam este tubo. A presença de oxigênio (5,705%) ocorre devido a oxidação dos pós e dos compactos durante o processo de produção. Já a presença de Fe na proporção de (0,365%) e de W (0,043%), está relacionada com os materiais utilizados nos meios de moagem, pois, durante o processo de moagem de alta energia, ocorre o atrito entre as partículas abrasivas e o meio de moagem, podendo ocorrer a contaminação dos pós.

Na tabela 13, estão relacionadas às porcentagens dos elementos presentes na amostra 16 do subgrupo C6, bem como os elementos contaminantes.

Tabela 13 – Resultado da análise quantitativa realizada por EDS da amostra do subgrupo C6 apresentada na figura 49.

Elementos	Intensidade	Peso (%)
B	4,909	31,421
C	3,873	12,068
N	3,913	47,352
O	1,15	5,705
Al	0,678	0,174
Ti	5,91	2,872
Fe	0,38	0,365
W	0,458	0,043

A figura 51 apresenta o EDS da amostra 16 do subgrupo C6, com os picos característicos dos elementos presentes no compósito, sendo que a altura dos picos está relacionada com a porcentagem dos elementos presentes na amostra. Os elementos presentes são B, C, N, O, Al, Ti, Fe, W conforme apresentado na tabela 12.

Os elementos que apresentaram os maiores picos de intensidade foram Boro e Titânio, devido a quantidade de cBN de 60%p e TiB<sub>2</sub> de 30%p utilizada inicialmente no processo de sinterização dos compósitos a base de cBN. O Al aparece em quantidade relativamente pequena, mas este foi inserido no processamento dos compósitos em quantidade de 10%p do total da mistura, o que justifica o surgimento em quantidade mínima, o pico de intensidade do alumínio é pequeno, proporcional a quantidade de Al depositado inicialmente na mistura reativa.

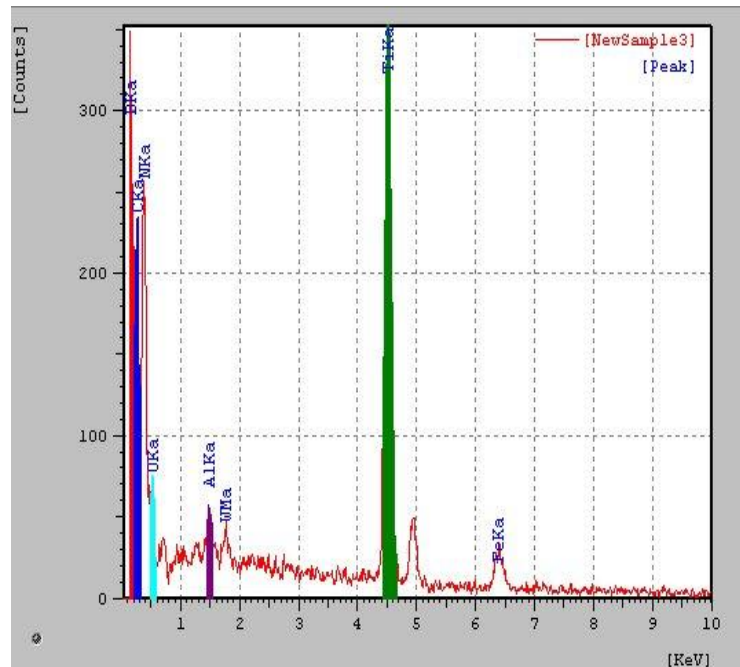


Figura 51 – EDS da amostra 16 subgrupo C6, grupo II.

Na amostra 16 do subgrupo C6, também foi realizado o EDS pontual em dois pontos diferentes da amostra, pontos 1 e 2 indicados na micrografia da figura 52. Afim de avaliar a distribuição dos elementos no compósito do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>- Al. A análise por EDS realizada em dois pontos diferentes e revelou a presença dos elementos N e Ti no ponto 1 e B, N e Ti no ponto 2 . Estes resultados são observados nas figuras 53 e 54.



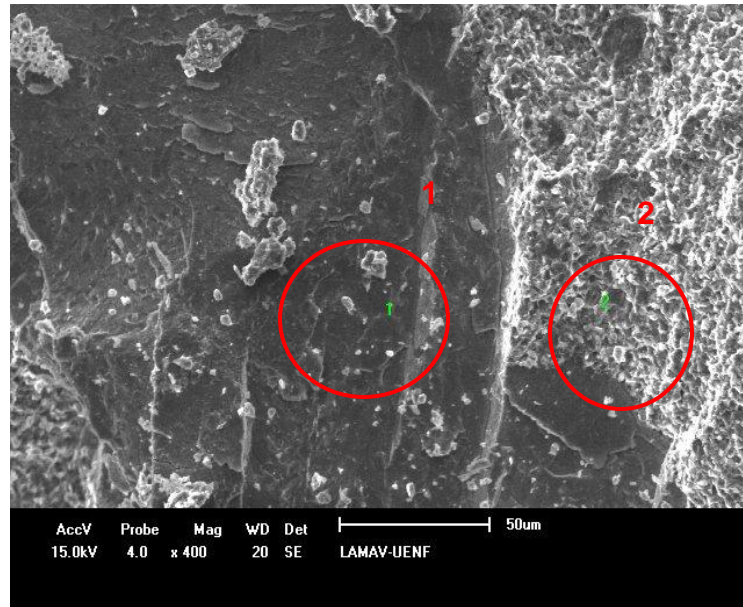


Figura 52 – Região pontual onde foi realizada a análise qualitativa por EDS na amostra 16 subgrupo C6, grupo II.

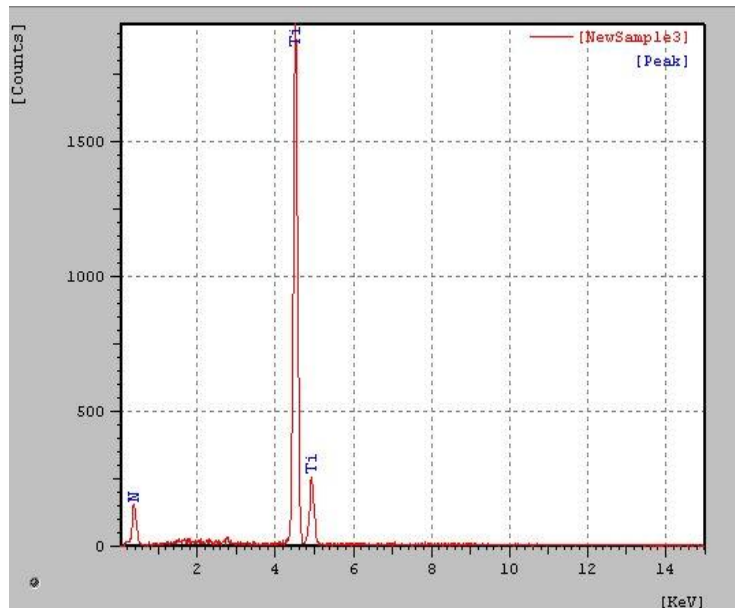


Figura 53 – Resultado da análise qualitativa realizada por EDS da região 1 indicada na figura 51.

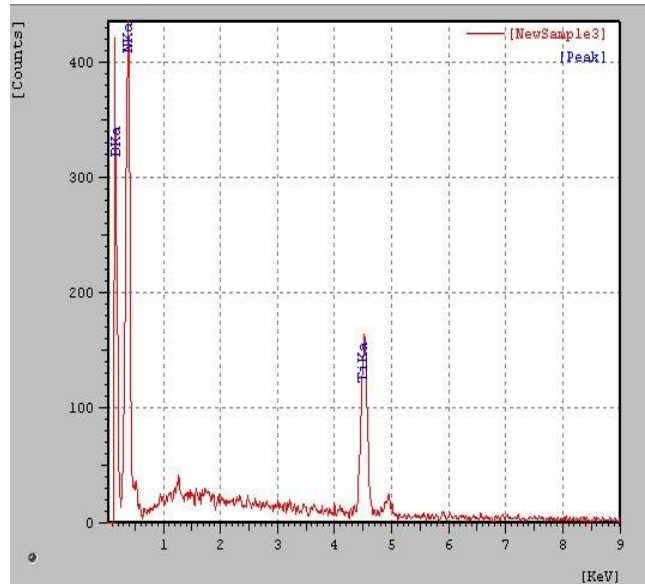


Figura 54 – Resultado da análise qualitativa realizada por EDS da região 2 indicada na figura 51.

#### 4.7.4 Grupo III

Na micrografia da amostra 20 do subgrupo C7, no aumento de 1000x mostrada na figura 55, pode-se observar fratura intercrystalina e distribuição homogênea dos grãos de cBN na matriz ligante.

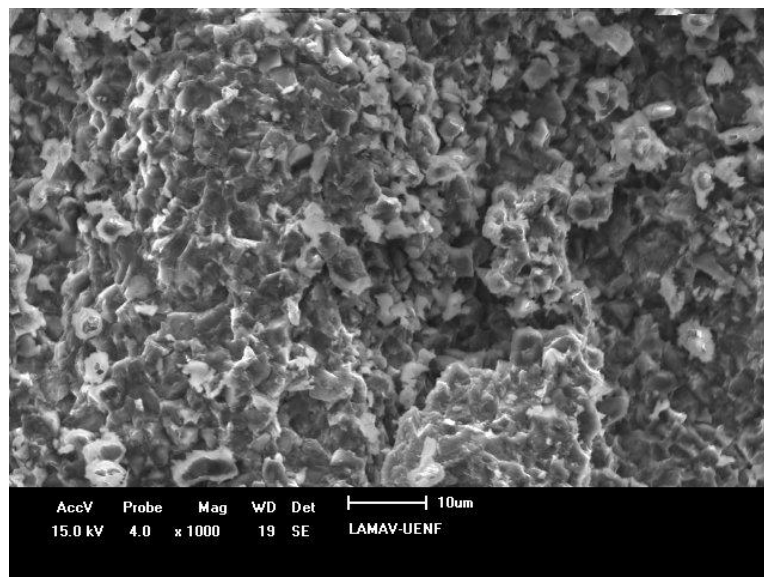


Figura 55 – Micrografia da amostra 20 do subgrupo C7.

A amostra apresentou alguns locais onde partículas foram destacadas da matriz o que demonstra a adesão diminuída entre a matriz e as partículas de cBN. O processamento cíclico durante a sinterização confirma o fato das camadas de ligantes estarem melhorando sua formação, apesar da existência de alguns defeitos de adesão, quando comparado com o grupo II.

#### 4.8 Ensaio de Torneamento

Os resultados do ensaio de torneamento são apresentados através de gráficos que revelam a perda de massa do compósito e do Aço 4140 em relação ao tempo de corte e diferentes parâmetros de avanço e profundidade. A sequencia foi repetida com diferentes parâmetros com finalidade de se observar o desgaste das pastilhas e o acabamento superficial realizado na peça usinada ao longo das operações de torneamento.

As amostras 15, 24 e 27 dos subgrupos C5, C8 e C9 respectivamente, foram submetidas ao ensaio de torneamento em situações distintas. Os diferentes parâmetros foram avaliados em função da perda de massa da ferramenta e do aço 4140 nas operações de desbaste e acabamento superficial. Na tabela 14 são apresentados os parâmetros que foram aplicados nas operações de torneamento. A escolha desses parâmetros deu-se em função das características mecânicas da máquina ferramenta utilizada, já que parâmetros severos de usinagem podem gerar danos ao equipamento.

Os gráficos apresentados também representam a perda do ângulo de corte dos compósitos sinterizados. Outro ponto importante é que as pastilhas não tiveram suas arestas de corte previamente preparadas (afiadas), ou seja, foram sinterizadas e passaram pelo ensaio de torneamento.

Tabela 14 – Parâmetros utilizados no ensaio de torneamento.

Ensaio de Torneamento	Velocidade de corte ( $V_c$ )	Avanço (a) (mm/rot)	Profundidade de Corte (p) (mm)
I	2500 rpm	0,2	0,5
II	2500 rpm	0,5	0,2

#### 4.8.1 Análise da Perda de Massa do Compósito

As amostras 15, 24 e 27 dos subgrupos C5, C8 e C9 do ensaio de torneamento I, não apresentaram um desgaste uniforme como pode ser observado na figura 56. O valor médio da perda de massa foi de  $\pm 0,0033$  mg o que representa 1,1% do peso das amostras. Cabe ressaltar que a avaliação da superfície foi realizada através da rugosidade superficial, utilizando o microscópio LEXT para a realização da microscopia confocal a laser.

A amostra 15 do subgrupo C5 apresentou perda de massa insignificante, além ter realizado a operação de desbaste com acabamento superficial relativamente bom, esta amostra também não apresentou lascamentos ou trincas.

A amostra 24 do subgrupo C8 apresentou perda de massa de 0,41%, sendo este um valor mediano entre as amostras do subgrupo C5 e C9.

Entretanto, a amostra 27 do subgrupo C9 apresentou perda de massa significativa de 2,89%, esta ferramenta quando comparada com as outras utilizadas no ensaio de torneamento apresentou desgaste excessivo e crateramento, que pode ser observado na micrografia na figura 62.

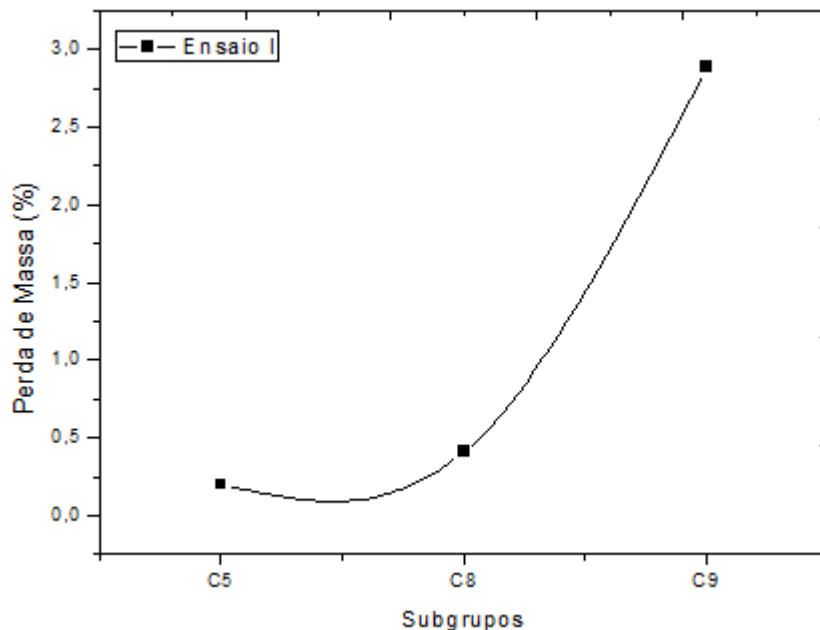


Figura 56 – Perda de massa do compósito no ensaio de torneamento I.

As amostras 15, 24 e 27 dos subgrupos C5, C8 e C9 respectivamente, do ensaio de torneamento II, apresentaram perda de massa média de 0,0016 mg o que representa 0,41% do peso das amostras, A perda de massa dos compósitos no ensaio de torneamento II foi relativamente mais uniforme em relação ao ensaio de torneamento I. A diferença entre a perda de massa das amostras pode ser observada na figura 57.

A amostra 15 do subgrupo C5 novamente apresentou perda de massa insignificante, entretanto a amostras 24 do subgrupo C8 apresentou o maior valor, Já a amostra 27 do subgrupo C9 obteve valor intermediário em relação as demais.

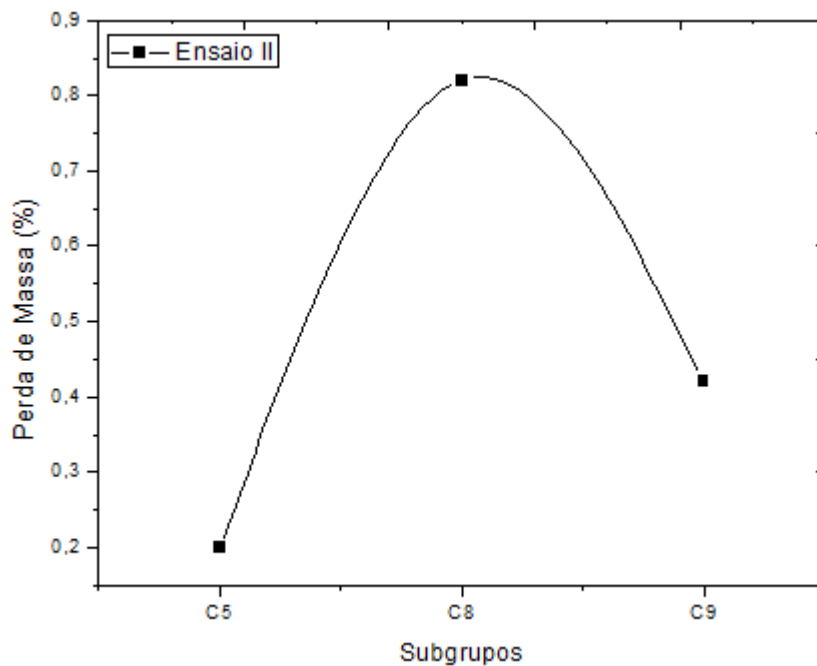


Figura 57 – Perda de massa do compósito no ensaio de torneamento II.

Diante dos valores de desgaste obtidos, pode-se afirmar que além da influência das etapas de preparação, montagem e condições de sinterização, a posição do inserto no porta ferramentas influenciou significativamente sobre os resultados de torneamento. Isto se deve ao fato de as amostras após sinterização não terem sido retificadas superficialmente para obtenção de topos paralelos e superfícies laterais com as mesmas dimensões (diâmetro e altura). Os valores de perda de massa do ensaio de torneamento II foram menores do que o ensaio de torneamento I.

#### 4.8.2 Análise da Perda de Massa do Aço 4140

As amostras 15, 24 e 27 dos subgrupos C5, C8 e C9 respectivamente, que foram utilizadas no ensaio de torneamento I, produziram um desbaste efetivo no aço 4140 com peso de 6051,64 g. O valor médio de variação em relação a perda de massa foi de  $\pm 0,841\%$ . Ao final do ensaio de torneamento I o aço 4140 perdeu em média 2,522% de sua massa total. Embora, as amostras tenham usinado efetivamente o cilindro, as arestas de corte ficaram visivelmente desgastadas.

A análise da perda de massa do aço 4140 do ensaio de torneamento I pode ser observada na figura 58. Sendo que as três amostras perderam o ângulo de corte na segunda passada, a amostra 24 do subgrupo C8 proporcionou uma maior perda de massa do aço na primeira passada. Porém, na segunda passada todas as amostras produziram perda de massa do aço semelhante.

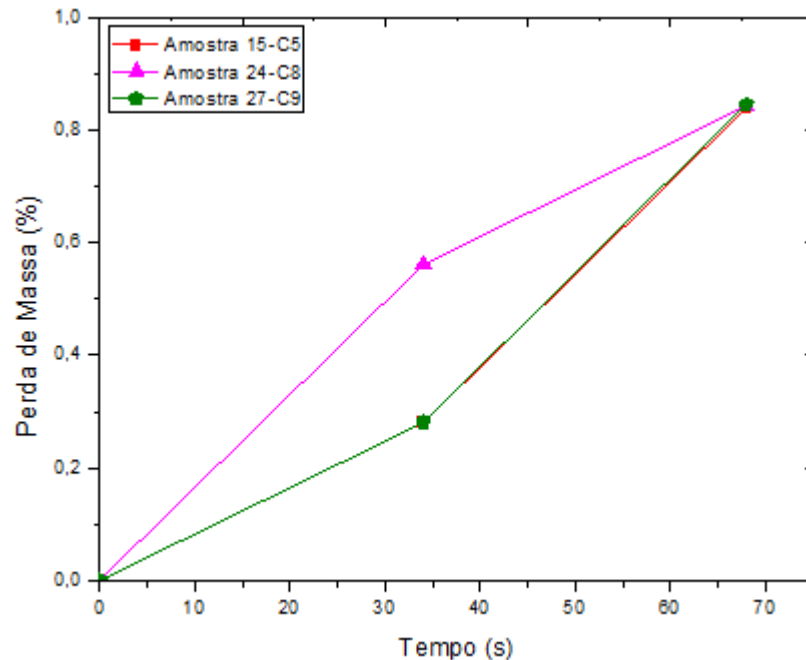


Figura 58 – Perda de massa do aço 4140 no ensaio de torneamento I.

Em contrapartida, as mesmas amostras 15, 24 e 27 dos subgrupos C5, C8 e C9 respectivamente que também foram utilizadas no ensaio de torneamento II, apresentaram um melhor desempenho em relação ao ensaio I. O valor médio de variação em relação a perda de massa foi de  $\pm 1,783\%$  em relação ao peso do aço. Ao

final do ensaio de torneamento II o aço 4140 perdeu 5349 % de sua massa total. A análise da perda de massa do aço 4140 no ensaio de torneamento II pode ser observada na figura 59. A amostra 15 do subgrupo C5 proporcionou a maior perda de massa do aço (3,17%), a amostra 27 do subgrupo C9 produziu perda de massa intermediária (1,363%), já amostra 24 do subgrupo C8 efetivou a menor perda de 0,816%, porém esta amostra produziu perda de massa do aço proporcional as amostras do ensaio de torneamento I.

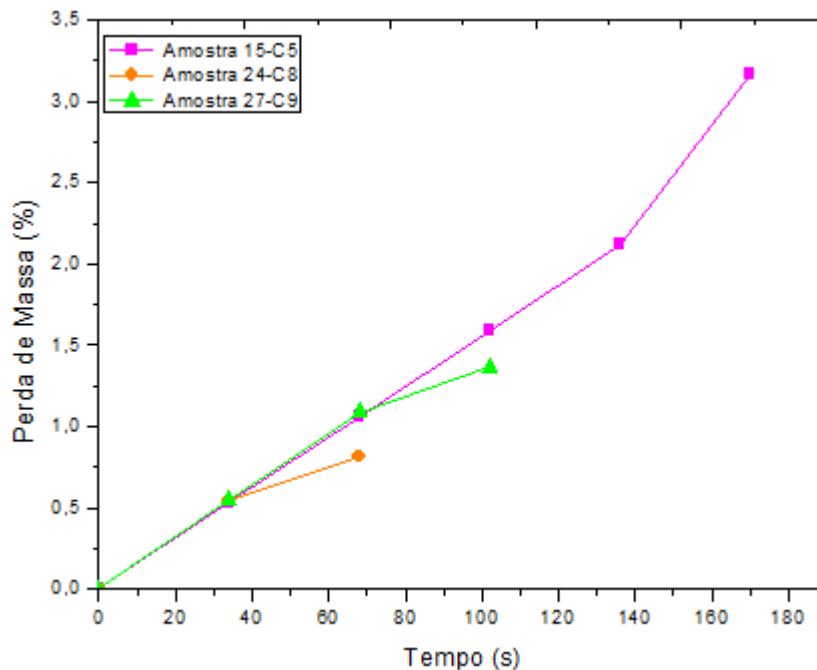


Figura 59 – Perda de massa do aço 4140 no ensaio de torneamento II.

Portanto, o ensaio de torneamento II foi mais significativo em relação ao ensaio I devido a utilização de uma menor profundidade de corte de 0,2 e um maior avanço de 0,5 proporcionando um melhor desempenho das amostras devido a diminuição da temperatura de aquecimento local e da diminuição da resistência do aço para com as amostra produzindo uma maior uniformidade.

#### **4.8.3 Microscopia Eletrônica de Varredura das Amostras Após Usinagem**

As amostras 15, 24 e 27 dos subgrupos C5, C8 e C9 foram submetidas a iguais condições de usinagem, entretanto apresentaram diferentes tipos de desgaste apresentando superfície com flanco, cratera e combinação destes.

Pelo fato das diferenças entre as ferramentas ser pequena a análise visual não é suficiente para estabelecer comparações de desempenho entre as ferramentas, após estas terem sido submetidas a iguais condições de usinagem. A diferença entre flanco e cratera e combinação destes, só foi possível através das técnicas de microscopia.

Para a investigação dos esforços de corte atuantes os ensaios de usinagem foi realizado o estudo comparativo da variação da força com o aumento da velocidade de corte, em todas as ferramentas utilizadas.

Para verificar o desgaste ocorrido na amostra 15 do subgrupo C5 foi realizada a microscopia eletrônica de varredura apresentado na figura 60, observa-se a formação do flanco na ferramenta usinada. Pode-se verificar que a causa principal do desgaste foi à abrasão. Sendo que, não ocorreu adesão do material usinado na ferramenta de corte.

No desgaste por abrasão com o passar do tempo o material aderido juntamente com o atrito na interface peça/ferramenta vai removendo parte do substrato da ferramenta tornando-a vulnerável a ação da abrasão e solicitações térmicas.

A amostra 15 do subgrupo C5 apresentou desgaste de flanco, onde o processo de abrasão ocorreu fundamentalmente pelo contato entre a peça usinada e a ferramenta de corte e pelo deslocamento das partículas endurecidas. Pode-se notar microscopicamente a aresta arredondada, a qual inferiu resistência suficiente para garantir a continuidade do processo de usinagem. A amostra apresentou uma boa resistência em relação às forças de usinagem, também realizou uma usinagem efetiva no aço 4140, em relação as demais amostras. Um fato positivo é que não houve lascamentos nem trincas oriundas do processo de usinagem.

A abrasão pode ocorrer tanto na superfície de folga quanto na superfície de saída da ferramenta, caracterizando o desgaste de flanco e o desgaste de cratera respectivamente como pode ser observado na figura 61. Já o processo de cisalhamento ocorre predominantemente na superfície de saída caracterizando também o desgaste



de cratera. O desgaste do flanco é observado, assim como uma formação de cratera na face de ataque, como mostrado na figura 61. Na parte inferior do inserto fica nítido que o crateramento começou a se formar na região onde houve contato entre peça e ferramenta.

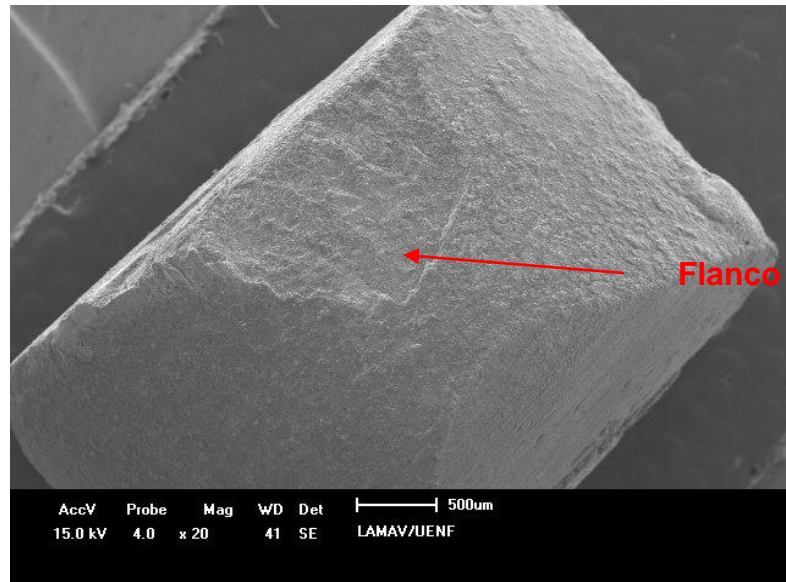


Figura 60 – Micrografia da amostra 15 do subgrupo C5 apresentando desgaste do tipo flanco após o ensaio de torneamento.

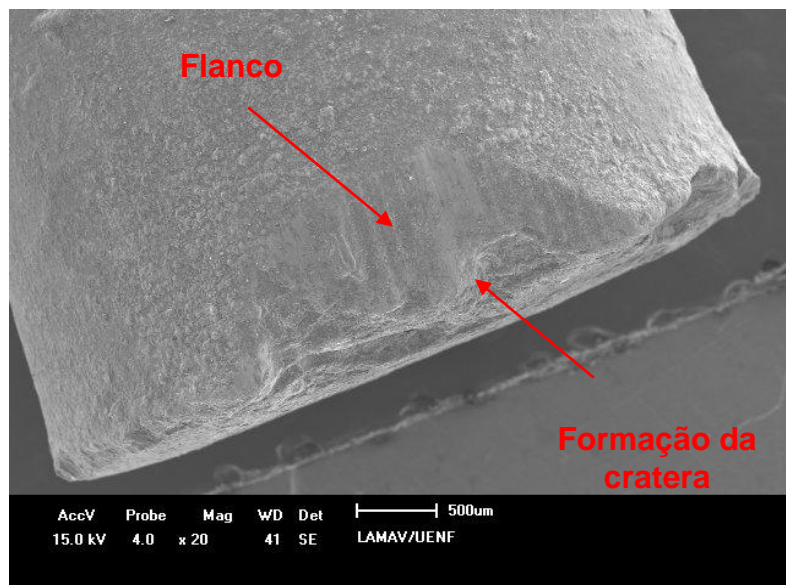


Figura 61 – Micrografia da amostra 24 do subgrupo C8 apresentando desgaste dos tipos flanco e formação de cratera após o ensaio de torneamento.

Na figura 62 pode-se observar o desgaste de cratera apresentado pela amostra 27 do subgrupo C9, entretanto o presente trabalho de pesquisa avalia o desgaste de cratera apenas através de microscopia eletrônica de varredura e microscopia confocal a laser bem como pela rugosidade, não sendo possível a análise aprofundada da extensão e da profundidade da cratera.

No desgaste de cratera apresentado na figura 62, atuaram basicamente o desgaste por abrasão e por cisalhamento dos pontos de micro soldagem. O processo de abrasão ocorreu em função do contato do cavaco sobre a superfície de saída da ferramenta, e o de cisalhamento ocorreu devido ao destacamento da aresta postiça de corte a qual acaba por arrancar consigo partículas de material da região da superfície de saída da ferramenta.

O aspecto final da cratera também foi influenciado por danos severos produzidos na região do flanco. Consequentemente ocorreu a quebra da ponta da ferramenta de corte.

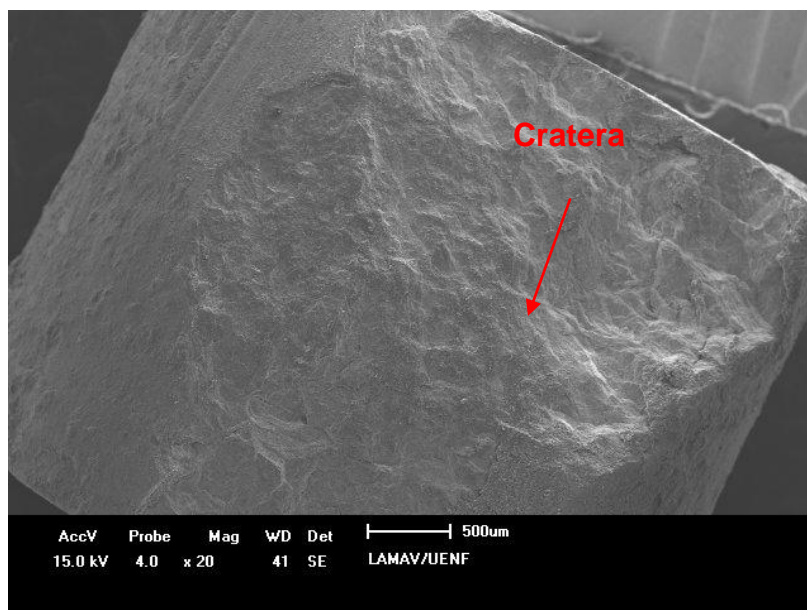


Figura 62 – Micrografia da amostra 27 do subgrupo C9 apresentando desgaste do tipo cratera após ensaio e torneamento.

Pode-se notar que, a amostra 15 do subgrupo C5 apresentou apenas desgaste de flanco mostrando que as forças de usinagem não afetaram sua estrutura como na amostra 24 do subgrupo C8 que apresentou desgaste dos tipos flanco e formação de

cratera, na amostra 27 do subgrupo C9 o que ocorreu foi o crateramento. Entretanto, a amostra 15 do subgrupo C5 apresentou menor valor de microdureza em relação as demais, a amostra 24 do subgrupo C8 apresentou valor de microdureza intermediário e a amostra 27 do subgrupo C9 apresentou o maior valor de microdureza.

Segundo Santos (1998) e (Jesus, 2004), os resultados de testes realizados com ferramentas de aço rápido convencional e sinterizado, reforçam as constatações de outros pesquisadores que nem sempre maior dureza implica necessariamente em maior resistência ao desgaste.

Portanto, um fator que pode ter contribuído para um melhor desempenho e maior resistência ao desgaste da amostra 15 subgrupo C5, foi o menor valor de microdureza em relação ao demais insertos.

#### 4.8.4 Análise Confocal e Rugosidade

O comportamento da rugosidade superficial dos compósitos sinterizados a base de cBN são apresentados na tabela 15. De acordo com três parâmetros, Rz, Rt e Ra. De forma a se medir a altura de crista, e os valores de Rt e Ra das amostras 15, 24 e 27 dos subgrupos C5, C8 e C9.

Tabela 15 – Parâmetros de rugosidade Rz, Rt e Ra.

Subgrupos	Amostras	Rz ( $\mu\text{m}$ )	Rt ( $\mu\text{m}$ )	Ra ( $\mu\text{m}$ )
C5	15	0,553	2,012	0,126
C8	24	8,009	21,184	1,636
C9	27	11,776	199,00	2,024

Nota-se que houve um salto dos valores de Rz, amostra 15 apresentou a menor altura de crista, a amostra 24 revelou um aumento na altura de crista significativo, já a amostra 27 do teve aumento muito significativo na altura de crista em relação as outras duas amostras. Desta forma pode-se perceber que a altura de crista é predominante na formação da rugosidade.

O comportamento das rugosidades  $R_t$  e  $R_a$  mantém-se com a mesma tendência para a amostra 15 do subgrupo C5, ou seja, com valores baixos, o que justifica uma superfície com baixa rugosidade. Este comportamento pode ser revelado pelo desgaste apresentado no inserto. O valor de  $R_t$  e  $R_a$  para a amostra 24 do subgrupo C8, mostrou-se superior aos apresentados pela amostra 15 do subgrupo C5 e inferiores aos apresentados pela amostra 27 do subgrupo C9, isto demonstra que a amostra sofreu influência direta do comportamento de desgaste. Os valores de  $R_a$  e  $R_t$  para a amostra 27 do subgrupo C9 foram os maiores, estes podem ser justificados pois, aparecem picos e vales muito acentuados que elevam o valor médio de  $R_t$  para esta amostra. Houve um salto nos valores de  $R_a$ , este comportamento se justifica pelo aumento do desgaste do inserto.

As figuras 63, 64 e 65 mostram a análise da rugosidade superficial das amostras 15, 24 e 27 dos subgrupos C5, C8 e C9, através de microscopia confocal a laser. Na figura 62 pode-se observar a micrografia em 3D da área onde foi obtida a rugosidade superficial da amostra 15 do subgrupo C5.

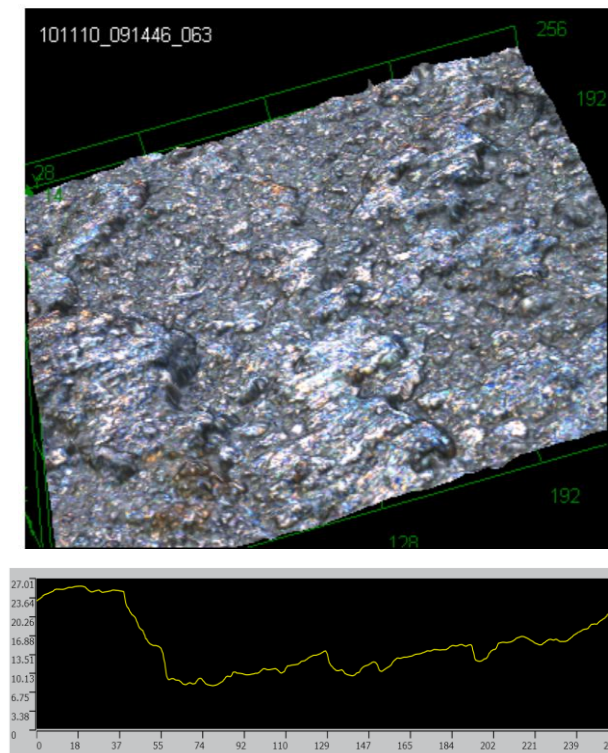


Figura 63 – Microscopia confocal a laser em 3 D e perfil de rugosidade da superfície da amostra 15 do subgrupo C5 após o ensaio de torneamento..

No perfil de rugosidade apresentado na figura 63 observa-se vales de menor profundidade em relação as amostras 24 e 27 dos subgrupos C8 e C9 respectivamente. A amostra 15 do subgrupo C5 apresentou vales de menor profundidade, o que define a formação do desgaste de flanco durante o torneamento.

O perfil de rugosidade apresentado na figura 64 corresponde a superfície da amostra 24 do subgrupo C8, obtido através da microscopia confocal a laser em 3 dimensões observa-se vales de menor profundidade e menor rugosidade em relação a amostra 27 do subgrupo C9, mas nota-se maior rugosidade em relação a amostra 15 do subgrupo C5, o que explica a formação de cratera e o desgaste de flanco que foram observados na micrografia na figura 61 através da microscopia eletrônica de varredura realizada após o ensaio de torneamento.

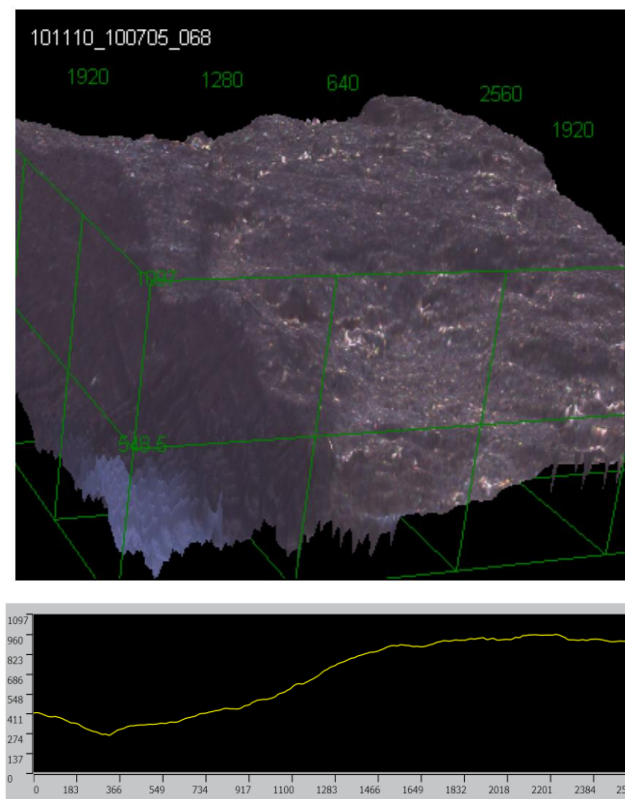


Figura 64 – Microscopia confocal a laser em 3 D e perfil de rugosidade da superfície da amostra 24 do subgrupo C8 após o ensaio de torneamento.

O perfil de rugosidade mostrado na figura 65 corresponde à topografia apresentada pela amostra 27 do subgrupo C9, para esta amostra, ocorreu a maior

combinação de dano e rugosidade de todas as amostras ensaiadas, pode-se observar a formação de crateras em relação às outras superfícies como foi revelado pela microscopia eletrônica de varredura. Pode-se notar na microscopia confocal a laser em 3D as ondulações acentuadas na superfície da amostra, o que explica a formação de crateras.

O aumento dos valores de  $R_t$  está atribuído ao crescimento gradativo do desgaste das pastilhas durante o processo de usinagem. Portanto, os valores da rugosidade superficial  $R_t$  e  $R_a$ , possuem uma correlação direta com o desgaste dos compósitos durante o processo de usinagem.

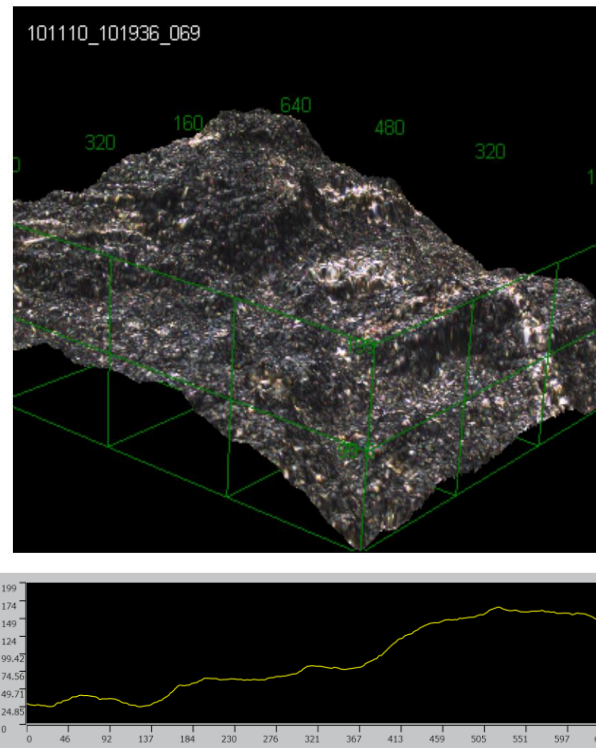


Figura 65 – Microscopia confocal a laser em 3 D e perfil de rugosidade da superfície da amostra 27 do subgrupo C9 após o ensaio de torneamento.

## CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES

Este trabalho apresenta a produção e caracterização do compósito do sistema cBN-TiB<sub>2</sub>-Al, o qual é de grande importância científica e tecnológica para a indústria metal/mecânica. Neste trabalho foram obtidos resultados satisfatórios, com resultados superiores aos produtos comerciais. Diante dos resultados apresentados destacam-se as seguintes conclusões:

- 1- De um modo geral, houve densificação satisfatória em todos os grupos, mas a melhor densificação conseguida foi de aproximadamente 96,40% para as amostras do subgrupo C6 do grupo II.
- 2- Foram alcançados excelentes valores de microdureza, o maior valor foi de 61 GPa, apresentado pelas amostras do Subgrupo C6 do grupo II. Isto se deve a formação de microestrutura refinada das amostras sinterizadas. Os demais resultados foram muito bons estando entre 35 – 38 GPa.
- 3- Os resultados de tenacidade à fratura estão entre 10,8 e 13,8 MPa.m<sup>½</sup>, para as amostras dos três grupos, o que condiz com a literatura, para amostras sinterizadas industrialmente.
- 4- A análise por difração raios-X revelou que foram formadas novas fases pelas reações químicas ocorridas durante a sinterização, foram formadas fases tais como Al, AlB<sub>2</sub> e TiN, este fato revela a interação química dos cristais de CBN com os ligantes TiB<sub>2</sub> e Al, aumentando a adesão entre o cBN e a matriz. A análise não detectou a presença de Nitreto hexagonal de Boro, carbeto de titânio e grafite, que são fases prejudiciais ao desempenho da ferramenta.
- 5- A análise pó MEV revelou que o aspecto de superfície de fratura dos compósitos depende dos parâmetros de sinterização e do tempo de processamento. Análise por EDS revelou a presença de elementos contaminantes como O, Fe e W em quantidades pequenas.

- 6- A melhor condição de sinterização foi apresentada pelas amostras do subgrupo C6, grupo II. O subgrupo apresentou as melhores condições de HV X K<sub>IC</sub>.
- 7- Os testes de torneamento foram realizados em amostras de três subgrupos C5, C8 e C9, as amostras do grupo C5 mostraram melhor desempenho no ensaio de torneamento e menor desgaste da ferramenta, apresentando apenas desgaste de flanco. Nas micrografias das amostras dos subgrupos C8 e C11 foi possível observar a formação de cratera e o crateramento respectivamente, o que mostra um maior desgaste da ferramenta.
- 8- Através da análise confocal a laser e da rugosidade das amostras dos subgrupos C5, C8 e C9 é possível observar que as amostras do subgrupo C8 mantiveram o valor médio de Ra e Rt baixo o que justifica uma superfície com baixa rugosidade. Já as amostras dos subgrupos C8 e C9 apresentaram valores maiores de Ra e Rt, apresentando assim superfícies com maior rugosidade.
- 9- A tecnologia experimental desenvolvida pode ser usada para o desenvolvimento no Brasil da tecnologia industrial de produção de compósitos nanoestruturados a base de cBN, sendo que ainda é necessário definir melhores parâmetros.



## **CAPÍTULO 6 – SUGESTÕES**

Diante das conclusões apresentadas, e com objetivo de aperfeiçoamento de ferramentas destinadas a usinagem, propõe-se:

- 1- A continuação deste trabalho, através da fabricação dos compósitos estudados, e realização de testes de desgaste a nível industrial, com objetivo de levantar dados de tempo de vida útil dos compósitos produzidos frente aos compósitos a base de cBN comerciais.
- 2- Fazer um estudo econômico e socioambiental, afim de avaliar os danos causados pela usinagem e pelos fluidos de usinagem ao meio ambiente.
- 3- Realizar um estudo de viabilidade econômica para se ter uma comparação mais eficiente entre os compósitos a base de cBN comerciais versus o compósito cBN-TiB<sub>2</sub>-Al. Com finalidade de se obter mais informações sobre a aceitação destes compósitos na indústria metal/mecânica.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Azevedo, A. F., Ferreira, N. G., (2006). Filmes de nanodiamantes para aplicações em sistemas eletroquímicos e tecnologia aeroespacial. Química Nova Print version ISSN 0100-4042. v.19. n.1. São Paulo – SP.

Barry, J., Akdogau, G., Smyth, P. *et al.*, (2005). Application areas for cBN materials. In: International Industrial Diamond Conference, Barcelona, Spain.

Batista, M. F. (2006). Estudo da Rugosidade de Superfícies Planas Usinadas por Fresas de Topo Esférico. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade de São Paulo – SP.

Benjamin, J. S., (1976). “Mechanical Alloying”. *Sci. Am.*, vol. 234, n.5, p.40-48.

Bezhenar, N. P. *et al.*, (2007). The structure formation in reaction sintering of cubic boron nitride submicron and nanosized powders with aluminum at the stage of high-pressure infiltration. Received April, n. 27.

Bezhenar, N. P., Loshak, M. G., Shul'zhenko, O. O., *et al.*, (2008). Physico-Mechanical Properties of Composites of the cBN-Al System Depending on the Density, Phase Composition, and structure, in *Porodorazrushayshcii i Metal-loobrabatyvayushchii instrument – tekhnika i tekhnologiya ego izgotovleniya i primeneniya (Rock Destruction and Meta-Working Tools – Techniques and Technology of the Tools Production and Applications. Collect. Sci. Papers, Kiev: Bakul' ISM, Issue 11. pp. 164-171.*

Bezhenar, N. P., Konoval, S. M., Bozhko, S. A., *et al.*, (2009). Reaction Interaction in the cBN-Al System at High Pressure, *Fizika i Tekhnika Vysokikh Davlenii. Vol. 19. n.2. pp.41-47.*

Bezhenar, N. P., Konoval, S. M., Bozhko, S. A., *et al.*, (2010). Physico-Mechanical Properties of cBN Composites Produced by a High-Pressure Reaction Sintering of Cubic

Boron Nitride and Aluminum Powders. ISSN 1063-4576. Journal of Superhard Material. Vol.32, nº.1, pp.1-13.

Biondo, V., (2005). Caracterização Estrutural e Magnética do Sistema  $Fe_x (Cr_2O_3)$  Submetido à Moagem de Alta Energia. (Dissertação de Mestrado em Física). Departamento de Física – Universidade Estadual de Maringá-PR.

Birring, R., (1989). Nanostructured materials. Materials Science and Engineering, p. 33-43.

Bobrovnitchii, G. S., Figueira, M., Gomes, U. U., Tardim, R. C., (2008). Compósito de “metal duro – nitreto cúbico de boro”. Revista Matéria, v.13, n1, pp. 228-230. Artigo 10979.

Bobrovnitchii, G. S., Skury, A.L.D. Skury, Monteiro, S.N. (2010). Effect of the pressure and temperature cycling in the sintering of cubic boron nitride composites under HPHT conditions. J. Materials Science Forum, Vol. 600, pp. 837-843

Bozhko, S. A., Bezhenar, N.P. (1986). Sinterização do cBN com alumínio. J. Superhard materials. N°05, pp.14-17.

Bozhko, S. A., Ignatucha, A. I. (1985). A estrutura de pastilhas duplas à base de cBN. J. Superhard Materials. N°4, p. 28-33.

Camargo, R. (2002). Rugosidade Superficial nas Operações de Torneamento. SENAI. Santa Barbara D’ Oeste.

Campos, C. E. M., (2005). Estudo das Propriedades Físicas de Nanomateriais Produzidos por Síntese Mecânica. (Tese de doutorado em física). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis – SC.

Chen, Y., Chan, H. L. W., Choy, C. L. J., (1998). Nanocrystalline lead titanate and lead/vinylidene fluoride-trifluoroethylene 0-3 nanocomposites, *Am ceram*, vol 81, p. 1231-1236.

Chou, Y. K., Evans, C. J., Barash, M. M., (2002). Experimental investigation on cBN turning of hardened AISI 52100 steel. *Journal of Materials Processing Technology*, n. 124, p. 274-283.

Chinelatto, A. S. A., (2002). *Evolução Microestrutural Durante a Sinterização de Pós Finos e de Alta Pureza de Alumina*. (Tese de Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade de São Carlos (USP) – SP.

Çolac, O., Kurbanoglu, C., Kaycan, M. C. (2005). Milling surface roughness prediction using evolutionary programming methods. *Material & Desing, Oxford*, v. 28, n.2. p.657-666.

Durán, N., Mattoso, L. H. C., Morais, P. C., (2006). *Nanotecnologia: introdução, preparação e exemplos de aplicação*. ed. Artliber. São Paulo – SP.

Ersching, K., (2009). *Produção Nanomateriais Semicondutores e Caracterização de suas Propriedades Estruturais, Térmicas e Ópticas*. (Dissertação de Mestrado em Física). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis – SC.

Evelyn, M. P. D., Taniguchi, T., (1998). Elastic Properties of Translucent Polycrystalline Cubic Boron Nitride as Characterized by the Dynamic Resonance Method. *National Institute for Research in inorganic Materials*. Ibaraki-Japan. p1.

Faranfontov, V. I., Kaluchnikov, Y., (1978). O papel dos catalisadores durante síntese de cBN e condições de HPHT. In: *Materials policristalinos de Alta dureza*. pp. 3-8 (em russo).

Faria, M. A., (2007). Análise da Vida Útil e da Geometria da ponta do Punção de Aço AISI D2 Utilizado na furação de Chapas de Aço LNE600. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica e de Materiais). Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Curitiba.

Fleming, M, Wickman, A., (2006). PCBN in the automotive industry. *Industrial Diamond Review*. England. V. 2/06, p. 26-32.

Fogagnolo, J. B., (2000). Estudo do Processo de Fabricação de Materiais Compósitos de Matriz de Alumínio por Metalurgia do Pó, Via Moagem de Alta Energia e Extrusão. (Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica). Faculdade de Engenharia Mecânica. Universidade Estadual de Campinas. Campinas-SP.

Galopi, G. S., Stipkovic Filho, M., Batalha, G. F., (2006). Torneamento de Aço 100 Cr6 Temperado com Insertos de CBN com e sem cobertura. *Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP*. Departamento de Engenharia Mecatrônica e de Sistemas Mecânicos.

Gameza, L. M., (1999). Kinetic processes of crystallization of powders of cBN in system Li-B-N-F. *Powder Metallurgy*. Minsk, N°22, pp. 21-23.

Garcia, A. *et al.* (2000). *Ensaio de Materiais*. LTC Editora, p.165-176.

Gavrilov, D., Vinogradov, O., Shaw, W. J. D., (1995). *Proc. Inter. Conf. on Composite Materials, ICCM-10*, vol. III. Woodhead Publishing. p.11.

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

Gleiter, H., (1989). *Progress in Materials. Science*. 33. p. 223- 315.

Gleiter, H., (1995). Nanostructured materials: State of the art and perspectives, Journal Nanostructured materials, vol. 6, p. 03-14.

Greer, A. L., (1998). Nanostructured materials – From fundamental to application, Mat. Sci. From, v. 269-272, p. 3-10.

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

Hibbs, L. Jr e Wentorf, R.H., (1974). Borazon e compact diamond tools, Temp.alta, Imprensa alta 6. pp. 409-413.

Jaeger, F. M., Westenbrink, H. G. K., (1926). Some remarks on the crystal form of boron nitride and eventual ambiguity in the analysis of X-ray spectrograms. Proceedings of Royal Academy, Amsterdam, Vol. 29, Nº 9, p. 1218-1222.

Janot, R., Guérard, D., (2005). “Ball milling in liquid media. Applications to the preparation of anodic materials for lithium-ion batteries”. Progress in Materials Science. Vol. 50. p.1-92.

Jesus, E. R. B. (2004). Ferramentas de usinagem em aço rápido AISI M2 obtido por conformação “spray”. (Tese de Doutorado), Instituto de Pesquisas Energética e Nucleares. São Paulo – SP.

Jia, K.; Fischer, T. E; Gallois, B. (1998). Microstructure, Hardness and Toughness of Nanostructured and Conventional WC-Co Composites. Nanostructured Materials. v. 10, p. 875-891.

Junior, J. S., Ramalho, A. M., Bobrovnitchii, G. S., (2008). Transformação do nitreto hexagonal de boro em nitreto cúbico de boro com o catalisador magnésio. Revista Matéria, v. 13, n. 2, p. 258-266.

Koch, C. C., (1989). "Materials Synthesis by Mechanical Alloying." *Annual.Rev. Mater. Science*. Vol. 19. p.121-143.

Koch, C. C., (1991). "Mechanical milling and Alloying" in *materials Science and Technology: a Comprehensive Treatment*. ed. R. W.. Cahn, P. Haasen, E. J. Kramer, vol. 15. *Processing of Metals and Alloys*, VCH Publishers Inc., New York, USA, p. 193-245.

König, W., Berkotold, A. and Koch, K. F., (1993). "Turning vs. Grinding". *Annals of the CIRP*, Vol 42/1. p.39-43.

Kurdiumov, V. A., *et al.* (1994). *As modificações polimórficas do carbon e NB*. Ed. Metalurgia, Moscou, 320p (em russo).

Lima, J. C., Santos, V. H. F., Grandin, T. A., D' Ajello, Dmitriev, A., (2000). *Phys. Ver. B*. 62. p.8871.

Lima, A. R., (2008). *Construção de Nanoestruturas e Caracterização por SEM e RBS*. (Dissertação de Mestrado em Ciências). Instituto de Física. Universidade de São Paulo (USP). São Paulo – SP.

Liu, K., Li, X. P., Rahman, M., Liu, X. D., (2003). cBN tool wear in ductile cutting of tungsten carbide, *Wear*, nº 255, 1344-1351, Elsevier.

Lu, K., (1996). *Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, structure, and properties*. *Materials Science and Engineering*, R16. p.161-221.

Maurice, D. R., Courteny, T. H., (1994). *Metall. Mater. Trans. A*.25 A. p.147.

McKie, A. L., (2009). *Mechanical Properties of cBN-Al Composite Materials Dependence on Grain Size of cBN and Binder Content*. (Master degree of Science in Engineering). University of the Witwatersrand, Johannesburg.

Milheiro, F. A. C., (2006). Produção e Caracterização de Pós Compósitos Nanoestruturados do Metal Duro WC-10Co por Moagem de Alta Energia. (Dissertação de Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF). Campos dos Goytacazes – RJ.

Miyata, M. E. V., (2007). Síntese e caracterização de eletrodos modificados por nanopartículas, visando materiais eletrocromicos de alto desempenho. (Tese Doutorado em Química). Instituto de Química. Departamento de Química Fundamental. Universidade de São Paulo – (USP). São Paulo – SP.

More, A. S., Jiang, W., Brown, W. D., Malshe, A. P., (2006). Tool wear and machining performance of cBN-TiN coated carbide insets and PCBN compact inserts in turning AISI 4340 hardened steel. *Journal of Materials Processing Technology*, nº 180, p.253-262. Elsevier.

Neo, K. S., Rahman, M., Li, X. P., Khoo, H. H., Sawa, M., Maeda, Y., (2003). Performance evolution of pure cBN tools for machining of steel, *Journal of Materials Processing Technology*, nº 140, p. 326-331.

Nikitina, T. P., Michina, L. I. (1970). A estrutura cristalina e a atividade química de fases do cBN. *J. Abrasivos*, Ed. NIINMACH, Vol. 03, p.05-07.

Novikov, N. V., Shulzhenko, A. A., (1991). Os materiais superduros policristalinos para ferramentas de corte, VII Internationale Pulvermetallurgische Tagung DDR, Dresden: Institut für Festkoperphysik, PP. 49-60.

Novikov, N. V., Shul'izhenko, O. O., Bezhenar, N. P., *et al.*, (2005). Cubic Boron Nitride-Based Polycrystalline Materials, in *sintez, spekanie i sovoista sverkhtverdykh materialov*. (Synthesis Sintering, and Properties of Superhard Materials). Collection of Scientific Papers. Kiev: ISM NAU Ukrainy. pp.122-128.



Nowosielski, R. & Pilarczyk, W., (2005). Structure and properties of Fe-6.67%C alloy obtained by mechanical alloying. *Journal of Materials Processing Technology*. Vol.162-163, p.373-378.

Pacheco, M. A. C., (2006). Uma introdução à nanotecnologia. Workshop em nanotecnologia da computação inspirada na Biologia. PUC – RJ.

Patente EUA (1982), Nº 4334928.

Progotec, (2011). Disponível em: [www.pragotec.com/representações/materia-cBN.html](http://www.pragotec.com/representações/materia-cBN.html)  
Acessado em 15/05/2011.

Rong, X. Z., Fukunaga, O., (1994). Sinterização de Nitreto cúbico de Boro com adição de alumínio em alta pressão e temperaturas elevadas, em materiais avançados 93,1/B. Ed. M. Homma *et al.* trans. Elsevier Science BV. *Mater. Res. Soc. Jpn.* Vol. 14B. pp. 1455-1458.

Rong, X. Z., Tsurumi, T., Fukunaga, O. and Yano, T., (2002). High pressure sintering of cBN-TiN-Al composite for cutting tool application. *Diamond and Related Materials*. Vol. 11, Issue 2, pp. 280-286.

Santos, L. P. S., (2002). Caracterização Óptica e Estrutural de PbTiO<sub>3</sub> Nanoestruturado Obtido por Moagem Mecânica de Alta Energia. (Dissertação de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade de São Paulo – USP. São Carlos – SP.

Santos, R. S. (1998). Ferramentas de aço rápido sinterizado e aços rápidos convencionais: análise de propriedades. (Dissertação de mestrado em Engenharia Mecânica. Universidade Federal de Santa Catarina. Santa Catarina – SC.

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

Shulzhenko, A. A., Bozhko, (1993). Síntese, sinterização e propriedades do nitreto cúbico de boro. Ed. Naukova Dumka, Kiev, p. 256.

Silva, K. L. Moro, J. R., Correa, W. L. A., Cairo, C. C., Pallone, E. M. J. A., (2006). Obtenção de Nanocompósitos de Alumina-Diamante. 17° CBECIMat Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos materiais. Foz do Iguaçu /PR, Brasil.

Silva, L. k., (2007). Estudos Difratométricos do Combustível Nuclear  $UO_2-Gd-O_3$  preparado por Moagem de Alta Energia. (Dissertação de Mestrado em Física). Universidade Estadual de Maringá - Paraná/PR.

Silva, K. L., Yokoyama, M. Bernardi, L. O., Melo, F. C.L., Tedesco, N., Tomasi, R., Pallone, E. M. J. A., (2008). Obtenção de Nanocompósitos de Alumina-Diamante Usando pós Nanométricos Obtidos por Moagem de Alta Energia. 18° CBECIMat Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos materiais. Porto de Galinhas /Pe, Brasil.

Silva, V. S. A., Skury, A. L. D., (2010). Obtaining of Nanostructured Composite Material in system cBN-TiB<sub>2</sub>. Anais da SBPMat. IX Brazilian MRS Meeting. Ouro Preto-MG.

Souza, R. M., Ramalho, A. M., Bobrovnitchii, G.S., Monteiro, S. N. (2007). Análise do desgaste das pastilhas de usinagem a base de Nitreto cúbico de Boro. 62º Congresso Anual da ABM. Vitória – ES. Brasil. 9p.

Spriggs, G. E., (2002). Hard Materials, in Powder Metallurgy Data. Refractory, Hard and Intermetallic Materials, Berlin: Springer-Verlag. pp.168-174.

Sundararaman, C., (1995). Nanocrystalline state and amorphization. Materials Science and Engineering, B 32, P. 307-313.

Suryanarayana, C., Chen, G. H., Froes, F. H., (1992). Scripta Metall. Mater 26. p. 1727-1732.

Suryanarayana, C., (1995). Nanocrystalline materials, International Materials Reviews, vol.40, n.2 p.41-64.

Suryanarayana, C., (1998). "Powder Metall Technologies and Applications". ASM Handbook, Materials Park, OH. ASM International. Vol. 7, p.80-90.

Suryanarayana, C., (2001). Mechanical alloying and milling, Progress in Materials Science., v.46, p. 1-184.

Tjong, S. C., Chen, H., (2004 a). Mat. Sci. Engng. R-Reports. 41.

Tjong, S. C., Chen, H., (2004 b). Mat. Sci. Eng. R-Reports. 45. p.1- 88.

Tonejc, A., Duzevic, D., Tonejc, A. M., (1991). Mater Sci and Engng. A134. p. 1372-1375.

Tonejc, A., Stubicar, M., Tonejc, A. M., Kosanovic, K., Subotic, B., Smit, I. J., (1994). Mater Sci Lett 13. p. 519-520.

Trichês, D. M., (2009). Caracterização de Ligas Binárias Nanoestruturadas dos Sistemas Zn-Sb, Ge-Sb, Al-Sb e Co-Sb Produzidas por Síntese Mecânica (Tese de Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis – SC.

Valpassos, J. M., Ramalho, A. M., Bobrovnitchii, G. S., Monteiro, S. N., (2007). Sinterização de pastilhas de nitreto cúbico de boro utilizando como ligantes compostos de titânio. Revista Matéria. Vol 12, nº3. Rio de Janeiro.

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

Vereschagin, L. F., Bypakova, L. N., Zubova, E. T., (1968). Obtenção das modificações densas de nitreto cúbico de boro sob altas pressões e tensões de cisalhamento. DAN URSS. Vol. 178, nº1, pp. 72-73 (em russo).

Vieira, A. M. R. A., (2004). Aspectos Termo-mecânicos na Maquinagem por Abrasão de Materiais de Construção Mecânica. (Tese de doutorado em Engenharia Mecânica). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.

Voronin, G. A., Zerda, T. W., Qian, J., Zhao, Y., He, H., Dub, S. N., (2003). Diamond-Sic nanocomposites sintered from a mixture of diamond and silicon nanopowders. *Diamond and Related Materials*. p. 1477-1481.

Warren, R. (2007). *Ceramic-Matrix Composites*, Chapman Hall. New York. p.4-7. 66-69.

Wentorf, R. H., (1957). Cubic form of boron nirtide. *Journal of Chemistry Physics*. Vol. 26, nº4. p. 956-957.

Wentorf, RH. Jr., Rocco, W. A, (1972). Método de Conversão Hexagonal BN em cubic BN. JPN. Patente Appl. nº 65392.

William, I. C., Albert, J. S., Richard, L. L., Samuel, B. M. (2003) "Fixed abrasive diamond wire machining – part II experiment desing and resut". *International Journal of Machine Tools & manufacture* 43. P.533-542.

Winter, (2003). O que é um superabrasivo? *Informativo Técnico Engenharia de Aplicação*. nº1.

Winter, (2008). *Produtos padronizados. Catálogo de produtos abrasivos*. P.4.

Zhu, X., Birringer, R., Herr, U., and Gleiter., (1987). *Phys. Rev. B*. 35 p. 9085-9089.

**SUMÁRIO**

ÍNDICE DE FIGURAS	IV
ÍNDICE DE TABELAS	VII
RESUMO	VIII
ABSTRACT	IX
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	1
1.1 – Aspectos Gerais	1
CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
2.1 – Características e Propriedades do cBN	6
2.2 – Materiais Nanoestruturados	9
2.3 – Classificação dos Materiais Nanoestruturados	13
2.4 – Propriedades dos Materiais Nanoestruturados	16
2.5 – Síntese de Nanomateriais	17
2.5.1 – Síntese Mecânica ou Moagem de Alta Energia	18
2.5.1.1 – Variáveis do Processo	20
2.5.1.2 – Tipos de Moinhos	21
2.5.1.2.1 – Moinho de Bolas Convencional e de Alta Energia	21
2.5.1.2.2 – Moinho Planetário	21
2.5.1.2.3 – Moinho Oscilatório	22
2.5.1.2.4 – Moinho Atritor	23
2.5.1.2.5 – Moinho de Vibração SPEX	23
2.5.1.3 – Velocidade de Agitação	24
2.5.1.4 – Tempo de Moagem	25
2.5.1.5 – Materiais Utilizados nas Ferramentas de Moagem	25
2.5.1.6 – Razão entre as Massas	26
2.5.1.7 – Preenchimento do Recipiente	26
2.5.1.8 – Atmosfera de Moagem	27
2.5.1.9 – Agente de Controle do Processo	27
2.5.1.10 – Temperatura de Moagem	28
2.5.1.11 – Contaminação	28
2.6 – Processo de Sinterização em Altas Pressões e Altas Temperaturas	29
2.6.1 – Particularidades da Sinterização do cBN	31
2.6.2 – Sinterização Direta do cBN	31

2.6.3 – Sinterização do cBN Utilizando Ligantes	32
2.6.4 – Principais Ligantes Utilizados na Obtenção dos Compósitos a base de cBN	32
2.7 – Aplicações dos Compósitos a Base de cBN e Comparação entre suas propriedades	34
2.8 – Particularidades sobre o Processo de Usinagem com cBN	36
2.8.1 – Torneamento	40
2.8.2 – Rugosidade	41
2.9 – Tarefa Técnica a ser Resolvida	42
CAPÍTULO 3: METODOLOGIA	44
3.1 – Apresentação	44
3.2 – Procedimento Experimental	45
3.2.1 – Moagem de Alta Energia (MAE)	45
3.2.2 – Preparação dos Compactos e da Célula de Reação	46
3.2.3 – Calibração do conjunto DAP–célula de Reação	47
3.2.3.1 – Pressão	48
3.2.3.2 – Temperatura	48
3.2.4 – Sinterização das Amostras	49
3.2.5 – Caracterização	51
3.2.5.1 – Determinação da Densidade	51
3.2.5.2 – Análise de Microdureza	51
3.2.5.3 – Tenacidade à Fratura	52
3.2.5.4 – Difração de Raios-X	54
3.2.5.5 – Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS)	54
3.2.5.6 – Análise de Desgaste por Torneamento	55
3.2.5.7 – Microscopia Confocal e Rugosidade	57
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO	58
4.1 – Caracterização dos Pós	58
4.2 – Descrição dos Compactos Sinterizados	59
4.3 – Determinação da Densidade	61
4.4 – Análise de Microdureza	65
4.5 – Tenacidade à Fratura	69

4.6 – Difração de Raios-X	73
4.7 – Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS)	75
4.7.1 – EDS dos Pós após Moagem de Alta Energia	75
4.7.2 – Grupo I	77
4.7.3 – Grupo II	79
4.7.4 – Grupo III	84
4.8 – Ensaio de Torneamento	85
4.8.1 – Análise da Perda de Massa do Compósito	86
4.8.2 – Análise da Perda de Massa do Aço 4140	88
4.8.3 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Amostras Após Usinagem	90
4.8.4 – Análise Confocal e Rugosidade	93
CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES	97
CAPÍTULO 6: SUGESTÕES	99
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	100

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1– Comparação entre as durezas de diversos materiais	2
Figura 2 – Estruturas Cristalinas, onde a) diamante; b) cBN	6
Figura 3 – Comparação de dureza Knoop entre materiais de alta dureza	7
Figura 4 – Nitreto cúbico de Boro	8
Figura 5 – Representação da interdisciplinaridade da nanotecnologia	9
Figura 6 – Representação esquemática do material nanoestruturado formado por átomos	11
Figura 7 – Relação entre a área superficial e o volume de um cubo de lado $m$ , com redução do tamanho da partícula	13
Figura 8 – Esquema da classificação dos materiais nanoestruturados de acordo com a composição química e a forma dimensional	14
Figura 9 – Esquema de classificação das nanoestruturas de acordo com o dimensionamento da nanoestrutura	16
Figura 10 – Esquema do processo de moagem de alta energia para obtenção da mistura nanoestruturada a base de cBN	18
Figura 11 – Colisão entre duas bolas atuando sobre o material particulado, durante o processo de moagem de alta energia	19
Figura 12 – (a) Moinho Planetário (b) Dinâmica de Moagem	22
Figura 13 – (a) Moinho Attritor, (Modelo 1 - S), (b) Montagem do vaso de moagem, preenchimento por bolas de aço	23
Figura 14 – (a) moinho SPEX 8000, (b) conjunto de vaso de moagem, tampa e bolinhas	24
Figura 15 – Formação de pescoço, em consequência da ligação inicial entre as Partículas durante o processo de sinterização	30
Figura 16 – Principais mecanismos de desgaste (adesão, abrasão e difusão)	37
Figura 17 – Difusão do material da ferramenta na peça (cavaco)	38
Figura 18 – Fluxograma acerca dos processos de usinagem	39
Figura 19 – Elementos de uma superfície usinada	41
Figura 20 – Diversos perfis com rugosidade $Ra=2$	42
Figura 21 – Fluxograma das etapas experimentais	44
Figura 22 – Componentes da montagem da célula reativa: (1) Cápsula de calcita (2) Tubo aquecedor; (3) Tampa de grafite/calcita; (4) compacto verde da mistura	47



reativa

Figura 23 – Esquema da montagem da cápsula deformável, e dimensão, para a sinterização do cBN, onde: 1 – cápsula de deformável; 2 – mistura reativa; 3 – Tampinhas isolantes feitas de calcita 50% e grafite 50%; 4 – tubo aquecedor de grafite	47
Figura 24 – Esquema de montagem do termopar para a calibração de temperatura	49
Figura 25 – Prensa de 630 ton detalhe do conjunto de dispositivos e cápsula deformável	49
Figura 26 – Diagrama esquemático do ciclo de aplicação dos parâmetros de sinterização	50
Figura 27 – Desenho esquemático dos pontos de indentação do ensaio de microdureza Vickers	52
Figura 28 – Desenho esquemático de uma indentação de ensaio de microdureza Vickers com as trincas formadas durante a aplicação da carga	54
Figura 29 – Torno mecânico ROMI–TORMAX 20A	56
Figura 30 – Porta Ferramenta utilizado para a realização dos ensaios de torneamento: 1 – Arruela de fixação; 2 – Suporte; 3 – Compósito de cBN; 4 – Parafuso de fixação	56
Figura 31 – Cristais de cBN antes do processo de moagem de alta energia	58
Figura 32 – Micrografia da mistura dos pós após moagem de alta energia	59
Figura 33 – Densidade relativa média das amostras sinterizadas do grupo I	62
Figura 34 – Densidade relativa média das amostras sinterizadas do grupo II	63
Figura 35 – Densidade relativa média das amostras sinterizadas do grupo III	64
Figura 36 – Microdureza média das amostras sinterizadas do grupo I	67
Figura 37 – Microdureza média das amostras sinterizadas do grupo II	67
Figura 38 – Microdureza média das amostras sinterizadas do grupo III	68
Figura 39 – Tenacidade à fratura média das amostras sinterizadas do grupo I	71
Figura 40 – Tenacidade à fratura média das amostras sinterizadas do grupo II	71
Figura 41 – Tenacidade à fratura média das amostras sinterizadas do grupo III	72
Figura 42 – Difratoograma da amostra 1 subgrupo C1, grupo I	73
Figura 43 – Difratoograma da amostra 17 subgrupo C6, grupo II	74
Figura 44 – Difratoograma da amostra 23 subgrupo C8, grupo III	74
Figura 45 – Mapeamento pó nanoestruturado após moagem de alta energia por	76

EDS em Raios-X característicos dos elementos Al (a); B (b); N (c); Ti (d) e Ti (e).

Figura 46 – Resultados da análise qualitativa realizada por EDS do pó nanoestruturado indicados na figura 44. 77

Figura 47 – Micrografia da superfície da amostra 4 do subgrupo C2 78

Figura 48 – Micrografia da trinca superficial da amostra C6 do subgrupo C2 78

Figura 49 – Micrografia da amostra 16 subgrupo C6, grupo II 79

Figura 50 – Micrografia e EDS da amostra 16 do subgrupo C6 com aumento 1000x 80

Figura 51 – EDS da amostra 16 subgrupo C6, grupo II 82

Figura 52 – Região pontual onde foi realizada a análise qualitativa por EDS na amostra 16 subgrupo C6, grupo II 83

Figura 53 – Resultado da análise qualitativa realizada por EDS da região 1 indicada na figura 51. 83

Figura 54 – Resultado da análise qualitativa realizada por EDS da região 2 indicada na figura 51. 84

Figura 55 – Micrografia da amostra 20 do subgrupo C7 84

Figura 56 – Perda de massa do compósito no ensaio de torneamento I 86

Figura 57 – Perda de massa do compósito no ensaio de torneamento II 87

Figura 58 – Perda de massa do aço 4140 no ensaio de torneamento I 88

Figura 59 – Perda de massa do aço 4140 no ensaio de torneamento II 89

Figura 60 – Micrografia da amostra 15 do subgrupo C5 apresentando desgaste do tipo flanco após o ensaio de torneamento 91

Figura 61 – Micrografia da amostra 24 do subgrupo C8 apresentando desgaste dos tipos flanco e formação de cratera após o ensaio de torneamento 91

Figura 62 – Micrografia da amostra 27 do subgrupo C9 apresentando desgaste do tipo cratera após ensaio e torneamento 92

Figura 63 – Micrografia da amostra 27 do subgrupo C9 apresentando desgaste do tipo cratera após ensaio e torneamento 94

Figura 64 – Microscopia confocal a laser em 3 D e perfil de rugosidade da superfície da amostra 24 do subgrupo C8 após o ensaio de torneamento 95

Figura 65 – Microscopia confocal a laser em 3 D e perfil de rugosidade da superfície da amostra 27 do subgrupo C9 após o ensaio de torneamento 96

**ÍNDICE DE TABELAS**

Tabela 1– Relação entre o número total de átomos e o percentual de átomos na superfície	12
Tabela 2 – Métodos de síntese de materiais nanoestruturados	17
Tabela 3 – Aplicações de algumas marcas de materiais a base de cBN	34
Tabela 4 – Comparação entre propriedades técnicas	35
Tabela 5 – Características físico-mecânicas dos compósitos industriais a base de cBN	36
Tabela 6 – Principais características dos pós utilizados	45
Tabela 7 – Parâmetros utilizados no torneamento	57
Tabela 8 – Descrição dos compósitos sinterizados	60
Tabela 9 – Densificação das amostras sinterizadas	61
Tabela 10 – Valores de microdureza das amostras sinterizadas	66
Tabela 11 – Tenacidade à fratura das amostras sinterizadas	70
Tabela 12 – Composição química do pó nanoestruturado do sistema cBN-TiB <sub>2</sub> -Al após moagem de alta energia	75
Tabela 13 – Resultado da análise quantitativa realizada por EDS da amostra do subgrupo C6 apresentada na figura 49.	81
Tabela 14 – Parâmetros utilizados no ensaio de torneamento	85
Tabela 15 – Parâmetros de rugosidade Rz, Rt e Ra	93

## RESUMO

O Nitreto cúbico de Boro é considerado o segundo material superduro disponível comercialmente, sendo superado apenas pelo diamante segundo escalas de dureza. O cBN é utilizado sobretudo na indústria metal/mecânica como ferramenta de corte destinada à usinagem de peças fabricadas a partir de ligas ferrosas e ligas à base de níquel, pois, ele apresenta uma estabilidade termo-química comparado com o diamante.

A síntese de materiais nanoestruturados bem como o estudo das tecnologias de produção e caracterização desses materiais tem gerado enorme interesse do ponto de vista científico e tecnológico.

O presente trabalho objetiva a obtenção de compósitos nanoestruturados a base de cBN, com adições de  $TiB_2$  e Al como ligantes, com finalidade de melhorar suas propriedades, já que no mercado brasileiro toda classe de materiais a base de cBN é importada de países que possuem tecnologia própria.

A sinterização foi realizada no Dispositivo de Alta Pressão (DAP) do tipo bigorna com concavidade toroidal, disponível na UENF/CCT/LAMAV foram aplicados parâmetros de pressão entorno de 6,6 GPa e 7,5 GPa, temperatura entre 1650°C e 1800°C e tempo de processamento de 1, 2 e 3 minutos e 1, 2 e 3 ciclos.

A caracterização foi realizada através de medidas de densificação dos compósitos sinterizados, microdureza, tenacidade à fratura, difração de Raios-X, análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectrometria por dispersão de energia (EDS), ensaio de torneamento, análise por microscopia confocal a laser e rugosidade.

Palavras-Chaves: Compósito Nanoestruturado, Ligante, Nitreto cúbico de Boro (cBN)

## ABSTRACT

Cubic Boron Nitride is considered the second superhard material available commercially, being exceeded only by diamond according to hardness scales. cBN is used specially in metal/mechanic industry as a cutting tool designed to machining of parts manufactured from ferrous alloys and nickel based alloys, because it presents a thermo-chemical stability compared to diamond.

The synthesis of nanostructured materials as well as the study of production technologies and characterization of these materials have brought about enormous interest from the scientific and technological point of view.

The current paper aims the obtainment nanostructured composites based on cBN, with additions of  $TiB_2$  and Al as ligands, with the purpose of improving the properties, since in the Brazilian market, every class of materials based on cBN is imported from countries which have their own technology.

The synthesing was done in High Pressure Device (DAP) of anvil type with toroidal concavity available at UENF/CCT/LAMAV. This was applied pressure parameters around 6,6 GPa and 7,5 GPa, temperature between 1650°C and 1800°C and processing time of 1, 2 and 3 minutes and 1, 2 and 3 cycles.

The characterization was done through measures of the composites sintered, densification, microhardness, fracture toughness, X-ray diffraction analysis, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), the turning test, analysis confocal laser microscopy and roughness.

Key-Words: Nanostructured Composites, Ligand, cubic Boron Nitride