

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DIAMANTADOS
PARA APLICAÇÃO EM SERRAS DE CORTE DE GNAISSES**

APÓSTOLOS JEAN SIDERIS JUNIOR

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE
DARCY RIBEIRO – UENF**

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
AGOSTO - 2013**

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DIAMANTADOS PARA APLICAÇÃO EM SERRAS DE CORTE DE GNAISSES

APÓSTOLOS JEAN SIDERIS JUNIOR

“Tese de Doutorado submetida ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais”.

Orientadora: Prof.^a Ana Lúcia Diegues Skury

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE
DARCY RIBEIRO - UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

AGOSTO - 2013

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

78/2013

Sideris Junior, Apóstolos Jean

Obtenção e caracterização de compósitos diamantados para aplicação em serras de corte de gnaisses / Apóstolos Jean Sideris Junior. – Campos dos Goytacazes, 2013.

xxi, 170 f. : il.

Tese (Doutrado 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, 2013.

Orientador: Ana Lúcia Diegues Skury.

Área de concentração: Materiais de alta dureza.

Bibliografia: f. 161-170.

1. SERRA CIRCULAR DIAMANTADA 2. SINTERIZAÇÃO 3. ROCHAS ORNAMENTAIS I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados II. Título

CDD 671.373

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS
DIAMANTADOS PARA APLICAÇÃO EM SERRAS DE CORTE DE
GNAISSES

APÓSTOLOS JEAN SIDERIS JUNIOR

Aprovada em 02 de agosto de 2013

Comissão Examinadora:

Prof. Marcelo Henrique Prado da Silva (D.Sc.) – IME

Prof.^a Luciana Lezira Pereira de Almeida (D.Sc.) – UESA

Prof. (Emérito) Guerold Sergueevitch Bobrovnichii (Ph.D.) – UENF

Prof.^a Márcia Giardinieri de Azevedo (D.Sc.) – UENF

Prof.^a Ana Lúcia Diegues Skury (D.Sc.) – UENF (Orientadora)

*Ao Jean, fruto do amor mais forte e verdadeiro,
minha continuidade.*

AGRADECIMENTOS

À professora Ana Lúcia Diegues Skury, exemplo de profissional e mulher. Pela orientação e apoio incondicionais que muito elevaram os meus conhecimentos científicos e, sem dúvida, muito estimularam o meu desejo de querer, sempre, saber mais e a vontade constante de buscar fazer melhor. Reconheço, com gratidão, não só a confiança que em mim depositou, desde o início, mas também, o sentido de responsabilidade que me incutiu em todas as fases desta tese.

Ao professor Guerold Sergueevitch Bobrovnitchii, por sua ajuda nos momentos mais críticos, por acreditar no futuro deste trabalho e contribuir para o meu crescimento profissional. Sua participação foi fundamental para esta realização. Um exemplo a ser seguido.

Aos meus pais, Apóstolos e Risete, por suas sábias lições de esperança. Seus preciosos conselhos infundiram-me a confiança necessária para realizar os meus sonhos. Vocês são a lição mais profunda que vivi de ética, dignidade e amor.

Ao meu irmão Ioanes, pelo companheirismo durante toda essa jornada, além do grande incentivo por mais essa conquista.

À minha querida esposa Maria, que traz tanta luz e prazer para minha vida, um amor especial.

Ao Michel Picanço, responsável técnico do Setor de Materiais Superduros (UENF), pelos ensaios de microscopia confocal, além do ótimo convívio.

À professora Luciana Lezira, pela contribuição na obtenção das micrografias por MEV.

Aos membros da banca pelas críticas e sugestões feitas a esta tese.

Por fim, agradeço a todos os colegas e professores da Pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, pelo convívio e aprendizado.

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS.....	VIII
ÍNDICE DE TABELAS.....	XVIII
RESUMO.....	XX
ABSTRACT.....	XXI
CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO	1
1.1 JUSTIFICATIVA.....	2
1.2 OBJETIVOS.....	3
1.3 INEDITISMO.....	4
CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 O DESENVOLVIMENTO DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS NO BRASIL.....	5
2.2 ASPECTOS ECONÔMICOS DO DESENVOLVIMENTO DA PRODUÇÃO DE ROCHAS ORNAMENTAIS.....	7
2.3 CLASSIFICAÇÕES DAS ROCHAS ORNAMENTAIS.....	10
2.3.1 Mármore.....	10
2.3.2 Granitos.....	11
2.3.3 Pedras Decorativas.....	12
2.3.4 Gnaisses.....	12
3.3.4.1 Os diferentes gnaisses miloníticos de Santo Antônio de Pádua.....	13
2.4 PRINCIPAIS PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS ROCHAS ORNAMENTAIS.....	16
2.5 TECNOLOGIAS PARA A PRODUÇÃO DOS SEGMENTOS DIAMANTADOS PARA SERRAS DE CORTE.....	17
2.5.1 Prensagem a Frio.....	19
2.5.2 Prensagem a Quente.....	19
2.6 SINTERIZAÇÃO.....	21
2.6.1 Sinterização por Fase Sólida.....	23
2.6.2 Sinterização por Fase Líquida.....	24
2.6.2.1 Estágios da Sinterização por Fase Líquida.....	25
2.6.2.1.1 Rearranjo.....	25
2.6.2.1.2 Solução – Reprecipitação.....	26
2.6.2.1.3 Estágio Final.....	27
2.6.3 Defeitos microestruturais.....	28
2.6.4 Molhamento na Sinterização por Fase Líquida.....	28
2.6.5 Influência da solubilidade sobre a sinterização por fase líquida.....	29
2.7 CARACTERÍSTICAS PRINCIPAIS DOS SEGMENTOS DIAMANTADOS ATUALMENTE PRODUZIDOS.....	30

2.7.1 Dureza	31
2.7.2 Desgaste.....	32
2.7.3 A retenção dos cristais de diamantes pela matriz	35
2.8 MECANISMO DE CORTE DOS SEGMENTOS	39
2.9 OS DIAMANTES UTILIZADOS NOS SEGMENTOS DE CORTE.....	42
2.9.1 Principais propriedades do diamante.....	43
2.9.2 Grafitização do Diamante	44
2.9.3 Diamantes utilizados industrialmente em ferramentas de corte.....	45
2.10 PRINCIPAIS MATRIZES E ADITIVOS UTILIZADOS EM SEGMENTOS DIAMANTADOS.....	49
2.10.1 Cobalite HDR	49
2.10.2 Cobalite CNF.....	50
2.10.3 Diabase.....	53
2.10.4 NEXT	54
2.10.5 Carbetos de Boro (B_4C)	55
2.10.6 Dióxido de Zircônio (ZrO_2)	57
2.11 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE SERRAS CIRCULARES SEGMENTADAS	58
2.12 PROPOSTA TÉCNICA.....	60
CAPÍTULO 3 - METODOLOGIA	62
3.1 MATÉRIA-PRIMA	64
3.2 EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS.....	64
3.3 PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS DIAMANTADOS À BASE DE Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC COM ADIÇÕES DE B_4C OU ZrO_2	65
3.3.1 Preparação (seleção e pesagem) das misturas.....	66
3.3.2 Moagem de Alta Energia.....	67
3.3.3 Preparação das misturas com diamantes.....	69
3.3.4 Montagem do molde de sinterização	70
3.3.5 Sinterização em prensa hidráulica industrial.....	72
3.4 CARACTERIZAÇÃO DOS SEGMENTOS	74
3.4.1 Difração de raios X	74
3.4.2 Microscopia Confocal a Laser	75
3.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	76
3.4.4 Espectroscopia de raios X por Dispersão de Energia (EDS).....	76
3.4.5 Densidade e porosidade	76
3.4.6 Porosimetria por intrusão de mercúrio.....	79
3.4.7 Análise Termogravimétrica (TGA).....	80
3.5 ENSAIOS MECÂNICOS	82
3.5.1 Dureza Vickers.....	82
3.5.2 Ensaio de Flexão	84

3.5.3	<i>Ensaio de Compressão</i>	85
3.5.4	<i>Ensaio de Desgaste</i>	85
3.6	PRODUÇÃO DAS SERRAS DIAMANTADAS PARA O CORTE DE ROCHAS ORNAMENTAIS DO TIPO GNAISSE	87
3.6.1	<i>Processo industrial de fabricação de serras circulares diamantadas</i>	87
3.6.2	<i>Soldagem dos segmentos na alma da serra</i>	89
3.6.3	<i>Limpeza e rebarbação das serras</i>	89
3.7	TESTES DE CAMPO DAS SERRAS CIRCULARES PRODUZIDAS	90
CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES		92
4.1	SEGMENTOS PRODUZIDOS	92
4.2	CARACTERIZAÇÃO	93
4.2.1	<i>Difração de raios X</i>	96
4.2.2	<i>Análises Metalográficas</i>	96
4.2.3	<i>Densidade e Porosidade</i>	99
4.2.4	<i>Porosimetria por intrusão de Mercúrio</i>	104
4.2.5	<i>Análise Termogravimétrica</i>	106
4.3	ENSAIOS MECÂNICOS	108
4.3.1	<i>Dureza Vickers</i>	108
4.3.2	<i>Ensaio de flexão</i>	122
4.3.3	<i>Ensaio de compressão</i>	132
4.3.4	<i>Desgaste e abrasão</i>	134
4.4	SERRAS PRODUZIDAS	136
4.5	TESTES DAS SERRAS SOB CONDIÇÕES REAIS DE SERVIÇO.....	137
4.6	ESPECTROSCOPIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE ENERGIA (EDS).....	139
4.6.1	<i>Segmento à base da composição M1</i>	139
4.6.2	<i>Segmento à base da composição M2</i>	142
4.7	ANÁLISES DOS SEGMENTOS	145
4.7.1	<i>Pull Out</i>	146
4.7.2	<i>Microfraturas e Macrofraturas</i>	147
4.7.3	<i>Efeito Cometa</i>	150
4.7.4	<i>Cristais Polidos</i>	151
4.7.5	<i>Cristais inteiros</i>	153
4.7.6	<i>Cristais emergentes</i>	154
4.7.7	<i>Aderência dos cristais de diamante à matriz</i>	155
CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES		158
CAPÍTULO 6 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS		160
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS		161

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1	Tipos comerciais de mármore extraídos do estado da Bahia (BA): A – Mármore Rosa Patamuté; B – Bege San Marino (Costa <i>et al.</i> , 2002).	10
Figura 2	Tipos comerciais de granitos extraídos do estado do Ceará (CE): A – Rosa Iracema; B – Kinawa Gold (Frasca, 2001).	11
Figura 3	Tipos comerciais de pedras decorativas extraídas do estado do Ceará (CE) e Rio Grande do Norte (RN): A – Antíqua – Santana do Cariri; B – Equatoriana Verde - Equador (Alencar <i>et al.</i> , 1996).	12
Figura 4	Fotografia da Pedreira de “Olho de Pombo”, “Pinta Rosa” e “Granito Fino” (Petemel e Mansur, 2002).	13
Figura 5	Placa de “Granito Fino” (a). Micrografia do “Granito Fino”, constituído pelos minerais quartzo, Feldspatos, Biotita e Hornblenda (b) (Petemel e Mansur, 2002).	13
Figura 6	Placa de “Olho de Pombo” (a); Micrografia do “Olho de Pombo”, constituído pelos minerais quartzo, feldspatos e biotita (b) (Petemel e Mansur, 2002).	14
Figura 7	Placa de “Pinta-Rosa” (Petemel e Mansur, 2002).	14
Figura 8	Fotografia mostrando o corpo do gnaiss do qual se extrai o minério “Pedra Madeira” (Petemel e Mansur, 2002).	15
Figura 9	Fotografias do gnaiss “Pedra Madeira” dos tipos: (a) Verde; (b) Rosa e (c) Amarela (Petemel e Mansur, 2002).	15
Figura 10	Fotografia mostrando o afloramento de gnaiss claro do qual se extrai o minério “Pedra Madeira Branca” (Petemel e Mansur, 2002).	15
Figura 11	Placa de Pedra Madeira Branca (a); Micrografia da Pedra Madeira Branca (Petemel e Mansur, 2002).	16
Figura 12	Tipos básicos de segmentos de serras (Konstanty, 2003).	17
Figura 13	Serra circular de corte mostrando os dois tipos principais de segmentos utilizados industrialmente: (cônico) e retangular (adaptado de Zhang <i>et al.</i> , 2003).	17

Figura 14	Moldes de grafite projetados para prensagem a quente: pó solto (a) e segmentos verdes (prensados a frio) (b) (Konstanty, 2003).	20
Figura 15	Representação esquemática do processo de prensagem a quente (Konstanty, 2003).	20
Figura 16	Microscopia óptica mostrando o processo de sinterização evoluindo da imagem A para a D (CETEC-MG, 2011).	21
Figura 17	Mecanismos de transporte de massa no processo de sinterização por fase sólida (adaptado de Hlavác, 1983).	23
Figura 18	Esquema dos estágios da sinterização por fase líquida envolvendo uma mistura de pós (adaptado de German, 1985).	27
Figura 19	Duas partículas esféricas unidas por um menisco líquido. Ângulos de contato diferentes mudam a forma do menisco (Kang, 2005).	29
Figura 20	Micrografia mostrando o descolamento evidente entre a matriz e um cristal de diamante, após a realização de corte (konstanty, 1991).	30
Figura 21	Curvas da variação de dureza em função da temperatura de consolidação da matriz (Pacheco <i>et al.</i> , 2007).	31
Figura 22	Dureza Brinell para o sistema Fe-Cu (Pacheco <i>et al.</i> , 2007).	32
Figura 23	Micrografias mostrando a progressão de desgaste dos diamantes – a) partícula emergida, b) desgaste plano, c) desgaste plano e rugoso e d) desgaste rugoso (Element Six Ltd, 2003).	33
Figura 24	Taxa de desgaste em função da progressão de desgaste dos cristais de diamantes (Element Six Ltd, 2003).	34
Figura 25	Classificação e sua distribuição do modo de desgaste dos diamantes em função da progressão de desgaste dos cristais (Element Six Ltd, 2003).	34
Figura 26	Desgaste de uma ferramenta em função da taxa de corte (Element Six Ltd, 2003).	35
Figura 27	Esquema da distribuição de forças atuantes em um cristal de diamante, embebido em matriz metálica, durante operação de corte: serra diamantada (Webb, 1999).	35

Figura 28	Micrografia mostrando a ocorrência de pull out sobre a superfície de uma matriz de um compósito diamantado (Liang <i>et al.</i> , 2002).	37
Figura 29	Micrografia de matriz metálica, onde os diamantes revestidos ficaram aderidos (x1500) (Yu <i>et al.</i> , 2006).	38
Figura 30	Micrografia de um cristal de diamante sem revestimento aderido à matriz metálica (x150) (Yu <i>et al.</i> , 2006).	39
Figura 31	Micrografia de um cristal de diamante revestido, aderido à matriz metálica (x100) (Yu <i>et al.</i> , 2006).	39
Figura 32	Esquema mostrando as forças atuantes nos cristais de diamantes durante o corte, utilizando uma serra diamantada. (Webb, 2000).	40
Figura 33	Esquema mostrando a interação mecânica entre a ferramenta e a peça no momento do corte (Tonshoff e Hillmann-Apmann, 2002).	41
Figura 34	Segmento diamantado desgastado após operação de corte (Xu, 2002).	41
Figura 35	Célula unitária para a estrutura cristalina cúbica do diamante (adaptado de Field, 1979).	43
Figura 36	Forma cúbica-octaédrica dos cristais de diamantes (adaptado de Konstanty, 1991).	46
Figura 37	Tendência de dureza e resistência de uma matriz metálica em função da presença do tamanho do diamante (Moriguchi <i>et al.</i> , 2007).	47
Figura 38	Micrografia de uma liga de cobalite HDR sob aumento de 2000X (Clark e Kamphuis, 2002).	49
Figura 39	Resultado gráfico da medição de densidade da liga Cobalite HDR, após prensagem a quente (750 e 850 °C) (Clark e Kamphuis, 2002).	50
Figura 40	Resultado gráfico da medição de durezas Rockwell B e Vickers da liga Cobalite HDR, após prensagem a quente (750 e 850 °C) (Clark e Kamphuis, 2002).	50
Figura 41	Resultado gráfico da medição de densidade da liga Cobalite CNF após prensagem a quente (650 a 875 °C) (Kamphuis e Serneels, 2004).	51

Figura 42	Resultado gráfico da medição de durezas Rockwell B da liga Cobalite CNF, após prensagem a quente (650 a 875 °C) (Kamphuis e Serneels, 2004).	52
Figura 43	Resultado gráfico da dureza e densidade em função da temperatura de sinterização para uma liga DIABASE-V21 (Weber e Weiss, 2005).	53
Figura 44	Resultado gráfico para a densificação das ligas NEXT, obtidas por prensagem a quente. (Del Villar, 2001).	54
Figura 45	Curvas de dureza HB das ligas NEXT Cu-Fe-Co, processadas por prensagem a quente. (Del Villar, 2001).	54
Figura 46	Estrutura cristalina do carbeto de boro (Mauri <i>et al.</i> , 2001).	56
Figura 47	Fases cristalinas da zircônia (Chiang <i>et al.</i> , 1997).	57
Figura 48	Transformações de fases da Zircônia (Chiang <i>et al.</i> , 1997).	58
Figura 49	Fluxograma para um processo de fabricação de serras circulares diamantadas (adaptado de Konstanty, 2003).	59
Figura 50	Fluxograma da metodologia proposta.	63
Figura 51	Esquema do container de um moinho Attritor (Janot, 2005).	68
Figura 52	Moinho Attritor (LAMAV/CCT/UENF).	68
Figura 53	Moinho cônico industrial (ABRASDI, 2013).	70
Figura 54	Etapas da montagem do molde para a sinterização dos segmentos: (a) e (b) montagem do molde; c) preenchimento com as misturas; d) molde montado (ABRASDI, 2012).	71
Figura 55	Molde utilizado no processo de fabricação (ABRASDI, 2013).	71
Figura 56	Prensa hidráulica EKA modelo PHB30.REF220 (ABRASDI, 2013).	72
Figura 57	Processo de sinterização dos segmentos: (a) matriz instalada na prensa; (b) aplicação de força sobre a matriz; (d) detalhe da aplicação de força sobre a matriz; (d) aquecimento por corrente elétrica (ABRASDI, 2013).	73
Figura 58	Esquema padrão dos compósitos produzidos com espessura $e = \pm 3,6$ mm apresentando as dimensões aproximadas dos segmentos.	74

Figura 59	Lei de Bragg (Cowley, 1975).	75
Figura 60	Esquema da montagem do método de Arquimedes (Frade e Paiva, 2006).	77
Figura 61	Montagem para medição de densidade por Arquimedes.	78
Figura 62	Porosímetro de mercúrio Poresizer 9320 (LAMAV/CCT/UENF).	80
Figura 63	Esquema dos principais componentes de um termogravímetro (Duval, 1993).	81
Figura 64	Termogravímetro BP 300 (LAMAV/CCT/UENF).	81
Figura 65	Esquema da preparação do compósito para análise de dureza.	82
Figura 66	Imagem da impressão Vickers com as projeções de suas diagonais (Medvedovski, 2001).	83
Figura 67	Esquema dos ensaios de três pontos.	84
Figura 68	Politriz utilizada nos ensaios de desgaste (LAMAV/CCT/UENF).	85
Figura 69	Processo de fabricação de serras diamantadas (Sá <i>et al.</i> , 2010).	87
Figura 70	Equipamento utilizado na soldagem dos segmentos na alma da serra circular (ABRASDI, 2013).	89
Figura 71	Retífica usada no processo de limpeza e rebarbação das serras circulares (ABRASDI, 2013).	90
Figura 72	Esquema da serra circular produzida com 350 mm de diâmetro (adaptado de Zhang <i>et al.</i> , 2003).	90
Figura 73	Gnaisses do tipo Pedra Madeira Amarela (a) e Pedra Madeira Rosa (b) (Petemel e Mansur, 2002).	91
Figura 74	Segmentos diamantados produzidos: (a) tipo M1; (b) tipo M2.	92
Figura 75	Difratogramas das amostras M1 e M2 (em pó) sem adição de cristais de diamantes.	93

Figura 76	Difratogramas das amostras do tipo M1 e M2, sem (S/D) e com (C/D) adição de cristais de diamantes, sinterizadas sob tempo de 6 min (800 °C / 34 MPa).	94
Figura 77	Difratogramas das amostras do tipo M1 e M2, com adição de cristais de diamantes (C/D), sinterizadas sob tempo de 9 min (800 °C / 34 MPa).	95
Figura 78	Micrografias de uma amostra do tipo M1 (800 °C / 6 min / 34 MPa) obtidas por microscopia confocal: a) 400x de aumento; b) 1000x de aumento.	96
Figura 79	Micrografias de uma amostra do tipo M2 (800 °C / 6 min / 34 MPa) obtidas por microscopia confocal: a) 400x de aumento; b) 1000x de aumento.	97
Figura 80	Micrografias de uma amostra do tipo M1 (800 °C / 9 min / 34 MPa) obtidas por microscopia confocal: a) 400x de aumento; b) 1200x de aumento.	98
Figura 81	Micrografias de uma amostra do tipo M2 (800 °C / 9 min / 34 MPa) obtidas por microscopia confocal: a) 400x de aumento; b) 1200x de aumento.	98
Figura 82	Comportamento da Porosidade x Densificação para os resultados da Tabela 11 (S/D - não diamantado; C/D - diamantado).	101
Figura 83	Comportamento da Porosidade x Densificação para os resultados da Tabela 11.	103
Figura 84	Porosidade x Densificação para os segmentos M1 e M2 sinterizados por 6 e 9 minutos (800 °C e 34 MPa).	104
Figura 85	Intrusão incremental de mercúrio em função dos diâmetros dos poros da amostra M1 diamantada e sinterizada (800 °C / 9 min / 34 MPa).	105
Figura 86	Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da amostra M2 diamantada e sinterizada (800 °C / 9 min / 34 MPa).	106
Figura 87	Termogravimetria da amostra M1 diamantada (800 °C / 9 min / 34 MPa).	107
Figura 88	Termogravimetria da amostra M2 diamantada (800 °C / 9 min / 34 MPa).	107

Figura 89	Gráficos de dureza para amostra do tipo M1, sem adição de diamantes (800 °C / 6 min / 34 MPa).	109
Figura 90	Gráficos de dureza para amostra do tipo M2, sem adição de diamantes (800 °C / 6 min / 34 MPa).	110
Figura 91	Comparação dos ensaios de dureza para as amostras M1 e M2, sem adição de diamantes (800 °C / 6 min / 34 MPa).	111
Figura 92	Impressões para dureza Vickers (200x) (adaptado de Askeland, 1996).	112
Figura 93	Micrografias obtidas por microscopia confocal de uma amostra do tipo M1 (sem adição de diamantes) (800 °C / 6 min / 34 MPa): a) 200x e b) 400x.	113
Figura 94	Micrografia obtida por microscopia confocal de uma amostra do tipo M2 (sem adição de diamantes) (800 °C / 6 min / 34 MPa): a) 200x e b) 400x.	114
Figura 95	Representações gráficas de dureza para amostra M1, com adição de diamantes (800 °C / 9 min / 34 MPa).	115
Figura 96	Gráficos de dureza para amostra do tipo M2, com adição de diamantes (800 °C / 9 min / 34 MPa).	116
Figura 97	Comparação dos ensaios de dureza para as amostras M1 e M2, com adição de diamantes (800 °C / 9 min / 34 MPa).	117
Figura 98	Impressão do ensaio de dureza Vickers para uma amostra do tipo M1, com adição de diamantes (800 °C / 9 min / 34 MPa) (1000x).	118
Figura 99	Imagem de uma marcação de dureza feita em uma amostra do tipo M2 obtida por microscopia confocal (1000x).	118
Figura 100	Impressão do ensaio de dureza Vickers realizado em uma amostra M2 diamantada e sinterizada (800 °C / 9 min / 34 MPa) (1000x).	119
Figura 101	Resultados de dureza para as amostras do tipo M1 submetidas a sinterizações de 6 e 9 minutos (800 °C / 34 MPa).	120
Figura 102	Resultados de dureza para as amostras do tipo M2 submetidas a sinterizações de 6 e 9 minutos (800 °C / 34 MPa).	121

Figura 103	Apresentação gráfica dos valores médios de dureza obtidos para as amostras dos tipo M1 e M2 quando sinterizadas sob tempos de 6 e 9 min (800 °C / 34 MPa), onde: L – longitudinal e T – Transversal.	122
Figura 104	Ensaio de flexão para amostra do tipo M1 sem adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).	123
Figura 105	Ensaio de flexão para amostra do tipo M1 com adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).	124
Figura 106	Ensaio de flexão para amostra do tipo M2 sem adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).	124
Figura 107	Ensaio de flexão para amostra do tipo M2 com adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).	125
Figura 108	Ensaio de flexão para amostra do tipo M1 com adição de diamantes (800 °C, 9 min, 34 MPa).	125
Figura 109	Ensaio de flexão para amostra do tipo M2 com adição de diamantes (800 °C, 9 min, 34 MPa).	126
Figura 110	Resultados dos ensaios de flexão para todas as amostras submetidas aos testes.	127
Figura 111	Gráfico Carga x Deformação de Flexão para materiais compósitos diamantados (Jonsén <i>et al.</i> , 2007).	128
Figura 112	Resultado do ensaio de flexão para um segmento comercial (Almeida, 2012).	129
Figura 113	Aspecto das fraturas ocorridas nos segmentos diamantados M1: (a) sem adição de diamantes (500x); (b) com adição de diamantes (500x).	130
Figura 114	Imagem, obtida por confocal, de uma trinca ocorrida em um segmento diamantado M1 após o ensaio de flexão (800 °C, 9 min, 34 MPa).	131
Figura 115	Microscopia de ramificação de trinca formada na fratura de um segmento do tipo M2 quando submetido ao ensaio de compressão.	132
Figura 116	Ensaio de compressão para amostra do tipo M1, com adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).	133

Figura 117	Ensaio de compressão para amostra do tipo M2, com adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).	133
Figura 118	Segmentos diamantados após o ensaio de compressão: a) M1 e b) M2.	134
Figura 119	Perda de massa das amostras submetidas ao teste de desgaste.	135
Figura 120	Resistência ao desgaste das amostras submetidas ao teste de desgaste.	136
Figura 121	Fotografia de uma das serras circulares produzidas na ABRASDI.	137
Figura 122	Relação entre dureza e tenacidade dos principais materiais para ferramentas de corte (Mitsubishi Carbide, 2002).	138
Figura 123	Micrografia de um cristal de diamante sobre uma matriz M1.	139
Figura 124	Mapeamento por EDS da região de um cristal de diamante (Fig. 123) sobre uma matriz M1.	140
Figura 125	Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 123) sobre a matriz M1.	140
Figura 126	Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 123) sobre a matriz M1.	141
Figura 127	Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 123) sobre a matriz M1.	142
Figura 128	Micrografia de um cristal de diamante sobre uma matriz M2 selecionado para análise por EDS.	143
Figura 129	Mapeamento por EDS da região de um cristal de diamante sobre uma matriz M2.	143
Figura 130	Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 128) sobre a matriz M2.	144
Figura 131	Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 128) sobre a matriz M1.	144
Figura 132	Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 128) sobre a matriz M2.	145
Figura 133	Ocorrência de Pull Out no segmento M1 (a) e M2 (b) após o corte do Gnaisse.	147

Figura 134	Cristais de diamantes com microfraturas (a) e macrofraturas (b), localizados no segmento M1, ocorridas durante o corte do gnaisse.	148
Figura 135	Cristais de diamantes com macrofraturas (a) e microfraturas (b), localizados no segmento M2, ocorridas durante o corte do gnaisse.	149
Figura 136	Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M1 ocorrido durante o corte do gnaisse.	150
Figura 137	Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M2 ocorrido durante o corte do gnaisse.	151
Figura 138	Cristais de diamantes polidos presentes na amostra M1.	152
Figura 139	Cristal de diamante polido presente na amostra M2.	152
Figura 140	Micrografia obtida por confocal mostrando um cristal inteiro sobre a matriz de um segmento do tipo M1.	153
Figura 141	Micrografia obtida por MEV mostrando cristais inteiros e bem facetados sobre a matriz de um segmento do tipo M2.	153
Figura 142	Micrografia obtida por confocal mostrando a presença de cristais emergentes (círculos vermelhos) sobre a matriz de um segmento M1.	154
Figura 143	Micrografia obtida por confocal mostrando a presença de cristais emergentes (círculos vermelhos) sobre a matriz de um segmento M2.	155
Figura 144	Cristais de diamantes fortemente aderidos sobre a matriz do segmento M1.	156
Figura 145	Cristais de diamantes fortemente aderidos sobre a matriz do segmento M2.	157

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1	Propriedades Mecânicas das Rochas Ornamentais (Vallejo, 2002).	16
Tabela 2	Propriedades básicas do diamante (Field, 1979).	44
Tabela 3	Tempo e temperaturas registradas para o processo de grafitização (Evans, 1962) .	45
Tabela 4	Composição da liga cobalite CNF (Kamphuis e Serneels, 2004).	51
Tabela 5	Classificação das ligas Diabase de acordo com a composição.	52
Tabela 6	Classificação das ligas NEXT de acordo com suas composições (Del Villar, 2001).	53
Tabela 7	Quantidades e composições das amostras produzidas.	66
Tabela 8	Composições de todas as amostras produzidas.	66
Tabela 9	Composições M1 e M2 misturadas com Diamantes.	69
Tabela 10	Concentração x Densidade de diamantes em ferramentas de corte (GE Superabrasives, 1994).	69
Tabela 11	Densidade, Porosidade e Densificação das primeiras amostras sinterizadas (sinterização: 800 ^o C / 6 min / 34 MPa).	100
Tabela 12	Densidade, Porosidade e Densificação das novas amostras sinterizadas (sinterização: 800 ^o C / 9 min / 34 MPa).	102
Tabela 13	Resultados do ensaio de porosimetria para amostras M1, M2 e Comercial, diamantadas e sinterizadas (800 ^o C / 9 min / 34 MPa).	104
Tabela 14	Dureza da amostra M1, sem adição de diamantes (800 ^o C / 6 min / 34 MPa).	108
Tabela 15	Dureza da amostra M2, sem adição de diamantes (800 ^o C / 6 min / 34 MPa).	110

Tabela 16	Dureza da amostra tipo M1 diamantada (800 °C / 9 min / 34 MPa).	114
Tabela 17	Dureza medida na amostra tipo M2, com adição de diamantes (800 °C / 9 min / 34 MPa).	116
Tabela 18	Resultados dos ensaios de desgastes e abrasão.	135
Tabela 19	Resultados dos testes de campo.	137

Resumo da tese apresentada ao CCT-UENF como parte dos requisitos para obtenção do grau de Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DIAMANTADOS PARA APLICAÇÃO EM SERRAS DE CORTE DE GNAISSES

Apóstolos Jean Sideris Junior

02 de agosto - 2013

Orientadora: Prof.^a Ana Lúcia Diegues Skury

Neste trabalho, são estudados compósitos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC, com adições de B₄C ou ZrO₂, a fim de serem aplicados como segmentos de corte em serras circulares para o processamento de rochas ornamentais do tipo gnaisse. Os objetivos principais foram os de alcançar maior eficiência de corte do que as serras atualmente utilizadas na indústria, além de reduzir a adição de cobalto à liga. Foram produzidos segmentos, via prensagem a quente, à base de dois diferentes tipos de composições (Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C e Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂) e sob dois diferentes tempos de sinterização (6 e 9 min (800 °C / 34 MPa)), sendo estes instalados em serras circulares, as quais foram submetidas a condições reais de trabalho. A partir de ensaios de dureza, flexão, compressão, desgaste, análise termogravimétrica (TGA) e de porosidade por intrusão de mercúrio, além de testes reais de campo, com os dois tipos de segmentos produzidos, foi constatado que os segmentos obtidos à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC com adição de B₄C, apresentaram desempenho superior aos utilizados atualmente pela indústria. Adicionalmente, também, pôde-se diminuir consideravelmente o teor de cobalto na matriz, reduzindo assim os custos de fabricação, além dos riscos ambientais e à saúde humana. Os estudos, aqui conduzidos, servem como base para o desenvolvimento de novas pesquisas direcionadas à produção de segmentos diamantados para serras de corte de rochas ornamentais.

Palavras-chaves: Serra circular diamantada, Sinterização, Rochas Ornamentais.

Abstract of the thesis presented to CCT-UENF as part of the requirements for
obtaining the Doctor Degree in Engineering and Materials Science

Apóstolos Jean Sideris Junior

August 2, 2013

Advisor: Prof. Ana Lúcia Diegues Skury

OBTAINING AND CHARACTERIZATION OF DIAMOND COMPOSITES FOR SAW
BLADES TO CUT GNEISSES

In this study, diamond composites comprising Fe-Sn-Ni-Cu-Co-WC, with additions of either B₄C or ZrO₂, were investigated to be applied as segments in saw blades for the purpose of cutting gneiss. The main objectives were to achieve a higher cutting efficiency than conventional saw blades currently used in the industry and to decrease the amount of cobalt in the alloy. To this, segments were manufactured using the hot pressing technique, for two different blade compositions (Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C and Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂) and for two different sintering times (6 and 9 min (800 °C / 34 MPa)). These segments were then placed in saw blades that were tested under real working conditions. Metallographic analysis, X-ray diffraction (XRD), mercury intrusion porosimetry (MIP), thermogravimetric analysis (TGA), field testing, hardness evaluations, flexural strength, compressive strength, and wear tests were carried out on the two types of segments. These tests indicated that the segments based on Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC with the B₄C addition were superior to those currently used in industry. Additionally, the composition included a considerably lower Co content in the matrix thereby reducing manufacturing costs and risks to the environment and human health. The studies presented in this thesis serve as a basis for the development of new research aimed to producing diamond segments for saw blades employed for cutting ornamental rocks.

Keywords: Circular diamond saw blades, Sintering, Ornamental rocks.

CAPÍTULO 2

INTRODUÇÃO

O crescente desenvolvimento tecnológico mundial tem gerado grande diversidade de aplicações para os materiais. A necessidade de aumento de desempenho destes, levando-se em conta sua aplicação final, tem exigido melhorias constantes de determinadas propriedades; com isso também ocorre o desenvolvimento dos estudos de novos materiais e técnicas de processamento. Dentre os materiais de engenharia, os materiais compósitos diamantados representam uma classe de materiais com propriedades variadas, como alta resistência mecânica, baixa condutividade térmica e alta estabilidade química.

A indústria de corte e processamento de rochas ornamentais utiliza ferramentas diamantadas, que se baseiam em compósitos constituídos de partículas de diamantes embebidas em uma matriz metálica ligante. A metalurgia do pó é a principal via de fabricação desses materiais, os quais abrangem uma larga escala de aplicações, como processamento de rochas, engenharia civil, etc. A maioria destas ferramentas é produzida, atualmente, pela tradicional rota de prensagem a quente, que pode ser finalizada por infiltração metálica em alguns casos. Prensagem a frio e sinterização convencional também são utilizadas para a produção desses materiais, entretanto em menor escala. Durante o processo, as partículas de diamante são ligadas à matriz metálica por uma combinação de interações químicas e físicas, e se faz necessário um rígido controle dos parâmetros de processamento para evitar ataque, dissolução e/ou grafitização do diamante, o que pode afetar o desempenho final do corte (Del Villar, 2001).

Os critérios de seleção dos metais ligantes se baseiam fundamentalmente da abrasividade e dureza do material a ser cortado. O tungstênio (W) é normalmente usado para materiais de dureza extremamente elevada, tal qual o concreto armado. Ligas de W-Co e o próprio cobalto (Co) puro são usados para materiais de alta dureza como os granitos. Cobalto-bronze, ferro-cobalto e ferro-bronze são ligantes empregados no corte de materiais de dureza mais moderada, como os mármore (Przyklenk, 1993).

Shibuta (1983) mostrou que o cobalto funciona como um ligante nas ferramentas diamantadas. O silício (Si), quando presente na composição do ligante em pequenas quantidades (< 2% em peso), aumenta a adesão deste com os cristais de diamante, evitando a perda prematura de diamantes por destacamento (pull out). O carbetto de tungstênio (WC) aumenta a resistência ao desgaste da matriz ligante, controlando a taxa de perda de ligante por abrasão (Mézáros e Vadasdi, 1994).

Atualmente a maior parte das ferramentas diamantadas utilizam o cobalto (Co) como matriz ligante. Sob temperaturas de processamento, o cobalto combina perfeita compatibilidade química com o diamante, adequada retenção dos cristais e boa resistência ao desgaste após algumas operações de corte. Entretanto, o cobalto está sujeito a grandes variações de preço no mercado, é um material estratégico, não sendo a melhor escolha em algumas aplicações (Del Villar, 2001). Além disso, o cobalto é tóxico quando do seu beneficiamento, e neste sentido, recentemente, pesquisadores têm procurado desenvolver ou propor novas ligas que possam servir de alternativas a fim de minimizar o conteúdo de cobalto nas ferramentas diamantadas, como exemplos as ligas Fe-Cu-Co e Fe-Ni-Cu-Sn-Co (Nitkiewicz e Swierzy (2006), Weber e Weiss (2005), Clark (2002), Del Villar (2001)). B₄C e ZrO₂ também têm sido bastante aplicados em ferramentas de corte (Aizenshtein *et al.*, (2005); Kim *et al.*, (2000)) . Esses estudos também objetivaram melhorar as propriedades físico-químicas dos ligantes aumentando assim a eficiência de corte.

O presente trabalho, portanto, dedica-se ao estudo do sistema Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC com adição de B₄C ou ZrO₂, como matriz metálica ligante para uso em ferramentas diamantadas, visando produzir compósitos com propriedades compatíveis ou até melhores às dos comerciais, além de baixa adição de cobalto, o que diminui os custos de processamento além dos riscos ambientais e à saúde humana.

1.1 JUSTIFICATIVA

Atualmente não existe nenhum ramo industrial cujo desenvolvimento tecnológico não tenha sido promovido com a aplicação de ferramentas ou outros produtos manufaturados com materiais superduros. Como exemplos, a extração de petróleo e gás, indústria bélica, metal-mecânica, eletrônica, ótica, aeroespacial, rochas ornamentais e muitos outros.

O setor mundial de rochas ornamentais movimenta US\$ 40 bilhões/ano, sendo US\$ 10 bilhões/ano em negócios de máquinas, equipamentos, insumos, materiais de consumo e prestação de serviços. A previsão para 2025 é que a produção mundial de materiais brutos e beneficiados alcance 320 milhões de t/ano (ABIROCHAS, 2012). Essa indústria tem se preocupado bastante com o estudo e desenvolvimento de ferramentas diamantadas, procurando entender suas características com o objetivo de aumentar a qualidade dos seus processos e a vida útil das ferramentas, conseguindo com isto uma redução dos custos de produção.

Apesar da exibição da alta performance de corte das ferramentas diamantadas atualmente produzidas, elas ainda apresentam limitações principalmente no que tange seu trabalho sob aquecimento, o que continua exigindo mais investimentos em pesquisas a fim de minimizar esses problemas. Adicionalmente, como já mencionado, ainda se necessita de redução ou substituição de elementos tóxicos (Co) empregados no processo, aumento da eficiência de corte, além da redução dos custos de fabricação.

Assim, torna-se importante o desenvolvimento de estudos relacionados sobre processos, composições e matérias primas utilizadas na fabricação de ferramentas de corte. Por isso, a presente pesquisa trata da investigação do sistema Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC, com adição de B_4C ou ZrO_2 .

Destaca-se ainda a potencialidade de produção dos produtos desenvolvidos a partir dos resultados deste trabalho, que podem atender as demandas por ferramentas além da indústria de rochas ornamentais, como a metal-mecânica, petrolífera e construção civil.

1.2 OBJETIVOS

A presente pesquisa tem como objetivo principal a produção de segmentos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC, com adição de B_4C ou ZrO_2 , a fim de serem aplicados em serras circulares para o corte de rochas ornamentais do tipo gnaisse. Neste contexto, quatro principais objetivos podem ser apontados:

1. Reduzir ou até mesmo eliminar a adição de cobalto nos segmentos diamantados;
2. Aumentar a eficiência de corte das serras circulares utilizando composições ainda não pesquisadas;

3. Aumentar a eficiência e melhorar os resultados da operação de moagem utilizando para isso um moinho attritor;
4. Superar e até mesmo ultrapassar a eficiência de corte dos discos de serra comerciais atualmente utilizados na indústria de corte de rochas ornamentais.

1.3 INEDITISMO

O presente estudo é inovador, pois trata da produção de segmentos diamantados a serem utilizados em serras circulares para o corte de rochas ornamentais do tipo gnaisse, utilizando material compósito cuja composição, em sua plenitude, ainda não foi usada em pesquisas científicas ou no desenvolvimento tecnológico industrial.

Os resultados de laboratório e campo mostraram um desempenho superior às atuais serras circulares utilizadas comercialmente. Isto é de imprescindível contribuição ao desenvolvimento da indústria de corte e processamento de rochas ornamentais, principalmente para o Brasil, que atualmente ocupa a sétima posição no ranking mundial, com 4,4% do total produzido no mundo (ABIROCHAS, 2013).

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 O DESENVOLVIMENTO DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS NO BRASIL

Pedras naturais ou rochas dimensionadas são outras denominações dadas às rochas ornamentais. Elas apresentam diversas litologias que são extraídas em blocos para posterior beneficiamento de diversas formas. Suas principais aplicações incluem lápides e arte funerária em geral, além de edificações, destacando-se os revestimentos internos e externos de paredes, pisos, colunas, entre outros (Vidal, 2002).

O emprego de rochas para fins ornamentais remonta há tempos antes de Cristo na região da Mesopotâmia e no Egito, onde as rochas calcárias, graníticas e basálticas eram usadas na construção de grandes esculturas. Foi na Idade Média que ocorreu seu uso sistemático, principalmente mármore, como material nobre na construção de grandes edificações, como catedrais e palácios nas mais importantes cidades europeias (Alencar *et al.*, 1996).

O setor de rochas ornamentais tem características inerentes a uma indústria tradicional. Trata-se de uma atividade extrativa cujos traços mais marcantes são: o processamento de recursos naturais; a baixa intensidade tecnológica; a reduzida exigência em termos de escala mínima de produção; o caráter exógeno da inovação tecnológica, pois ela costuma vir incorporada nos equipamentos; e o fato da capacidade empreendedora do dirigente ser um fator crítico para a competitividade.

No final da década de 50, deu-se início ao setor extrativo de rochas ornamentais no Brasil, a partir de iniciativas isoladas na extração de mármore em Minas Gerais e em seguida no Espírito Santo, onde a capacitação tecnológica das indústrias foi crescente no setor, sendo difundidos os conhecimentos para as rochas graníticas (Alencar *et al.*, 1996).

O Brasil exportou, em 1980, os primeiros blocos de granitos, principalmente para a Itália. Desde então, a exploração de rochas ornamentais teve um crescimento marcante e o país passou a importar e adaptar tecnologias de extração tentando se

manter no mercado (Alencar *et al.*, 1996). Atualmente, o país ocupa o sétimo lugar no cenário mundial de rochas ornamentais (ABIROCHAS, 2013).

Em relação aos equipamentos utilizados no beneficiamento de rochas ornamentais no Brasil, Stellin (1990) cita que o primeiro tear foi importado durante a primeira guerra mundial (1914-1918) e, posteriormente, os teares foram construídos baseados neste modelo, sempre utilizando o poder de abrasão da areia, o que dificultava o corte de materiais mais duros ou com maior presença de cristais de quartzo. E, assim, até os anos 60, praticamente todos os teares instalados no Brasil eram importados ou construídos, quase artesanalmente, com base em modelos italianos. Foi na década de 60 que a adoção de uma nova técnica de serragem do bloco surgiu, baseada no uso de abrasivo metálico e com aplicação de granalha de ferro fundido. O aço substituiu a areia como abrasivo, e ocorreu uma rápida evolução tecnológica das ferramentas especiais para o corte de rochas, como a lâmina com segmentos diamantados (CETEMAG, 2000).

Somente a partir dos anos 60 é que surgiram fábricas brasileiras de teares. Após esta industrialização, já na década de 70, ocorreu a intensificação da política industrial brasileira de substituição das importações. Desta forma, a discrepância tecnológica aumentava e o País ficava desfavorecido frente à tecnologia externa (Stellin, 1990). De acordo com este autor, apenas na década de 90, com a flexibilização da política industrial, abertura do comércio exterior para importações e o amadurecimento da indústria brasileira de rochas ornamentais, foi possível à importação de máquinas, equipamentos e insumos diversos. Dentre estes novos equipamentos, as serras circulares diamantadas e as máquinas de corte a fio diamantado permitiram maior produtividade operacional no corte de tiras e chapas de maior dimensão, incorporando mecanismos e acessórios de automação e controle (Alencar *et al.*, 1996).

Foi graças ao início das importações de ferramentas diamantadas é que se deu o desenvolvimento nacional da fabricação de serras para o corte de rochas. As dificuldades de cortar esse tipo de material, quando comparadas com outros, devido às características específicas das rochas criaram desafios para as empresas de fabricação de serras no que se refere a propriedades das ferramentas e custos.

Juntamente com as inovações dos equipamentos e máquinas utilizados no processo de polimento, ocorreu um enorme avanço dos elementos abrasivos utilizados no processamento de rochas ornamentais, com o desenvolvimento de

abrasivos sintéticos, de maior poder de abrasão e, mais recentemente, aqueles à base de diamante industrial. O desenvolvimento dessas novas tecnologias contribuíram ainda mais para o crescimento da demanda por rochas ornamentais.

Até hoje o setor de ferramentas diamantadas encontra-se em franco desenvolvimento comercial e tecnológico, principalmente no que tange a área de corte e processamento de rochas ornamentais, um setor que movimentava bilhões de dólares anuais e que o Brasil ainda é dependente da importação de produtos e tecnologias, principalmente da Itália (ABIROCHAS, 2013).

2.2 ASPECTOS ECONÔMICOS DO DESENVOLVIMENTO DA PRODUÇÃO DE ROCHAS ORNAMENTAIS

O Brasil está entre os maiores produtores mundiais de rochas ornamentais. Liderando este cenário tem-se, em primeiro lugar a China, seguida da Itália e Índia, que em conjunto representam 37,3 milhões de toneladas da produção mundial. Somente China, Itália e Índia abrangem quase 50% da exportação mundial de rochas ornamentais, ocupando o Brasil o sétimo lugar com 4,4% (ABIROCHAS, 2012).

No ano de 2011 o Brasil colocou-se como o 4º maior produtor e 7º exportador mundial de rochas ornamentais, em volume físico; como 3º maior exportador de blocos de granito e de produtos de ardósia; como 5º maior exportador de rochas processadas especiais, na forma de chapas; e como 8º exportador de rochas processadas simples, com produtos de quartzito foliado. Em 2011 o país se tornou novamente o principal fornecedor de rochas ornamentais para a China, tanto em faturamento quanto em volume físico. Isto é particularmente relevante quando se sabe que os EUA permanecem como o maior importador mundial de rochas processadas especiais, com aquisições totais de US\$ 2,2 bilhões em 2011 (ABIROCHAS, 2012).

Segundo estimativas, o setor movimentava US\$ 40 bilhões/ano, incluindo as transações dos mercados internacionais, mercado interno, comercialização de máquinas, equipamentos, insumos e serviços, e se prevê, para o ano 2025, uma produção mundial de 320 milhões de t/ano. Esta quantia pode se subdividir em US\$ 18 bilhões/ano nos mercados internos dos países produtores, US\$ 12 bilhões/ano com a comercialização de materiais brutos e beneficiados no mercado internacional e US\$ 10 bilhões/ano em negócios de máquinas, equipamentos, insumos, materiais de consumo e prestação de serviços (ABIROCHAS, 2012).

Cerca de 80% da produção mundial de granitos é transformada em chapas e ladrilhos para revestimentos, 15% desdobrada em peças para arte funerária e 5% para outros campos de aplicação. Aproximadamente 60% dos revestimentos referem-se a pisos, 16% a fachadas externas, 14% a interiores e 10% a trabalhos especiais de acabamento (ABIROCHAS, 2012).

O consumo de rochas ornamentais no Brasil se mostra maior do que sua renda per capita, ao contrário dos países desenvolvidos como os Estados Unidos, que apresentam uma renda per capita superior ao consumo de rochas ornamentais. As reservas brasileiras estavam estimadas, em 2009, em cerca de 400.000 m³ de granitos, 200.000 m³ de mármore e 120.000 m³ de sucedâneos em ± 1000 frentes de lavras (DNPM, 2011).

Além de gerar mais empregos e melhores salários para os trabalhadores do setor de rochas ornamentais, os manufaturados possuem agregado ao valor o processo de transformação das rochas, atingindo um preço médio de US\$ 810 a tonelada, quase cinco vezes maior do que o valor do bloco (ABIROCHAS, 2012). Todo esse lucro só é atingido com a alta performance das ferramentas de corte, perfuração e polimento.

O Espírito Santo se tornou referência mundial em mármore e granito e líder na produção nacional de rochas. O estado representa 50% da produção de todo o mercado nacional e segundo o levantamento, que utiliza como base os números do Ministério de Desenvolvimento, Indústria e Comércio (MDIC), o Espírito Santo representava em 2012, 73,81% das exportações de rochas realizadas pelo Brasil, liderando o ranking na participação dos negócios. Em segundo lugar, em exportações, vêm o Estado de Minas Gerais com 18%, seguido pelo Estado do Rio de Janeiro (5%) (ABIROCHAS, 2012).

O município de Santo Antônio de Pádua é o principal produtor de rocha para revestimento do Estado do Rio de Janeiro, sendo a "Olho-de-Pombo", "Pinta-Rosa", "Granito Fino" e "Pedra Madeira" seus principais minérios. Estes produtos são extraídos de gnaisses miloníticos (rochas formadas a grandes profundidades na crosta terrestre) (Petemel e Mansur, 2002). O presente trabalho usou a "Pedra Madeira" dessa região como modelo de testes para as serras de corte produzidas.

No campo do processamento de rochas ornamentais, dados reportados de 2009 indicam que somente no estado do Rio de Janeiro eram encontradas cerca de 1500 empresas distribuídas entre a região metropolitana e Norte - Noroeste, e mais

de 11 mil empregos formais distribuídos na região metropolitana da cidade do Rio de Janeiro (62%, em sua maioria marmorarias). No município de Santo Antônio de Pádua e cidades vizinhas do Noroeste Fluminense, como Miracema, São José de Ubá, Itaperuna, Laje do Muriaé, Natividade, Porciúncula, Varre-Sai, Bom Jesus do Itabapoana, Cambuci e Italva, existiam em torno de 165 empresas, entre pedreiras e serrarias, das quais 99,9% eram de micro e pequeno porte. Estas empresas são dependentes da importação de ferramentas de corte, em particular das serras diamantadas, e da modernização de técnicas de extração de rochas (Zepeda, 2009).

As importações brasileiras de ferramentas diamantadas para o corte e processamento de rochas ornamentais evoluíram significativamente e somaram US\$ 90 milhões em 2011, dos quais US\$ 53 milhões devidos à Itália. No 1º semestre de 2012 essas importações de tecnologia italiana atingiram US\$ 55 milhões, com incremento de 56,4% frente ao mesmo período de 2011. O avanço brasileiro foi o maior entre todos os compradores de tecnologia italiana (ABIROCHAS, 2012).

A eficiência de corte varia diretamente com o consumo dos principais insumos no processo de serragem, ou seja, quanto mais duro o granito, maior o consumo de insumos (Sousa e Rodrigues, 2002). Como a competitividade está diretamente ligada à tecnologia, o investimento em pesquisas no setor de rochas ornamentais e de revestimento, principalmente no que se refere a insumos, é de suma importância para o Brasil alcançar melhores posições no mercado mundial, pois países como a China e a Índia estão investindo alto em tecnologia nesta importante área do comércio internacional.

Mesmo com o dinamismo do mercado de rochas ornamentais, a defasagem tecnológica do Brasil é evidente nas diferentes etapas da cadeia produtiva. O país carece de estudos mais aprofundados sobre os reais problemas técnicos enfrentados pelas empresas, principalmente nas etapas de serragem e polimento. Nesses casos, são gerados diversos problemas, principalmente microfissuras, devido às diferenças relativas de dureza dos minerais e à morfologia dos cristais, sendo estes problemas entendidos como de natureza secundária (Frasca, 2004).

As indústrias de mármore e granitos têm se preocupado bastante com o estudo e desenvolvimento de ferramentas diamantadas, procurando entender suas características específicas com o objetivo de aumentar a qualidade dos seus processos e a vida útil das ferramentas, conseguindo com isto a redução dos custos de produção.

2.3 CLASSIFICAÇÕES DAS ROCHAS ORNAMENTAIS

As rochas, como produtos ornamentais, são subdivididas em três principais categorias: os mármore (rochas carbonatadas em geral); os granitos (rochas cristalinas silicatadas diversas) e as pedras decorativas, ou sucedâneas. Já Frascá (2001) mostrou que as rochas ornamentais são subdivididas em: mármore, granito, travertino e outras. Outras classificações generalizam as rochas ornamentais apenas como mármore e granito.

2.3.1 Mármore

As rochas carbonatadas metamórficas são os mármore propriamente ditos. Num sentido amplo, mármore são entendidos comercialmente como qualquer rocha carbonática, tanto de origem sedimentar, como metamórfica, passível de polimento, utilizada com mais frequência para fins ornamentais (Frascá, 2001). Os mármore podem mostrar grande variedade de cores com diferentes tons variando entre o amarelo, rosa, salmão, marrom e outros (Costa *et al.*, 2002) (Figuras 1A e 1B).

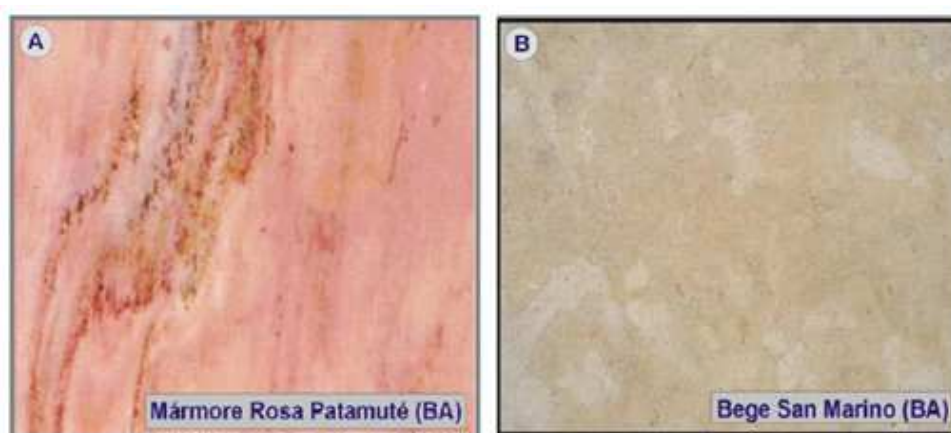


Figura 1. Tipos comerciais de mármore extraídos do estado da Bahia (BA): A – Mármore Rosa Patamuté; B – Bege San Marino (Costa *et al.*, 2002).

Na classificação, segundo a composição e a coloração, os mármore têm suas feições texturais fortemente influenciadas por transformações metamórficas. Em função do grau metamórfico, estas rochas apresentam granulação variando de fina até média.

2.3.2 Granitos

O granito é definido como uma rocha plutônica constituída essencialmente por quartzo, feldspato alcalino e plagioclásio, em quantidades variáveis, usualmente com a presença de hornblenda e/ou biotita. Os granitos englobam, comercialmente, rochas silicáticas utilizadas na indústria e no comércio da construção civil com fim ornamental. São as rochas ornamentais mais procuradas para revestimentos tanto em pisos como em fachadas, devido à sua grande variedade de cores e padrões texturais e estruturais, não perdendo brilho de polimento durante muitos anos, além da sua beleza visual (Frasca, 2001). Os granitos homogêneos são conhecidos como “clássicos” (Figura 2A) e os granitos movimentados e desenhados, em padrão fantasia, são bastante apreciados no mercado (Figura 2B).

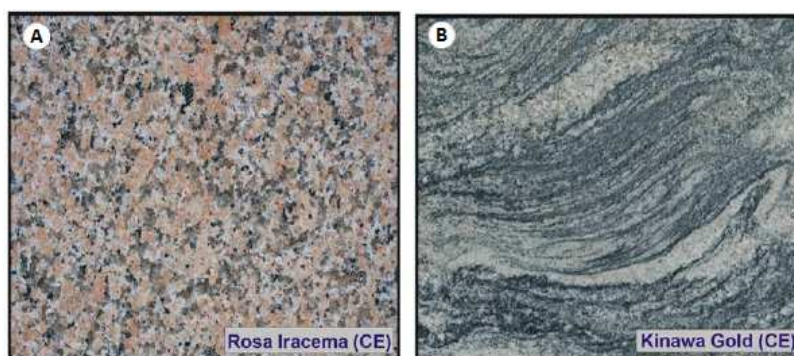


Figura 2. Tipos comerciais de granitos extraídos do estado do Ceará (CE): A – Rosa Iracema; B – Kinawa Gold (Frasca, 2001).

Os granitos são classificados por Frasca (2001) como rochas fenocristalinas, compactas, decorativas, constituídas predominantemente por quartzo, feldspatos e feldspatoides, com dureza entre 6 e 7 na escala de Mohs. São incluídos também nesta categoria os granitos propriamente ditos (rocha magmática intrusiva ácida, constituída principalmente por quartzo e feldspatos), além de rochas magmáticas plutônicas como diorito, granodiorito, sienito e gabro, bem como, rochas magmáticas efusivas com textura porfirítica e de composições análogas.

2.3.3 Pedras Decorativas

São rochas passíveis de serem utilizadas na construção civil em geral ou ainda como adornos e/ou peças decorativas in natura, trabalhadas sob as mais variadas formas, porém sem processo industrial de chapas cortadas em teares e

polidas, ou seja, pedras que não são submetidas ao beneficiamento. Estão inseridas nesta classificação materiais como: ardósias, quartzitos, pedra sabão, folhelhos, filitos e etc (Figuras 3ª e 3B).

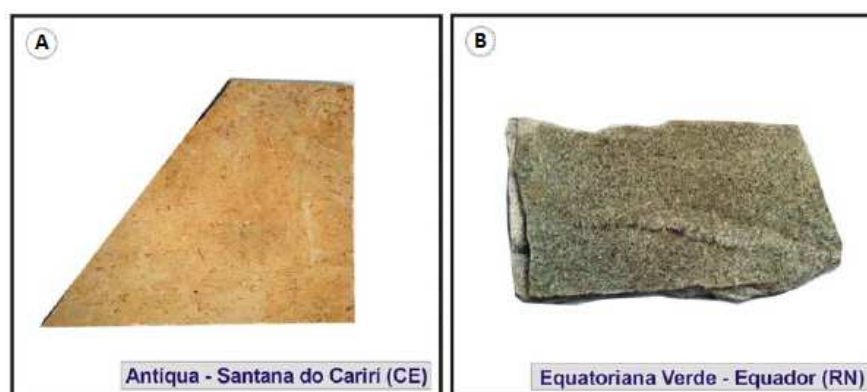


Figura 3. Tipos comerciais de pedras decorativas extraídas do estado do Ceará (CE) e Rio Grande do Norte (RN): A – Antiqua – Santana do Cariri; B – Equatoriana Verde – Equador (Alencar *AL AL.*, 1996).

2.3.4 Gnaisses

Um gnaiss é uma rocha de origem metamórfica, resultante da deformação de sedimentos arcóicos ou de granitos. Algumas das rochas mais antigas do mundo são gnaisses. Sua composição é de diversos minerais, mais de 20% de feldspato potássico, plagioclásio, e ainda quartzo e biotita. É amplamente empregada como brita na construção civil e pavimentação além do uso ornamental. Um exemplo de formação rochosa em gnaiss é o Pão de Açúcar, localizado na cidade do Rio de Janeiro, Brasil. Rocha metamórfica essencialmente quartzofeldspática, granulação frequentemente média a grossa; a estrutura é muito variável desde maciça, granitoide, com foliação dada pelo achatamento dos grãos até bandada, com bandas, geralmente milimétricas a centimétricas, quartzofeldspáticas alternadas com bandas mais máficas, derivadas de processos de segregação metamórfica que culminam em rochas migmatíticas (Petemel e Mansur, 2002).

2.3.4.1 Os diferentes gnaisses miloníticos de Santo Antônio de Pádua

O termo milonítico é usado para rochas que sofreram intensa deformação ao longo de falhas geológicas (planos onde ocorre movimento relativo entre blocos de rocha) (Petemel e Mansur, 2002).

Os minérios "Olho-de-Pombo", "Pinta-Rosa" e "Granito Fino" representam porções diferentes de um corpo rochoso de origem plutônica que ocorre ao longo da Serra do Bonfim (Figura 4).



Figura 4. Fotografia da Pedreira de "Olho de Pombo", "Pinta Rosa" e "Granito Fino" (Petemel e Mansur, 2002).

Em corpos plutônicos as bordas resfriam (cristalizam) mais rápido do que o centro, o que acarreta um menor tamanho dos minerais nas bordas. Este é o caso do "Granito Fino", encontrado nas bordas do corpo, com no máximo 6 metros de espessura (Figura 5) (Petemel e Mansur, 2002).

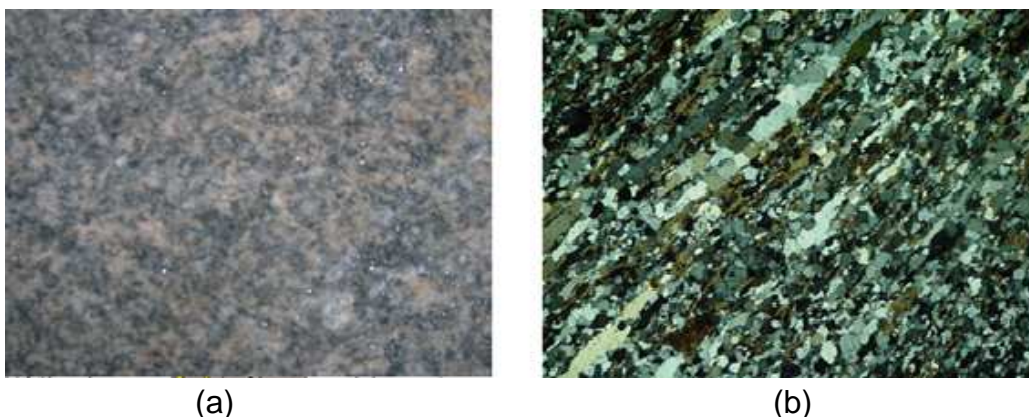


Figura 5. Placa de "Granito Fino" (a). Micrografia do "Granito Fino", constituído pelos minerais quartzo, Feldspatos, Biotita e Hornblenda (b) (Petemel e Mansur, 2002).

Já as variedades "Olho-de-Pombo" e "Pinta-Rosa" representam partes centrais deste mesmo corpo rochoso, que cristalizaram mais devagar, apresentando minerais maiores (Figuras 6 e 7). A diferença entre o "Olho-de-Pombo" e o "Pinta-Rosa" encontra-se na sua composição que se reflete na coloração dos cristais do mineral feldspato, respectivamente, branco e rosa (Petemel e Mansur, 2002).

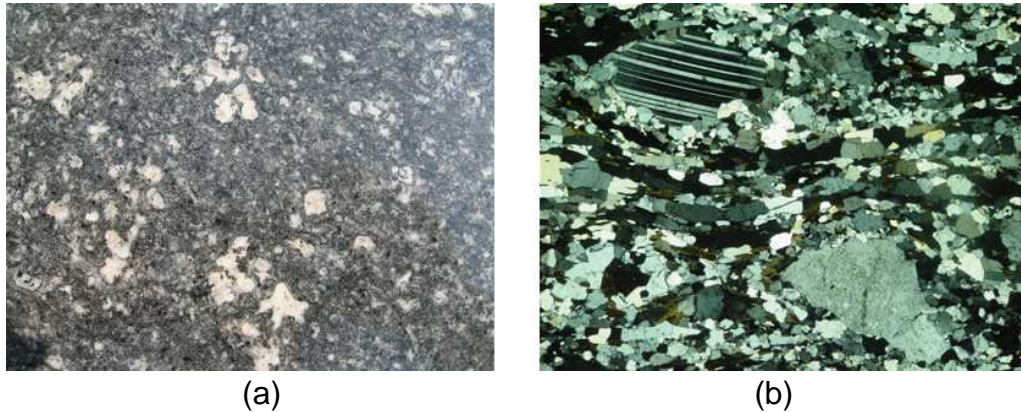


Figura 6. Placa de "Olho de Pombo" (a); Micrografia do "Olho de Pombo", constituído pelos minerais quartzo, feldspatos e biotita (b) (Petemel e Mansur, 2002).



Figura 7. Placa de "Pinta-Rosa" (Petemel e Mansur, 2002).

Ao longo da Serra do Catete (Figura 8) ocorre um corpo rochoso de origem plutônica do qual são extraídas as variedades verde, rosa e amarela do gnaiss "Pedra Madeira" (Figura 9). Estas diferenças de cor na rocha são devidas basicamente ao tipo de feldspato presente, sendo a coloração verde (Figura 9 (a)) encontrada na borda do corpo e causada pela presença de feldspatos mais ricos em cálcio. Já no centro do corpo a coloração é rosa (Figura 9 (b)), proveniente do feldspato rico em potássio. Por último, a coloração amarela (Figura 9 (c)) que em

sua origem era branco, ocorre devido à ação da água da chuva contendo feldspatos ricos em potássio e sódio (Petemel e Mansur, 2002).



Figura 8. Fotografia mostrando o corpo do gnaissse do qual se extrai o minério “Pedra Madeira” (Petemel e Mansur, 2002).

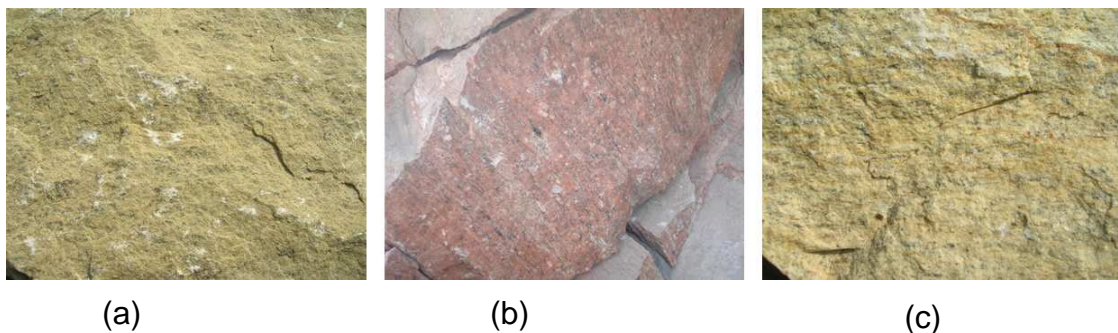


Figura 9. Fotografias do gnaissse “Pedra Madeira” dos tipos: (a) Verde; (b) Rosa e (c) Amarela (Petemel e Mansur, 2002).

Ao norte da cidade de Santo Antônio de Pádua é extraído o gnaissse "Pedra Madeira Branca" (Figura 10).



Figura 10. Fotografia mostrando o afloramento de gnaissse claro do qual se extrai o minério “Pedra Madeira Branca” (Petemel e Mansur, 2002).

Este minério é extraído de camadas descontínuas em formato de lente, de espessura métrica, de um gnaiss branco composto basicamente pelos minerais quartzo e feldspatos, com cristais vermelhos do mineral granada (Figura 11). Este gnaiss é produto da deformação de uma rocha plutônica gerada pela fusão parcial de rochas pré-existentes, de origem sedimentar (Petemel e Mansur, 2002).

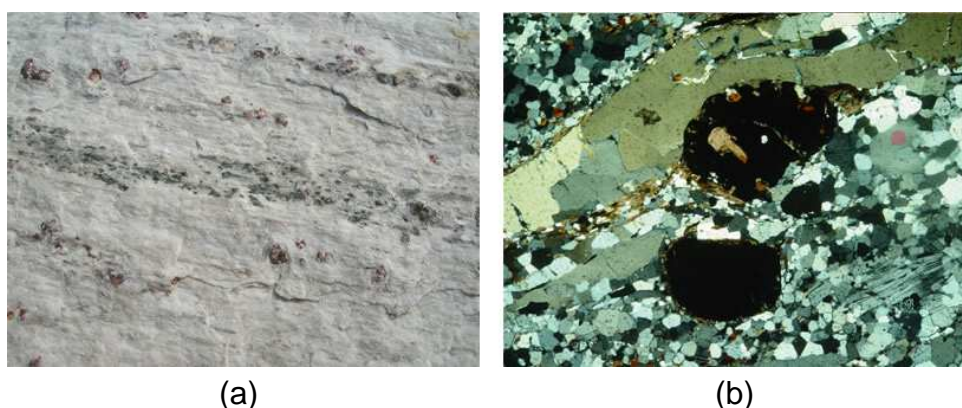


Figura 11. Placa de Pedra Madeira Branca (a); Micrografia da Pedra Madeira Branca (Petemel e Mansur, 2002).

2.4 PRINCIPAIS PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS ROCHAS ORNAMENTAIS

Dentre os principais tipos de rochas ornamentais apresentados, os gnaisses destacam-se por possuírem elevado módulo de elasticidade (E) e baixo coeficiente de Poisson, quando comparados aos outros. Essas características os tornam uma das rochas ornamentais mais duras e resistentes encontradas atualmente. A Tabela 1 apresenta, resumidamente, essas propriedades.

Tabela 1. Propriedades Mecânicas das Rochas Ornamentais (Vallejo, 2002).

Tipos	E (GPa)	ν
Mármore	28 - 72	0,1 – 0,4
Granitos	17 - 77	0,1 – 0,5
Decorativas	2,2 - 100	0,1 – 0,5
Gnaisses	28 - 100	0,08 – 0,24

2.5 TECNOLOGIAS PARA A PRODUÇÃO DOS SEGMENTOS DIAMANTADOS PARA SERRAS DE CORTE

A Figura 12 apresenta a classificação básica de segmentos mais comumente encontrados na área industrial (Konstanty, 2003).

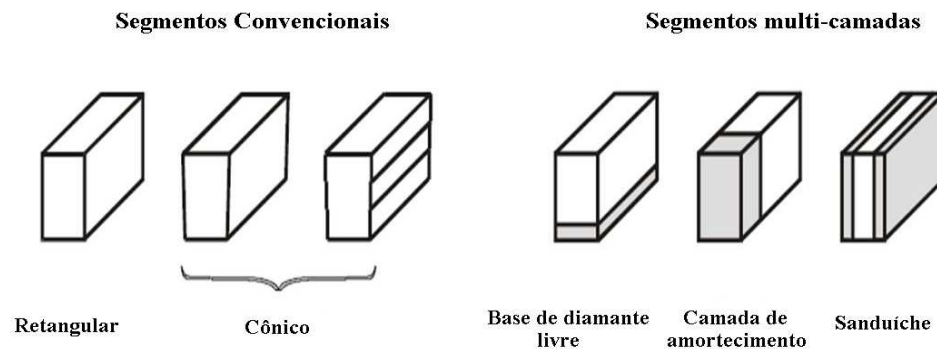


Figura 12. Tipos básicos de segmentos de serras (Konstanty, 2003).

Os custos de produção dos segmentos são diretamente proporcionais à complexidade da composição e à forma do segmento. (Konstanty, 2003).

Zhang *et al.* (2003) apresentaram (Figura 13) uma serra mostrando os dois tipos principais de segmentos utilizados industrialmente: cônico e retangular.

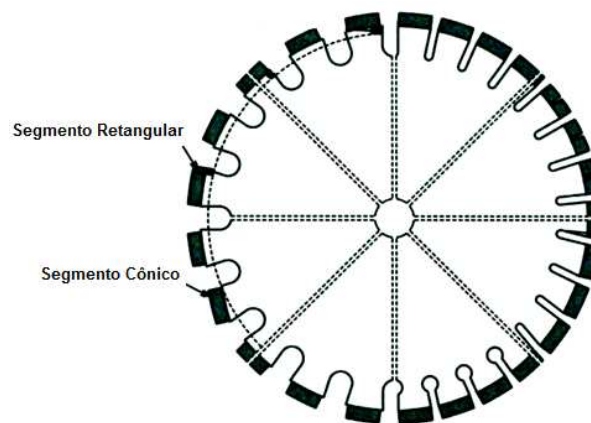


Figura 13. Serra circular de corte mostrando os dois tipos principais de segmentos utilizados industrialmente: (cônico) e retangular (adaptado de Zhang *et al.*, 2003).

Os segmentos cônicos apresentam a vantagem de diminuir a energia consumida durante a operação de serragem através da redução do atrito da face lateral dos segmentos contra o material (Konstanty, 2003).

As propriedades esperadas em uma ferramenta de corte são relacionadas a seguir. Deve-se salientar que nenhuma ferramenta tem todas essas características,

sendo a seleção do tipo de material de ferramenta uma solução de compromisso, ou seja, ao se selecionar um material para uma ferramenta de corte deve-se verificar quais são as exigências primordiais e quais são as secundárias (Zhang *et al.*, 2003).

- Resistência à compressão;
- Dureza;
- Resistência à flexão e tenacidade;
- Resistência do gume;
- Resistência a quente;
- Resistência à oxidação;
- Estabilidade química;
- Pequena tendência à difusão;
- Resistência à abrasão;
- Condutibilidade térmica, calor específico e coeficiente de expansão térmica adequados;
- Facilidade de obtenção a preços econômicos.

A obtenção de compósitos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC com adições de B₄C ou ZrO₂, a que se propõe a presente pesquisa, utiliza como rota a Metalurgia do Pó. Assim, se faz necessário um estudo sobre essa importante área da engenharia.

A Metalurgia do pó, através da aplicação de pressão sobre pós metálicos, cerâmicos ou cermetes (metal + cerâmica), vem a ser um processo altamente desenvolvido de manufatura de peças metálicas ferrosas e não ferrosas (Exner, 1979).

O processo mais utilizado é a prensagem a quente em forma líquida, sendo que o pó também pode ser densificado através de outros processos, tais como: sinterização sob baixas pressões, prensagem isostática a quente ou uma combinação dos dois, extrusão de fusão a laser, uma combinação de prensagem a quente e laser, e muitas outras técnicas (Konstanty, 2003).

Os compósitos diamantados são geralmente produzidos por duas rotas principais da metalurgia do pó: prensagem a frio e prensagem a quente. A prensagem a quente em forma líquida é a mais utilizada

2.5.1 Prensagem a Frio

Konstanty (2003) mostrou a prensagem a frio como sendo uma rota opcional para a produção de segmentos. Na verdade a prensagem a frio funciona como uma operação anterior à prensagem a quente, apresentando a vantagem de reduzir o desgaste do molde de grafite durante a operação subsequente de prensagem a quente e aumentando a produtividade do processo de densificação, uma vez que o molde projetado de grafite comporta mais segmentos por ciclo de prensagem do que o convencional, preenchido somente com pó solto. Quando se trata de segmentos constituídos de multicamadas, a operação de prensagem a frio torna-se obrigatória. Operações de prensagem a frio típicas são realizadas em moldes de aço em baixas e médias pressões.

As prensas mais modernas utilizadas na fabricação dos segmentos são equipadas com dosador de pó e balanças de precisão a fim de fornecer uma quantidade precisa de material para preencher a matriz. O preenchimento volumétrico é o método usado nesses modelos. Apesar de apresentarem um alto custo de investimento inicial, esses equipamentos volumétricos oferecem maior flexibilidade para a fabricação de pequenas quantidades de segmentos além de permitir uma eficiente produção (rendimento superior de 3 a 4 vezes), maior vida útil e menor consumo do aço e outros consumíveis (Konstanty, 2003).

2.5.2 Prensagem a Quente

O produto obtido nesse processo é quase isento de porosidade interna. A prensagem a quente consiste na aplicação simultânea de calor e pressão. O intervalo de tempo usualmente utilizado em cada operação, é de 2 a 3 minutos. A técnica de prensagem a quente sob menor tempo de processamento tem alcançado grande importância dentro do segmento de produção de ferramentas diamantadas uma vez que os cristais de diamantes apresentam baixa resistência sob temperaturas elevadas (Konstanty, 2003).

O processo utiliza moldes fabricados em aço ou grafite (Figura 14), sendo este último de uso comum, o qual oferece maior eficiência na produção dos segmentos.

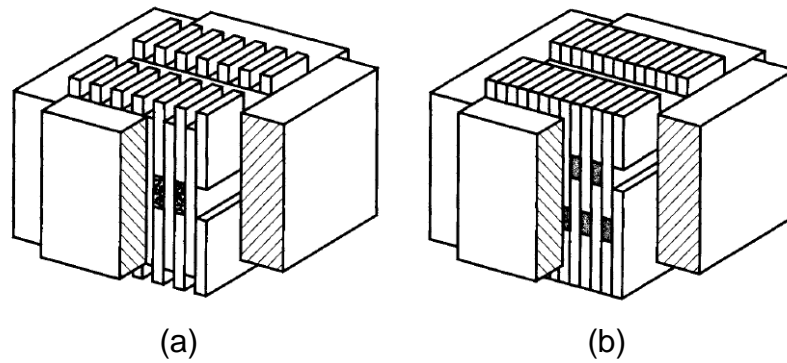


Figura 14. Moldes de grafite projetados para prensagem a quente: pó solto (a) e segmentos verdes (prensados a frio) (b) (Konstanty, 2003).

Sob temperaturas elevadas, o molde de grafite protege toda a mistura contra a oxidação. A prensagem a quente é realizada com a passagem de uma corrente elétrica diretamente através do molde (Figura 15), a qual aquece as misturas por efeito Joule. Uma elevada eficiência na produção dos segmentos é atingida por esse método.

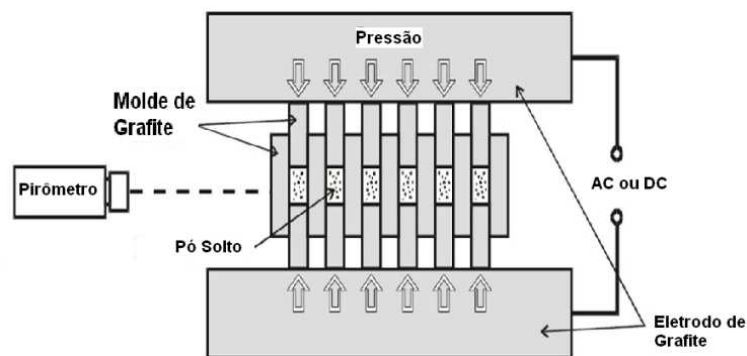


Figura 15. Representação esquemática do processo de prensagem a quente (Konstanty, 2003).

As temperaturas elevadas auxiliam na proteção tanto do pó de metal quanto dos cristais de diamantes contra a oxidação. Uma atmosfera redutora de CO/CO_2 é a responsável pela proteção contra a oxidação durante a sinterização (Konstanty, 2003).

Como se pôde notar, os processos de produção dos segmentos diamantados utilizam como rota a sinterização. Assim, se faz necessário um estudo mais aprofundado sobre esse tema.

2.6 SINTERIZAÇÃO

A aplicação de calor durante ou após a compactação é utilizada para aumentar a ligação entre as partículas. Este processo de aquecimento abaixo do ponto de fusão do material base é conhecido como sinterização. Basicamente, os pós metálicos são configurados em ferramental apropriado com posterior aquecimento sob condições controladas a temperaturas abaixo do ponto de fusão do metal base, para promover ligação metalúrgica entre as partículas, o que normalmente confere à massa de pó aglomerado as propriedades físicas e mecânicas desejadas (German, 1985).

A sinterização pode ser definida como um processo físico, termicamente ativado, que faz com que um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato mútuo, adquira resistência mecânica. Sua força motora é o decréscimo da energia superficial livre do conjunto de partículas, conseguido pela diminuição da superfície total do sistema (Figura 16). Em muitas ocasiões, isto traz, como consequência, a eliminação do espaço vazio existente entre as partículas, resultando em um corpo rígido e completamente ou parcialmente denso (German, 1985).

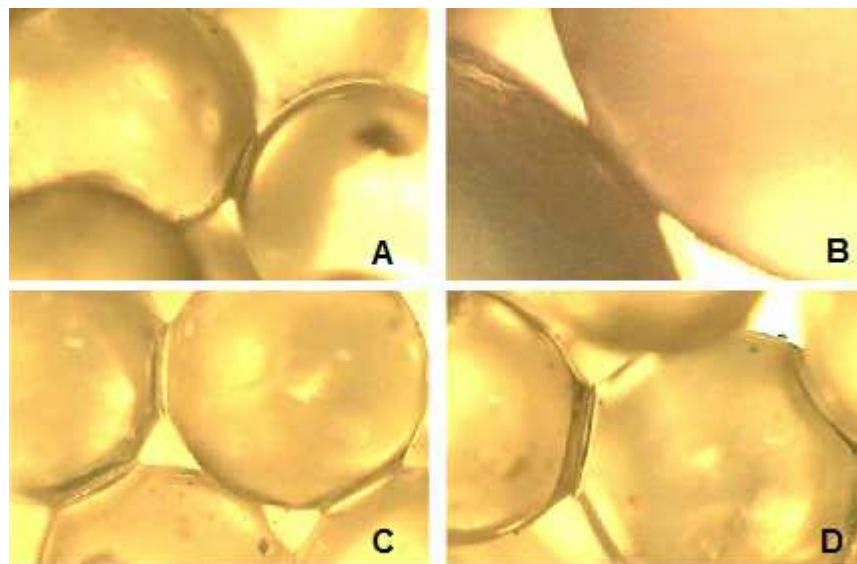


Figura 16. Microscopia óptica mostrando o processo de sinterização evoluindo da imagem A para a D (CETEC-MG, 2011).

Silva e Alves Jr (1998-a) mostraram o quão é importante diferenciar tipo de sinterização de técnica de sinterização. Considera-se tipo de sinterização como a forma com a qual a sinterização procede, ou seja, a cinética de sinterização, que é

caracterizada pelos mecanismos operantes responsáveis pelo fechamento da porosidade. Técnica de sinterização pode ser entendida como o método usado na prática para se obter a sinterização de um dado sistema, ou seja, a forma adotada para se conseguir as condições necessárias para a ocorrência de sinterização.

A tecnologia da Metalurgia do Pó baseia-se na prensagem de pós em moldes metálicos e consolidação da peça por aquecimento controlado. O resultado é um produto com a forma desejada, bom acabamento de superfície, composição química e propriedades mecânicas controladas. O processo da metalurgia envolve quatro etapas fundamentais: a obtenção, a mistura, a compactação e a sinterização dos pós.

Durante a sinterização, a porosidade da estrutura é fechada. Para isto, o material deve ser deslocado para preencher os espaços vazios. É justamente o modo como este material é deslocado que indica o tipo de sinterização. Deste ponto de vista, a cinética de sinterização difere grandemente quando existe ou não um líquido presente na estrutura. Por isso, divide-se o processo de sinterização em dois tipos básicos: a sinterização por fase líquida e a sinterização por fase sólida. Todas as variações de cinética de sinterização encontradas ao se sinterizar materiais específicos podem ser enquadradas dentro destas duas classes básicas. Dentro destas classes básicas, existem muitas variações de cinética de sinterização, devido à enorme variedade de materiais sinterizáveis, suas relações e as relações entre estas e os fatores geométricos significantes (tamanho e forma de partículas). Dentro deste campo podem ainda ser citadas a sinterização ativada e a sinterização rápida. Devido a isto, quando se deseja determinar a cinética de sinterização de dado sistema, a rigor, deve-se examinar criteriosamente o caso específico, usando as teorias como subsídio, ao invés de se tentar enquadrar o processo dentro das teorias existentes, como é usualmente feito (Silva e Alves Jr, 1998-b).

Assim, existem dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida. A força motora para a ocorrência de qualquer tipo de sinterização é a diminuição da energia livre superficial do conjunto de partículas. Esta diminuição ocorre por meio do desaparecimento da interface material/poro, que é substituída pela interface material/material, quando a porosidade desaparece. Estes dois tipos básicos de sinterização são capazes de densificar total ou parcialmente a estrutura, sendo que com o primeiro tipo é possível se obter uma estrutura com porosidade controlada, enquanto que o fechamento total

da porosidade é mais facilmente obtido através da sinterização por fase líquida (Silva e Alves Jr, 1998-b).

2.6.1 Sinterização por Fase Sólida

Na sinterização por fase sólida, o material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. Existem diversas formas de transporte de material: por fluxo viscoso (caso dos vidros, materiais amorfos e também cristalinos, submetidos à pressão), por difusão atômica (os cristais) ou por transporte de vapor (materiais com alta pressão de vapor). Em todos estes casos, o material é transferido para a região de contato entre partículas vizinhas. Outras formas de transporte, até mais eficientes do que estas citadas, devem ser consideradas porque envolvem deslocamento de partículas inteiras, com seus respectivos deslizamentos e rotações, e não deslocamento de átomos individuais. Sejam quais forem os mecanismos atuantes, rigidez e densificação são conseguidas pelo aumento da área de contato entre as partículas e o melhor empacotamento de matéria. Outros mecanismos podem ser encontrados em sistemas particulares (Silva e Alves Jr, 1998-b).

A velocidade com que varia o volume do pescoço é uma indicação da velocidade de sinterização e é determinada pela velocidade com que os átomos se movem para a região do pescoço. Mecanismos de transporte de massa são indicados na Figura 17, onde são apresentados os modos conhecidos de movimentos de átomos (Hlavác, 1983).



Figura 17. Mecanismos de transporte de massa no processo de sinterização por fase sólida (adaptado de Hlavác, 1983).

Alguns processos que provocam o movimento mostrado são (Hlavác, 1983):

1) Evapo-condensação: evaporação, a partir da superfície convexa de uma partícula e condensação na superfície côncava do pescoço. Este tipo de sinterização é pouco comum em materiais cerâmicos e o exemplo conhecido é da sinterização do cloreto de sódio. Neste caso, não ocorre contração entre as partículas;

2) Difusão na superfície para a região do pescoço: neste caso também não ocorre contração. Processos que produzem contração volumétrica são os mais comuns em sinterização. Os mecanismos de transporte de massa são:

a) Escoamento viscoso. A superfície ou toda a partícula encontra-se num estado de líquido de alta viscosidade. Líquido porque o transporte de massa é macroscópico, resultado do escoamento de material para o pescoço. Muitas vezes este estado é chamado, na literatura, de plástico;

b) Difusão atômica: i - difusão volumétrica a partir da região de contato entre partículas para o pescoço; e ii - difusão no contorno de grão entre as partículas.

2.6.2 Sinterização por Fase Líquida

Essa sinterização acontece devido à formação de líquido na estrutura. Esse líquido pode ser causado pela fusão de um dos componentes do sistema ou pode ser o resultado de uma reação entre, pelo menos, dois dos componentes do sistema. A ocorrência deste líquido é a maior diferença entre os dois tipos básicos de sinterização, e tem papel decisivo na determinação dos mecanismos de sinterização e do aspecto final da estrutura sinterizada. Em termos gerais, pode-se dizer que, em comparação à sinterização por fase sólida, este tipo de sinterização é mais rápido e fecha a estrutura mais facilmente. A sinterização com fase líquida é um modo bastante atraente de consolidação de materiais dificilmente sinterizáveis por fase sólida e para a obtenção de materiais compósitos (Silva e Alves Jr, 1998-b).

O mecanismo de dissolução e precipitação produz densificação da estrutura de três formas distintas (Silva e Alves Jr, 1998-b):

1) Aumento do volume da fase líquida: quando a fase líquida dissolve átomos da fase sólida seu volume aumenta. Como mencionado, o volume de líquido influencia a intensidade de densificação;

- 2) A mudança de forma das partículas: o processo de dissolução e precipitação muda a forma das partículas. Observa-se que as partículas em contato ficam achatadas de modo a aumentar a área de contato entre elas, aumentando também, o empacotamento de partículas. Isto aumenta a densidade, significa densificação;
- 3) Crescimento de grãos: o crescimento de grãos produz densificação porque partículas grandes, quando não dispostas regularmente no espaço como em um cristal, ocupam mais eficientemente o espaço de que partículas pequenas. Isto pode ser visto no fato de que pós de partículas grossas apresentam densidade aparente maior de que pós de partículas finas. A razão disto é que uma partícula grande pode ser dividida em certo número de partículas menores, mas só existe uma maneira de organizar estas partículas menores e modo a ocupar o mesmo volume da partícula grande original.

Os mecanismos de densificação atuantes são bastante dependentes da quantidade de líquido presente na estrutura e da interação deste líquido com a fase sólida (molhamento, dissolução entre sólido e líquido, reação para formação de outras fases com absorção ou liberação de energia, etc.). Em todo caso, existe sempre uma importante contribuição da ação das forças de capilaridade. Se o molhamento do sólido pelo líquido for favorável, estas forças de capilaridade promovem um forte e rápido rearranjo de partículas que leva à densificação. Se o molhamento é desfavorável, as forças de capilaridade atuam em sentido oposto, impedindo a densificação e promovendo até o rompimento da estrutura (Silva e Alves Jr, 1998-b).

O líquido pode agir de modo a eliminar completamente a porosidade ou até para promover a quebra da amostra. A ação do líquido será determinada pelo molhamento que o líquido possui com a fase sólida (Silva e Alves Jr, 1998-b).

2.6.2.1 Estágios da Sinterização por Fase Líquida

2.6.2.1.1 Rearranjo

O rearranjo das partículas sólidas, do corpo conformado, para uma condição de máximo empacotamento gera uma rápida densificação inicial (Kingery, 1959). No aquecimento, antes de se atingir a temperatura de fusão do líquido, pode ocorrer a sinterização no estado sólido e, próximo à temperatura de formação de líquido, pode

ocorrer sinterização ativada se os pós do corpo conformado apresentarem uma considerável solubilidade no estado sólido (German, 1985). A sinterização ativada no estado sólido ocorre quando os pós reagem entre si abaixando a energia de ativação do sistema. Isto resulta no aumento da taxa de difusão entre os pós, favorecendo o processo de sinterização, por meio da diminuição da temperatura e/ou do tempo de sinterização (German, 1985). Neste caso, a densificação por rearranjo acontecerá se a solubilidade do sólido no líquido for elevada, pois o líquido formado penetrará entre os contatos sólidos – sólidos (pescoços) dissolvendo-se e, então, favorecendo o rearranjo das partículas. Porém, em sistemas que apresentam baixa fração volumétrica de líquido ou baixa solubilidade do líquido no líquido, a formação de pescoço durante o aquecimento pode afetar a densificação por rearranjo. Neste caso, os estágios, intermediário e final, da sinterização por fase líquida, são ativados para promover a densificação (German, 1985).

A máxima fração de densificação atingida pelo estágio de rearranjo para partículas esféricas depende da fração volumétrica de líquido formado (Kingery, 1959). Pesquisas mostraram que o aumento da fração volumétrica de líquido acelera o processo de densificação (Kwon e Messing, 1990).

2.6.2.1.2 Solução – Reprecipitação

Este também é conhecido como estágio intermediário e é dependente da solubilidade do sólido no líquido, pois a taxa de densificação depende da taxa de transporte de matéria pelo líquido. Este estágio é caracterizado por densificação, acomodação da forma dos grãos, achatamento de contatos, eliminação de poros e coalescimento de pescoços. Este processo persiste até que o pescoço atinja uma condição de equilíbrio definida pelo tamanho de grão e ângulo diedral (German, 1985). Os mecanismos de transporte de matéria, que podem atuar no estágio intermediário, são a difusão e a retenção na interface. (Kingery, 1959; Kwon e Messing, 1990). Também ocorrem a dissolução de pequenos grãos e reprecipitação sobre os grãos maiores. Neste caso, ocorre um reempacotamento dos grãos, que resulta em preenchimento mais eficiente dos espaços vazios, por onde o líquido pode preencher os poros restantes. Por último, ocorre o crescimento do pescoço, que segue o mesmo desenvolvimento teórico apresentado anteriormente para o estágio inicial de sinterização no estado Sólido (German, 1985).

2.6.2.1.3 Estágio Final

Terminado o estágio intermediário, ocorre a solda das partículas sólidas, crescimento de pescoço (e contorno de grão) onde a fase líquida já foi toda consumida. Neste estágio a densificação é lenta, devido à existência do esqueleto sólido (Kwon e Messing, 1990).

Dois mecanismos de eliminação de poros isolados são reportados da literatura, são eles: i) achatamento de contato (Kingery, 1959), e ii) preenchimento de poros (Kang e Suk-Joong, 2005). Ambos mecanismos dependem do crescimento de grão. Porém, existem estudos mencionando que o mecanismo de preenchimento de poros é mais rápido do que o mecanismo de achatamento de contatos. Kang e Suk-Joong (2005) mostraram que o mecanismo de preenchimento de poros se baseia na eliminação dos poros em função do crescimento do grão, o que promove o deslocamento do líquido para a superfície dos poros. Com isso, ocorre o molhamento da superfície dos poros pelo líquido, fazendo com que os grãos cresçam em direção ao centro dos poros (Kang e Suk-Joong, 2005).

Um esquema resumido dos estágios da sinterização por fase líquida é apresentado na Figura 18.

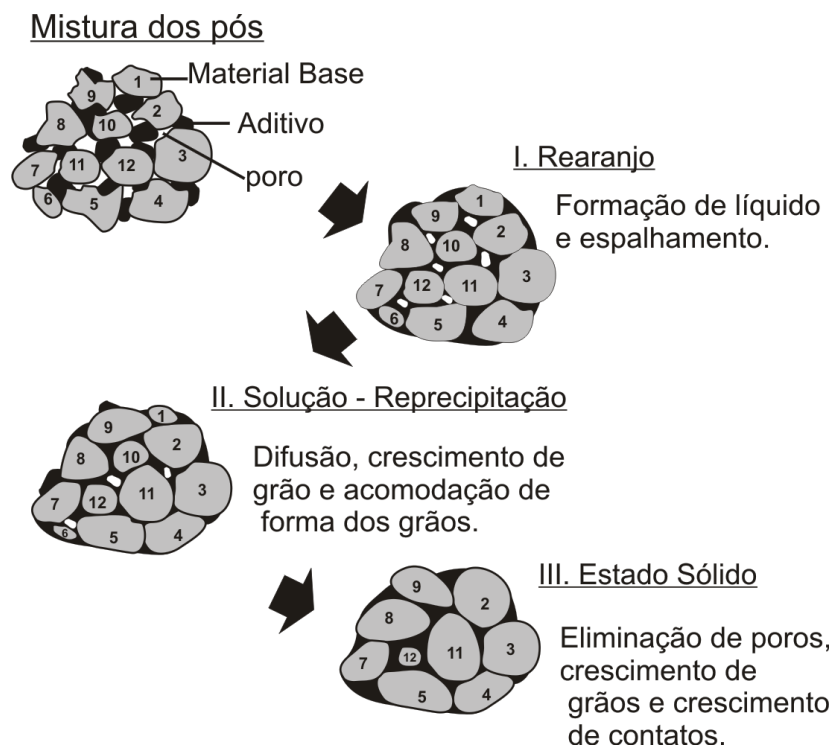


Figura 18. Esquema dos estágios da sinterização por fase líquida envolvendo uma mistura de pós (adaptado de German, 1985).

2.6.3 Defeitos microestruturais

Uma pequena quantidade de líquido formado durante a sinterização pode resultar na formação de poros na microestrutura (German, 1985). Essa baixa quantidade ativa o estágio de rearranjo de partículas em regiões estritamente localizadas do compacto de pós, causando o empacotamento de poucas partículas. Espaços vazios são formados no material devido a este empacotamento local. Estes espaços são eliminados durante os estágios intermediário e final da sinterização assistida por fase líquida. O defeito mencionado pode ser intensificado se o corpo consolidado apresentar baixa densidade, pois favorece o rearranjo das partículas.

Quando a solubilidade do líquido no sólido ultrapassa a solubilidade do sólido no líquido, ocorre o fenômeno de “inchaço”, que nada mais é do que a expansão do sinterizado (inchaço) (German, 1985). Quando o aditivo entra em solução sólida durante o aquecimento, pode ocorrer a formação de grandes poros, resultando em espaços vazios na microestrutura. Maior será o tamanho dos poros quanto maior for o tamanho médio das partículas do aditivo e, conseqüentemente, grandes dificuldades serão encontradas para eliminar os poros durante o ciclo de sinterização.

2.6.4 Molhamento na Sinterização por Fase Líquida

Quanto melhor o molhamento da fase líquida sobre o sólido, maior será a densificação que o líquido promove na estrutura e maior será o aumento da resistência mecânica. Este último efeito é fácil de ser visto, pois quanto maior o molhamento, maior será a área de contato entre a fase matriz e a fase sólida (Kang, 2005). A maior densificação promovida pelo maior molhamento é um pouco mais complicada de enxergar. A Figura 19 ilustra o caso em que uma gota líquida está em contato com duas partículas esféricas e um menisco é formado ligando ambas as partículas.

Na Figura 19, parte de cima, o ângulo de contato é inferior a 90° . Na figura de baixo este ângulo é superior a 90° . No primeiro caso o menisco exerce uma força atrativa sobre as partículas, já na segunda o efeito é contrário. Transferindo esta situação para o sistema de partículas em sinterização, quando o líquido é formado tende a molhar as partículas, formando meniscos dos tipos mostrados nas figuras, dependendo do ângulo de contato. Estes meniscos exercem forças sobre as partículas tentando aproximá-las ou afastá-las. No primeiro caso, as forças de

capilaridade tendem a aproximar as partículas, diminuindo o volume da porosidade. O resultado é o aumento da densidade. No segundo caso, o afastamento das partículas aumenta o espaço vazio. Na prática, a estrutura pode se romper.

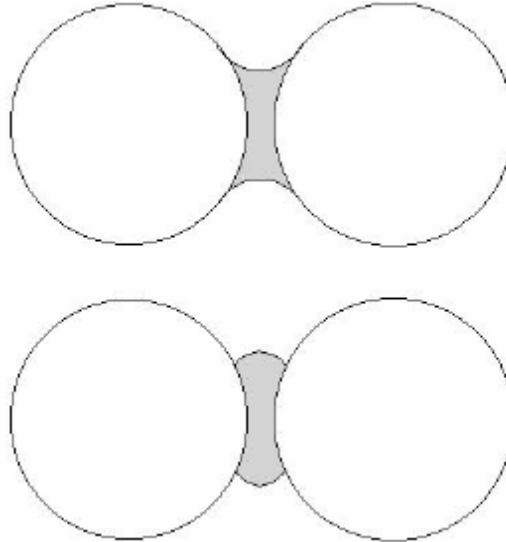


Figura 19. Duas partículas esféricas unidas por um menisco líquido. Ângulos de contato diferentes mudam a forma do menisco (Kang, 2005).

O molhamento é um parâmetro importante a ser observado, pois determina o papel que o líquido desempenha durante a sinterização. Caso o ângulo de contato seja superior a 90° , o líquido sairá da estrutura pelos poros ou será impedido por estes. Essa situação irá causar um estado de tensão trativa na estrutura do material que não resiste e acaba trincando e/ou fraturando (Kang, 2005).

2.6.5 Influência da solubilidade sobre a sinterização por fase líquida

A solubilidade da fase sólida na fase líquida tem grande importância na sinterização por fase líquida. Entretanto, a fase sólida também pode dissolver átomos que estão na fase líquida. Quando isto ocorre, geralmente a cinética de sinterização é prejudicada, ou seja, a sinterização é menos intensa. As razões para isso são (Smallman e Bishop, 1999):

- Diminuição do volume da fase líquida: uma vez que átomos do líquido dissolvem-se na fase sólida, o volume de líquido, que influencia a densificação, diminui;

- Aumento do volume do sólido: ao dissolver átomos do líquido, a fase sólida se expande. Esta expansão pode causar o inchaço da estrutura, diminuindo sua densidade e até mesmo podendo levar à sua quebra.

2.7 CARACTERÍSTICAS PRINCIPAIS DOS SEGMENTOS DIAMANTADOS ATUALMENTE PRODUZIDOS

O papel principal da matriz dos segmentos diamantados é fixar, com bastante eficiência, os cristais de diamantes. O comportamento mecânico da matriz submetida às condições de pressão e temperatura elevadas é afetado por suas propriedades de fadiga. Também é observado que durante o processo de fabricação surgem tensões internas em torno de cada cristal de diamante, devido a incompatíveis coeficientes de expansão térmica (Konstanty, 1991).

Após a operação de corte, a análise do segmento diamantado permite observar a deformação plástica ou expansão térmica, sobre a fronteira matriz-diamante, causada pelo calor gerado na zona de corte. Se essa deformação plástica for interrompida, os diamantes podem se soltar prematuramente, como pode ser observado na Figura 20 (Konstanty, 1991).

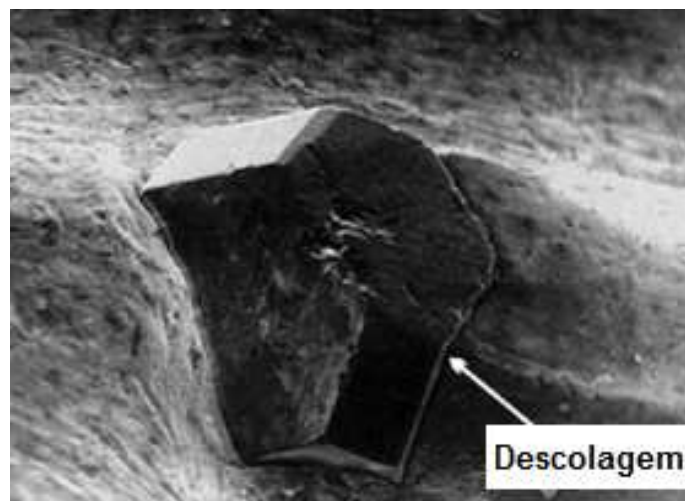


Figura 20. Micrografia mostrando o descolamento evidente entre a matriz e um cristal de diamante, após a realização de corte (Konstanty, 1991).

2.7.1 Dureza

A dureza é um parâmetro de controle de qualidade do segmento diamantado. Uma matriz bem densificada adquire uma estreita faixa ideal de dureza que é afetada pela sua composição e os parâmetros do processo através da consolidação dos pós. Se uma densificação incompleta estiver presente ou um tratamento deficiente da mistura que compõe o segmento, as medidas de dureza não se enquadrarão no intervalo especificado (Pacheco *et al.*, 2007).

A Figura 21 apresenta a relação entre a dureza da matriz e a sua temperatura de consolidação. É facilmente observado que ambas as grandezas variam de forma proporcional. A partir do valor máximo de dureza, seu valor começa a diminuir devido à presença de outros processos concorrentes como a recristalização e o crescimento de grão. A curva 1 apresenta o comportamento real de uma matriz sinterizada com Δt_1 sendo a margem de temperatura de consolidação. Já a curva 2 apresenta o comportamento que seria ideal no que tange o controle de qualidade do segmento produzido, com a margem de temperatura de consolidação bem maior do que da curva 1. Assim, é desejável que a matriz exiba um range (ΔH) quase constante de dureza durante a variação de temperatura de consolidação (Pacheco *et al.*, 2007).

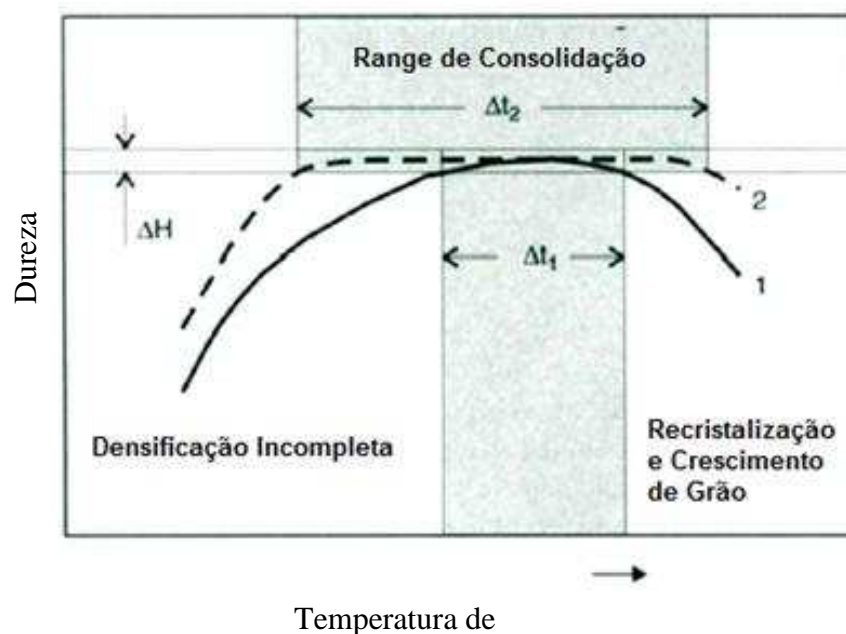


Figura 21. Curvas da variação de dureza em função da temperatura de consolidação da matriz (Pacheco *et al.*, 2007).

Os valores de dureza em relação à porcentagem de Cu são mostrados na Figura 22.

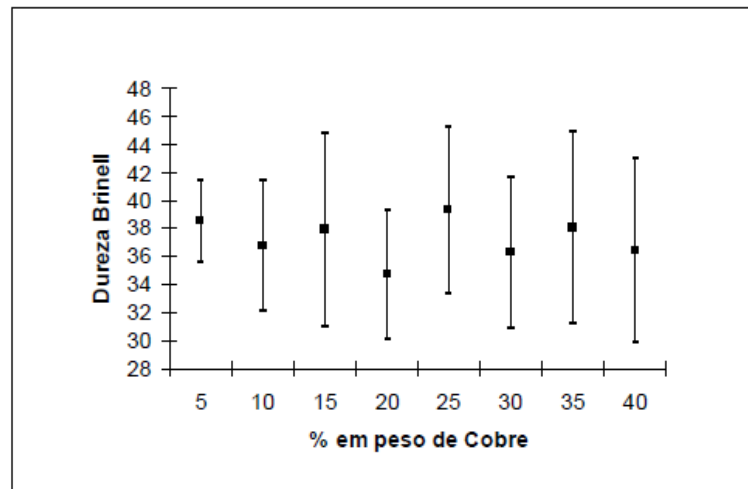


Figura 22. Dureza Brinell para o sistema Fe-Cu (Pacheco *et al.*, 2007).

Os estudos desenvolvidos por Pacheco *et al.* (2007) provaram que a porcentagem de cobre praticamente não altera a dureza da liga (Fe-Cu). A explicação para isso pode ser dada pelo fato de que para baixos teores de Cu (até 10% em peso Cu) a microestrutura apresenta-se de forma porosa, entretanto a porosidade presente é compensada pela dureza do Fe, a qual é 60% mais elevada que a do Cu (Oliveira, 2007).

2.7.2 Desgaste

O desgaste das ferramentas de corte é entendido como um abaulamento ou planificação das partículas abrasivas (diamantes). A matriz também sofre desgaste acarretando uma diminuição da área total na qual estão dispersas as partículas abrasivas. A partir de um ponto crítico de desgaste, as partículas abrasivas começam a se desprender da matriz, dando lugar a uma nova camada. O desprendimento das partículas para o surgimento de uma nova camada é conhecido como “pull out” (Azeredo, 2002).

A resistência, o tamanho e a estrutura dos cristais de diamantes influenciam, consideravelmente, no desempenho das ferramentas de corte. A vida útil e a eficiência de corte dependem da ação combinada de todos os cristais que estão dispersos sobre a matriz do segmento.

A Figura 23 mostra os três regimes distintos de desgaste apresentados por Element Six Ltd (2003):

1 – No início, o cristal de diamante ainda não possui altura de protrusão suficiente para entrar em contato com a peça e realizar o corte (Figura 23 (a));

2 – Com a erosão sofrida pela matriz, o cristal passa a apresentar protrusão suficiente para o corte, ocasionando um desgaste plano (Figura 23 (b) e (C));

3 – Com a constante rotação da ferramenta, os cristais de diamantes são submetidos a carregamentos cíclicos, devido a vibrações do equipamento e irregularidades da peça cortada. Assim, os cristais de diamantes não resistem e são fraturados (Figura 23 (d)).

É importante observar que não ocorre uma transição abrupta de um estágio para outro, mas sim uma transição gradual entre eles.

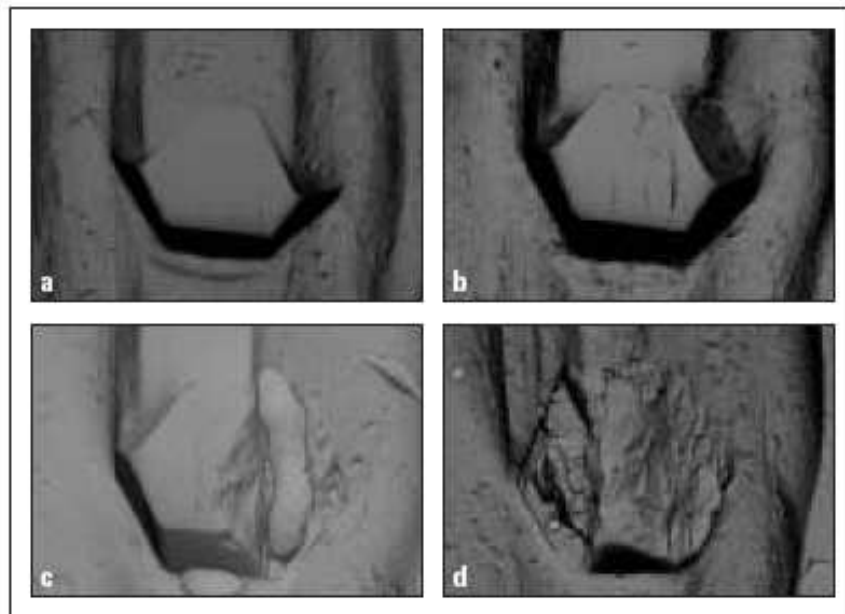


Figura 23. Micrografias mostrando a progressão de desgaste dos diamantes – a) partícula emergida, b) desgaste plano, c) desgaste plano e rugoso e d) desgaste rugoso (Element Six Ltd, 2003).

Tolkowsky (1920) mostrou que o mecanismo de desgaste do diamante é constituído por lascas de pequenos fragmentos e a superfície resultante é dotada de uma série de asperezas cujas faces são dotadas de planos de fácil clivagem. Já o trabalho de Wilks J. e Wilks E. (1979) defendeu que a taxa de desgaste não aumenta com a temperatura, mas é dependente da direção de abrasão.

É apresentado na Figura 24 um gráfico relacionando à porcentagem de alturas individuais dos cristais de diamantes com a área cortada. Para o modo plano, tem-se aproximadamente 20% de redução de altura e para o rugoso 30%. É possível observar que a área cortada progride linearmente até o campo rugoso, onde ocorrem as fraturas dos cristais e, conseqüentemente, o processo de corte é interrompido.

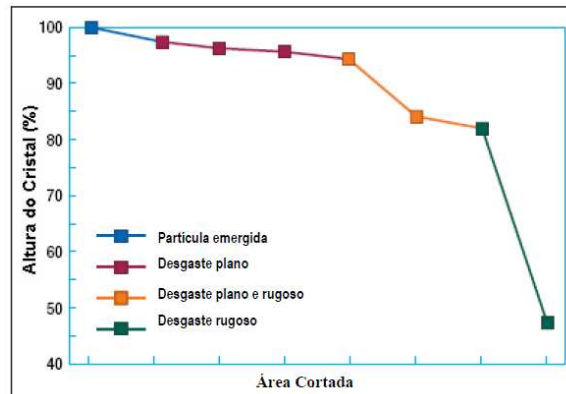


Figura 24. Taxa de desgaste em função da progressão de desgaste dos cristais de diamantes (Element Six Ltd, 2003).

A Figura 25 mostra a distribuição dos modos de desgastes dos cristais de diamantes apresentados na Figura 22. A vida útil dos cristais é determinada pelo estágio de desgaste planejado e a transição de estágio (planejado e rugoso) (Element Six Ltd, 2003).

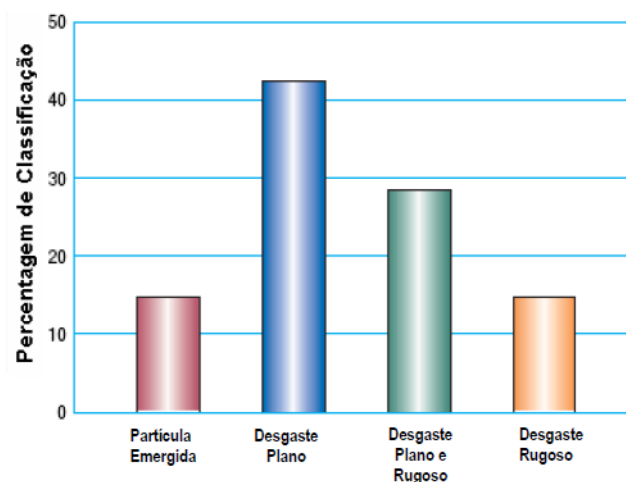


Figura 25. Classificação e sua distribuição do modo de desgaste dos diamantes em função da progressão de desgaste dos cristais (Element Six Ltd, 2003).

Resultados de desgaste radial durante o corte de granito em função da taxa de corte (cm^2/min) são apresentados na Figura 26. Quanto maior a taxa de corte, mais severas são as condições de corte às quais são submetidas às ferramentas. Assim, é observado um aumento na taxa de desgaste.

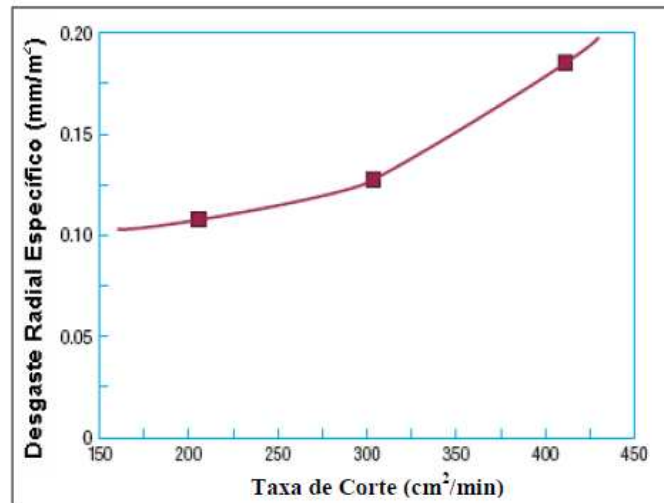


Figura 26. Desgaste de uma ferramenta em função da taxa de corte (Element Six Ltd, 2003).

2.7.3 A retenção dos cristais de diamantes pela matriz

Na Figura 27 são apresentadas as forças que agem sobre um cristal de diamante ligado a um segmento.

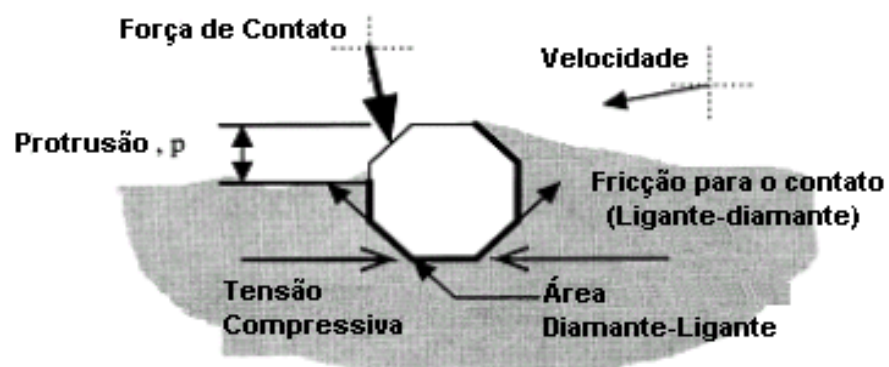


Figura 27. Esquema da distribuição de forças atuantes em um cristal de diamante, embebido em matriz metálica, durante operação de corte: serra diamantada (Webb, 1999).

A tensão compressiva é resultante de diferenças entre os coeficientes térmicos da matriz e do diamante, incrementada por uma variação de volume devido à sinterização da matriz. A resistência ao escoamento limita a tensão compressiva sobre a matriz. Uma vez que a tensão de escoamento está relacionada com a dureza, a dureza da matriz ligante pode ser indiretamente relacionada à retenção para fricção (adesão) dos cristais de diamante na matriz ligante (Webb, 1999).

A retenção dos cristais de diamantes nos segmentos diamantados é o fator principal que caracteriza o desempenho e a vida útil das ferramentas diamantadas. O grau de retenção dos cristais na matriz metálica foi apresentado por Webb (2000) através da seguinte razão (Webb, 1999):

$$R = \frac{A \times \tau}{F}$$

Onde:

R – grau de retenção;

A – área de contato;

τ – tensão compressiva na matriz;

F – força de contato.

O produto da parte superior da equação anterior resulta na força de fricção entre a matriz e o diamante (Webb, 1999):

$$R = \frac{\varepsilon}{F}$$

Onde:

R – grau de retenção;

ε – fricção entre a matriz e o diamante;

F – força de contato.

Webb (1999) mostrou que uma boa retenção com a matriz ligante é alcançada se R é maior que 1 e maiores valores para a retenção são alcançados com um ligante adequado que exiba elevada tensão compressiva de sinterização, bem como, um enorme nível de fricção e adesão entre o diamante e a matriz.

Em aplicações mais severas, como na serragem e perfuração de rochas duras ou concreto, as tensões geradas no contato do cristal de corte com o material a ser cortado pode ser maior que 1 GPa, o que resulta em uma taxa de remoção de

material mais elevada, com uma taxa de desgaste nominal menor, e tanto o cristal como o ligante acomodam uma tensão de contato maior.

Portanto, tais aplicações requerem uma ótima retenção dos cristais de diamante, pois os cristais se soltam da matriz (pull out) porque exercem uma força de impacto maior. Esse processo resulta em risco prematuro para a ferramenta de corte, deixando uma cavidade no ligante, como pode ser observado pela Figura 28. Essa condição, obviamente, reduz a vida útil da ferramenta.



Figura 28. Micrografia mostrando a ocorrência de pull out sobre a superfície de uma matriz de um compósito diamantado (Liang *et al.*, 2002).

Konstanty (2003) mostrou que até 25% dos cristais podem se soltar da matriz (pull out) sem que isto afete de forma considerável o desempenho de corte da ferramenta. Normalmente, a proporção de cristais de diamantes, que efetivamente trabalham durante o corte, é menor do que a quantidade que sofre pull out.

A fim de se diminuir ou até mesmo evitar a ocorrência de pull out, os cristais de diamantes são revestidos com Ti, Cr ou Zr. Níquel também é usado com o objetivo de proteger os cristais de oxidação. As principais vantagens alcançadas com o revestimento dos cristais de diamantes são (Konstanty, 2003):

- Proteção dos cristais de diamantes contra a grafitização;
- Proteção dos cristais de diamantes contra a oxidação e ataques químicos;
- Aumento da vida útil da ferramenta.

A perda prematura dos cristais de diamantes pode ser causada por muitos fatores, como por exemplo, o ataque químico durante a sinterização que pode danificar a superfície do diamante e afetar negativamente a ligação. Existe um grande número de opções desenvolvidas para melhorar a retenção dos cristais, mas

todas apresentam algumas desvantagens, como por exemplo, sinterizar a altas temperaturas ou por um tempo prolongado, ou adicionar ligas metálicas duras à matriz o que aumenta a resistência ao escoamento do diamante na interface com o ligante. Entretanto, tais medidas alteram a dureza da matriz e possivelmente sua taxa de abrasão. Outra opção para aumentar a retenção dos cristais de diamantes na matriz é aumentar a densidade do ligante, usando uma pressão de compactação maior ou lubrificantes (Webb, 2000).

O rendimento da ferramenta de corte é medido pelo m^2 de pedra cortada. A fim de se melhorar a retenção dos cristais pode-se diminuir a taxa de corte ou aumentar a quantidade de pontos de corte, pois isso reduz a tensão de contato melhorando a retenção. Entretanto, tais medidas irão resultar em uma diminuição do rendimento da ferramenta de corte.

Também com a diminuição de óxidos de pós metálicos consegue-se reduzir o ataque químico sobre os cristais e a formação de gás na interface, entretanto o processo se torna mais oneroso.

Uma camada sobre os cristais de diamantes, a qual é adicionada quimicamente, resulta em uma melhoria significativa na retenção dos cristais de diamante através da formação de uma ligação químico-metalúrgica entre o revestimento e circundantes da matriz (Yu *et al.*, 2006). O revestimento químico também tem a função de proteger a superfície do cristal de diamante do ataque de catalisadores durante o processo de sinterização (Element Six, 2008).

As Figuras 29, 30 e 31 apresentam micrografias de fraturas transversais de amostras que foram sinterizadas com e sem a presença de revestimento. É possível observar que os diamantes com revestimento estão mais aderidos à matriz do que os diamantes sem revestimento.

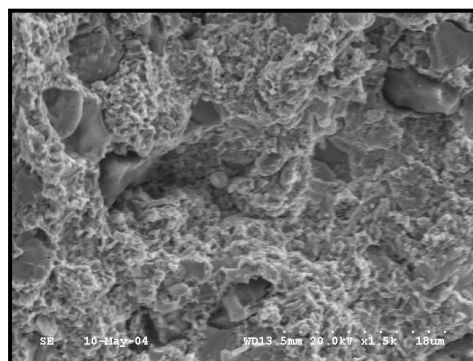


Figura 29. Micrografia de matriz metálica, onde os diamantes revestidos ficaram aderidos (x1500) (Yu *et al.*, 2006).



Figura 30. Micrografia de um cristal de diamante sem revestimento aderido à matriz metálica (x150) (Yu *et al.*, 2006).

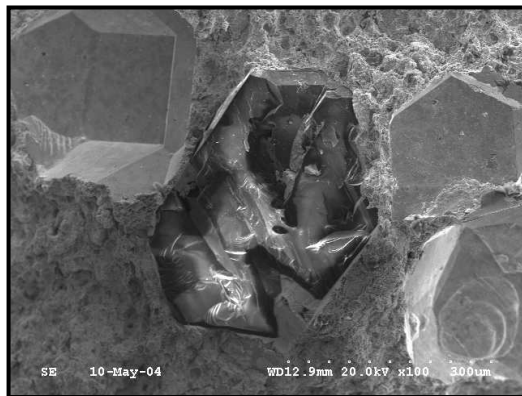


Figura 31. Micrografia de um cristal de diamante revestido, aderido à matriz metálica (x100) (Yu *et al.*, 2006).

O rendimento da ferramenta e a retenção dos cristais aumentam com o aumento do número efetivo de cristais de diamantes na superfície da matriz do segmento. Isso se deve ao aumento da altura média de protrusão dos cristais de diamantes (Webb, 2000).

2.8 MECANISMO DE CORTE DOS SEGMENTOS

O mecanismo de corte refere-se a um processo de desgaste. Webb (2000) e Tonshoff e Hillmann-Apmann (2002) apresentaram os mecanismos básicos oriundos do processo de corte. A Figura 32 mostra as forças atuantes no momento do corte.

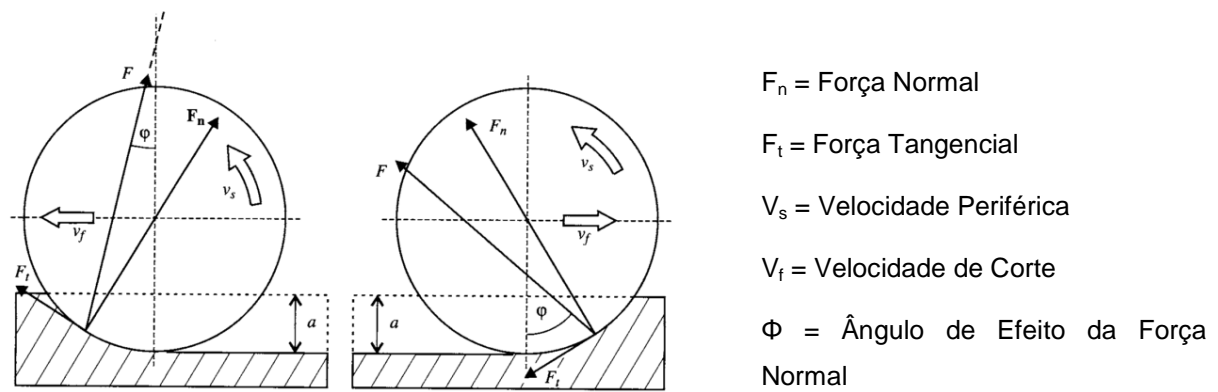


Figura 32. Esquema mostrando as forças atuantes nos cristais de diamantes durante o corte, utilizando uma serra diamantada. (Webb, 2000).

Os fatores principais que atuam direta e indiretamente durante o processo são:

- Propriedades físicas do material a ser cortado, como tamanho de grão e dureza;
- Forças atuantes entre os cristais de diamantes e o material;
- A distribuição de tensões no material;
- Temperatura na interface do corte.

Tonshoff e Hillmann-Apmann (2002) apresentaram as interações mecânicas presentes durante o corte do material pela ferramenta de corte diamantada (Figura 33).

Os principais fatores atuantes durante o processo de corte especificamente por serras diamantadas são (Tonshoff e Hillmann-Apmann, 2002):

- Deformações elásticas e plásticas do material das regiões fronteiriças aos cristais de diamantes;
- Fricção entre o material a ser cortado e os diamantes;
- Fricção entre o material e a matriz da ferramenta;
- Fricção entre as lascas geradas no corte do material e a matriz.

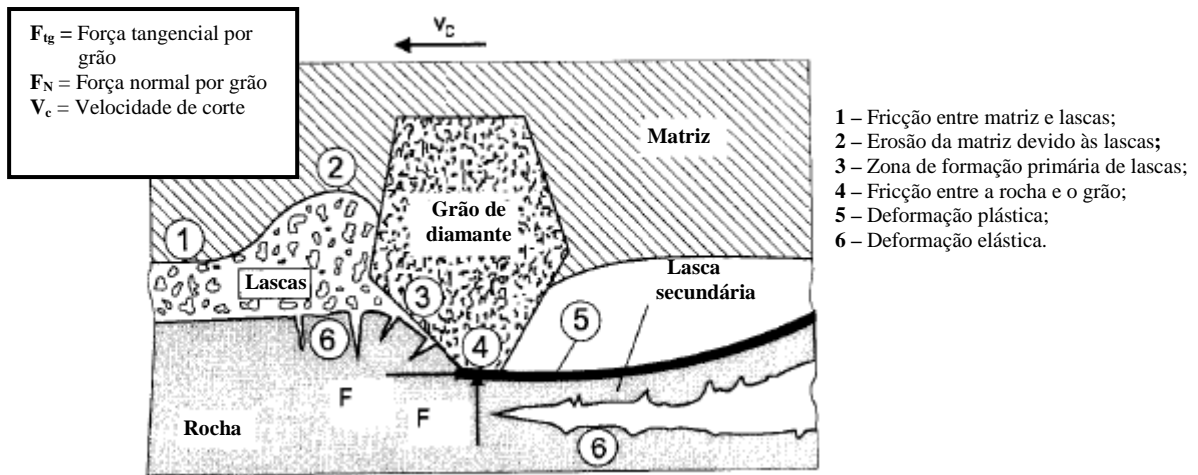


Figura 33. Esquema mostrando a interação mecânica entre a ferramenta e a peça no momento do corte (Tonshoff e Hillmann-Apmann, 2002).

A Figura 34 mostra o desgaste num segmento diamantado. Durante o processo de corte, com o desgaste da matriz do segmento, novos cristais de diamantes são projetados contribuindo para o aumento da eficiência de corte.

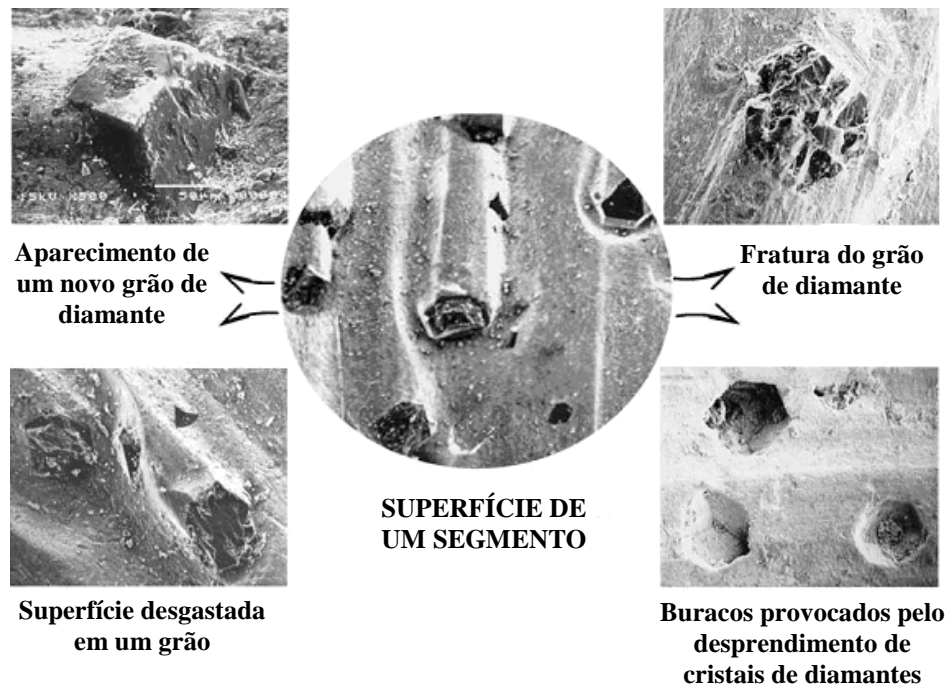


Figura 34. Segmento diamantado desgastado após operação de corte (Xu, 2002).

O material sob corte sofre esforços de tensões de compressão logo abaixo dos cristais de diamantes. Assim, quando a carga é retirada ocorre uma recuperação da deformação elástica do material gerando tensões trativas que causam fratura frágil no material. Formação secundária de lascas é o nome dado a esse

mecanismo. As lascas geradas, como resultado do processo, são carregadas pelo líquido refrigerante usado nessa etapa de corte (Xu, 2002).

A facilidade de corte dos granitos não depende da sua composição química, mas da compacidade, sendo mais fácil serrar os mais porosos, os alterados física ou quimicamente, e os que apresentam microfissuras no interior dos cristais (que debilitam a estrutura da rocha). Assim, são mais difíceis de serrar os materiais compactos, ou aqueles em que os poros estejam preenchidos por outros minerais, tornando a rocha mais homogênea com a união dos cristais (Stellin Junior, 1998).

No campo do desenvolvimento dos segmentos diamantados, o estudo dos cristais de diamantes apresenta-se como essencial para o entendimento e aprimoramento das propriedades alcançadas pelo produto final.

2.9 OS DIAMANTES UTILIZADOS NOS SEGMENTOS DE CORTE

As propriedades mecânicas exibidas pelos materiais compósitos diamantados estão diretamente relacionadas com o grau de interligação entre os cristais de diamantes e a matriz, além de suas localizações dentro do material. Essas propriedades são fortemente influenciadas pelos parâmetros (pressão, temperatura e tempo) do processo de fabricação, além do tipo e composição da matéria prima (diamantes e ligantes). Assim, se faz necessário um estudo sobre o principal componente desses compósitos, o diamante.

O diamante é uma das formas alotrópicas do carbono. Apresenta uma estrutura compacta e tridimensional. Os átomos de carbono estão dispostos em um arranjo cúbico de face centrada, com alguns átomos posicionados dentro do cubo (Figura 35). Nele são formados tetraedros com ângulos iguais ($109,28^\circ$), sendo toda sua estrutura composta pela combinação desses tetraedros (Field, 1979).

Na célula unitária do diamante, a qual apresenta parâmetro de rede igual a $3,5676 \times 10^{-10}$ m, podem ser definidos basicamente três planos, que apresentam uma determinada densidade atômica planar (Field, 1979).

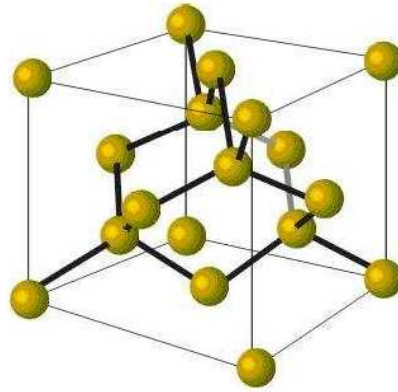


Figura 35. Célula unitária para a estrutura cristalina cúbica do diamante (adaptado de Field, 1979).

A altíssima dureza do diamante deve-se às ligações entre os átomos de carbono serem de natureza covalente. O diamante é anisotrópico em relação à dureza, à resistência mecânica e ao desgaste. Este fato pode ser explicado pela variação da distância entre os átomos de carbono e pela variação na quantidade de átomos nos diferentes planos. As ligações entre os carbonos não permitem elétrons livres, tornando-o incapaz de conduzir eletricidade. Comparando-se as propriedades físicas e mecânicas do diamante com as de outros materiais usados em ferramentas, nota-se que os pontos “fracos” do diamante, como material para ferramenta, são sua relativa baixa estabilidade térmica e sua grande afinidade por metais que formam carbetos (Field, 1979).

2.9.1 Principais propriedades do diamante

Entre as muitas propriedades do diamante, três delas são essenciais de serem observadas quando aplicado em ferramentas de corte:

- A sua extrema dureza (250 M.N.m^{-1});
- A elevada condutividade térmica ($2 \times 10^3 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$);
- Inércia química.

A resistência à abrasão é praticamente indestrutível. Sua condutividade térmica permite conduzir calor cinco vezes mais rápido que o cobre, o seu mais próximo rival nesse aspecto. A importância da condutividade térmica é enorme. Todos os processamentos de corte geram extremo calor, este calor intenso no ponto de corte pode gerar dois defeitos nocivos:

- Pode causar danos térmicos ao material que está sendo cortado;
- Pode causar o derretimento, a oxidação ou a corrosão da ponta cortante da ferramenta.

Devido às ligações covalentes muito fortes e à ausência de deformação plástica, o diamante apresenta a desvantagem de ser extremamente frágil, pois uma baixa energia, aplicada ao longo do plano (111), pode provocar sua clivagem; mas, por outro lado, sua alta condutividade térmica o protege de possíveis choques térmicos (Field, 1979).

A Tabela 2 apresenta um resumo das propriedades fundamentais do diamante.

Tabela 2. Propriedades básicas do diamante (Field, 1979).

Estrutura do cristal	Nº de átomos por célula unitária: 8 Localização dos Átomos: (000), ($\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$ 0), (0 $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$), ($\frac{1}{2}$ 0 $\frac{1}{2}$) ($\frac{1}{4}$ $\frac{1}{4}$ $\frac{1}{4}$), ($\frac{3}{4}$ $\frac{3}{4}$ $\frac{1}{4}$), ($\frac{1}{4}$ $\frac{3}{4}$ $\frac{3}{4}$), ($\frac{3}{4}$ $\frac{1}{4}$ $\frac{3}{4}$).
Densidade	3,52 g/cm ³
Dureza	Na escala Mohs 10 Na escala Knoop - Valor no plano (001) 5700 - 10400 Kg/ mm ²
Coefficiente de fricção μ	No ar: 0,1 No vácuo: Aproximadamente 1
Condutividade Térmica	Para 293K : $2 \times 10^3 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
Resistividade	Diamante tipo I e IIA > 10 Ohm m Diamante tipo II B, 10 - 10 Ohm m

2.9.2 Grafitação do Diamante

Extremamente frágil, o diamante só se torna plástico próximo a 1900 K. É facilmente sujeito a micro clivagens ao longo do plano (111), apesar de ser este o plano de maior resistência à abrasão. O processo de perda de massa do diamante, devido ao processo de grafitação, é outro processo onde se pode verificar o seu desgaste. Quando as ferramentas diamantadas efetuam o corte de um material, é

questionado se o desgaste ocorre devido à difusão do carbono ou à conversão do diamante em carbono não diamantado (Wilks e Wilks, 1979). Para a ocorrência do processo de difusão, é necessário que o carbono abandone o diamante e migre para o material. Para que isto ocorra é necessária a quebra das ligações de carbono-carbono, o que requer temperaturas superiores à temperatura de grafitação do diamante, logo conclui-se que antes da ocorrência da difusão do carbono a grafitação se torna presente, ocasionando a fragilidade do diamante. No processo de corte de materiais, o tempo de exposição sob determinada temperatura é fator determinante na ocorrência ou não da grafitação do diamante. Em experiências com um pequeno monocristal octaédrico, ocorreu completa grafitação para as temperaturas e intervalos de tempo listadas na Tabela 3 (Evans, 1962).

Tabela 3. Tempo e temperaturas registradas para o processo de grafitação (Evans, 1962) .

Temperatura de Aquecimento (K)	Tempo
1700	$t > 12 \text{ h}$
2200	10 min. $< t < 30$ min.
2400	$10 \text{ s} < t < 3 \text{ min.}$

A grafitação ocorre inicialmente nos defeitos de superfície em núcleos localizados e espalha-se gradualmente, intercomunicando-se e afetando toda a superfície com o aumento da temperatura. A grafitação interna acarreta um aumento de tensão interna e criação de micro trincas no cristal.

A ocorrência de grafitação dos cristais de diamantes durante a produção de compósitos para fabricação de ferramentas de corte, e também, durante as operações de corte das ferramentas, é extremamente danosa para a eficiência de corte da ferramenta como também para sua vida útil (Wensheng *et al.*, 2012).

2.9.3 Diamantes utilizados industrialmente em ferramentas de corte

Nitkiewicz e Swierzy (2006) provaram que existe uma relação direta entre a forma do diamante e o desempenho do corte da ferramenta. Formas irregulares ou

fragmentadas são aplicadas em trabalhos de peças menos rígidas e formas cúbicas e octaédricas são utilizadas para materiais mais rígidos. A forma cúbica-octaédrica (Figura 36) é a que apresenta o maior desempenho de corte quando comparada às demais.

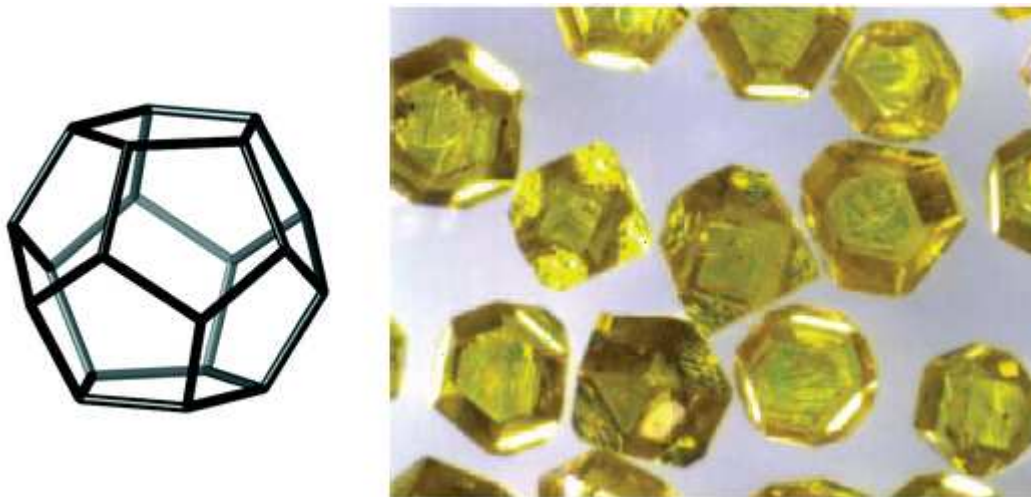


Figura 36. Forma cúbica-octaédrica dos cristais de diamantes (adaptado de Konstanty, 1991).

Por apresentarem formas irregulares, os diamantes naturais são preteridos pelos sintéticos na aplicação de ferramentas diamantadas. Cristais de diamantes com morfologia regular são mais resistentes do que os irregulares, além de possuírem menos arestas definidas e faces ásperas. Entretanto, grãos mais irregulares apresentam mais arestas de corte e uma melhor retenção na matriz (Konstanty, 2003).

A granulometria dos cristais de diamantes influi em sua distribuição ao longo da matriz uma vez que grãos menores tendem a formar aglomerados, ao passo que tamanhos maiores são mais uniformemente distribuídos (Wu e Funkenbusch, 2010).

Moriguchi *et al.* (2007) mostraram que a tenacidade à fratura é fortemente influenciada pela presença de cristais de diamantes na matriz metálica. Já a dureza da matriz, é pouco influenciada pela presença dos cristais. A Figura 37 mostra que a tenacidade à fratura tem seu valor aumentado à medida que se aumenta a granulometria dos cristais na matriz. Já a dureza, como já mencionado, é pouco influenciada.

A tenacidade à fratura aumenta, consideravelmente, até um valor máximo para o tamanho de partícula aproximado de 12 μm . Acima desse valor observa-se uma queda no aumento de tenacidade com o aumento de grão dos cristais. Isso se

deve à influência do tamanho de partículas e sua concentração sobre as propriedades mecânicas da matriz e, conseqüentemente, o desempenho de corte das ferramentas (Tonshoff *et al.*, 2002).

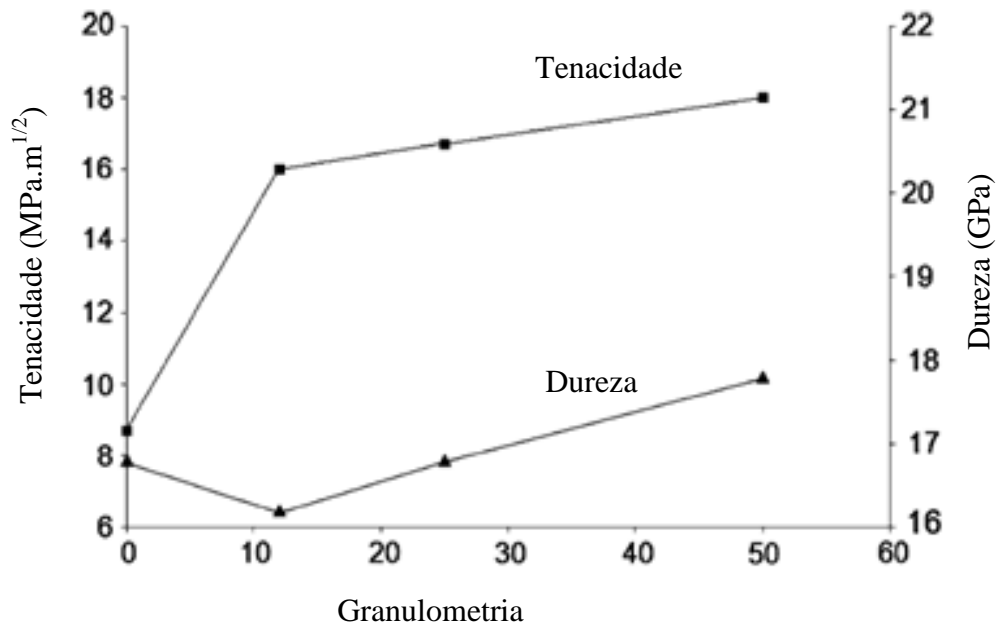


Figura 37. Tendência de dureza e resistência de uma matriz metálica em função da presença do tamanho do diamante (Moriguchi *et al.*, 2007).

Ensaio mecânicos são utilizados para medir a resistência mecânica dos cristais de diamantes utilizados nas matrizes. O mais comumente utilizado é o teste de friabilidade (impacto), o qual é constituído de uma cápsula vibratória cilíndrica com uma bola de teste, onde são depositados os cristais de diamantes a serem testados. Também é aplicado o ensaio de fratura e compressão, sendo este constituído por dois rolos rotativos onde os cristais de diamantes são esmagados individualmente. O equipamento utilizado permite a aquisição dos dados de compressão ao longo de todo o teste. Os valores médios de compressão são, então, extraídos, permitindo conclusões sobre uma dada amostragem de cristais (Konstanty, 2003).

Em ferramentas diamantadas, normalmente são usadas matrizes ligantes de diferentes composições. Ligantes à base de cobre, bronze, cobalto, tungstênio, carbeto de tungstênio, bem como outras combinações, são largamente utilizados nas operações de processamento de rochas ornamentais. Adições de alguns

elementos de liga como ferro e níquel, podem melhorar a retenção do diamante, ou a resistência ao desgaste da matriz ligante (Konstanty, 1991).

Características importantes devem ser observadas no campo das matrizes utilizadas na fabricação de ferramentas diamantadas. Zeren (2007) apresentou as três principais:

- **Resistência ao desgaste:** a abrasividade do material a ser cortado e a resistência ao desgaste da matriz que compõe a ferramenta devem estar em condições compatíveis. Um ligante muito dúctil e conseqüentemente pouco abrasivo pode, por exemplo, fazer com que haja a perda prematura de cristais de diamantes ligados à matriz durante a operação de corte. Entretanto, uma aderência muito forte poderá causar um aplainamento da superfície do segmento devido à ocorrência de um desgaste mais lento do que a quebra dos cristais. As duas situações (ligante muito dúctil e aderência muito forte de cristais) causam uma redução considerável na vida útil da ferramenta de corte diamantada;
- **Aderência dos cristais de diamantes à matriz:** a matriz ligante deverá permitir uma aderência bastante eficiente dos cristais de diamantes durante a operação de corte. A aderência dos cristais à matriz normalmente é de natureza mecânica, entretanto pode apresentar também caráter químico ou uma combinação destas. Obviamente, uma aderência ineficiente resultará numa inutilização precoce da ferramenta;
- **Parâmetros do processo de fabricação:** além da composição química da matriz, a qualidade do produto final (segmento) também depende da temperatura de sinterização e do tempo do processo.

De acordo com a abrasividade do material a ser cortado é que se faz a escolha dos ligantes mais apropriados para serem utilizados na produção do segmento. O tungstênio é usado quando se deseja dureza elevada, como o concreto por exemplo. Já o cobalto e ligas W-Co para granitos. O Co também confere tenacidade à matriz do segmento. O cobalto-bronze, ferro-cobalto e ferro-bronze são ligas empregadas no corte de materiais de dureza moderada, como os mármore (Oliveira, *et al.*, 2007). O WC aumenta a resistência da matriz ao desgaste, diminuindo a perda de material da matriz por abrasão (Mézáros e Vadasdi, 1994).

É importante observar que nem sempre são usados como ligantes elementos químicos puros e sim ligados. Com objetivo de reduzir a percentagem de Co, por exemplo, têm-se usado ligas do sistema Cu-Fe-Co, Co-Cu-Sn e Fe-Co-Cu-Sn entre outras.

2.10 PRINCIPAIS MATRIZES E ADITIVOS UTILIZADOS EM SEGMENTOS DIAMANTADOS

2.10.1 Cobalite HDR

Desenvolvida especialmente para substituir as tradicionais ligas de cobalto e de WC, as ligas cobalite HDR são bastante duras e resistentes à oxidação e abrasão combinando ainda uma excelente retenção de cristais de diamantes. São aplicadas à serragem de pisos, paredes, concreto reforçado, entre outros. São constituídas de 66%pFe-7%pCu-27%pCo (Clark e Kamphuis, 2002).

A Figura 38 apresenta uma micrografia do pó Cobalite HDR.

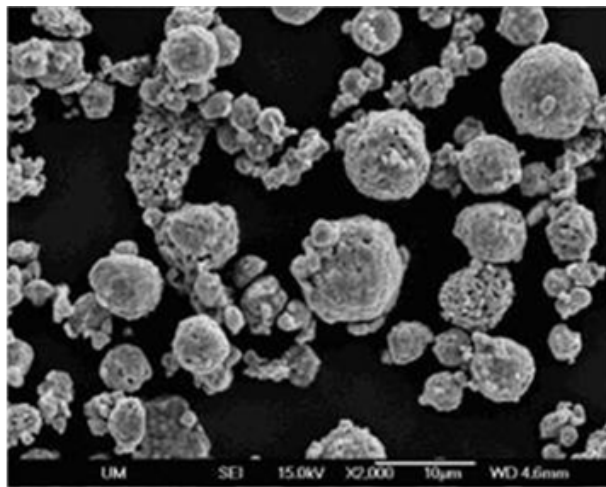


Figura 38. Micrografia de uma liga de cobalite HDR sob aumento de 2000X (Clark e Kamphuis, 2002).

Na figura é possível observar a forma quase esférica dos aglomerados, isso possibilita obter bons resultados de sinterização. O composto apresentado foi sinterizado por prensagem a quente (750 e 850 °C) sob pressão de 35 MPa e tempo de 3 minutos.

De acordo com as Figuras 39 e 40 pode-se constatar que se alcançou, para as condições de sinterização mencionadas, 98% de densidade relativa e 108 HRB de dureza.

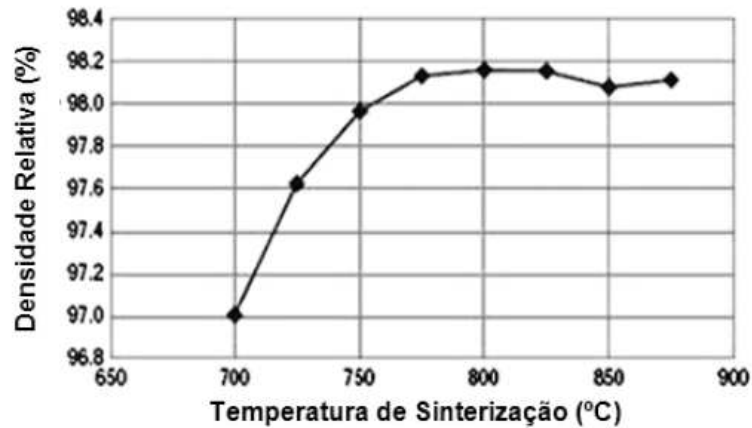


Figura 39. Resultado gráfico da medição de densidade da liga Cobalite HDR, após prensagem a quente (750 e 850 °C) (Clark e Kamphuis, 2002).

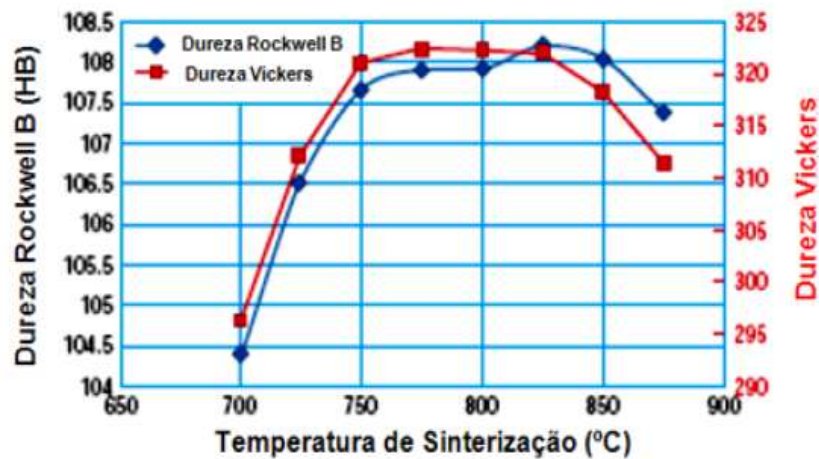


Figura 40. Resultado gráfico da medição de durezas Rockwell B e Vickers da liga Cobalite HDR, após prensagem a quente (750 e 850 °C) (Clark e Kamphuis, 2002).

2.10.2 Cobalite CNF

A cobalite CNF, uma liga especial à base de Fe-Cu-Sn-W, possui propriedades bastante parecidas com as do cobalto quando aplicadas a matrizes de ferramentas de corte. Entretanto esta liga exige menor temperatura de sinterização quando comparada ao Co. Ainda possui a característica de apresentar um alto desempenho adicionando, ainda, à vantagem de não possuir cobalto em sua composição, um material tóxico e oneroso para o processo. Sua composição é apresentada na Tabela 4 (Kamphuis e Serneels, 2004).

Tabela 4. Composição da liga cobalite CNF (Kamphuis e Serneels, 2004).

Componente	Fe	Cu	Sn	W	Y ₂ O ₃
Teor (%)	68,4	26	3	2	0,6

Uma liga cobalite CNF foi produzida por prensagem a quente (650 a 875 °C) por Kamphuis e Serneels (2004). O tempo de sinterização foi de 3 minutos sob pressão de 35 MPa. A composição da liga obtida por eles foi de 68,4%pFe-26%pFe-3%pSn-2%pW-0,6%pY₂O₃. Também foram medidas a densidade e a dureza apresentadas pelas Figuras 41 e 42.

As Figuras 41 e 42 apresentam resultados bastante satisfatórios com os níveis de temperaturas de sinterização compatíveis com os comerciais. Kamphuis e Serneels (2004) ainda mostraram que, com o uso de alguns aditivos como W, WC, Mo, Ni e etc, pode-se ainda obter propriedades diferentes das obtidas e até melhores.

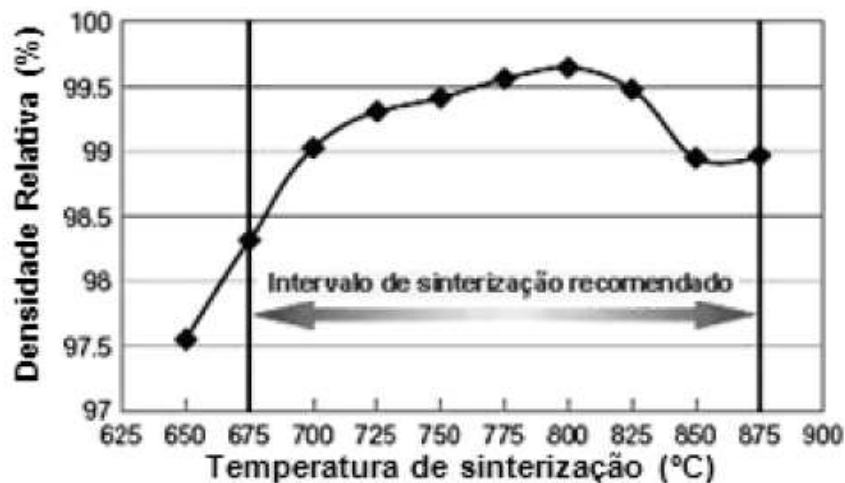


Figura 41. Resultado gráfico da medição de densidade da liga Cobalite CNF após prensagem a quente (650 a 875 °C) (Kamphuis e Serneels, 2004).

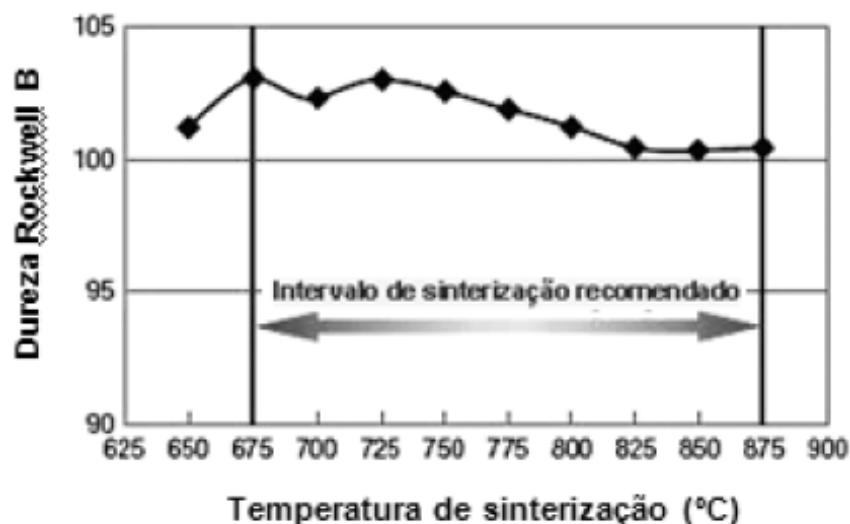


Figura 42. Resultado gráfico da medição de durezas Rockwell B da liga Cobalite CNF, após prensagem a quente (650 a 875 °C) (Kamphuis e Serneels, 2004).

2.10.3 Diabase

Diabase são ligas à base de Fe-Cu-Co-Sn desenvolvidas primeiramente por Weber e Weiss (2005). Suas composições variam de 35 a 75% em peso de Fe, 15 a 45% de Co, 15 a 25% de Cu e 8% de Sn. De acordo com suas composições, podem ser classificadas como Diabase-V07, Diabase-V18 e Diabase-V21. A Tabela 5 apresenta, de forma detalhada, essa classificação.

Tabela 5. Classificação das ligas Diabase de acordo com a composição.

Nome	Fe (%)	Co (%)	Cu (%)	Sn (%)
Diabase-V07	45 - 65	20 - 40	15	-
Diabase-V18	35 - 55	15 - 35	25	< 8
Diabase-V21	55 - 75	< 15	25	< 8

A Diabase-V07 é a que possui melhores resultados no que se refere eficiência de corte. Já a Diabase-V18 é normalmente usada para corte de granitos.

Um gráfico de sinterização para a liga DIABASE-V21 é mostrado na Figura 43. Nesta, é possível notar um nível de densidade satisfatório e uniforme de cerca de 8,10 g/cm³ (aproximadamente > 98,5%) para o intervalo de temperaturas entre 780 e 900 °C e, praticamente para o mesmo intervalo, dureza entre 94 e 97 HB.

A utilização de aditivos conhecidos como bronze, carbetto de tungstênio e ferro, por exemplo, podem modificar as propriedades como densidade, dureza,

resistência à abrasão e ao impacto, o que, conseqüentemente, aumenta o campo de aplicação dessas ligas (Weber e Weiss, 2005).

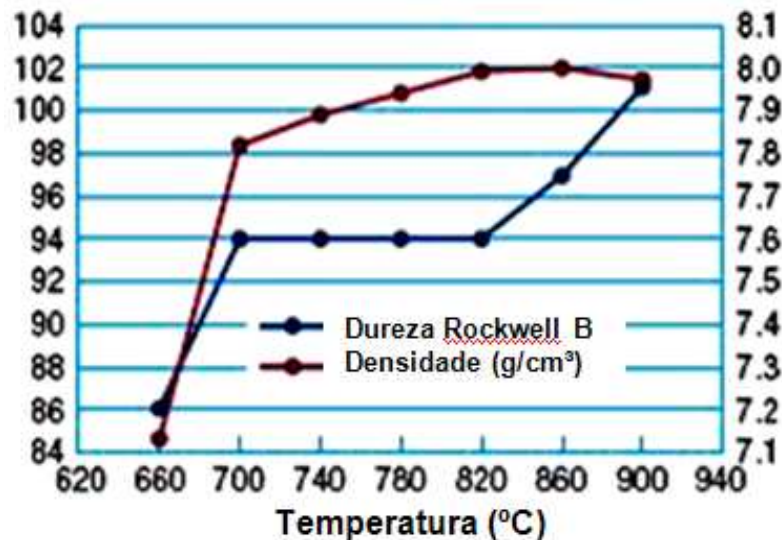


Figura 43. Resultado gráfico da dureza e densidade em função da temperatura de sinterização para uma liga DIABASE-V21 (Weber e Weiss, 2005).

2.10.4 NEXT

São ligas à base de Cu-Fe-Co também obtidas pela rota da metalurgia do pó de prensagem a quente (600 e 750 °C) sob pressões de 30 a 35 MPa com duração de 3 minutos. De acordo com suas composições, podem ser classificadas como NEXT 100 e NEXT 200 (Tabela 6).

Também, para a liga NEX, é apresentada a curva de densificação x temperatura (Figura 44). O resultado mostra que foi possível obter densidade teórica de até 97% sob temperaturas relativamente baixas (650 – 720 °C) quando comparadas com outras ligas.

Tabela 6. Classificação das ligas NEXT de acordo com suas composições (Del Villar, 2001).

Nome	O ₂ (%)	C (%)	Cu (%)	Fe (%)	Co (%)
NEXT 100	1,07	0,039	49,5	25,2	24,1
NEXT 200	1,04	0,039	61,7	14,7	22,6

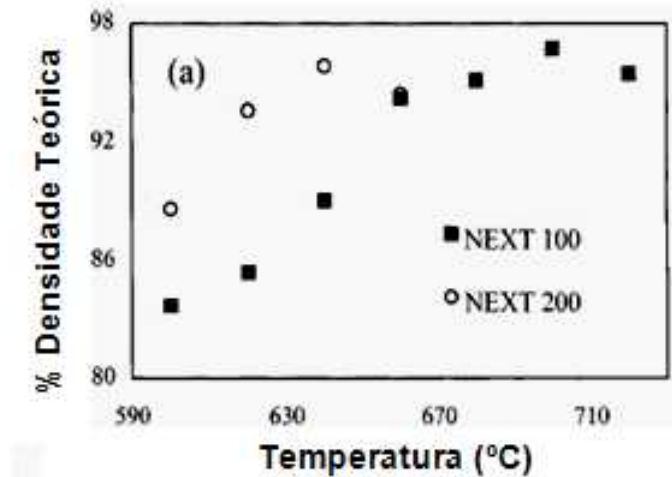


Figura 44. Resultado gráfico para a densificação das ligas NEXT, obtidas por prensagem a quente. (Del Villar, 2001).

Para os resultados de dureza x temperatura (Figura 45) conclui-se que a liga NEXT 200 tem dureza maior que o NEXT 100, sob temperaturas de sinterização entre 600 a 650 °C, sendo este resultado um reflexo do efeito atribuído à diferença de densidade.

Analisando as duas Figuras (44 e 45), é possível observar que até um certo nível de densidade encontrada (95%), a dureza final das ligas é inicialmente controlada pela porosidade, e acima deste valor de densidade, a dureza já é fortemente dependente da proporção Fe-Cu, ou seja, tanto maior será a proporção da fase dura (solução sólida Fe-Co) quanto maior for a proporção de Fe-Cu (Dell Villar, 2001).

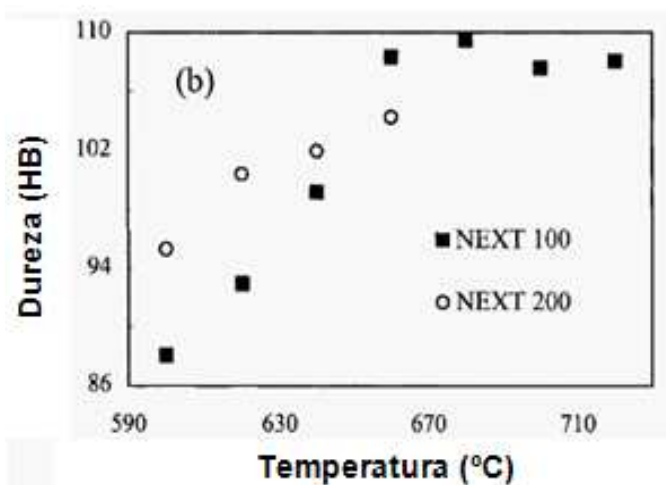


Figura 45. Curvas de dureza HB das ligas NEXT Cu-Fe-Co, processadas por prensagem a quente. (Del Villar, 2001).

Além das ligas apresentadas, dois compostos, o carbeto de boro (B_4C) e o dióxido de zircônio (ZrO_2) apresentam-se como excelentes aditivos quando usados em ferramentas de corte, conferindo dureza, resistência ao desgaste e alta capacidade de corte. Assim, estes compostos também serão apresentados, pois além dos motivos mencionados eles também são objetivo da presente pesquisa.

2.10.5 Carbeto de Boro (B_4C)

O carbeto de boro é um composto cerâmico que apresenta grande potencialidade de aplicações tecnológicas devido, principalmente, à combinação das suas excelentes propriedades. Inserido no grupo dos materiais duros não metálicos, o primeiro composto de carboneto de boro foi descoberto em 1858. Posteriormente, Joly (1883) e Moissan (1894) prepararam e identificaram os compostos B_3C e B_6C , respectivamente (Thévenot, 1990). Porém, a fórmula estequiométrica B_4C foi identificada apenas em 1934 por Ridgeway (Thévenot, 1990). É o terceiro material mais duro conhecido rico em C, seguido pelo diamante e pelo nitreto cúbico de boro, sendo por isso muitas vezes designado de diamante negro (devido à tonalidade escura que apresenta) (Kulikovsky, 2009). A complexa estrutura cristalina e a ampla região de estabilidade de fases contribuem para que alguns aspectos fundamentais das ligações químicas no carbeto de boro e as mudanças estruturais causadas pela variação da concentração de carbono ainda não sejam claramente entendidas.

O carbeto de boro apresenta, à temperatura ambiente, uma estrutura cristalina do tipo romboédrica cujos átomos estabelecem ligações covalentes entre si. Apesar de possuir um largo domínio de composições, a sua estrutura consiste numa fase única formada por um arranjo regular de icosaedros (de 12 átomos de boro), alocados nas principais posições da célula unitária romboédrica, cuja cadeia principal comporta uma cadeia de três átomos paralela ao eixo x (Figura 46) (Mauri *et al.*, 2001).

Os detalhes na estrutura romboédrica do carbeto de boro estão longe de serem um tema consensual. O intervalo de homogeneidade deste material está relacionado com a variação do teor em carbono, e situa-se entre 8,6 e 18,8 %at. C, estendendo-se desde um limite rico em carbono – $B_{4,3}C$ – até um limite rico em boro – $B_{11}C$, sendo que a estrutura romboédrica é mantida em todo o intervalo de homogeneidade (Kulikovsky, 2009).

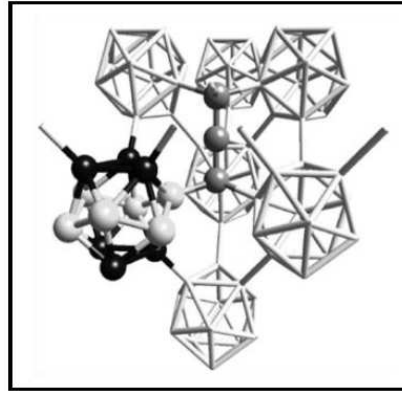


Figura 46. Estrutura cristalina do carbeto de boro (Mauri *et al.*, 2001).

O carbeto de boro apresenta o mais elevado limite elástico de Hugoniot (HEL) entre os materiais cerâmicos, característica que lhe confere uma elevada capacidade de proteção balística. Esta propriedade define-se como a tensão dinâmica uniaxial máxima que um material pode suportar elasticamente quando sujeito a pressão (Fanchini *et al.*, 2006). Apesar de apresentar um HEL extraordinário (15 – 20 GPa), o carbeto de boro exibe um comportamento frágil quando é ultrapassado este limite (Fanchini *et al.*, 2006).

O B₄C tem se transformado num importante material devido a seu alto ponto de fusão (2450 °C), alta dureza (45 GPa), baixa densidade (2,51 g/cm³), alta estabilidade química e excelentes propriedades mecânicas (Resistência à Compressão: 2800 MPa, Resistência à Flexão: 400 MPa, Tenacidade à Fratura:, Módulo de Young: 450 GPa). Tem sido utilizado em matrizes de ferramentas a fim de aumentar a resistência ao desgaste destas. Sua alta relação de resistência/densidade o transforma em um importante material para a indústria (Ma *et al.*, 2010).

Apesar de toda a potencialidade que o B₄C apresenta, existem dificuldades na produção de sinterizados puros, através da utilização de técnicas convencionais de sinterização, pois o processo requer níveis de temperatura (~2010 °C) e pressão (~30 GPa) elevados e uma atmosfera inerte (Arslan *et al.*, 2003). A utilização da sua excepcional dureza é, portanto, limitada pela sua baixa sinterização, baixa tenacidade à fratura (3,0 MPa.m^{1/2}) e baixa resistência à oxidação. Assim, faz-se necessária sua mistura com aditivos a fim reduzir os parâmetros de sinterização além de aprimorar as propriedades do produto final.

2.10.6 Dióxido de Zircônio (ZrO_2)

O elemento zircônio (Zr) é um elemento abundante na crosta terrestre, sendo encontrado em rochas de origem vulcânica como o gnaisse e o granito. O Zr é extraído comercialmente da zirconita e da badeleíta. A zirconita ($ZrSiO_4$) é encontrada em quase todas as rochas do tipo vulcânica, estando frequentemente associadas às camadas de areia e cascalho, oriundas da erosão da rocha (Stevens, 1986). Entretanto, devido à ocorrência muito comum e ao preço, o mineral de zircônio pode ser obtido também por origem química, cuja produção é determinada em função da pureza do Zr desejado.

No Brasil, a zircônia foi descoberta por Hussak em 1892, como componente formador da badeleíta, sendo empregado como refratário (Subbarao, 1981). Os depósitos mais importantes de zirconita ficam em minas na Austrália, Índia, África do Sul e Estados Unidos, cuja grande porção é usada diretamente na produção de refratários (Stevens, 1986).

O estudo da zircônia deu um grande passo quando, em 1929, Ruff e Ebert (1929) comprovaram a estrutura monoclinica da zircônia na temperatura ambiente através de difração de raios X. Kiukkola e Wagner (1959) determinaram a natureza eletrolítica deste óxido elucidando a estrutura de defeitos da zircônia. Fato confirmado mais tarde por Kingery e colaboradores (1959) ao mostrarem a condutividade de oxigênio através de medidas de difusão e condutividade.

A zircônia (ZrO_2) se apresenta em três fases polimórficas bem definidas: monoclinica, tetragonal e cúbica (Chinelatto, 1992), como mostra a Figura 47. Ela também apresenta, para pressões muito altas, a existência de uma fase ortorrômbica, a qual é difícil de ser formada. Esta fase ortorrômbica ocorre também em sistemas ternário.

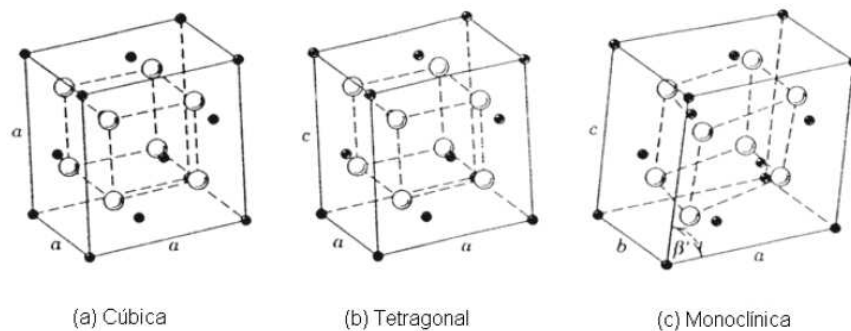


Figura 47. Fases cristalinas da zircônia (Chiang *et al.*, 1997).

As temperaturas de transformações de fases na zircônia são dadas abaixo (Figura 48):

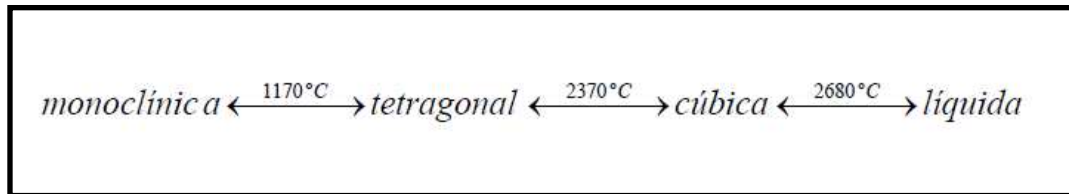


Figura 48. Transformações de fases da Zircônia (Chiang *et al.*, 1997).

Apesar de ser um material refratário, a zircônia é muito suscetível a trincas quando submetida a choques térmicos, em função da fase monoclínica de baixa temperatura ter, excepcionalmente, um volume maior que os das fases de alta temperatura, cúbica e tetragonal. Entretanto, é possível reter de forma metaestável as fases de alta temperatura através de aditivos cerâmicos, tais como óxido de magnésio (MgO), cálcio (CaO) ou ítria (Y_2O_3) (Deghenghi, 2003).

A zircônia (ZrO_2) possui características mecânicas, térmicas e elétricas que fazem com que o campo de aplicações seja bastante abrangente (Lucchese, 2006). Atualmente, vem sendo produzida sinteticamente para uso em diversas aplicações, tais como peças cerâmicas de alta resistência mecânica e alta tenacidade (Stevens, 1986), sensores de gases (Osborne, 2006), e células a combustível (Heuer, 1981). Além disso, a zircônia na fase cúbica tem um índice de refração apreciavelmente alto, semelhante ao do diamante, sendo usada na fabricação de jóias (Lucchese, 2006). Outra aplicação de destaque da zircônia é na área biomédica, em implantes e próteses, por ser um material quimicamente inerte (Chevalier, 2009).

2.11 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE SERRAS CIRCULARES SEGMENTADAS

Em conformidade com o trabalho apresentado por Konstanty (2003), a tecnologia de fabricação de serras segmentadas diamantadas inclui, no mínimo, oito etapas. As etapas são descritas, resumidamente, pelo fluxograma da Figura 49.

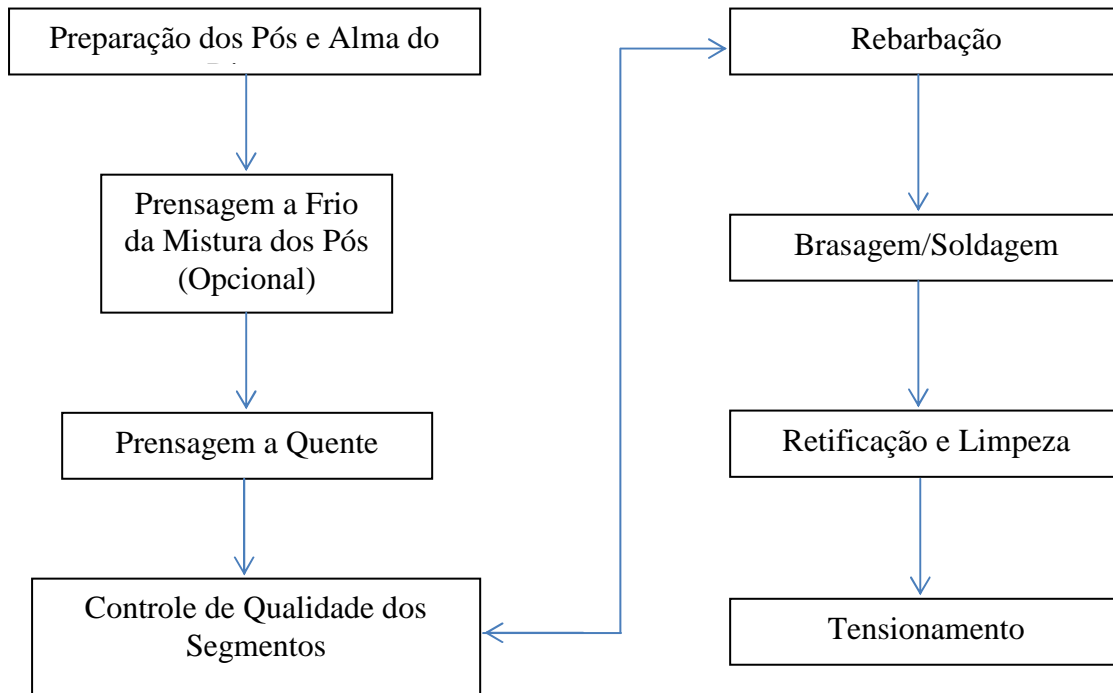


Figura 49. Fluxograma para um processo de fabricação de serras circulares diamantadas (adaptado de Konstanty, 2003).

Os estágios apresentados pela Figura 49 são comentados a seguir:

Seleção e Mistura dos Pós – a seleção tem como objetivo principal atingir a composição química e a granulometria ideal da mistura. A mistura dos pós é normalmente realizada em misturadores do tipo Turbula (misturador de movimentos desordenados de alta performance). Também são relevantes a seleção e a preparação dos pós que compõem a matriz, uma vez que pode influenciar sobre a qualidade final do produto obtido;

Prensagem a Frio (Opcional) – como já descrito no item 2.5.1;

Prensagem a Quente – como já descrito no item 2.5.2;

Controle de Qualidade dos Segmentos – normalmente realizado por ensaio de dureza do tipo Rockwell B (baixo custo e de fácil execução). Avaliações de densidade também, às vezes, se fazem necessárias quando os dados de dureza são insuficientes;

Rebarbação – Rebolos de alumina ou carboneto de silício são usados para limpeza e remoção de resíduos das bordas dos segmentos produzidos;

Brasagem/Soldagem a laser – os segmentos diamantados são finalmente instalados na alma do disco de corte. Esta etapa é realizada por brasagem ou soldagem a laser, sendo brasagem a técnica mais utilizada. Para fabricação em série de serras com diâmetro de até 500 mm, o laser é a tecnologia mais utilizada. Segundo Konstanty (2003), a resistência à flexão do conjunto soldado segmento-alma do disco, exibe valores de 350 a 600 MPa, já o cordão soldado por laser apresenta 1800 MPa. Assim, a soldagem por laser se mostra como a mais eficiente para a produção das serras;

Retificação e Limpeza – existe a obrigatoriedade de que os segmentos devam ser concêntricos aos furos da serra circular, e somente o processo de retificação se mostra capaz de realizar essa exigência com sucesso, além de possibilitar a operação de redução do desnível entre o segmento e a alma da serra. Já a limpeza tem como objetivo remover o excesso de material da matriz sobre os cristais de diamantes e assim produzir uma suficiente protrusão a fim de possibilitar um corte eficaz desde o início das operações de corte da serra;

Tensionamento – nas etapas de produção da serra são geradas tensões residuais na alma do disco. Essas tensões, acompanhadas de uma inevitável falta de simetria entre os segmentos, geram oscilações durante o giro da serra que podem comprometer sua via útil. Assim, o tensionamento é realizado com objetivo de anular as tensões residuais. Este processo é realizado com o disco na posição horizontal (deitado) o qual é submetido a um tensionamento (com valor superior à tensão de escoamento do material da alma do disco) na direção radial e sentido contrário à força centrífuga.

2.12 PROPOSTA TÉCNICA

Da análise bibliográfica conclui-se que há a necessidade de continuar com o desenvolvimento de pesquisas relacionadas ao aumento da capacidade de corte das serras circulares. Essa necessidade, a qual está relacionada com a obtenção de compósitos diamantados, a fim de serem aplicados como segmentos de serras circulares para o corte de rochas ornamentais, apresenta um grande leque de pesquisa e desenvolvimento ainda muito carente na indústria nacional. Esses materiais têm sido fabricados com as mais variadas composições e diferentes parâmetros de processo, sendo o cobalto um dos grandes protagonistas no fornecimento de excelentes qualidades à matriz ligante do segmento. Entretanto,

além da sua toxicidade, o Co também tem aumentado bastante os custos de produção.

Como apresentado, as principais ligas comerciais possuem composições que variam de 15 a 40% de Co, além de estarem presentes, em suas misturas, os elementos Fe, Cu, Sn, W. Portanto, algumas diferentes composições de matrizes ligantes têm sido desenvolvidas como alternativa à utilização do cobalto. Como exemplo, a Cobalite CNF, a qual não usa nenhuma adição deste metal em sua matriz. Kamphuis e Serneels (2004) mencionaram que a adição de outros elementos à matriz da Cobalite CNF, como o W, WC, Mo, Ni e outros, contribuem para melhorar ainda mais as propriedades finais do compósito. Compósitos diamantados à base de ligas de bronze (CuSn), com adições de B₄C, também já foram estudados (Aizenshtein *et al.*, 2005). Com o objetivo de aumentar a densidade e dureza do composto final, o ZrO₂ tem sido utilizado na produção de materiais sinterizados (Kim *et al.*, 2000).

Portanto, com base nos dados reportados da literatura, a presente pesquisa propõe a obtenção de compósitos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC, com adições de B₄C ou ZrO₂, com os objetivos de reduzir a porcentagem de cobalto na matriz, além de aumentar a eficiência de corte dos segmentos. Até o início desta pesquisa, essas composições, em suas plenitudes, ainda não tinham sido usadas. Assim, elas se apresentam como inovadoras tanto para o ramo científico como para o tecnológico, abrindo possibilidades de registros de patentes.

Com essa proposta, espera-se contribuir para o desenvolvimento científico e tecnológico na fabricação de compósitos diamantados para o corte de rochas ornamentais. São realizadas sinterizações em dois intervalos de tempos diferentes (6 e 9 min) com pressão de compactação de 34 MPa e 800 °C de temperatura, onde são avaliados os dois tipos de composições. Suas propriedades mecânicas e microestruturais são investigadas por diferentes ensaios e testes, tanto laboratoriais como de campo.

CAPÍTULO 3

METODOLOGIA

Na presente pesquisa, a obtenção de compósitos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC, com adições de B_4C ou ZrO_2 , a fim de serem utilizados como segmentos de serras circulares para o corte de rochas ornamentais do tipo gnaisse, foi dividida em seis etapas principais:

1. Na primeira, foi realizada sinterização sob parâmetros ($800\text{ }^{\circ}C$ / 6 min / 34 MPa) industrialmente utilizados na produção de compósitos diamantados. Vinte amostras à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC foram produzidas: dez com adição de B_4C e dez com ZrO_2 , sendo cinco de cada composição diamantadas e cinco sem adição de diamantes;
2. Na segunda etapa, os vinte compósitos produzidos foram submetidos à caracterização química e estrutural. A avaliação dessas primeiras vinte amostras teve como objetivo de otimizar os parâmetros de sinterização a valores ideais a fim de se melhorar a qualidade dos segmentos obtidos;
3. No terceiro momento, já com os parâmetros de sinterização devidamente avaliados, foi realizada nova sinterização com maior duração (9 minutos), mantendo os outros parâmetros constantes ($800\text{ }^{\circ}C$ / 34 MPa). Foram produzidos mais sessenta (60) compósitos à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC, trinta (30) com adição de B_4C e trinta com ZrO_2 , sendo todos diamantados;
4. Após a produção dos compósitos, cinco amostras de cada composição foram destinadas a caracterizações e testes. O restante foi utilizado como segmentos na fabricação de duas serras circulares;
5. Foram então produzidas duas serras circulares, uma com segmentos à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC com adição de B_4C e outra com ZrO_2 ;
6. Por último, as serras produzidas foram submetidas a testes de campo.

As seis etapas mencionadas são mais bem apresentadas no fluxograma da Figura 50.

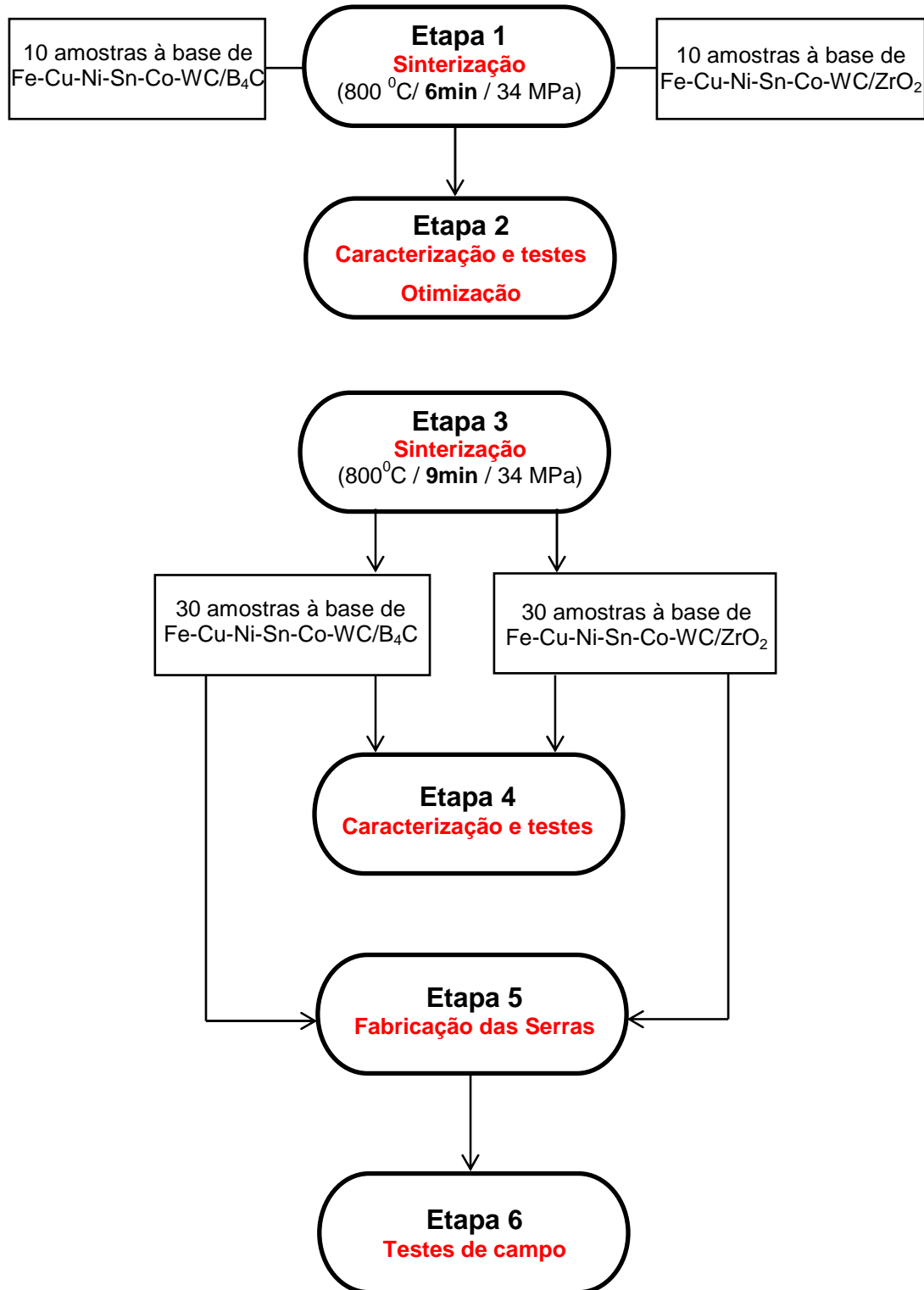


Figura 50. Fluxograma da metodologia proposta.

3.1 MATÉRIA-PRIMA

Os seguintes materiais foram empregados nos processos de produção dos compósitos diamantados e das serras circulares:

- Pó de Fe / 0,98 μm / 99,8% (Aldrich);
- Pó de Cu / 1,2 μm / 99,8% (Vetec);
- Pó de Ni / 2,0 μm / 99,7% (Vetec);
- Pó de Sn / 2,0 μm / 99,9% (Aldrich);
- Pó de Co / 2,0 μm / 99,8% (Aldrich);
- Pó de WC / 2,0 μm / 99,6% (Aldrich);
- Pó de B₄C / 10 μm / 98,8% (Aldrich);
- Pó de ZrO₂ / 2,0 μm / 99% (Riedel-De Haën);
- Cristais de diamantes com granulometria entre 400 e 500 μm ;
- Alma de serra circular fabricada em aço 1045/1070 com 340 mm de diâmetro.

3.2 EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS

- Balança analítica modelo SBC 31-220g (Scaltec);
- Moinho de alta energia Attritor;
- Prensa Hidráulica modelo PHB30.REF220 (EKA) dotada de sistema de aquecimento por corrente elétrica (ABRASDI);
- Microscópio Eletrônico de Varredura Super Scan SSX-550 (Shimadzu);
- Microscópio confocal a laser LEXT – 3D Ols 4000 (Olympus);
- Equipamento de difração de raios X modelo XRD 7000 (Shimadzu);
- Microscópios ópticos;
- Durômetro HMV (Shimadzu);
- Máquina Universal de Ensaio Mecânicos modelo 5582 com 100 kN de capacidade (Instron);
- Equipamento de análise térmica BP300;
- Porosímetro de mercúrio Poresizer 9320 (Micromeritics);

3.3 PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS DIAMANTADOS À BASE DE Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC COM ADIÇÕES DE B₄C OU ZrO₂

Inicialmente foram produzidas vinte amostras com a seguinte distribuição:

- Cinco amostras à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C, sem adição de cristais de diamantes;
- Cinco amostras à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C, com adição de cristais de diamantes;
- Cinco amostras à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂, sem adição de cristais de diamantes;
- Cinco amostras à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂, com adição de cristais de diamantes.

Após avaliações químicas, estruturais, microestruturais e ensaios mecânicos, foi decidido produzir mais sessenta compósitos aumentando-se o tempo de sinterização de 6 para 9 min. As novas amostras foram todas diamantadas, com as mesmas composições do primeiro processo e com os mesmos níveis de temperatura e pressão, 800 °C e 34 MPa, respectivamente. Abaixo, segue a distribuição dos novos segmentos:

- Trinta à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C;
- Trinta à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂.

A produção de todos os compósitos foi realizada na empresa Comércio e Indústria de Ferramentas e Abrasivos – ABRASDI, localizada no município de Campos dos Goytacazes – RJ. Apenas a moagem dos pós é que foi executada no Setor de Materiais Superduros do Laboratório de Materiais Avançados da UENF. A Tabela 7 organiza as quantidades e composições das amostras para os dois tempos de sinterização utilizados.

Somente na sinterização de 6 minutos é que foram produzidos segmentos não diamantados, pois por se tratar das primeiras amostras produzidas, houve a necessidade de uma matriz pura (sem adição de diamantes) a fim de se fazer um estudo metalográfico mais minucioso sobre as composições propostas pela presente pesquisa.

Tabela 7. Quantidades e composições das amostras produzidas.

Sinterização de 6 min (800 ° / 34 MPa)				
Compósitos	Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B ₄ C		Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO ₂	
	Diamantados	Não Diamantados	Diamantados	Não Diamantados
Quantidade	5	5	5	5
Sinterização de 9 min (800 ° / 34 MPa)				
Quantidade	30	-	30	-

O seguinte roteiro foi tomado para a fabricação dos segmentos:

- Preparação (seleção e pesagem) das misturas;
- Moagem de Alta Energia;
- Preparação das misturas com diamantes;
- Montagem da Matriz de sinterização;
- Sinterização em prensa hidráulica industrial.

3.3.1 Preparação (seleção e pesagem) das misturas

As composições de todas as amostras produzidas foram preparadas como mostrado na Tabela 8. Estas foram selecionadas com base na natureza exploratória do presente trabalho e em algumas composições, de ligas comerciais, usadas pela ABRASDI.

Tabela 8. Composições de todas as amostras produzidas.

M1		M2	
Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B ₄ C		Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO ₂	
Elemento	Massa (%)	Elemento	Massa (%)
Fe	34	Fe	34
Cu	35	Cu	35
Ni	18	Ni	18
Sn	6	Sn	6
Co	3	Co	3
WC	2	WC	2
B ₄ C	2	ZrO ₂	2

A fim de facilitar a leitura dos resultados, as amostras foram nomeadas como M1, para a composição à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC com adição de B₄C e M2 para aquelas com adição de ZrO₂ (Tabela 8).

Os pós foram pesados em balança de precisão e misturados manualmente com auxílio de espátula, ainda sem adição de cristais de diamantes, e então destinados à moagem em moinho Attritor.

3.3.2 Moagem de Alta Energia

A moagem de alta energia, que também é conhecida como “*mechanical alloying*”, é um método que envolve repetidas soldas a frio, fraturas e ressoldas das partículas de pó em moinhos de alta energia. Este processo foi desenvolvido pioneiramente para obtenção de superligas à base de Ni e Fe para a indústria aeroespacial, visto que os óxidos não podem ser dispersos no estado líquido, sendo necessária uma técnica de síntese no estado sólido (Suryanarayana, 2001).

Quanto menor a granulometria dos pós, maior a dureza do material sinterizado. Assim, devido à alta eficiência do moinho Attritor no processo de moagem, espera-se alcançar tamanhos nanométricos de pós e assim aumentar os níveis de qualidade das amostras sinterizadas.

Para o controle da microestrutura e obtenção do material desejado, devem ser observados os parâmetros envolvidos no processo, sendo estes: tipo de moinho, recipiente de moagem, velocidade, tempo, tipo e tamanho do meio de moagem, razão entre as massas das esferas e da amostra.

Tem-se ainda, como vantagem da 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 a todo o tempo em estado sólido. O processo de moagem consiste nas seguintes etapas (Campos, 2005):

- 1) A mistura dos pós e as esferas maciças são colocadas no recipiente de moagem;
- 2) O recipiente, quando necessário, pode ser inertizado por gases nobres. Na presente pesquisa, a moagem foi realizada sem inertização;
- 3) Início da rotação do recipiente com os parâmetros de velocidade e tempo previamente parametrizados no equipamento.

O moinho Attritor possui um container que permanece estático durante a moagem. O que movimenta as esferas e o pó é um eixo com vários agitadores, girando sob uma velocidades de rotação (ω) de centenas de rpm no interior do moinho, como pode ser observado na Figura 51. Os choques cisalhantes e de fricção são preponderantes ao de impacto frontal (Janot *et al.*, 2005).

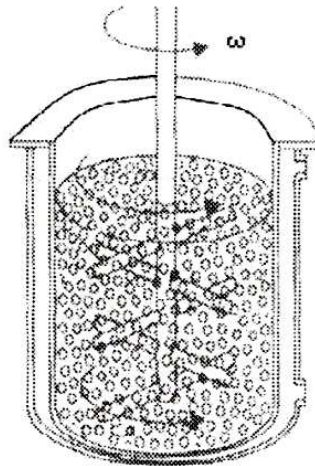


Figura 51. Esquema do container de um moinho Attritor (Janot, 2005).

Para todas as misturas, foi utilizado um moinho Attritor (Figura 52).



Figura 52. Moinho Attritor (LAMAV/CCT/UENF).

No moinho Attritor foram utilizadas 3 kg de esferas metálicas para as operações de moagem. A seleção da quantidade de esferas foi tomada como base no manual do equipamento. Já a rotação e o tempo de moagem foram escolhidos de acordo com a natureza exploratória da presente pesquisa.

3.3.3 Preparação das misturas com diamantes

Após a moagem em moinho Attritor, as misturas (M1 e M2) foram destinadas à preparação com diamantes de acordo com a Tabela 9. A escolha da quantidade de diamantes foi com base na produção industrial da ABRASDI. As quantidades apresentadas são para cada 250g de mistura.

Tabela 9. Composições M1 e M2 misturadas com Diamantes.

Composição	Diamantes (g)		
	30/40 400 – 600 μm	40/50 300 – 400 μm	50/60 250 – 300 μm
M1	0,178	0,329	0,207
M2	0,178	0,329	0,207

A ABRASDI toma como referência para a escolha da quantidade de diamantes a Tabela 10. A experiência industrial mostra que a concentração 30 (1,32 ct/cm^3) é a ideal para a fabricação deste tipo de segmento.

Tabela 10. Concentração x Densidade de diamantes em ferramentas de corte (GE Superabrasives, 1994).

Concentração de Diamantes	Massa de diamante/ cm^3 de volume abrasivo		Volume de diamante (cm^3)/ cm^3 da ferramenta
	Quilates	Gramas	
150	6,6	1,32	0,38 (38%)
125	5,5	1,10	0,32 (32%)
100 (*)	4,4	0,88	0,25 (25%)
75	3,3	0,66	0,19 (19%)
50	2,2	0,44	0,13 (13%)
42	1,85	0,37	0,11 (11%)
30	1,32	0,26	0,07 (7%)
25	1,10	0,22	0,06 (6%)

Os cálculos foram feitos com base no volume do segmento a ser produzido, sua densidade e a densidade do diamante ($\rho=3,48 \text{ g}/\text{cm}^3$). De posse desses dados, foi determinada a quantidade aproximada de 1,08 kg de aditivos e 46,1 g de diamantes para cada 60 segmentos produzidos.

Para esta última mistura, com adição de cristais de diamantes, utilizou-se um moinho cônico industrial (Figura 53).



Figura 53. Moinho cônico industrial (ABRASDI, 2013).

3.3.4 Montagem do molde de sinterização

De posse das misturas M1 e M2, sem e com a adição de diamantes, o processo de produção dos compósitos pôde ser iniciado.

A sequência de montagem do molde, para a compactação e sinterização das amostras, é apresentada na Figura 54:

1. O molde é montado sobre um apoio fabricado em madeira (Figuras 54 (a) e 54 (b));
2. As cavidades do molde são preenchidas, manualmente, com as misturas M1 ou M2. A massa de preenchimento total, calculada para cada segmento, foi de 18,95 g (Figura 54 (c));
3. Uma vez que todo o molde foi preenchido com a mistura, a montagem é finalmente finalizada (Figura 54 (d)).

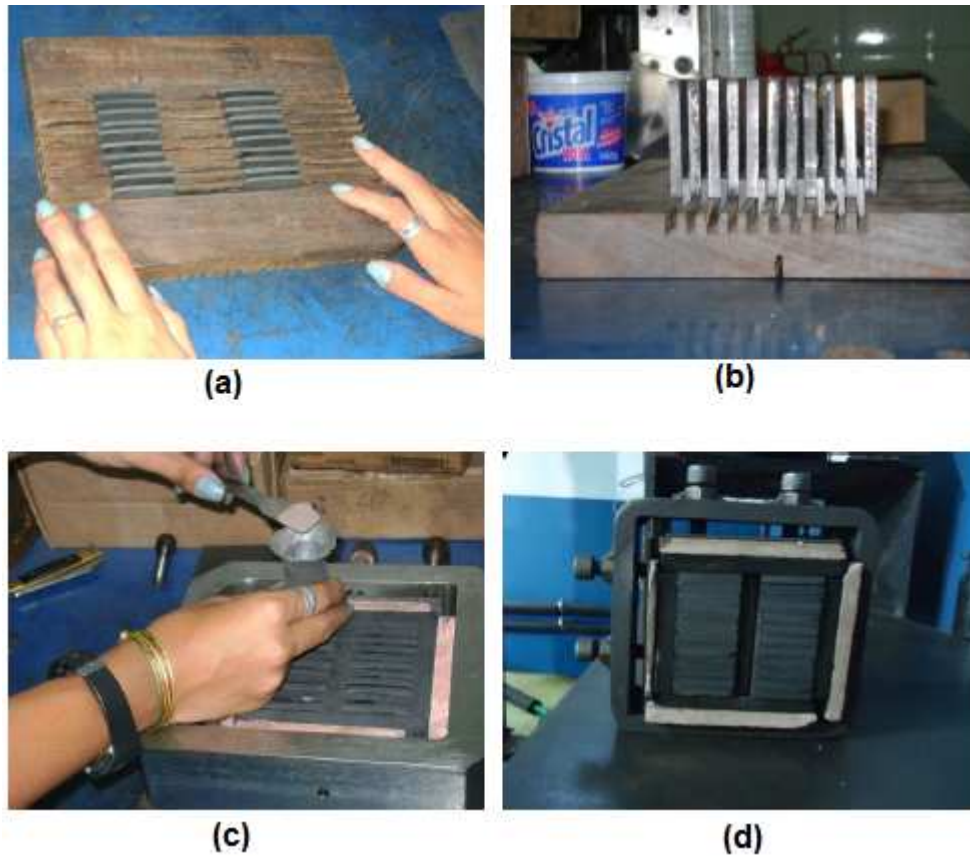


Figura 54. Etapas da montagem do molde para a sinterização dos segmentos: (a) e (b) montagem do molde; c) preenchimento com as misturas; d) molde montado (ABRASDI, 2012).

O molde, em detalhes, é apresentado na Figura 55.

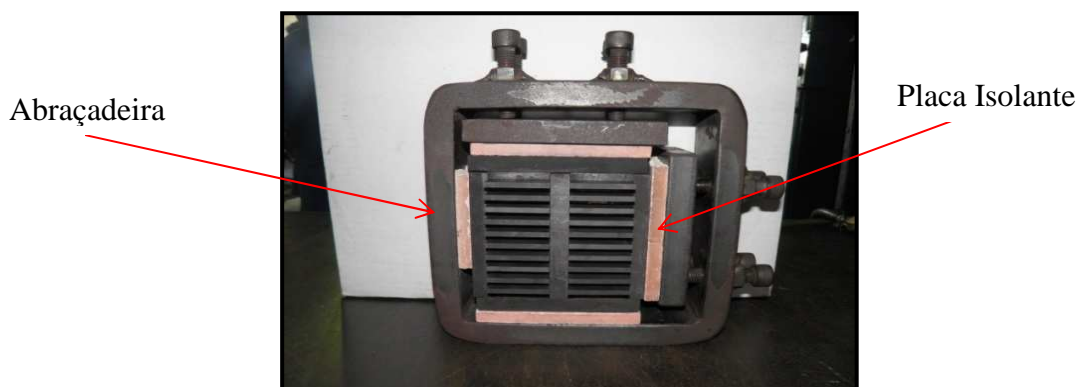


Figura 55. Molde utilizado no processo de fabricação (ABRASDI, 2013).

Ele é composto por prensadores e blocos de grafite, os quais são isolados por

placas. Uma abraçadeira fabricada em aço é usada em sua montagem. Toda a montagem é feita manualmente, inclusive a adição das misturas (metais + ligas + diamantes). Esta construção permite produzir, por processo, até vinte segmentos.

3.3.5 Sinterização em prensa hidráulica industrial

Como já mencionado, o processo foi executado na planta industrial da ABRASDI utilizando uma prensa hidráulica do fabricante EKA (Figura 56).



Figura 56. Prensa hidráulica EKA modelo PHB30.REF220 (ABRASDI, 2013).

A Figura 57 apresenta a sequência do processo de sinterização:

1. Primeiro a matriz, já montada manualmente, foi instalada na prensa hidráulica como mostra a Figura 57 (a);
2. A seguir, foi acionado o sistema de força da prensa, sendo desenvolvida uma pressão inicial, previamente ajustada, de 20 MPa (Figuras 57 (b) e (c));
3. Após o estabelecimento da pressão inicial (20 MPa), foi acionado o sistema de aquecimento, o qual por efeito Joule aqueceu o molde até a temperatura de 800 °C. (Figura 57 (d));
4. Uma vez atingida a temperatura de 800 °C, a força foi aumentada a fim de se atingir o valor de pressão de 34 MPa. A partir desse ponto é que se iniciou a contagem do tempo;
5. Transcorrido o tempo de 6 min (para fabricação de 20 segmentos) e 9 min (para a fabricação de 60 segmentos), o sistema de aquecimento foi

- desligado e a matriz, ainda submetida à pressão de 34 MPa, resfriada sob temperatura ambiente durante 5 min;
- Uma vez atingido 300 °C, o sistema de força foi descarregado de forma gradual;
 - O molde pôde então, ser removido da prensa para a retirada dos segmentos produzidos.

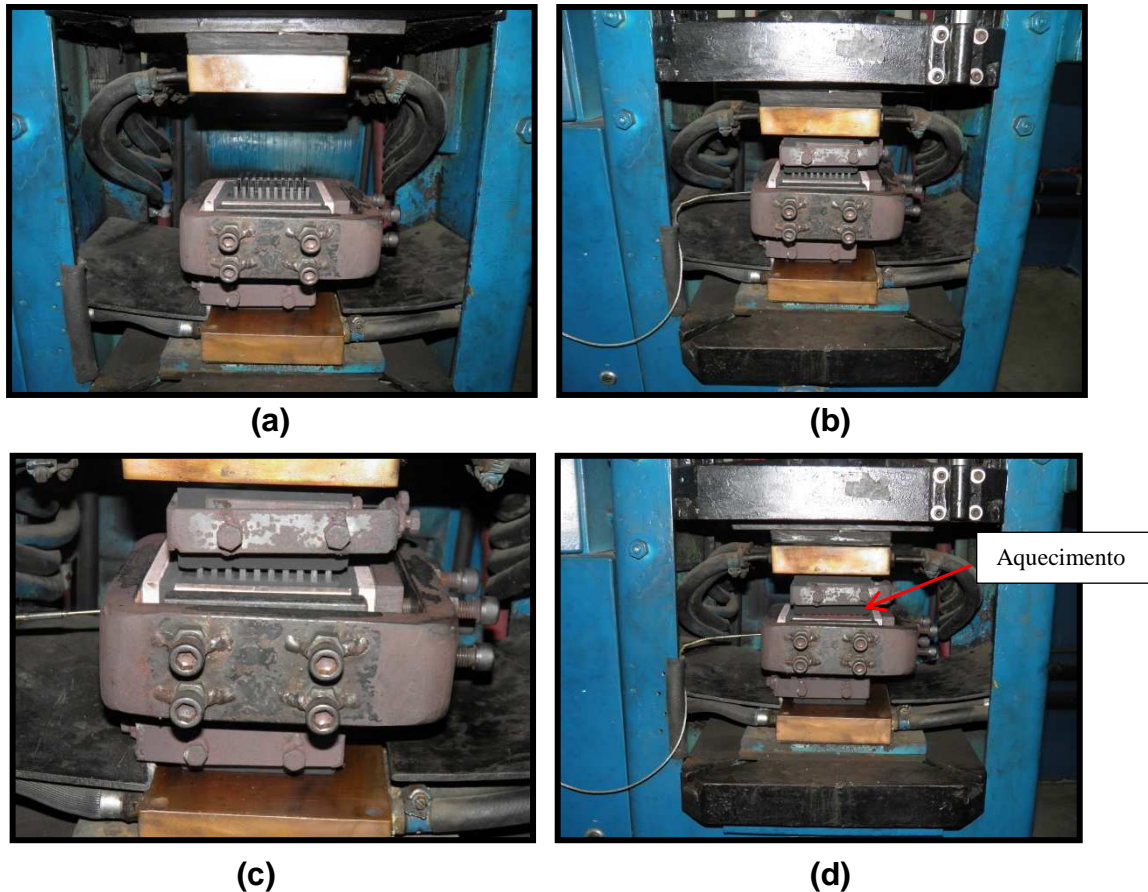


Figura 57. Processo de sinterização dos segmentos: (a) matriz instalada na prensa; (b) aplicação de força sobre a matriz; (d) detalhe da aplicação de força sobre a matriz; (d) aquecimento por corrente elétrica (ABRASDI, 2013).

Os valores dos parâmetros de sinterização foram escolhidos com base na linha de fabricação da empresa ABRASDI e na literatura.

Após o processo, a matriz foi desmontada e os compósitos retirados. A Figura 58 apresenta o esquema padrão das amostras produzidas. Suas dimensões atendem sua aplicação como segmentos de serras circulares de diâmetro 350 mm.

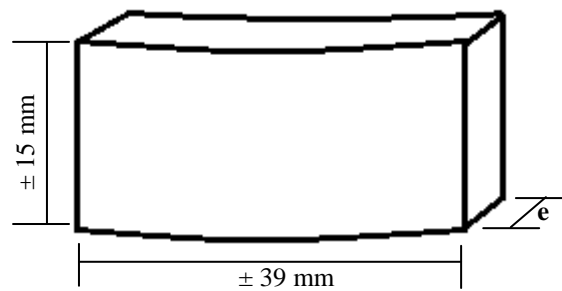


Figura 58. Esquema padrão dos compósitos produzidos com espessura $e = \pm 3,6$ mm apresentando as dimensões aproximadas dos segmentos.

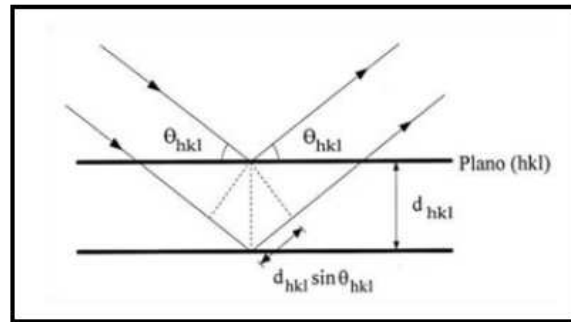
Terminada a etapa de produção dos segmentos, os mesmos foram submetidos a ensaios de caracterização e testes mecânicos, a fim de avaliar a eficiência do composto no processo de sinterização.

3.4 CARACTERIZAÇÃO DOS SEGMENTOS

A caracterização das propriedades mecânicas e de desgaste dos compósitos mostra-se de extrema importância para a determinação de campos e limites de aplicação, sendo objeto de muitas pesquisas.

3.4.1 Difração de raios X

Os raios X são um tipo de radiação eletromagnética com um comprimento de onda compreendido entre 1 a 100 nm, tornando-se eficazes na interação com a estrutura cristalina dos materiais. A difração de raios X é uma técnica analítica não destrutiva que permite identificar as fases cristalinas presentes num material (sólido ou em pó). A técnica consiste em direcionar um feixe de raios X de comprimento de onda conhecido sobre a superfície do material. Da interação dos raios X com o material, alguma radiação é difundida de forma coerente (pelos átomos do material) e o feixe é então difratado. Para tal, é necessário satisfazer certas condições traduzidas pela lei de Bragg (Figura 59). Esta lei relaciona a distância entre dois planos paralelos consecutivos de uma família de planos d_{hkl} , com o ângulo entre o plano (hkl) e a direção do feixe incidente θ , sendo λ o comprimento de onda da radiação incidente e n um número inteiro que define a ordem da reflexão (Cowley, 1975).



$$n \times \lambda = 2 \times d_{hkl} \times \text{sen}(\theta)$$

Figura 59. Lei de Bragg (Cowley, 1975).

Um difratograma consiste numa série de picos que são caracterizados pelas suas posições, intensidades e larguras. A indexação das fases presentes num difratograma é efetuada por comparação dos valores das distâncias interplanares com os valores indicados em padrões.

A difração de raios X teve como objetivo identificar as composições fásicas, resultantes do processo de mistura e sinterização dos pós. Nos ensaios, foi utilizado um difratômetro modelo XRD 7000, fabricado por Shimadzu, sob os seguintes parâmetros:

- Ângulo 2θ de 10 a 120 °;
- Passo de varredura: 2 °/ min (sob temperatura ambiente).

De posse dos difratogramas gerados, a identificação das fases foi realizada com base no banco de dados cristalográficos do software ICDD® (International Center for Diffraction Data).

3.4.2 Microscopia Confocal a Laser

A microscopia confocal consiste em uma técnica desenvolvida primariamente por Marvin Minsky, em 1955 e, posteriormente, patenteado pelo mesmo inventor em 1961. Apesar do princípio de funcionamento do microscópio confocal ser semelhante ao do microscópio de fluorescência, o primeiro é utilizado para aumentar o contraste da imagem microscópica e construir imagens tridimensionais através da utilização de um orifício de abertura, pinhole, que permite uma grande definição de imagem em amostras mais espessas que o plano focal (Claxton *et al.*, 2012).

O uso da microscopia confocal se fez necessário nos seguintes casos:

- Realizar análises 75 metalográficas das matrizes dos compósitos produzidos;

- Observar a morfologia das marcações produzidas nos ensaios de dureza;
- Estudar o aspecto das fraturas ocorridas nos ensaios mecânicos;
- Analisar as alterações das superfícies dos segmentos após o trabalho de corte.

O equipamento utilizado foi um microscópio confocal, fabricado por Olympus, do modelo LEXT – 3D OIs 4000.

3.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Essa técnica permite a observação e a caracterização de diferentes tipos de materiais, a partir da emissão e interação de feixes de elétrons sobre uma amostra, sendo possível caracterizá-los do ponto de vista de sua morfologia e sua organização microestrutural. O microscópio apresenta um intervalo bastante abrangente na sua escala de observação, variando da ordem de grandeza de milímetro (mm) ao nanometro (nm). A análise teve como objetivo investigar os cristais de diamantes aderidos sobre a superfície da matriz do segmento. Um microscópio de varredura fabricado por Shimadzu, modelo Super Scan SSX-550, disponível no LAMAV/CCT/UENF, foi utilizado nas análises.

3.4.4 Espectroscopia de raios X por Dispersão de Energia (EDS)

Aliando a Espectrometria de raios X por Dispersão de Energia com a Microscopia Eletrônica de Varredura, consegue-se, além da determinação qualitativa, a determinação quantitativa da composição de uma amostra. A utilização do MEV como técnica complementar mostra-se de grande importância e versatilidade, tanto para o estudo da microestrutura, possibilitando a obtenção de imagens com alta resolução, como também o estudo de propriedades do material e sua análise química.

Utilizando um espectrômetro por dispersão de energia (EDS) modelo SSX-550 (LAMAV/CCT/UENF) acoplado ao MEV, através do escaneamento dos raios X característicos foi possível obter informações dos constituintes de cada amostra.

3.4.5 Densidade e porosidade

A determinação da densidade dos segmentos tem como objetivos principais calcular a densificação das amostras e suas porosidades, pois assim consegue-se avaliar a efetividade da sinterização.

A medição direta de densidade, ou seja, o quociente entre a pesagem e a medição de volume da amostra, pode estar sujeita a grandes erros, principalmente se for baseada em medições das dimensões, mesmo que a forma geométrica da amostra seja bastante simples (por exemplo, um cubo ou esfera). Além disso, a determinação da densidade real na qual são consideradas a presença de defeitos, poros, trincas e etc. nas amostras, exige um método prático para sua determinação.

O método de Arquimedes permite medições bastantes rigorosas mesmo quando a forma da amostra é muito irregular, além de considerar todos os tipos de poros presentes nos segmentos. Este método baseia-se numa combinação da pesagem da amostra em ar (seca e úmida) com uma pesagem da amostra imersa em água, conforme está representado na Figura 60 (Frade e Paiva, 2006).

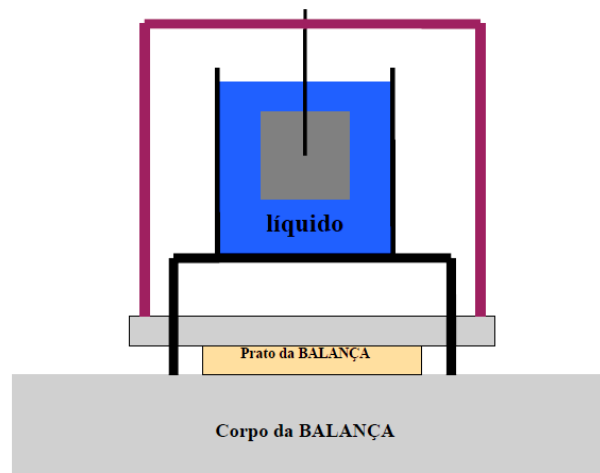


Figura 60. Esquema da montagem do método de Arquimedes (Frade e Paiva, 2006).

Utilizando o princípio de Arquimedes, a fim de se determinar a densidade real de cada segmento, foi montado o aparato mostrado na Figura 61.



Figura 61. Montagem para medição de densidade por Arquimedes.

Por este método, a densidade aparente de cada segmento foi calculada com base na equação 1.

$$\rho_a = \frac{M_s}{(M_u - M_i)} \quad (\text{eq. 1})$$

Onde:

ρ_a – densidade aparente;

M_s – massa seca;

M_u – massa úmida;

M_i – massa imersa.

Já a densidade teórica de cada compósito foi calculada através da regra da mistura, ou seja, pelo quociente entre soma das massas de cada elemento do composto e a soma do quociente da massa de cada elemento pela sua massa específica (Frade e Paiva, 2006). Para as amostras diamantadas, foram acrescentadas à equação 2, as massas e as densidades das quantidades de diamantes envolvidos.

$$\rho = \frac{m_{Fe} + m_{Cu} + m_{Ni} + m_{Sn} + m_{Co} + m_{ZrO_2ouB_4C}}{\frac{m_{Fe}}{\rho_{Fe}} + \frac{m_{Cu}}{\rho_{Cu}} + \frac{m_{Ni}}{\rho_{Ni}} + \frac{m_{Sn}}{\rho_{Sn}} + \frac{m_{Co}}{\rho_{Co}} + \frac{m_{ZrO_2ouB_4C}}{\rho_{ZrO_2ouB_4C}}} \quad (\text{eq. 2})$$

Com base nas medições da densidade aparente e a teórica, foi possível obter a densidade relativa (ρ_R) ou densificação das amostras, cujo cálculo (equação 3) baseia-se na razão entre a densidade aparente e a densidade teórica das amostras (Frade e Paiva, 2006).

$$\rho_R = \frac{\rho_a}{\rho_t} \quad (\text{eq. 3})$$

Onde:

ρ_a – Densidade aparente;

ρ_t – Densidade teórica.

A porosidade aparente das amostras pôde ser calculada pela equação 4 (Frade e Paiva, 2006).

$$P_a = \frac{M_u - M_s}{(M_u - M_i)} \quad (\text{eq. 4})$$

Onde:

P_a – porosidade aparente;

M_s – massa seca;

M_u – massa úmida;

M_i – massa imersa.

3.4.6 Porosimetria por intrusão de mercúrio

A técnica de determinação de porosidade por porosimetria ao mercúrio é, sem dúvida, a técnica mais importante para a determinação de porosidade de materiais, pois em uma única medida, de duração de aproximadamente 30 a 45 min, é possível a determinação da densidade aparente, da distribuição de tamanho de poros, do volume total de poros e da área específica do material.

Os ensaios foram realizados utilizando um porosímetro de mercúrio Poresizer 9320, do fabricante Micromeritics (Figura 62). A sensibilidade do equipamento é de 140 a 0,007 μm . As pressões de enchimento do penetrômetro e a máxima de intrusão utilizadas foram respectivamente 1,6 e 30.000 psi, aproximadamente.



Figura 62. Porosímetro de mercúrio Poresizer 9320 (LAMAV/CCT/UENF).

Os resultados obtidos foram comparados com os do método de Arquimedes.

Somente as amostras M1 e M2, diamantadas e sinterizadas sob tempo de 9 minutos, é que foram ensaiadas, pois os compósitos iniciais (sinterização de 6 minutos) foram reprovados já nos primeiros ensaios e testes realizados.

3.4.7 Análise Termogravimétrica (TGA)

O método termogravimétrico consiste em aquecer uma amostra em um forno com temperatura (ou taxa de aquecimento) controlada, medindo-se a perda de massa desta amostra com uma balança de precisão, acoplada a este forno. A Figura 63 mostra o esquema de um termogravímetro.

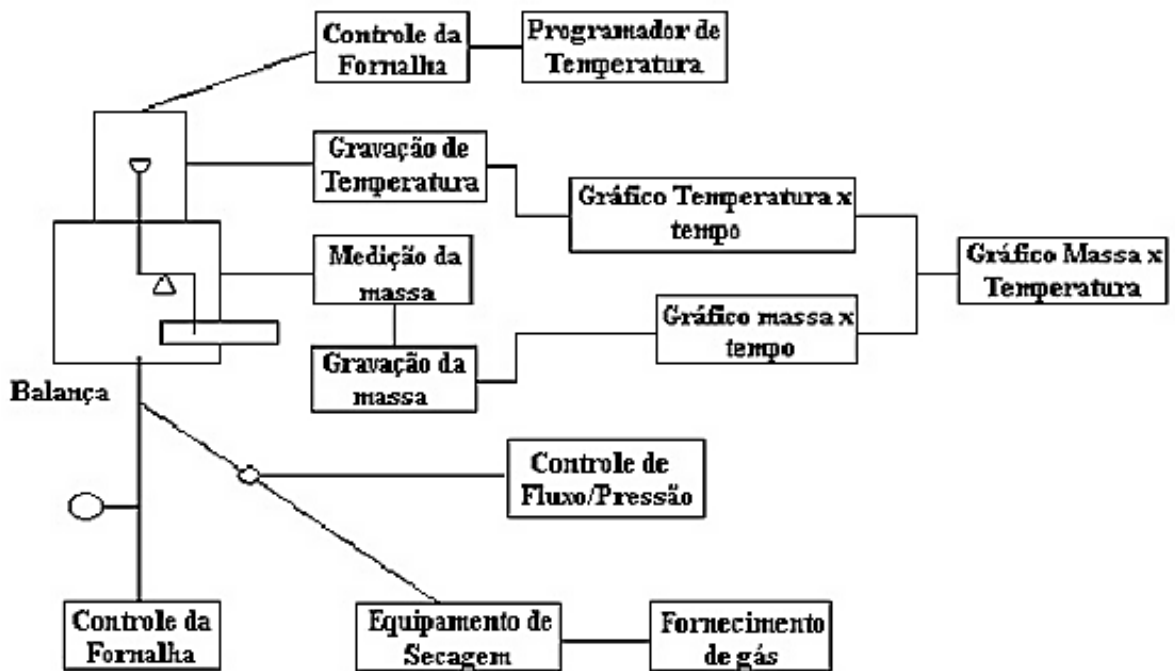


Figura 63. Esquema dos principais componentes de um termogravímetro (Duval, 1993).

Os segmentos foram ensaiados utilizando o equipamento da Figura 64 (BP 300), com variação da temperatura de 20 a 750 °C e velocidade de aquecimento de 5°C/min. Assim, como para o ensaio de porosimetria de mercúrio, somente os compósitos sinterizados por 9 minutos é que foram ensaiados.



Figura 64. Termogravímetro BP 300 (LAMAV/CCT/UENF).

3.5 ENSAIOS MECÂNICOS

As propriedades mecânicas formam um campo de estudo muito vasto. As principais características de um material estrutural exigem compreensão do modo como os materiais absorvem a energia de solicitações mecânicas, sem romper ou fraturar. As principais propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos são: dureza, tenacidade à fratura, fluência, resistência à tração, flexão, resistência à compressão e fadiga. Sendo as duas primeiras as mais estudadas nos materiais cerâmicos (Askeland, 1996).

3.5.1 Dureza Vickers

A dureza é uma propriedade dos materiais sólidos relativa à resistência a deformações permanentes quando submetidos a uma força externa. Existem diversos métodos para a medição da dureza de um material, por exemplo, Mohs, Rockwell, Brinnell, Vickers e Knoop (Warren, 1992).

As amostras foram fraturadas transversalmente e depois embutidas em baquelite, com a secção transversal interna da fratura exposta. Na face exposta, a dureza foi medida em 10 pontos distribuídos longitudinalmente (L) e 5 pontos transversalmente em 3 posições (1, 2, 3) diferentes (Figura 65).

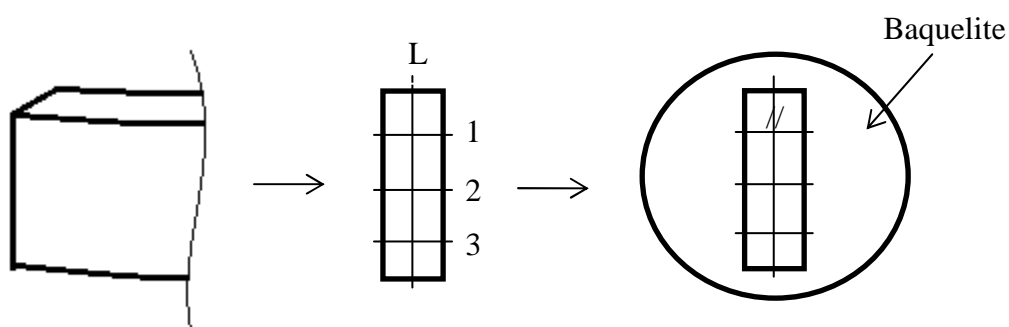


Figura 65. Esquema da preparação do compósito para análise de dureza.

O equipamento utilizado foi um Durômetro SHIMADZU-HMV (LAMAV/CCT/UENF) com penetrador de pirâmide de diamante com base quadrada e ângulo de 136° entre faces. A técnica relaciona a carga aplicada com a área da impressão. A carga utilizada nos ensaios foi de 0,5 kgf. O ensaio consiste na impressão de uma pequena marca feita na superfície do corpo de prova pela aplicação da força. A forma da impressão é a de um losango regular (Figura 66)

cujas diagonais são medidas por um microscópio acoplado à máquina de testes. Uma vez medidas as diagonais, o durômetro utilizado fornece o valor da dureza.

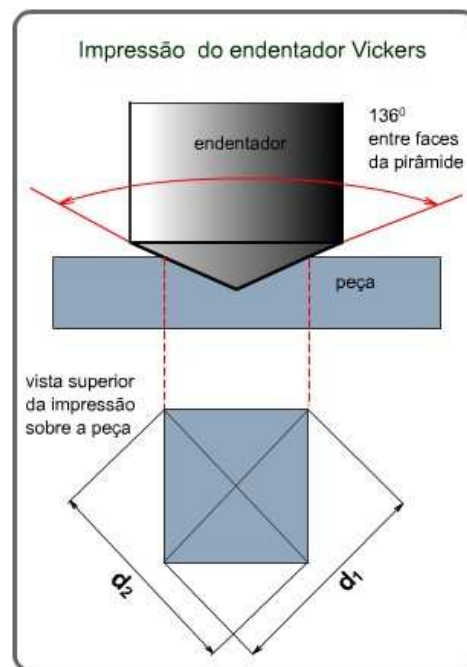


Figura 66. Imagem da impressão Vickers com as projeções de suas diagonais (Medvedovski, 2001).

Alguns parâmetros podem alterar os valores de dureza do material, dentre eles estão algumas propriedades dos materiais, tais como (Medvedovski, 2001):

- Densidade e porosidade: quanto mais denso, maior é a dureza do material, pois poros não oferecem resistência à impressão;
- Tamanho de grãos: quanto menor o tamanho de grãos, maior a relação grão x contorno de grão, maior será a dureza do material;
- Composição: impurezas podem modificar a relação de energia no contorno de grão, modificando os valores de dureza.

Outros parâmetros são relacionados ao processamento e preparação da amostra, como a temperatura do ensaio, a carga aplicada e o acabamento superficial ou polimento.

A técnica de dureza Vickers permitiu, nas amostras diamantadas, além de avaliar diferenças de dureza entre as possíveis fases presentes, também desviar o indentador dos cristais de diamantes presentes na superfície da amostra, o que

poderia danificar o equipamento. Assim, a dureza pôde ser medida somente sobre a matriz do compósito.

3.5.2 Ensaio de Flexão

Na prática, qualquer tipo de irregularidade estrutural produz concentrações de tensões no material, que são aliviadas em materiais dúcteis pela deformação plástica, não presente nos frágeis, levando a fratura assim que o limite de resistência trativa seja alcançado. Dessa maneira, na flexão, aproveita-se da alta resistência à compressão desses materiais, que pode ser de cinco a dez vezes maior do que a resistência à tração.

Para o caso do ensaio de três pontos (Figura 67), a carga aplicada é pontual, ou seja, tem-se dois pontos de apoio e um de aplicação da carga, ocorrendo no centro a máxima tensão, embora, não seja necessariamente nesse mesmo lugar que a falha ocorrerá. É importante ressaltar que isso acaba por prejudicar os resultados em que o material apresente falhas fora da região central, resultando em uma tensão de ruptura maior que a indicada pelo ensaio.

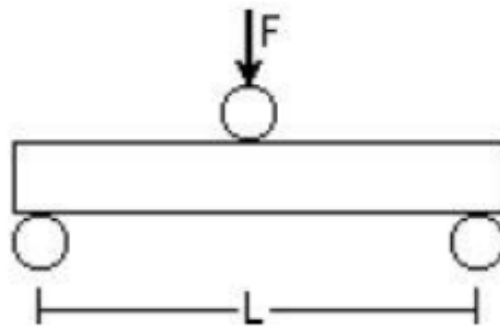


Figura 67. Esquema dos ensaios de três pontos.

O ensaio foi realizado na configuração de três pontos, utilizando o equipamento Universal de Ensaio Mecânicos INSTRON, modelo 5582 – 100KN de capacidade (LAMAV/CCT/UENF). A velocidade foi de 0,5 mm/min com distância entre os apoios de 30 mm e temperatura ambiente de 20 °C. Foram ensaiados segmentos tanto diamantados quanto os não diamantados.

3.5.3 Ensaio de Compressão

Utilizando o mesmo equipamento do ensaio de flexão, foi aplicada compressão direta somente nas amostras não diamantadas. A velocidade de ensaio também foi de 0,5 mm/min.

Apesar do ensaio de compressão permitir obter dados quantitativos dos materiais a serem testados, no presente caso, os resultados serviram apenas como referências, uma vez que a geometria irregular das amostras não permite adequá-las às normas técnicas de ensaios de compressão. Adicionalmente, sua composição a partir de material de alta dureza não possibilita o preparo da amostra (usinagem e corte) a fim de que atenda aos padrões recomendados. Foge ao escopo do presente trabalho a fabricação de matriz específica para a produção de corpo de prova normalizados.

3.5.4 Ensaios de desgaste

Este ensaio laboratorial é o que mais se aproxima das condições reais de campo.

Utilizando uma politriz do fabricante Arotec (Figura 68), com um adaptador para fixação das amostras, os segmentos diamantados foram submetidos ao teste de desgaste que também é conhecido, nessa configuração, por “pino contra disco”.



Figura 68. Politriz utilizada nos ensaios de desgaste (LAMAV/CCT/UENF).

Granito cinza com estrutura orientada de granulometria entre 4 e 20 mm foi utilizado como material do disco. As dimensões do disco foram de 70 cm de diâmetro externo, 40 cm interno e espessura de 5 cm.

Rotação constante de 620 rpm foi utilizada com carga aplicada igual ao próprio peso da amostra somado o peso do adaptador (200g). O tempo de duração de teste, para cada amostra, foi de 1h com paradas de 10 em 10 minutos para aquisição dos dados, onde as amostras e o disco foram retirados para pesagem em balança de precisão (10^{-4} g – fabricante Gehaka). A equação 5 foi utilizada para o cálculo do desgaste.

$$\Delta M = \frac{m_I - m_F}{m_I} \times 100 \quad (\text{eq. 5})$$

Onde:

ΔM – perda percentual de massa;

m_I – massa antes do ensaio;

m_F – massa após o ensaio.

A fim de escalonar as amostras mais resistentes, foi realizado cálculos de resistência à abrasão (equação 6).

$$RD = \frac{1}{\Delta M} \quad (\text{eq. 6})$$

Onde:

RD – resistência ao desgaste ou abrasão.

É importante observar que, durante os ensaios, houve bastante trepidação e impactos da amostra sobre o disco de granito, afastando as condições de ensaios das reais. Isso foi ocasionado pelo excessivo número de irregularidades sobre a superfície do disco. Mesmo assim, os resultados serviram de parâmetro para avaliação.

3.6 PRODUÇÃO DAS SERRAS DIAMANTADAS PARA O CORTE DE ROCHAS ORNAMENTAIS DO TIPO GNAISSE

Uma vez alcançados os resultados desejados nos ensaios e testes de laboratório, as serras circulares finalmente puderam ser produzidas utilizando os segmentos diamantados do tipo M1 e M2, de acordo com as composições das Tabelas 8 e 9, sinterizados sob os seguintes parâmetros:

- Temperatura de aquecimento: 800 °C;
- Pressão de compactação: 34 MPa;
- Tempo de sinterização: 9 min.

Foram produzidas, na ABRASDI, duas serras circulares de diâmetro 340 mm, cada uma com vinte e cinco segmentos. Uma serra sendo constituída por compósitos do tipo M1 e a outra do tipo M2.

3.6.1 Processo industrial de fabricação de serras circulares diamantadas

A Figura 69 apresenta o leiaute de uma empresa deste setor.

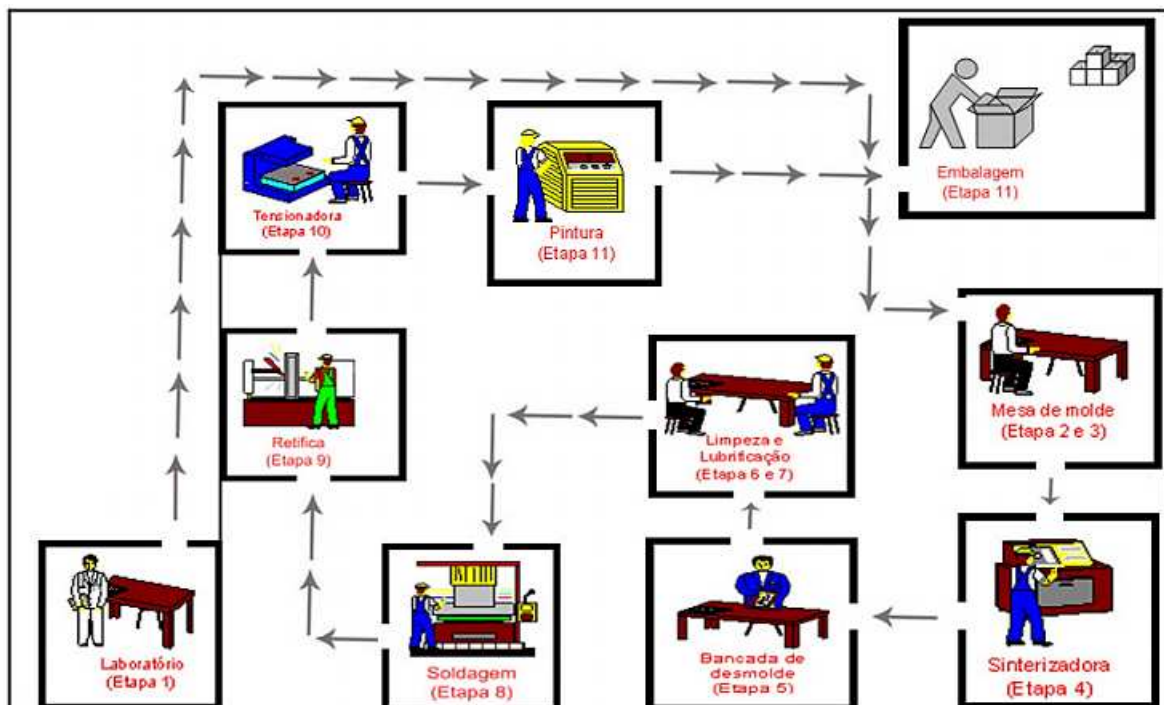


Figura 69. Processo de fabricação de serras diamantadas (Sá *et al.*, 2010).

As serras diamantadas foram fabricadas por um sistema composto por um conjunto de operações que são realizadas de forma integrada e sem qualquer tipo de armazenagem de longo prazo, que possa permitir a independência entre as operações do processo. A meta principal do sistema é a de manter sempre os menores tempos nas operações realizadas com o menor número de operadores alocados. Conseqüentemente, espera-se o menor tempo de processamento, proporcionando assim, uma maior agilidade na fabricação das serras. Todo o processo de fabricação pode ser dividido nas seguintes etapas:

Etapa 1 – Acontece no laboratório pelo processo de mistura dos pós. Uma vez pronta a mistura, a mesma é pesada em quantidade necessária à fabricação de cada segmento;

Etapa 2 – Montagem do Molde. Este procedimento é realizado na mesa de molde;

Etapa 3 – Ainda na mesa de molde o operador preencherá os moldes com a mistura da etapa anterior;

Etapa 4 – Os moldes, já preenchidos, seguem para a prensa sinterizadora. Nela, a mistura será compactada por meio de um tratamento termobárico, transformando-a em “segmentos sinterizados”. Quando o molde sai da sinterizadora, um operador o coloca sobre uma bancada de desmolde e resfriamento;

Etapa 5 – Após resfriados, realiza-se o desmolde de cada segmento;

Etapa 6 – Lubrificação dos moldes. Esta etapa é considerada uma inspeção, na qual consiste na passagem de um fluxo com um pincel em cada molde para verificar se existe alguma trinca ou não. Caso exista uma trinca, esse molde será retirado do processo, caso contrário, esse molde retornará ao processo a partir da etapa de preenchimento de molde, intitulada como etapa 3;

Etapa 7 – Realizada limpeza dos segmentos para a retirada das rebarbas dos mesmos. Depois de realizada a limpeza, eles são soldados por brasagem no disco circular fabricado em aço liga;

Etapa 8 – Com todos os segmentos soldados na alma do disco, esse já pode ser chamado de serra;

Etapa 9 – A serra é, então, encaminhada à retífica. As serras são colocadas dentro da retífica e passam por um processo de alinhamento e retirada dos excessos;

Etapa 10 – Durante soldagem dos segmentos no disco pode, eventualmente, ocorrer algum empeno, devido a gradientes de temperatura e, por isso, logo ao saírem da retífica, as serras serão encaminhadas para uma tensionadora;

Etapa 11 – É realizada a pintura das serras. A pintura pode ser realizada por um operador ou por uma máquina automatizada;

Etapa 12 – Embalagem.

3.6.2 Soldagem dos segmentos na alma da serra

A soldagem, por brasagem, dos segmentos foi realizada em equipamento de soldagem desenvolvido especialmente para a fabricação de serras circulares (Figura 70).

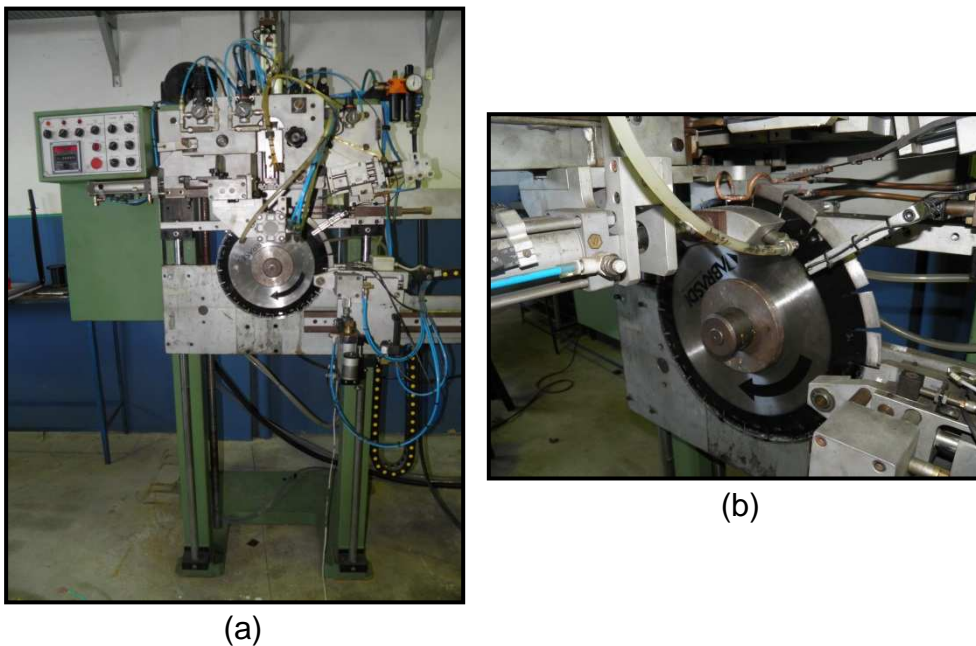


Figura 70. Equipamento utilizado na soldagem dos segmentos na alma da serra circular (ABRASDI, 2013).

3.6.3 Limpeza e rebarbação das serras

Neste processo as serras foram instaladas em uma retífica (Figura 71), onde passaram por um processo de alinhamento e retirada dos excessos.



Figura 71. Retífica usada no processo de limpeza e rebarbação das serras circulares (ABRASDI, 2013).

A Figura 72 mostra o esquema de uma serra produzida pelo método apresentado.

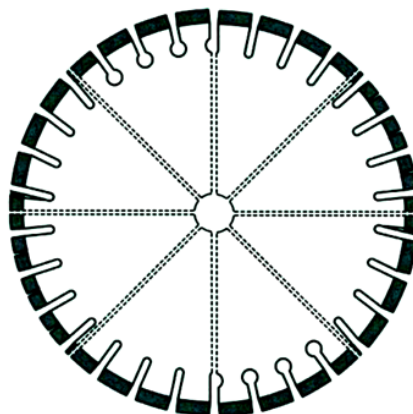


Figura 72. Esquema da serra circular produzida com 350 mm de diâmetro (adaptado de Zhang *et al.*, 2003).

Após a operação de retífica, as serras foram enviadas para teste de campo.

3.7 TESTES DE CAMPO DAS SERRAS CIRCULARES PRODUZIDAS

As serras produzidas foram enviadas a uma serraria de Santo Antônio de Pádua – RJ a fim de serem utilizadas no corte de rochas ornamentais do tipo gnaisse. De cada placa de gnaisse, foram cortados pedaços (lajinhas) de 11,5 x 23 cm cada.

Os tipos de gnaisses cortados foram:

- Pedra Madeira Amarela;
- Pedra Madeira Rosa.

A Figura 73 mostra fotografias de gnaisses do tipo pedra madeira amarela (a) e rosa (b). Esta é uma pedra muito dura, de extrema beleza e preço razoável.



(a)



(b)

Figura 73. Gnaisses do tipo Pedra Madeira Amarela (a) e Pedra Madeira Rosa (b) (Petemel e Mansur, 2002).

Segundo Petemel e Mansur (2002) o gnaisse do tipo pedra madeira amarela é bem mais duro do que o tipo rosa. O amarelo possui em média dureza 5 enquanto o rosa 4, ambas na escala Mohs.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 SEGMENTOS PRODUZIDOS

A Figura 74 apresenta fotografias dos segmentos produzidos com as composições de acordo com a metodologia (Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C (M1) e Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂ (M2)). Os parâmetros de sinterização foram escolhidos com base na linha de fabricação da empresa ABRASDI e na literatura (sinterizações de 6 e 9 min (800 °C / 34 MPa).

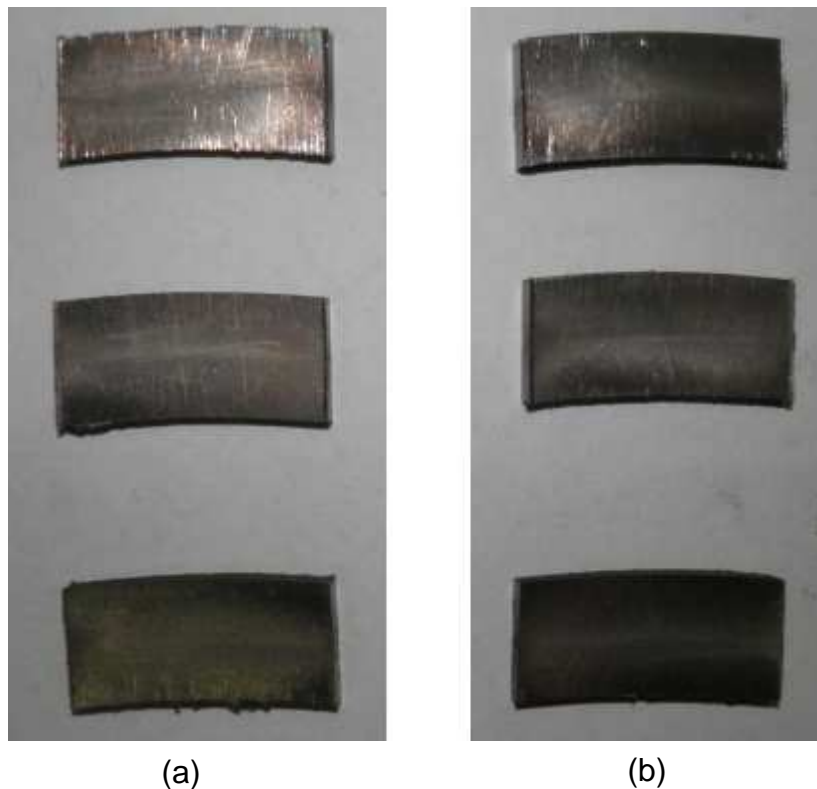


Figura 74. Segmentos diamantados produzidos: (a) tipo M1; (b) tipo M2.

As dimensões dos compósitos produzidos foram de acordo com a aplicação destes como segmentos de serras circulares com 340 mm de diâmetro.

4.2 CARACTERIZAÇÃO

4.2.1 Difração de raios X

Os difratogramas para os segmentos dos tipos M1 e M2, após a mistura em moinho Attritor, são apresentados na Figura 75. As amostras apresentaram resultados semelhantes para as composições das fases. A única diferença entre os resultados apresentados ficou por conta dos picos de ZrO_2 identificados na amostra M2.

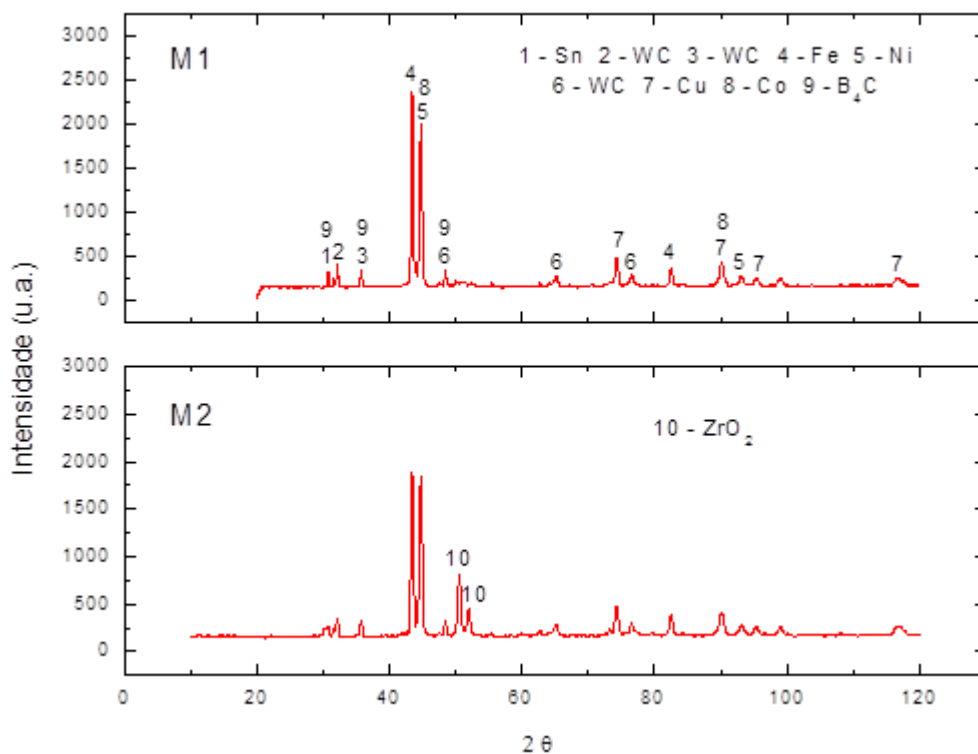


Figura 75. Difratogramas das amostras M1 e M2 (em pó) sem adição de cristais de diamantes.

Os difratogramas obtidos para as amostras do tipo M1 e M2, sem (S/D) e com (C/D) adição de cristais de diamantes, sinterizadas sob tempo de 6 min ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 34 MPa) são apresentados na Figura 76. A amostra do tipo M1 C/D exibiu os mesmos resultados da M1 S/D, evidenciando que a presença dos cristais de diamantes na sinterização não interferiu no processo de nucleação e crescimento das fases metálicas. Já para a amostra do tipo M2 diamantada (M2 C/D), em comparação com sua mesma composição não diamantada (M2 S/D), apresentou a formação de CuSn, NiSn e Fe, além das já exibidas pela M2 S/D. Isso mostra que a presença do

ZrO₂ na sinterização possivelmente influenciou no processo de formação de compostos intermetálicos, ao contrário do B₄C.

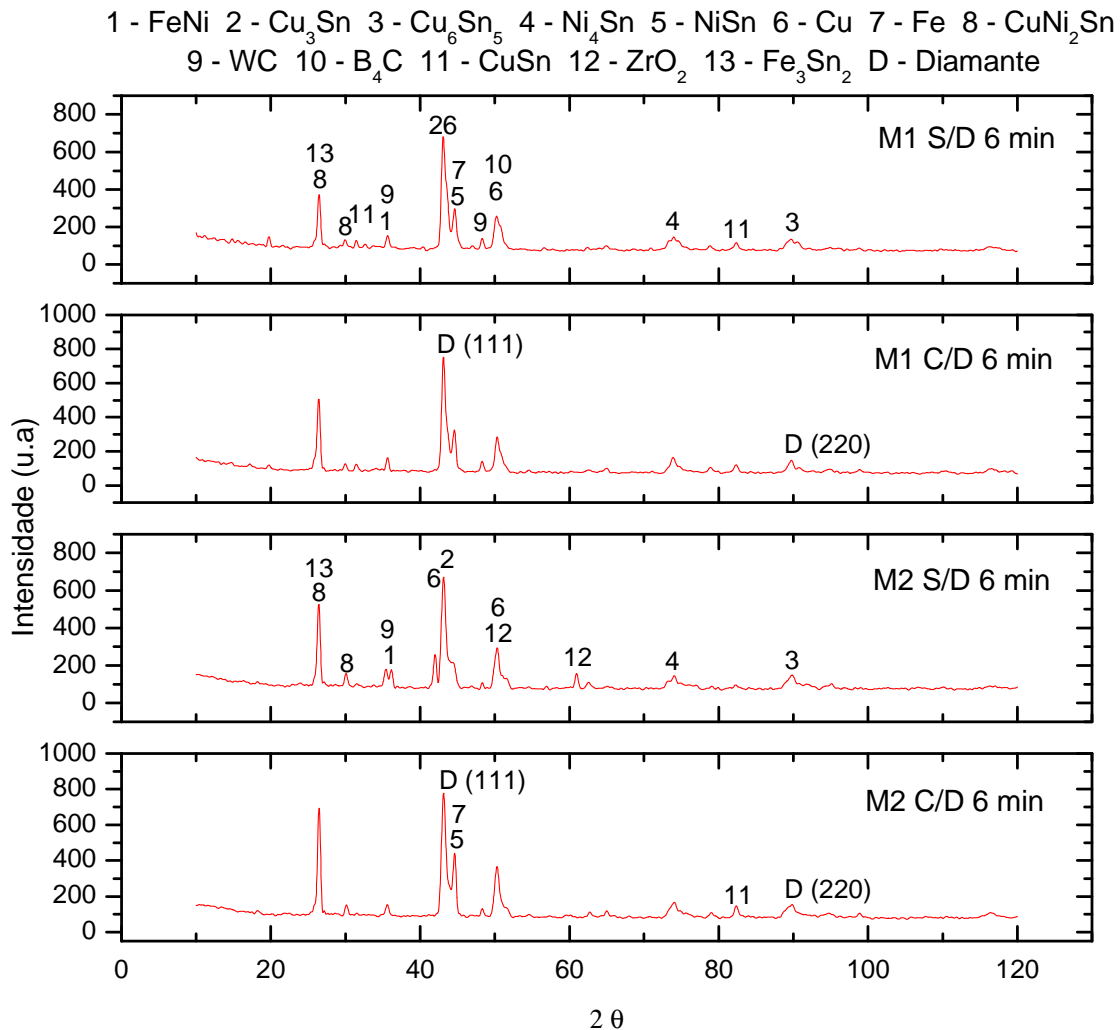


Figura 76. Difratogramas das amostras do tipo M1 e M2, sem (S/D) e com (C/D) adição de cristais de diamantes, sinterizadas sob tempo de 6 min (800 °C / 34 MPa).

Comparando os resultados entre os segmentos M1 e M2 (Figura 76), nota-se difratogramas bastante similares, a não ser pelas presenças de Fe e Fe₃Sn₂. Também para a amostra M2, sem adição de diamantes, não foi encontrado o composto NiSn, presente em todas as outras.

Os difratogramas da Figura 77 são para as amostras M1 e M2, diamantadas, sinterizadas com duração de 9 min (800 °C / 34 MPa). A amostra do tipo M2 apresentou, além dos compostos exibidos por M1, as fases CuNi₂Sn, Fe₃Sn₂ e CuFe. Assim como na sinterização sob tempo de 6 minutos, também para o

processo sob 9 min, foi observado que a presença de ZrO_2 na liga possivelmente favoreceu a formação de novos compostos intermetálicos.

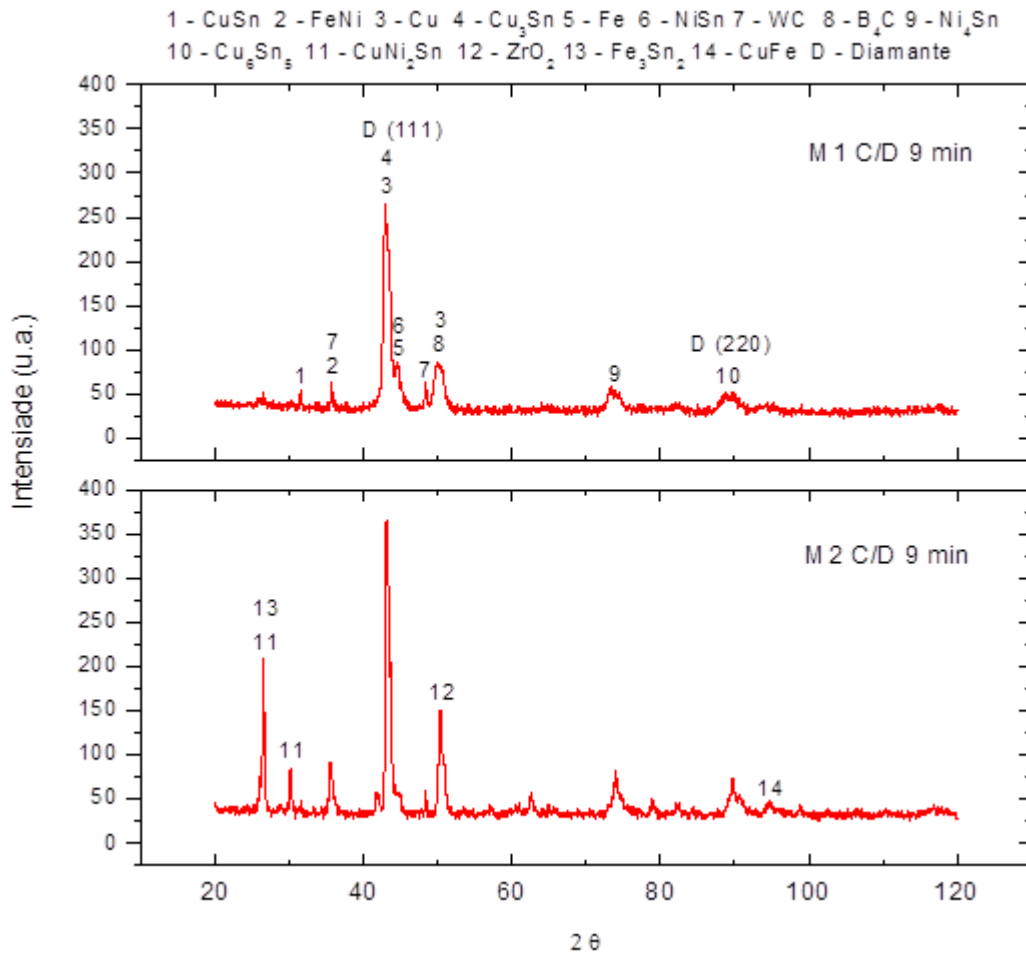


Figura 77. Difratoogramas das amostras do tipo M1 e M2, com adição de cristais de diamantes (C/D), sinterizadas sob tempo de 9 min ($800\text{ }^{\circ}C$ / 34 MPa).

Tanto para as sinterizações com duração de 6 minutos, quanto para 9 minutos, ambas sob $800\text{ }^{\circ}C$ e 34 MPa, os difratoogramas de raios X obtidos apresentaram resultados muito similares, sendo a única diferença a presença do composto CuFe no segmento M2 diamantado e sinterizado por 9 minutos (Figs. 76 e 77). Provavelmente esta similaridade tenha ocorrido devido às composições das amostras (M1 e M2), nos dois tempos de sinterização, não terem sofrido mudanças.

Para ambos os resultados (Figuras 76 e 77) não foram encontrados compostos à base de carbono, levando à conclusão de que durante o processo de sinterização não ocorreu grafitação dos cristais de diamantes. A constatação de não ocorrência de grafitação do diamante é de grande valor para a pesquisa

realizada, uma vez que a vida útil e eficiência de corte das ferramentas são bastante afetadas por sua presença (Wensheng *et al.*, 2012).

4.2.2 Análises Metalográficas

Na Figura 78 é mostrada a micrografia para uma amostra M1 sinterizada por 6 minutos ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 34 MPa).

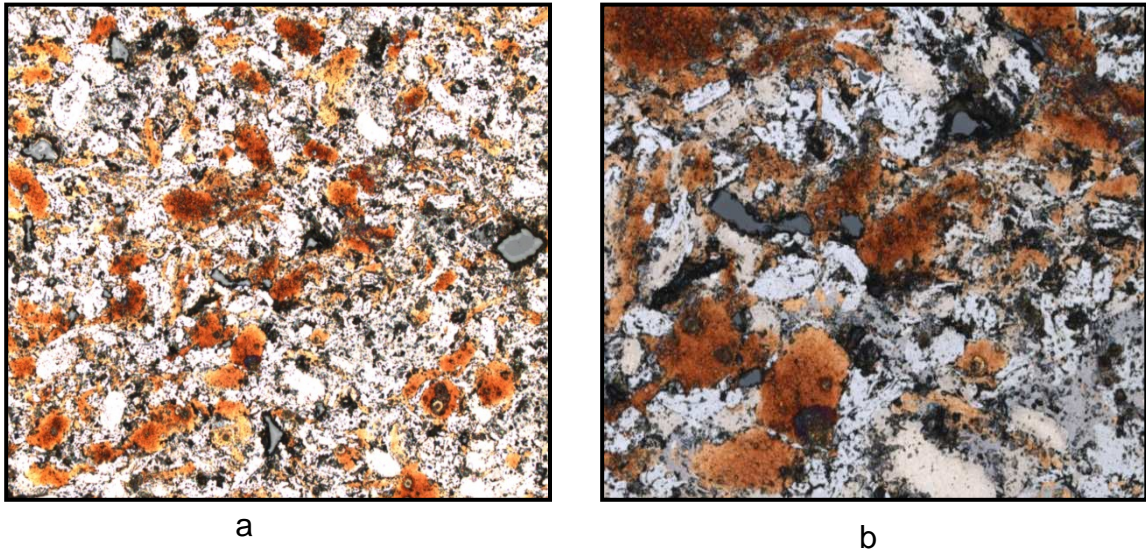


Figura 78. Micrografias de uma amostra do tipo M1 ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 6 min / 34 MPa) obtidas por microscopia confocal: a) 400x de aumento; b) 1000x de aumento.

O aspecto micrográfico da liga, com base na literatura (Almeida, 2012), revela uma fase à base de cobre (região de cor avermelhada) dispersa por toda amostra, formando solução sólida com o ferro. Já as regiões de cor cinza-escuro são compostas, provavelmente, por Fe e as de cor cinza-clara por Fe-Co.

Gorni (2001) apresentou o motivo da coexistência do Cu e do Fe como sendo os tamanhos próximos de seus raios atômicos, o que impossibilitaria a formação de compostos intermetálicos entre eles. Sob temperatura de $840\text{ }^{\circ}\text{C}$, a solubilidade máxima de cobre em ferro é de 2,4 %, assim a temperatura de sinterização a qual a liga foi submetida ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$) permitiria solubilidades menores que 2,4 %.

A adição de Sn e Ni ao Cu forma solução sólida sob o nível de temperatura de sinterização ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$). Adicionalmente, devido ao fato dos compostos Cu-Sn e CuNi apresentarem temperatura de fusão superior à utilizada na sinterização, estes não se fundem durante o processo. Portanto, as partículas de cobre se apresentam

quase totalmente embebidas na matriz ferrítica, sem se fundir, à exceção de Cu_3Sn e Cu_6Sn_5 (Zhang e Sandstrom, 2003).

Pacheco *et al.*, (2007) demonstraram que a não fusão do cobre é benéfica para a qualidade final do compósito, uma vez que o Cu fundido migra para os contornos de grão do Fe deixando a sua região de origem porosa. Essa região porosa causa redução da densificação do material prejudicando suas propriedades mecânicas para o corte.

Durante a prensagem no processo de sinterização a quente, as partículas de Cu sofrem deformações plásticas causando um estado de concentração de tensões sobre as soluções sólidas, resultando numa alta deformação e contribuindo com a força motriz de densificação (Del Villar *et al.*, 2001).

Almeida (2012) mostrou que os pontos pretos existentes numa liga de composição Ni-Fe-Cu-Sn-Co-WC são constituídos basicamente por Co e WC.

Para as amostras do tipo M2, sinterizadas sob tempo de 6 min, também houve predominância da fase à base Cu (região de coloração avermelhada) espalhada sobre uma matriz à base de Fe (Figura 79). O aspecto micrográfico de M2 foi muito semelhante a M1, uma vez que a diferença entre as duas baseia-se apenas na presença de B_4C ou ZrO_2 em proporção de 2% na mistura. Todas as observações feitas para a micrografia M1 (Figura 78) também são válidas para a M2.

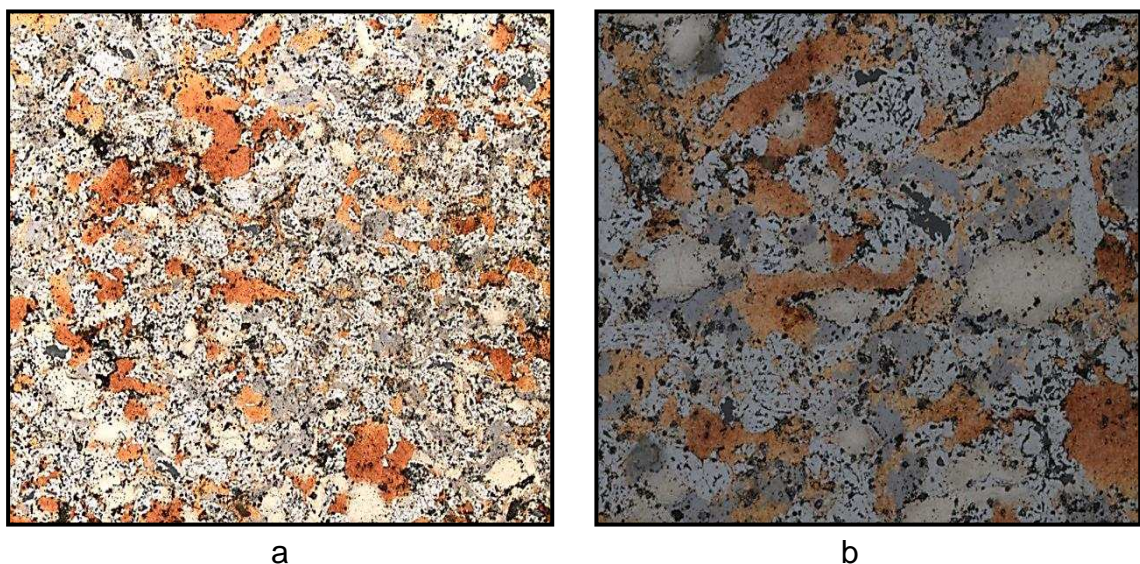


Figura 79. Micrografias de uma amostra do tipo M2 (800 °C / 6 min / 34 MPa) obtidas por microscopia confocal: a) 400x de aumento; b) 1000x de aumento.

As micrografias para os compósitos M1 e M2 (Figuras 80 e 81), sob sinterização de 9 minutos, apresentaram-se muito semelhantes a já mostradas.

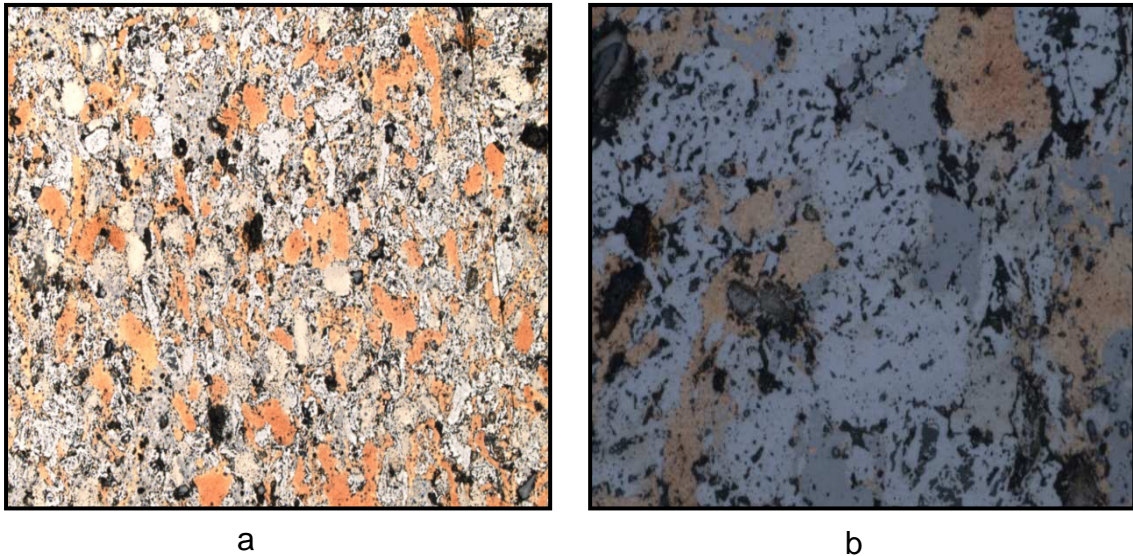


Figura 80. Micrografias de uma amostra do tipo M1 (800 °C / 9 min / 34 MPa) obtidas por microscopia confocal: a) 400x de aumento; b) 1200x de aumento.

A semelhança entre os aspectos micrográficos das amostras M1 e M2, sinterizadas sob tempos de 6 e 9 minutos, mostra que o prolongamento do processo de sinterização por mais 3 minutos não influenciou nas metalografias das ligas. A micrografia da Figura 81 apresenta a fase à base de cobre dispersa numa fase contínua à base de Fe (cor azul).

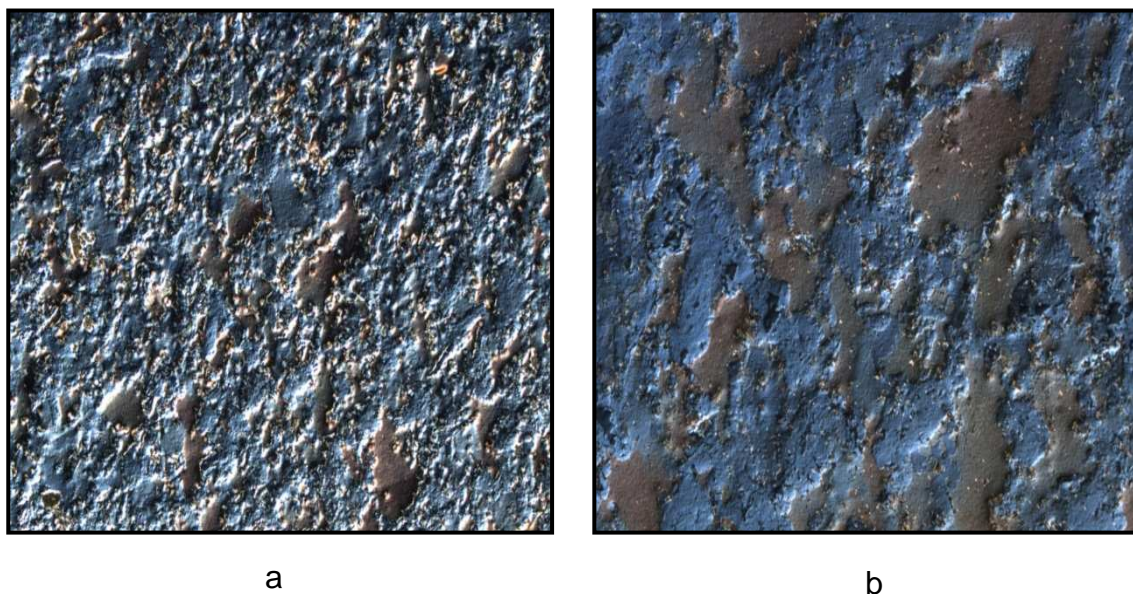


Figura 81. Micrografias de uma amostra do tipo M2 (800 °C / 9 min / 34 MPa) obtidas por microscopia confocal: a) 400x de aumento; b) 1200x de aumento.

4.2.3 Densidade e Porosidade

A Tabela 11 apresenta os resultados obtidos para seis segmentos, sinterizados sob a temperatura de 800 °C, 34 MPa de pressão de compactação e tempo de 6 minutos. Os dados apresentados nesta Tabela e representados graficamente na Figura 82 permitem fazer as seguintes observações:

- Tanto as amostras do tipo M1 quanto as do tipo M2, quando misturadas com diamantes, apresentaram uma pequena redução da percentagem de porosidade quando comparadas às mesmas sem adição dos cristais. A presença de cristais de diamantes pode ter influenciado positivamente na sinterização, diminuindo a quantidade de poros das amostras;
- Os compósitos diamantados do tipo M1, com ou sem adição de diamantes, apresentaram porosidade menor do que os de tipo M2;
- A variação de porosidade entre as amostras M1 e M2, tanto com ou sem diamantes, foi mais pronunciada do que a variação de densificação, a qual se apresentou muito pequena, podendo até ser considerada desprezível;
- A adição de cristais de diamantes à matriz proporcionou aumento de densificação da amostra do tipo M1 e diminuição da M2. Entretanto, essa variação foi tão baixa em valores percentuais que pode até ser considerada desprezível;
- Comparando os segmentos M1 e M2 diamantados, conclui-se que M1 apresentou maior valor de densificação e menor de porosidade. Assim, pode-se dizer que a composição M1 diamantada respondeu de forma mais eficiente à sinterização do que a composição M2;
- Os resultados do ensaio de Arquimedes mostraram que o segmento diamantado do tipo M1 responderia melhor aos processos de corte do que os do tipo M2, uma vez que quanto menor a presença de porosidade do material, maior seria sua resistência.

Tabela 11. Densidade, Porosidade e Densificação das primeiras amostras sinterizadas (sinterização: 800⁰C / 6 min / 34 MPa).

ρ_a – densidade aparente; ρ_t – densidade teórica.

Amostra		ρ_a (g/cm ³)	ρ_t (g/cm ³)	Porosidade (%)	Densificação (%)
M1 sem Diamantes	1	7,46	8,10	5,59	92,10
	2	7,55	8,10	4,32	93,21
	3	7,33	8,10	7,56	90,49
Média		7,45	8,10	5,82	91,98
Desvio		0,11	0	1,63	1,30
M2 sem Diamantes	1	7,89	8,42	17,83	93,71
	2	7,99	8,42	16,01	94,89
	3	7,71	8,42	22,16	91,57
Média		7,86	8,42	18,67	93,35
Desvio		0,14	0	3,16	1,67
M1 com Diamantes	1	5,86	6,20	2,38	94,52
	2	5,90	6,20	1,90	95,16
	3	5,94	6,20	2,77	95,81
Média		5,90	6,20	2,35	95,16
Desvio		0,04	0	0,44	0,58
M2 com Diamantes	1	5,95	6,34	9,93	93,85
	2	5,73	6,34	6,35	90,38
	3	5,83	6,34	9,82	91,96
Média		5,84	6,34	8,70	92,11
Desvio		0,11	0	2,04	1,69

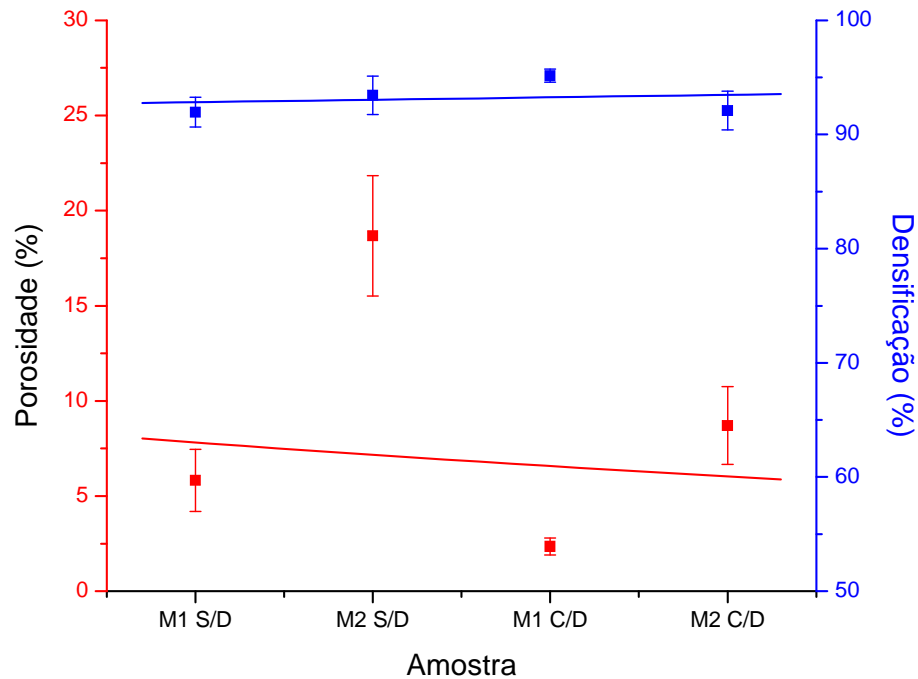


Figura 82. Comportamento da Porosidade x Densificação para os resultados da Tabela 11 (S/D - não diamantado; C/D - diamantado).

Os resultados mostraram que os parâmetros de sinterização utilizados não foram adequados para uma perfeita consolidação das misturas, uma vez que ficou claro que não se alcançou 100% de densificação em nenhum dos casos.

Assim, decidiu-se alterar o tempo de sinterização de 6 para 9 minutos. Mais sessenta amostras (todas diamantadas) foram produzidas para essa nova condição de sinterização (tempo de 9 minutos), com as mesmas composições de M1 e M2 e mantendo os outros parâmetros fixos (800° e 34 MPa). Todo o processo de produção dos primeiros compósitos foi repetido igualmente para a obtenção das novas amostras. Três segmentos de cada tipo (M1 e M2) foram destinados às medições com base em Arquimedes. Os novos resultados são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12. Densidade, Porosidade e Densificação das novas amostras sinterizadas (sinterização: 800 °C / 9 min / 34 MPa).

ρ_a – densidade aparente; ρ_t – densidade teórica.

Amostra		ρ_a (g/cm ³)	ρ_t (g/cm ³)	Porosidade (%)	Densificação (%)
M1 com Diamantes	1	6,31	6,20	2,89	101,77
	2	6,48	6,20	2,33	104,52
	3	6,26	6,20	3,49	100,97
Média		6,35	6,20	2,90	102,42
Desvio		0,11	0	0,57	1,86
M2 com Diamantes	1	6,30	6,34	11,63	99,42
	2	6,33	6,34	7,17	99,92
	3	6,30	6,34	11,51	99,37
Média		6,31	6,34	10,10	99,58
Desvio		0,017	0	2,54	0,30

Com base na Tabela 12 e na Figura 83, as seguintes observações podem ser feitas:

- Os valores de densificação, sob o novo tempo de sinterização, tenderam ao nível ideal de 100%, provando o sucesso da produção dos compósitos diamantados M1 e M2 sob um maior tempo de processo (9 minutos);
- O compósito M1 se mostrou menos poroso do que o tipo M2. Já as densificações em valores percentuais, para ambos, foram praticamente iguais;
- Também para a sinterização sob tempo de 9 min, os cálculos demonstraram que o compósito M1 apresenta melhores resultados do que o M2 a fim de ser utilizado como segmento de corte de serras circulares, pois M1 apresenta menor porosidade.

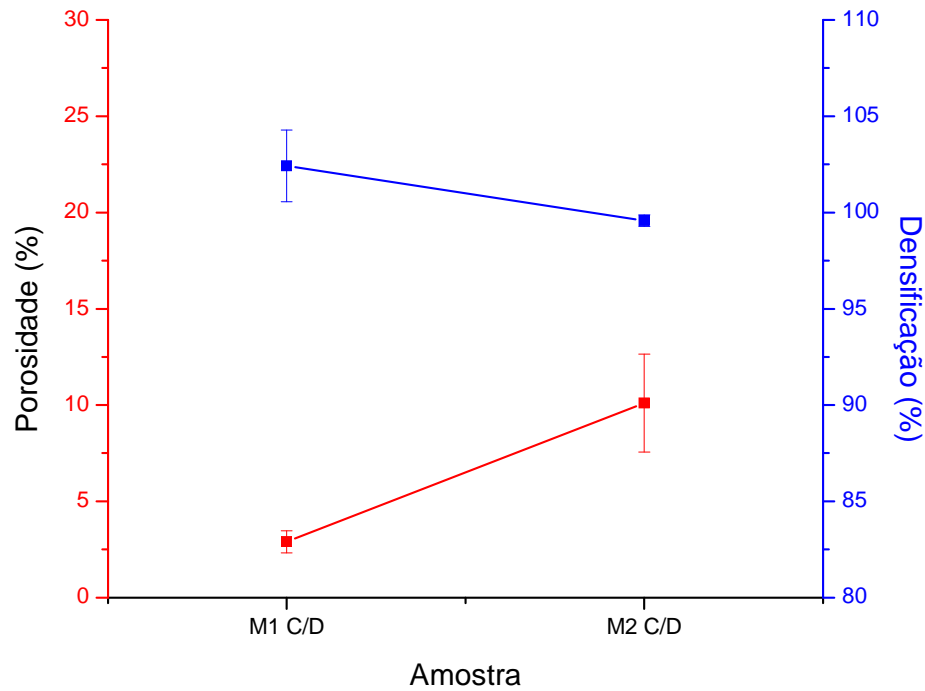


Figura 83. Comportamento da Porosidade x Densificação para os resultados da Tabela 11.

Na Figura 84 todos os resultados de porosidade e densificação obtidos para os segmentos diamantados M1 e M2, nas sinterizações tanto de 6 como de 9 minutos, são apresentados graficamente. Nela é possível notar que a densificação aumentou consideravelmente para ambos os compósitos quando se aumentou o tempo de processo, entretanto, a porosidade também aumentou. Essa elevação da porcentagem de porosidade com aumento de densificação vai de encontro aos resultados esperados, que seriam justamente o contrário.

O compósito M1 se apresentou menos poroso e mais denso, quando comparado com M2, tanto para o tempo de sinterização de 6 min como para o de 9 minutos (Figura 84).

Os dados da Tabela 12 e o gráfico da Figura 84 evidenciam a melhora dos resultados alcançados com o novo tempo de sinterização (9 min) uma vez que para todas as amostras, sem exceção, houve um aumento da porcentagem de densificação em comparação aos segmentos produzidos no processo de 6 minutos.

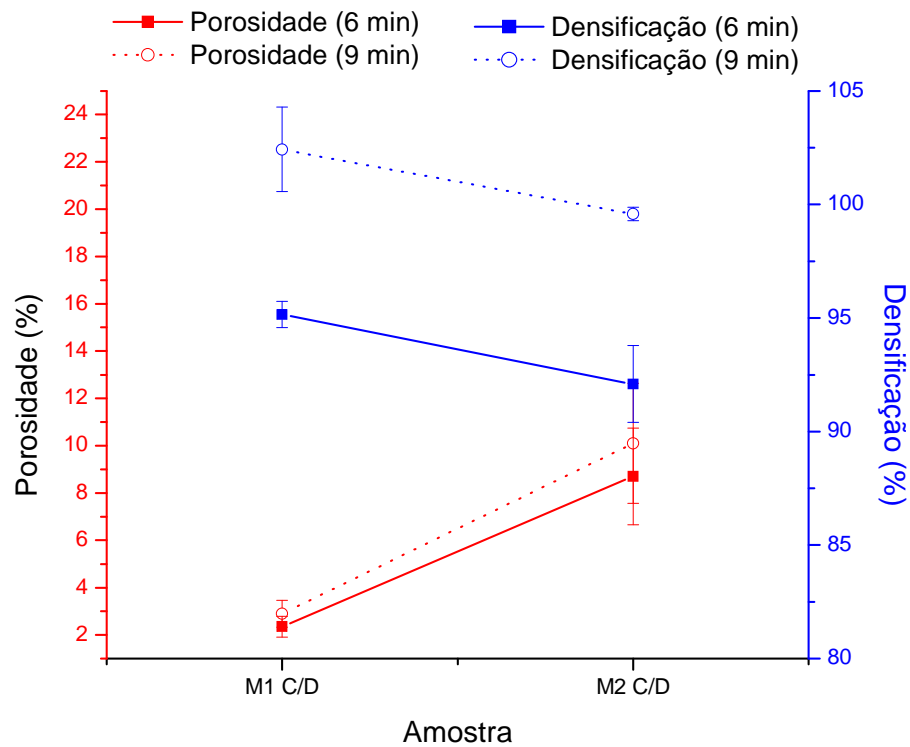


Figura 84. Porosidade x Densificação para os segmentos M1 e M2 sinterizados por 6 e 9 minutos (800 °C e 34 MPa).

4.2.4 Porosimetria por intrusão de Mercúrio

Na Tabela 13 são apresentados os resultados obtidos nos ensaios, além dos valores de uma amostra comercial do tipo DIABASE- V18 (Fritsch, 2013).

Tabela 13. Resultados do ensaio de porosimetria para amostras M1, M2 e Comercial, diamantadas e sinterizadas (800 °C / 9 min / 34 MPa).

ρ_a – densidade aparente

Amostra	ρ_a (g/cm ³)	Porosidade (%)	Quantidade de Poros (m ² /g)
M1	8,57	2,94	0,001
M2	8,55	24,97	0,003
Comercial	8,11	2,13	-

Comparando os resultados da Tabela 13 com a Tabela 12, é possível observar que o valor de porosidade obtido para a amostra M1, por Arquimedes, é o

único valor que ficou próximo dos resultados de porosimetria por intrusão de mercúrio.

Assim como no método de Arquimedes, a amostra do tipo M2 apresentou porosidade bem superior a M1 (Tabela 13). Isso mostra que os resultados finais de sinterização para as amostras M2 não foram tão eficientes quanto para M1. Essa maior porosidade no produto final prejudica a eficiência de corte da ferramenta além de sua vida útil e pode ser explicada pela maior quantidade de poros presentes ($0,003 \text{ m}^2/\text{g}$).

Os resultados de densidade aparente, para ambas as amostras, sob condições de maior tempo de sinterização (9 minutos), apresentaram valores compatíveis com os do segmento comercial (Tabela 13).

Na Figura 85 é apresentada a distribuição de tamanhos de poros para a amostra do tipo M1 diamantada e sinterizada ($800 \text{ }^\circ\text{C}$ / 9 min / 34 MPa). O gráfico relaciona o tamanho dos poros com o diferencial de intrusão. A margem de diâmetros de poros mapeada foi de 3,7 a $8,0 \mu\text{m}$.

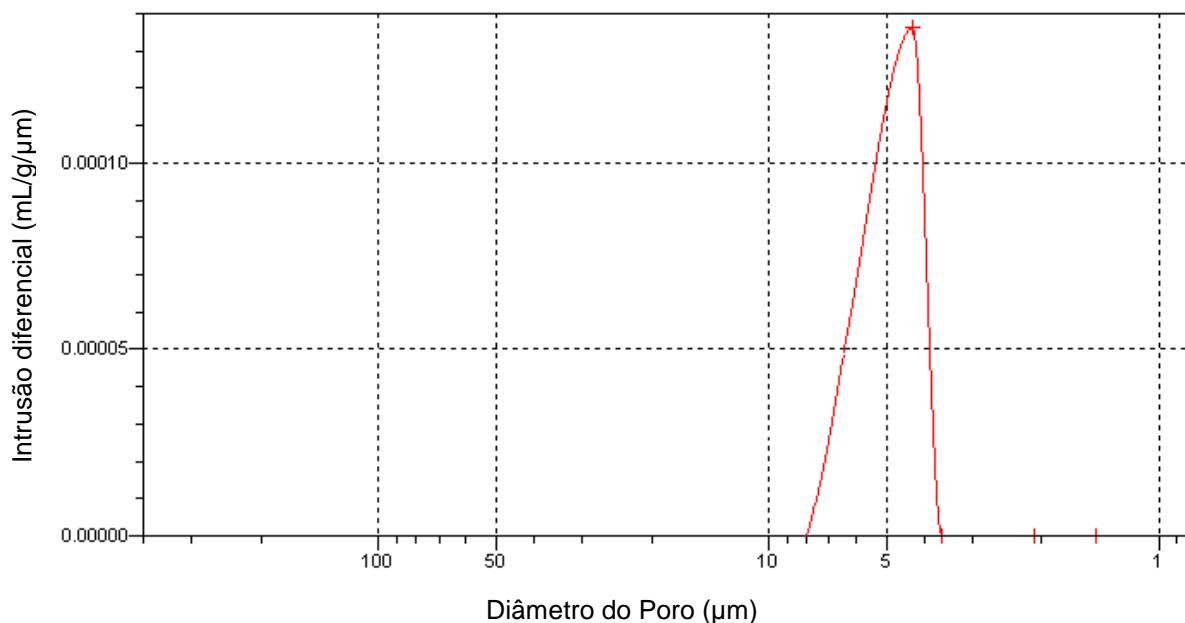


Figura 85. Intrusão incremental de mercúrio em função dos diâmetros dos poros da amostra M1 diamantada e sinterizada ($800 \text{ }^\circ\text{C}$ / 9 min / 34 MPa).

Já o segmento do tipo M2 apresentou diâmetros de poros entre $0,5$ e $1,5 \mu\text{m}$ (Figura 86), resultado bem inferior ao da amostra M1. Entretanto, M2 apesar de possuir um tamanho menor de poros, apresentou porosidade bem maior do que M1

(Tabela 13). Isso provavelmente ocorreu devido à área total de poros no segmento M2 ser maior (três vezes) do que em M1, de acordo com os resultados da Tabela 13.

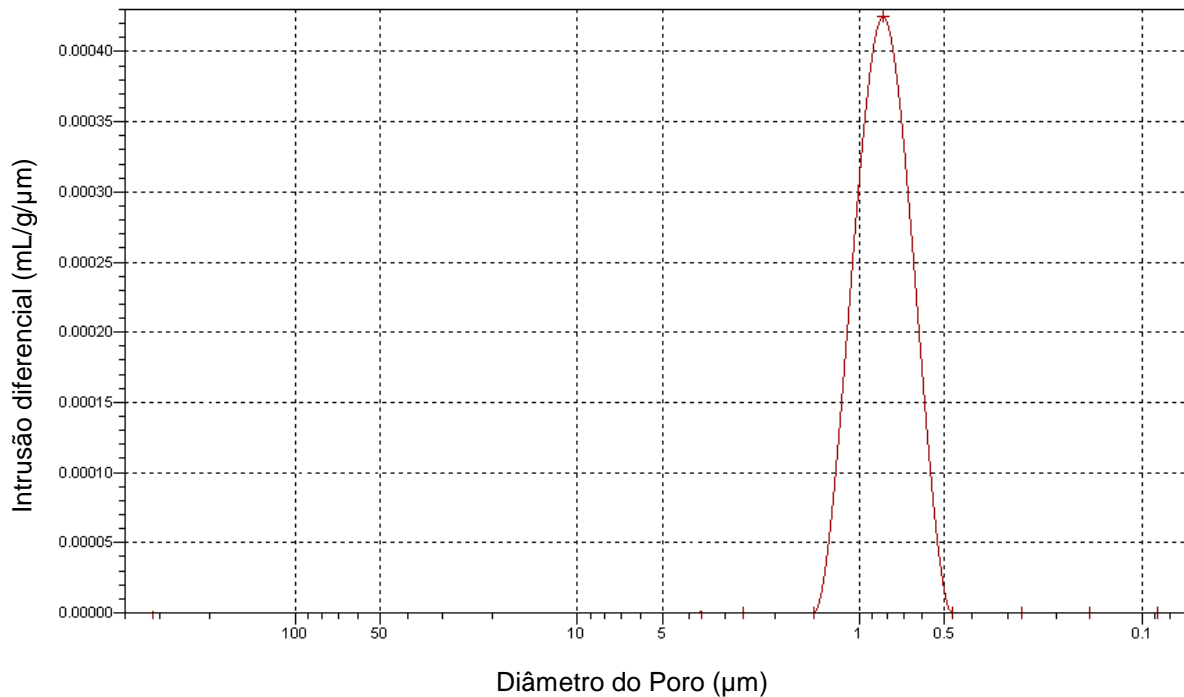


Figura 86. Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da amostra M2 diamantada e sinterizada (800 °C / 9 min / 34 MPa).

4.2.5 Análise Termogravimétrica

As amostras M1 e M2, com adição de diamantes e sinterizadas sob tempo de 9 minutos (800 °C / 34 MPa), foram submetidas a análises termogravimétricas sob o range de temperatura de 20 a 750 °C. O range foi escolhido dentro da temperatura de trabalho da ferramenta de corte (400 °C).

O segmento do tipo M1 (Figura 87) apresentou estabilidade térmica em todo o ensaio.

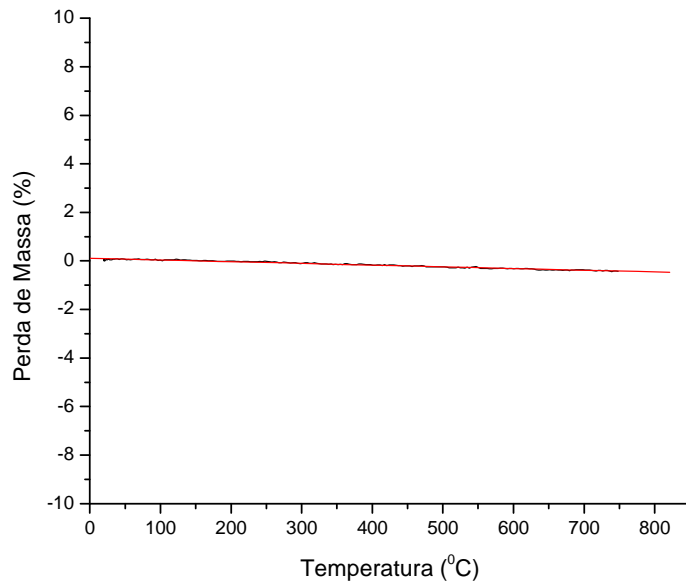


Figura 87. Termogravimetria da amostra M1 diamantada (800 °C / 9 min / 34 MPa).

O segmento do tipo M2 apresentou resultado muito semelhante a M1 (Figura 88).

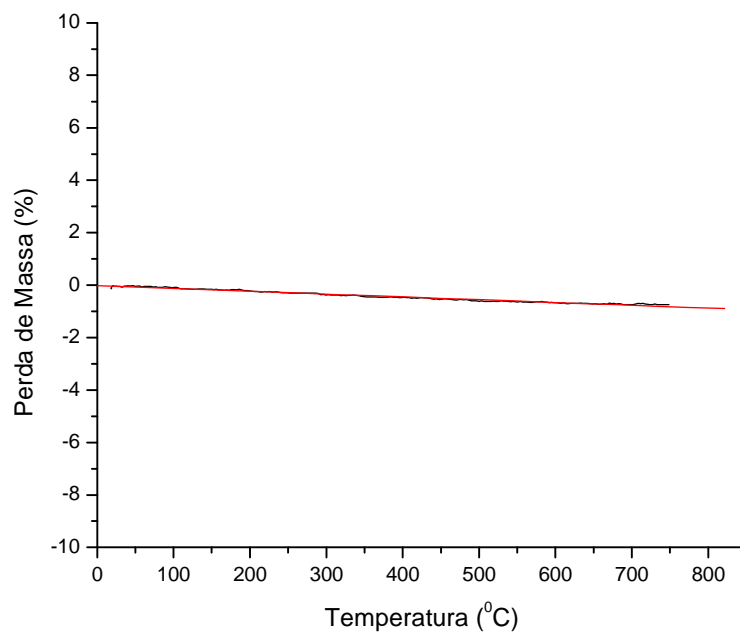


Figura 88. Termogravimetria da amostra M2 diamantada (800 °C / 9 min / 34 MPa).

A não exibição de uma estabilidade térmica, no que se refere à perda de massa, resulta em diminuição da vida útil da ferramenta durante o trabalho de corte. Assim, pode-se concluir que, de acordo com os resultados apresentados, os

segmentos obtidos pela presente pesquisa apresentaram excelente performance no que se refere a propriedade mencionada.

4.3 ENSAIOS MECÂNICOS

4.3.1 Dureza Vickers

Os resultados de dureza, para a primeira sinterização (800 °C / 6 min / 34 MPa), são mostrados na Tabela 14. O ensaio foi realizado para uma amostra M1 sem a presença de diamantes. Conforme descrito na metodologia, o durômetro utilizado permitiu a medição direta dos valores de interesse.

Os pontos medidos, para todos os ensaios de dureza realizados pela pesquisa, foram selecionados de acordo com os apresentados na metodologia. Os ensaios foram realizados em dez pontos ao longo da direção longitudinal e cinco pontos ao longo da direção transversal da amostra, sendo esta última direção executada em três regiões diferentes.

Os valores médios, para cada direção ensaiada, se apresentaram bem próximos. Também para cada direção, foram observadas algumas discrepâncias de valores, em virtude de medições realizadas em regiões as quais tenham formado fases com valor de Dureza diferentes do restante da matriz.

Tabela 14. Dureza da amostra M1, sem adição de diamantes (800 °C / 6 min / 34 MPa).

Dureza Vickers (HV)				
Pontos	Longitudinal	Transversal 1	Transversal 2	Transversal 3
1	153	139	152	148
2	161	145	142	153
3	155	155	155	146
4	142	136	154	147
5	155	136	148	151
6	150	-	-	-
7	157	-	-	-
8	151	-	-	-
9	151	-	-	-
10	152	-	-	-
Média	153	142,2	150,2	149
Desvio	12	8,04	5,31	2,91

As novas fases que podem ter surgido em cada região, provavelmente originaram-se tanto por diferenças de composição como por gradientes de temperatura na amostra durante a sinterização.

A Figura 89 mostra, graficamente, os dados obtidos nos ensaios de dureza apresentados na Tabela 14.

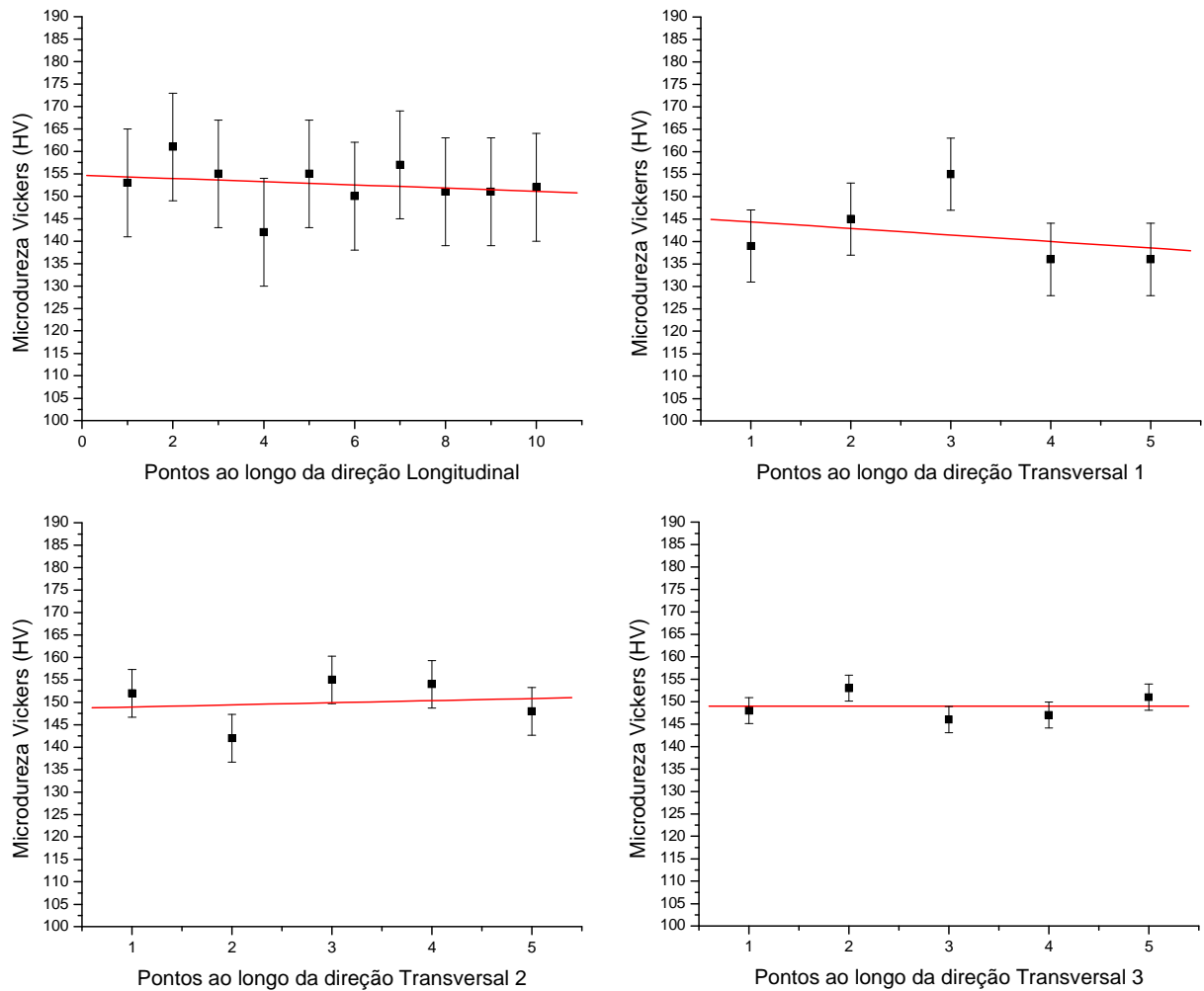


Figura 89. Gráficos de dureza para amostra do tipo M1, sem adição de diamantes ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 6 min / 34 MPa).

Os resultados dos ensaios das amostras do tipo M2 ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 6 min / 34 MPa) são apresentados na Tabela 15. As médias dos resultados, diferente da amostra M1 (Tabela 15), ficaram mais distantes umas em relação às outras (dependendo da região da amostra ensaiada). Os valores da Tabela 15 são representados graficamente pela Figura 90.

Tabela 15. Dureza da amostra M2, sem adição de diamantes (800 °C / 6 min / 34 MPa).

Dureza Vickers (HV)				
Pontos	Direções			
	Longitudinal	Transversal 1	Transversal 2	Transversal 3
1	161	155	171	188
2	162	158	155	179
3	158	151	163	181
4	151	162	179	186
5	169	158	165	176
6	156	-	-	-
7	155	-	-	-
8	159	-	-	-
9	172	-	-	-
10	170	-	-	-
Média	161	156,8	166,6	182
Desvio	8	4,08	8,98	4,94

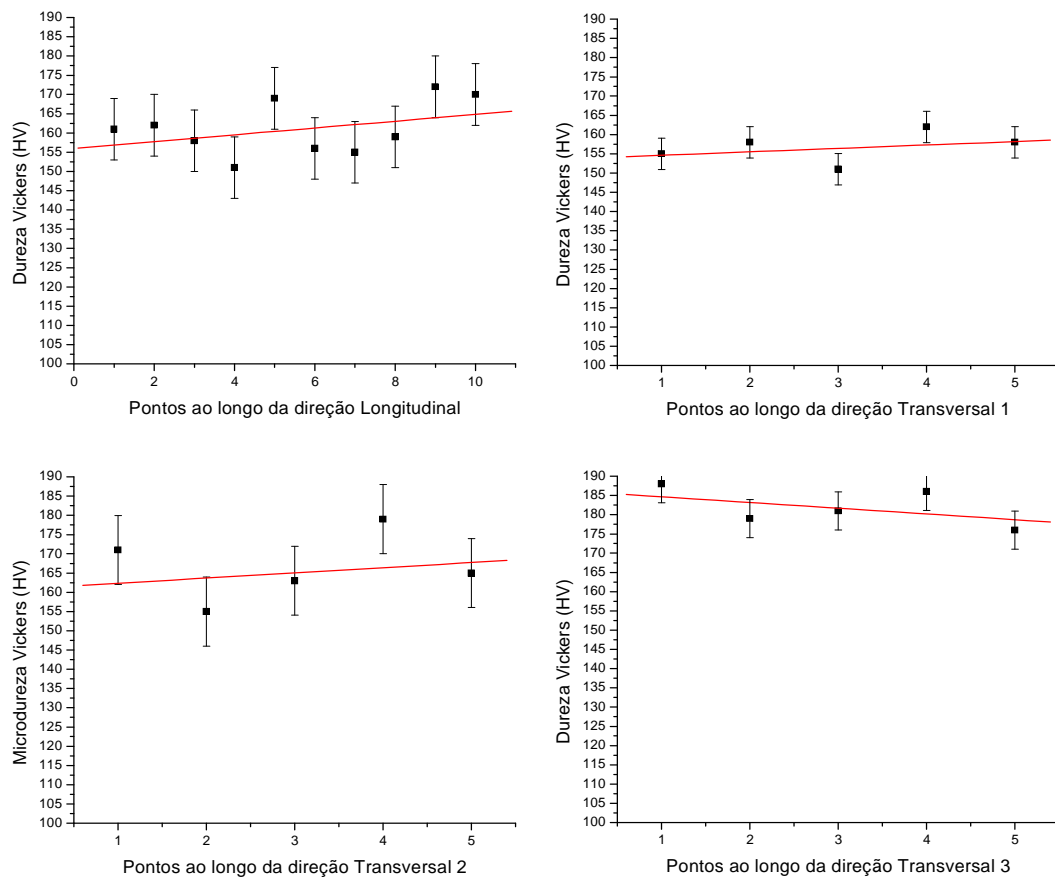


Figura 90. Gráficos de dureza para amostra do tipo M2, sem adição de diamantes (800 °C / 6 min / 34 MPa).

Também para a amostra M2 foram observados, para cada direção ensaiada, desvios de medições. Esses desvios podem ter sido causados pelas mesmas razões mencionadas anteriormente para a amostra do tipo M1.

Comparando as Tabelas 14 e 15, pode-se concluir que a amostra do tipo M2 apresenta valores médios de dureza superiores aos da amostra M1. Assim, pode-se dizer que a adição de ZrO_2 à liga em lugar do B_4C , permite a produção de um material mais duro, seja devido a uma melhor consolidação dos pós durante o processo de sinterização ou por formação de fases microestruturais de dureza superior.

A Figura 91 apresenta a superposição dos gráficos de dureza para as amostras do tipo M1 e M2, medidas na direção longitudinal e transversal (1, 2 e 3) das amostras, ambas sinterizadas sem adição de diamantes e sob os mesmos parâmetros ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 6 min / 34 MPa). Esta comparação é válida uma vez que as direções ensaiadas localizaram-se nas mesmas regiões das amostras M1 e M2.

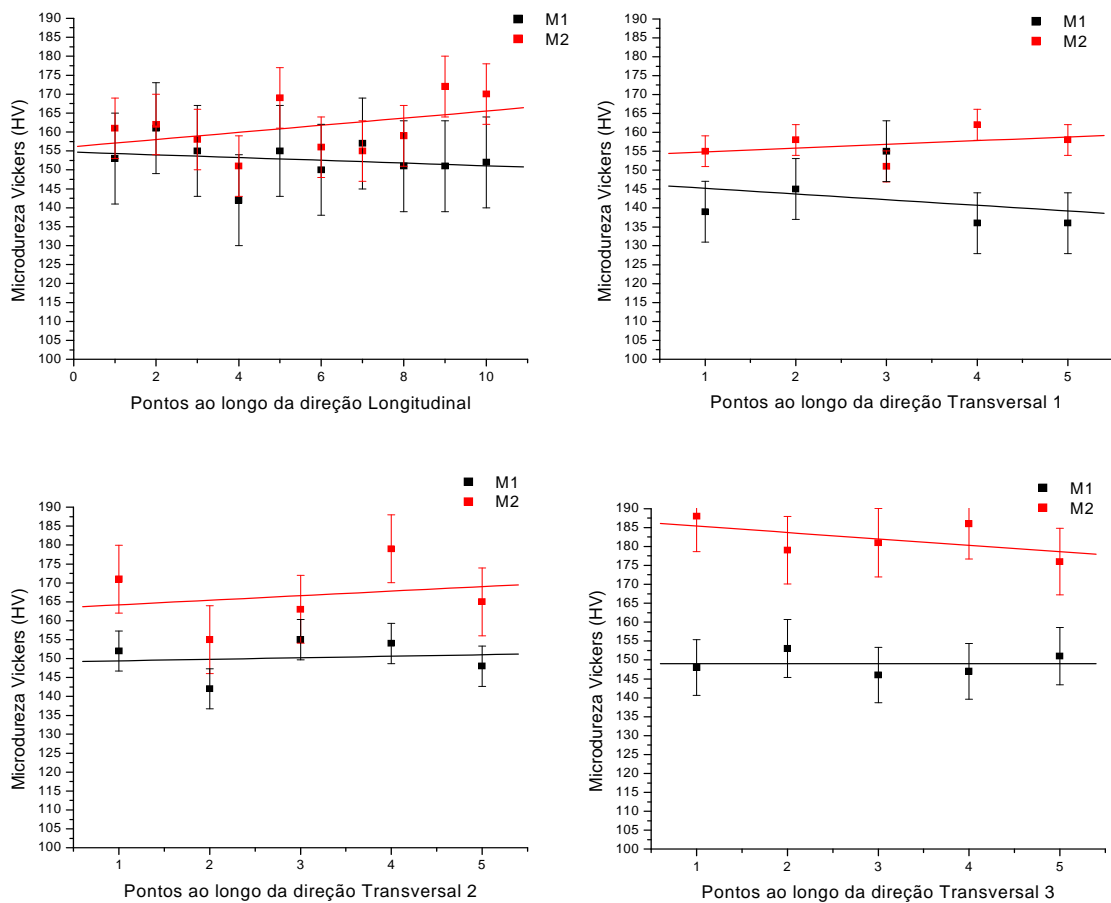


Figura 91. Comparação dos ensaios de dureza para as amostras M1 e M2, sem adição de diamantes ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 6 min / 34 MPa).

Para todos os ensaios (Figura 91), os valores de dureza da amostra M2 se apresentaram superiores aos de M1. Esse aumento na dureza da amostra M2, em comparação a M1, não era esperado uma vez que o ZrO_2 possui dureza de 900 MPa HV (Morks e Kobayashi, 2008) e o B_4C 45 GPa HV (Mukhanov, *et al.*, 2002). Entretanto, é possível observar que esse aumento não foi muito pronunciável. Provavelmente, a pouca alteração tenha ocorrido devido à baixa concentração de ZrO_2 na liga (2%). Também é provável que o ZrO_2 tenha reagido mais com os outros compostos que o B_4C durante o processo de sinterização.

Analisando os resultados de raios X (Figura 76) para as amostras M1 e M2, sem adição de diamantes e sinterizadas sob as mesmas condições de sinterização ($800\text{ }^\circ\text{C}$ / 6 min / 34 MPa), pode-se concluir que devido à composição M2 ter evitado o surgimento da fase CuSn, essa nova situação pode ter ajudado a elevar o valor médio de dureza nos ensaios, uma vez que composto CuSn apresenta níveis de dureza relativamente menores quando comparados aos da matriz.

Askeland (1996) mostrou que a ocorrência de deformação plástica do material pode ser identificada pela morfologia da indentação (Figura 92).

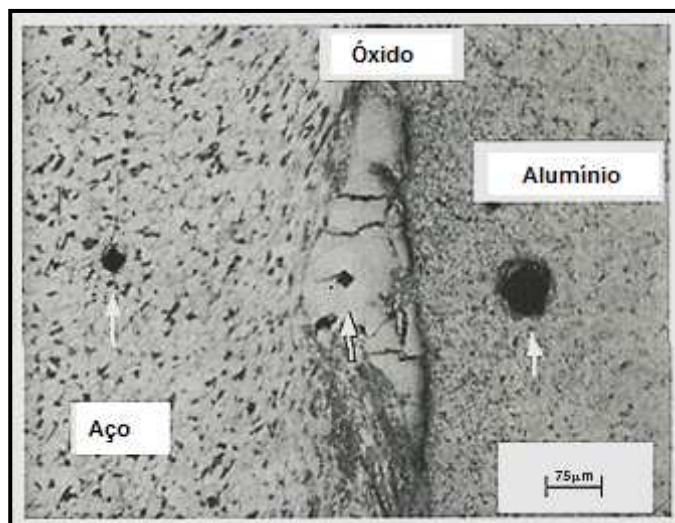


Figura 92. Impressões para dureza Vickers (200x) (adaptado de Askeland, 1996).

A Figura 92 apresenta ensaios de dureza Vickers para uma chapa produzida por explosão do aço com alumínio, onde se observa que, devido à maior ductilidade do alumínio, as arestas da impressão formada pelo indentador do equipamento apresentam-se deformadas quando comparadas às do aço e do óxido.

Também é observado que durezas maiores resultam em impressões menores, como se pode constatar em escala crescente de tamanho do óxido

(material mais duro) para o alumínio (material mais dúctil), passando pelo aço (material de dureza intermediária) (Figura 92).

As micrografias dos ensaios de dureza para a amostra do tipo M1 (Figura 93) mostraram impressões com as arestas bastante definidas. Isso indica que praticamente não ocorreu deformação plástica do material durante a penetração do indentador. Essa ausência de deformação plástica é típica dos materiais de alta dureza (Askeland, 1996).

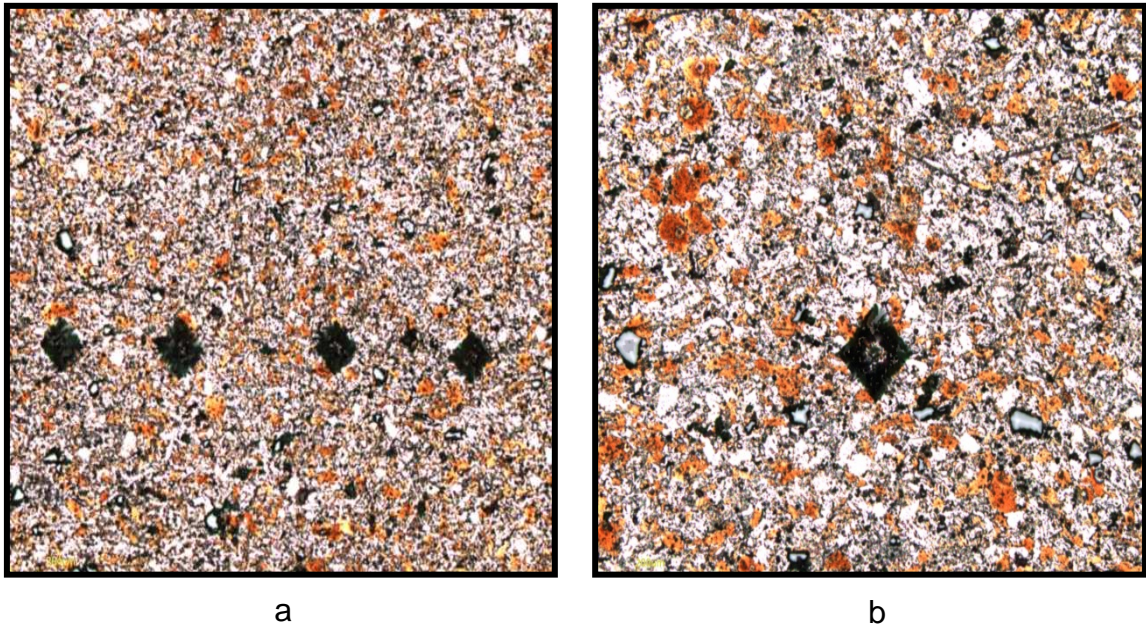


Figura 93. Micrografias obtidas por microscopia confocal de uma amostra do tipo M1 (sem adição de diamantes) (800°C / 6 min / 34 MPa): a) 200x e b) 400x.

A Figura 94 apresenta o ensaio na amostra do tipo M2, onde é possível observar a impressão formada. Assim como para M1, não foram observadas deformações plásticas.

Os valores médios de dureza se mostraram abaixo dos obtidos em ligas comerciais, como a Cobalite HDR, a qual apresenta dureza de 322 HV para sinterizações entre 750 e 800°C (Clark e Kamphuis, 2002). Portanto, foi decidido aumentar o tempo de sinterização de 6 para 9 minutos mantendo os outros parâmetros constantes.

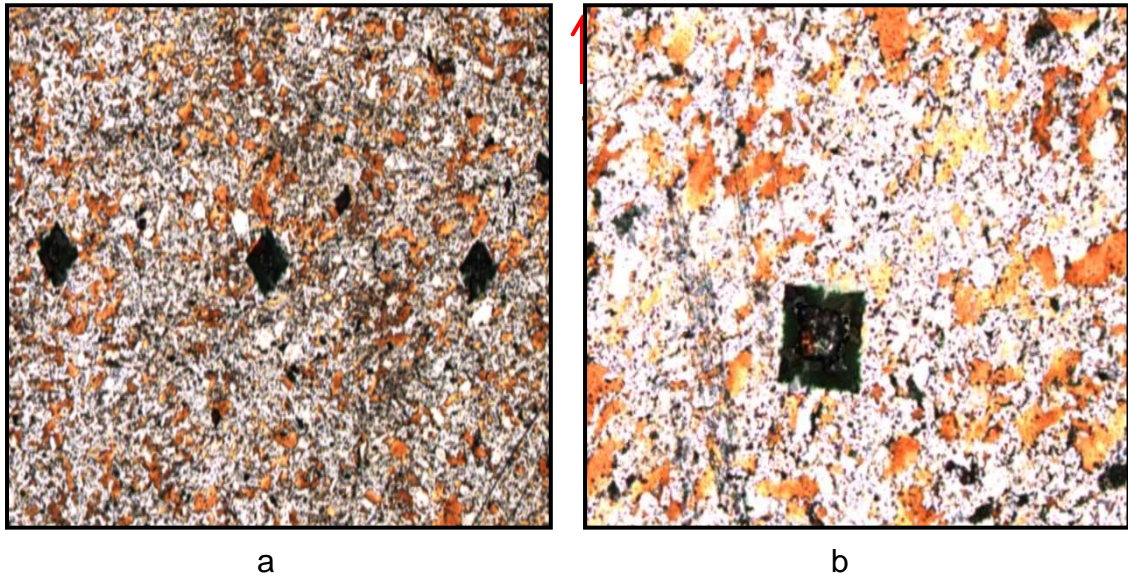


Figura 94. Micrografia obtida por microscopia confocal de uma amostra do tipo M2 (sem adição de diamantes) (800°C / 6 min / 34 MPa): a) 200x e b) 400x.

A Tabela 16 apresenta os valores do ensaio de dureza obtidos para uma amostra do tipo M1 sinterizada sob o tempo de 9 minutos.

Tabela 16. Dureza da amostra tipo M1 diamantada (800°C / 9 min / 34 MPa).

Dureza Vickers (HV)				
Pontos	Longitudinal	Transversal 1	Transversal 2	Trasnsversal 3
1	280	254	277	269
2	283	287	277	273
3	278	285	276	270
4	280	283	290	275
5	280	287	271	270
6	277	-	-	-
7	279	-	-	-
8	277	-	-	-
9	281	-	-	-
10	283	-	-	-
Média	280	279,2	278,2	271,4
Desvio	4	14,19	7,4	2,5

Na Figura 95 são mostrados os gráficos para os valores apresentados na Tabela 16. Os valores também apresentaram desvios demonstrando que embora tenha havido um processo de melhor consolidação do material durante o processo

de sinterização, variações de dureza ao longo das direções longitudinal e transversal da amostra M1, sob as novas condições de sinterização, também se fizeram presentes.

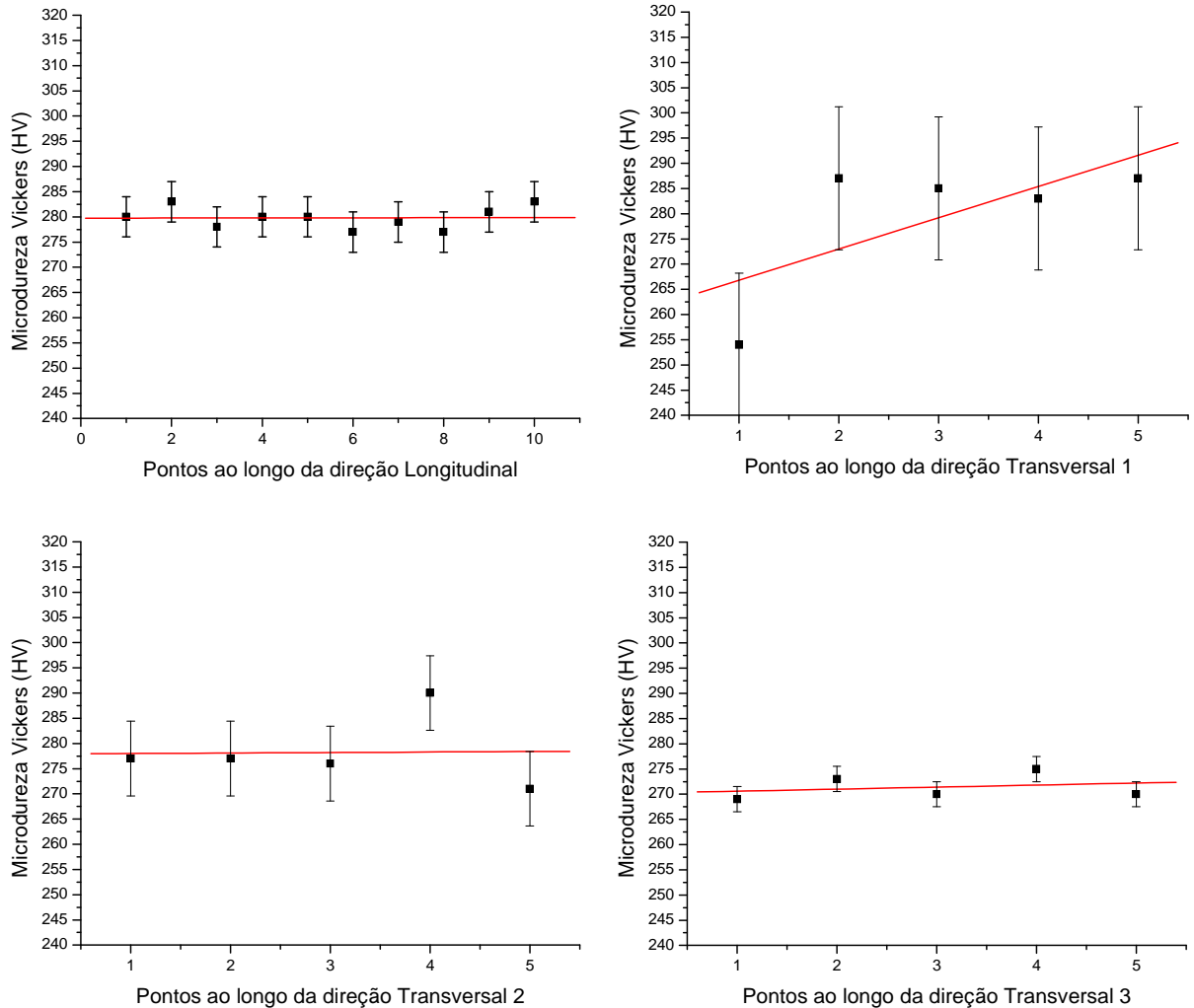


Figura 95. Representações gráficas de dureza para amostra M1, com adição de diamantes (800 °C / 9 min / 34 MPa).

Uma amostra do tipo M2, com adição de diamantes, também foi submetida ao ensaio de dureza Vickers sob o novo tempo de sinterização (9 min). Seus resultados são mostrados na Tabela 17 e Figura 96.

Tabela 17. Dureza medida na amostra tipo M2, com adição de diamantes (800 °C / 9 min / 34 MPa).

Dureza Vickers (HV)				
Pontos	Longitudinal	Transversal 1	Transversal 2	Transversal 3
1	279	276	298	288
2	296	288	285	292
3	296	289	285	293
4	294	287	288	293
5	297	279	289	295
6	295	-	-	-
7	289	-	-	-
8	294	-	-	-
9	292	-	-	-
10	290	-	-	-
Média	292	283,8	289	292,2
Desvio	6,00	5,89	5,33	2,59

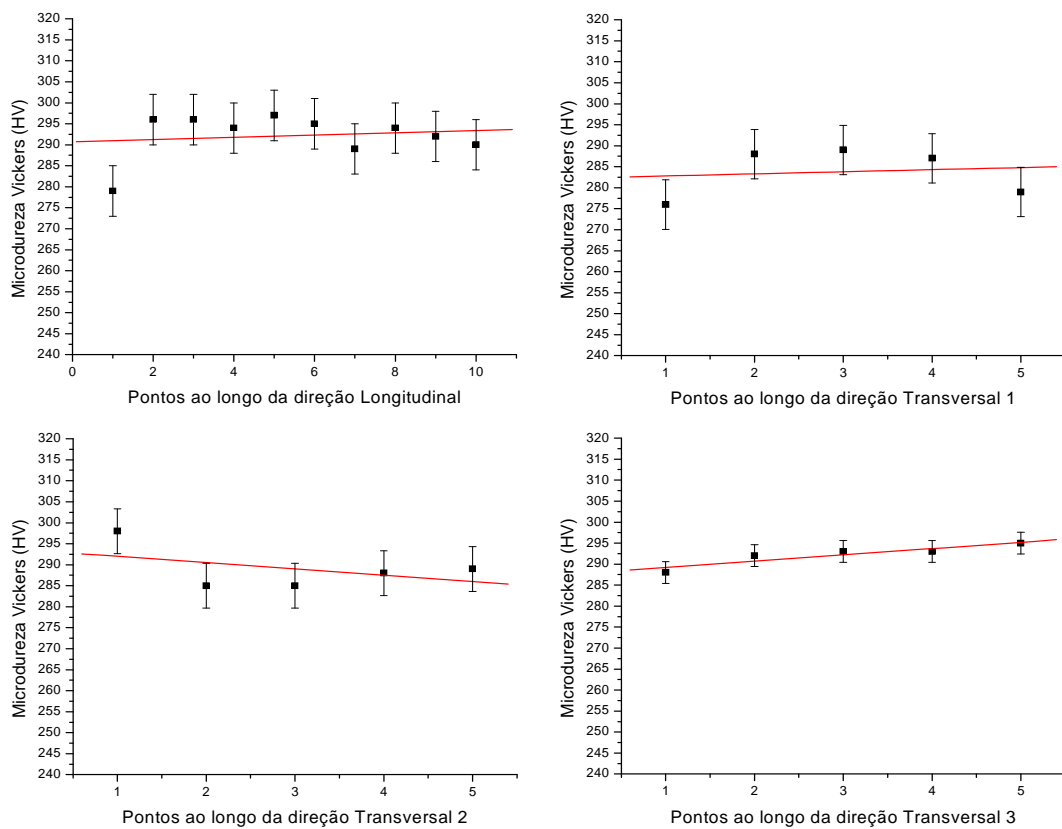


Figura 96. Gráficos de dureza para amostra do tipo M2, com adição de diamantes (800 °C/ 9 min / 34 MPa).

Assim como ocorreu para a amostra do tipo M1, a amostra M2 quando foi submetida a um maior tempo de sinterização (9 min), também apresentou um considerável aumento dos valores médios de dureza (tabelas 15 e 17). Já comparando a Tabela 16 com a Tabela 17, pode-se concluir que M2 apresentou maior valor de dureza quando comparada com M1.

As discrepâncias nos valores medidos também são explicadas pelos mesmos motivos mencionados anteriormente para a sinterização sob tempo de 6 minutos.

Comparando as amostras M1 e M2, sob um maior tempo de sinterização (Figura 97), conclui-se que assim como para a duração de 6 minutos, os segmentos M2 apresentaram dureza maior do que M1. Os motivos desse aumento são os mesmos já descritos.

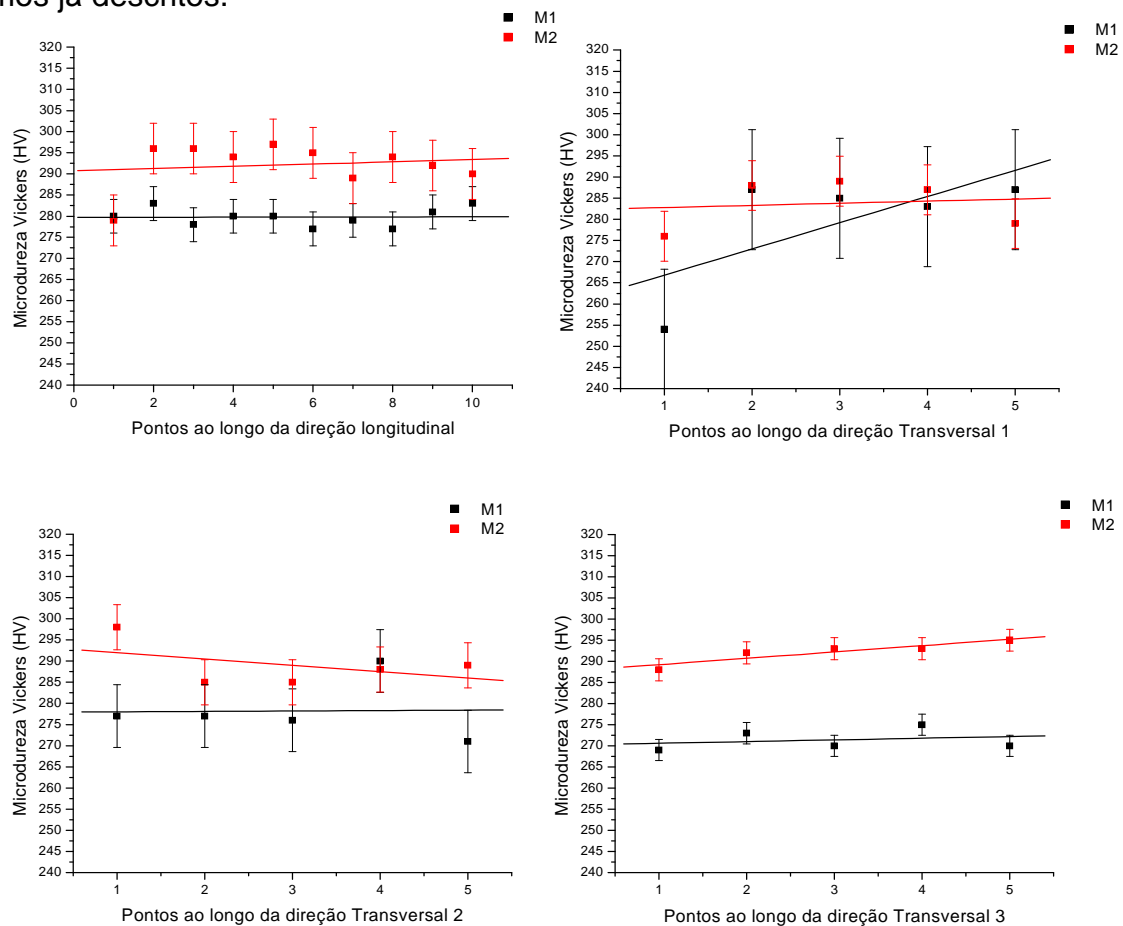


Figura 97. Comparação dos ensaios de dureza para as amostras M1 e M2, com adição de diamantes (800°C / 9 min / 34 MPa).

As micrografias das impressões do ensaio de dureza para os segmentos M1 e M2, com adição de diamantes e sinterizados sob maior tempo (9 min), são apresentadas nas Figuras 98 e 99.



Figura 98. Impressão do ensaio de dureza Vickers para uma amostra do tipo M1, com adição de diamantes (800 °C/ 9 min / 34 MPa) (1000x).

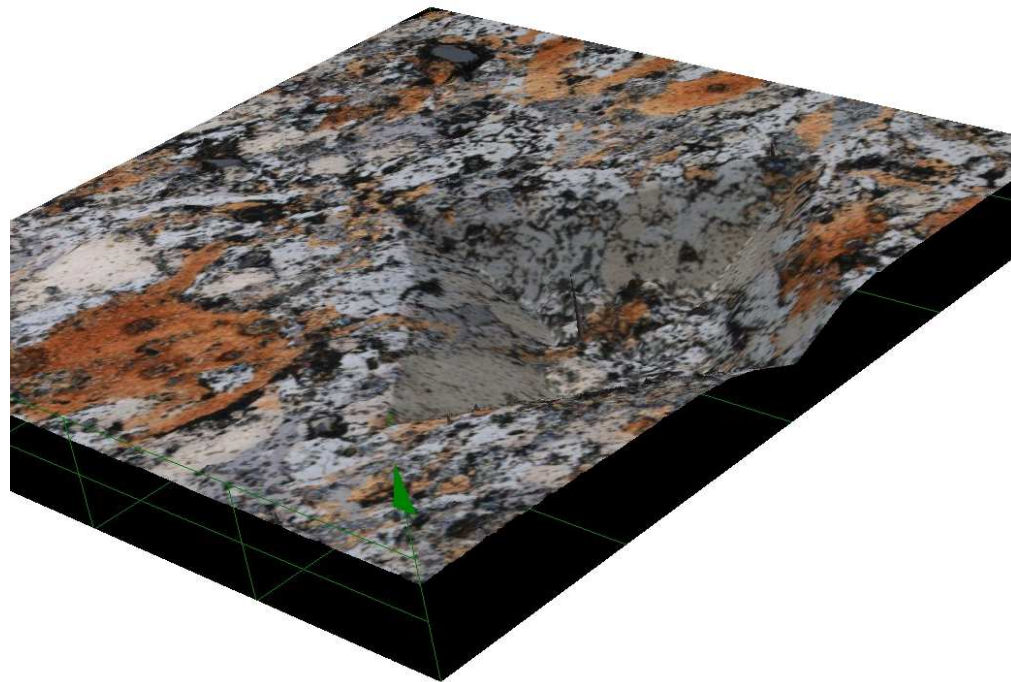


Figura 99. Imagem de uma marcação de dureza feita em uma amostra do tipo M2 obtida por microscopia confocal (1000x).

Em ambos os casos (Figs. 98 e 99) é possível notar a ausência de deformação plástica na matriz, uma vez que não houve nenhuma perturbação nas arestas da marcação e nem em regiões próximas.

Em algumas regiões das amostras M1 e M2 diamantadas, sinterizadas com duração de 9 minutos (800°C e 34 MPa), foi observado a dificuldade com que o penetrador de diamantes do equipamento de ensaio de dureza Vickers teve para conseguir perfurar a amostra, tamanho foi o grau de dureza apresentada nessas regiões. A Figura 100 apresenta uma micrografia deste caso sobre o segmento M2. Essas impressões defeituosas não permitiram a determinação de dureza uma vez que as arestas do polígono não puderam ser medidas. Este caso não foi observado nas amostras sinterizadas durante 6 minutos, indicando que a formação de fases muito duras só ocorreram na sinterização de 9 minutos.

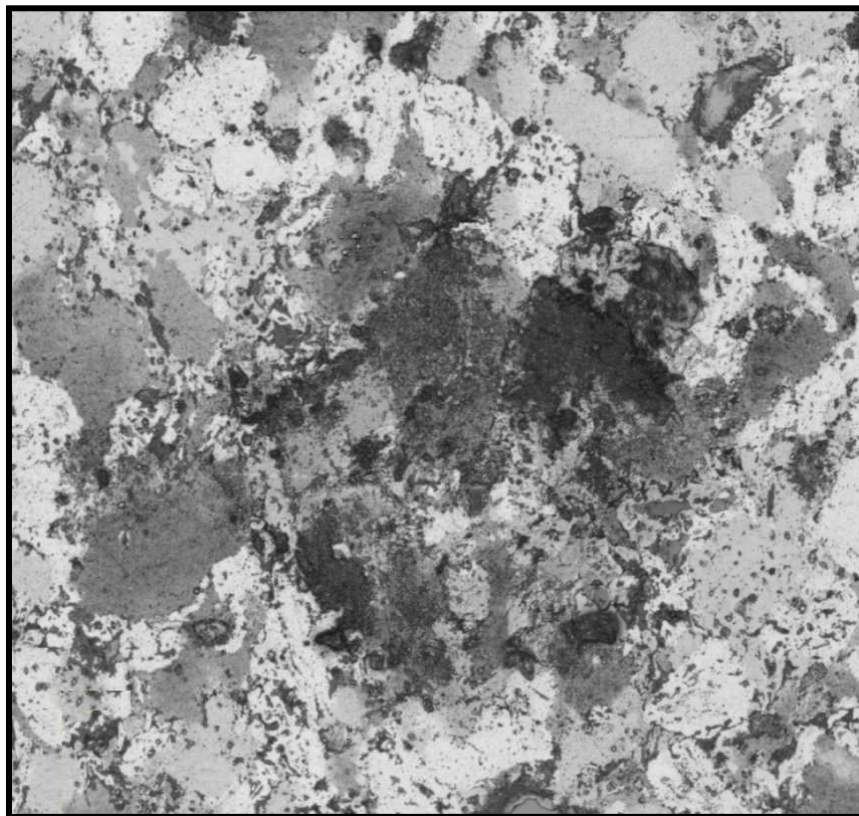


Figura 100. Impressão do ensaio de dureza Vickers realizado em uma amostra M2 diamantada e sinterizada (800°C / 9 min / 34 MPa) (1000x).

A fim de comparar os resultados de dureza das amostras M1 e M2, sob as condições de sinterização de 6 minutos e 9 minutos, foram plotados os gráficos das

Figuras 101 e 102. Em ambos os casos, os resultados de 6 minutos são para amostras sem adição de diamantes e os de 9 minutos, com diamantes.

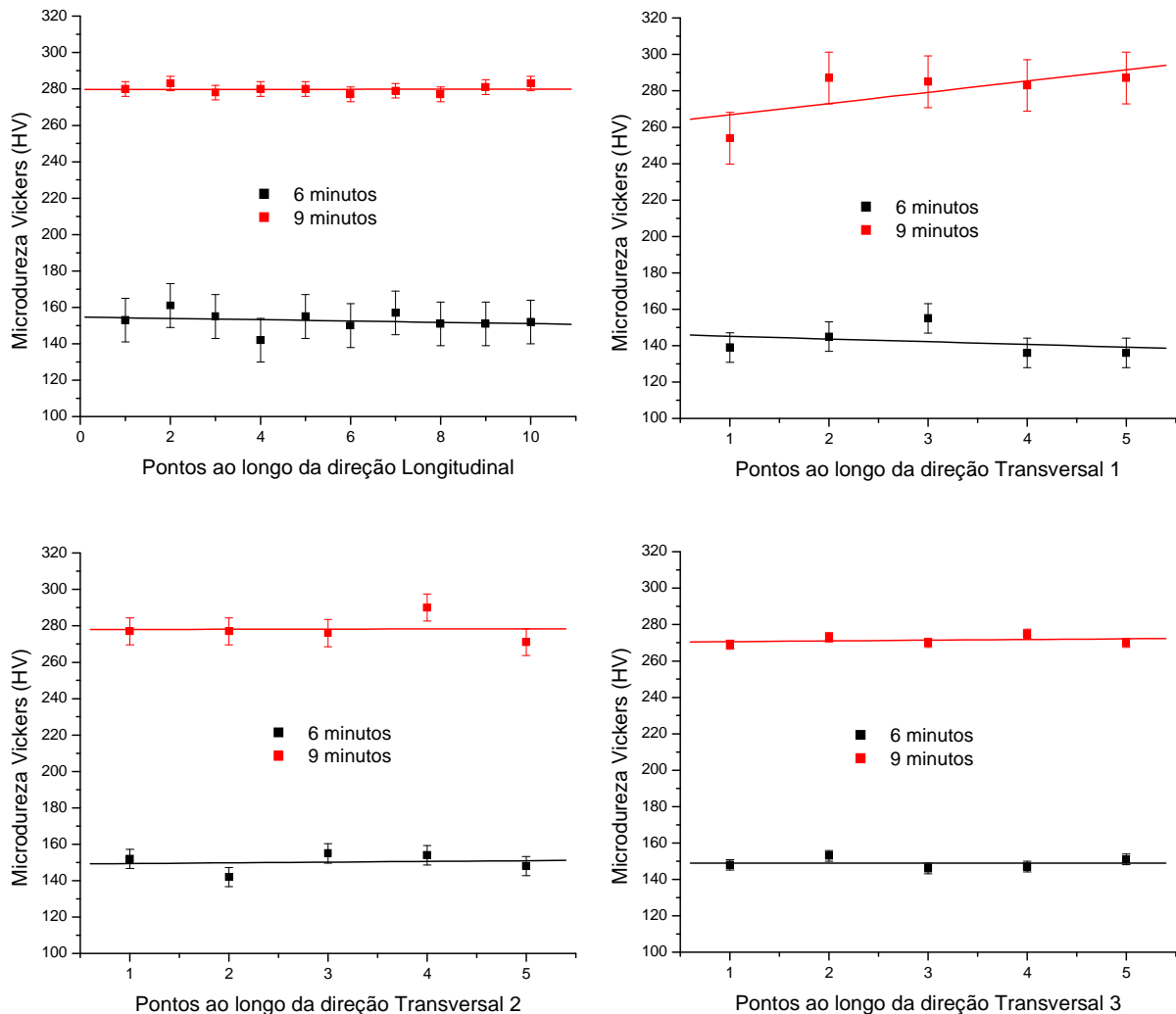


Figura 101. Resultados de dureza para a amostras do tipo M1 submetidas a sinterizações de 6 e 9 minutos (800°C / 34 MPa).

Também para M2, o maior tempo de sinterização acarretou em maior dureza do compósito (Figura 125).

A análise das Figuras 101 e 102 permite concluir que a nova condição de sinterização (800°C / 9 min / 34 MPa) causou um aumento considerável na dureza do compósito. O aumento da dureza ocorreu, provavelmente, devido o maior tempo de sinterização ter possibilitado uma maior consolidação dos pós-ligantes da matriz, além de ter contribuído para a formação de novas fases mais duras. Embora a análise de raios X tenha identificada apenas a formação da fase CuFe além das já apresentadas pela sinterização de 6 min.

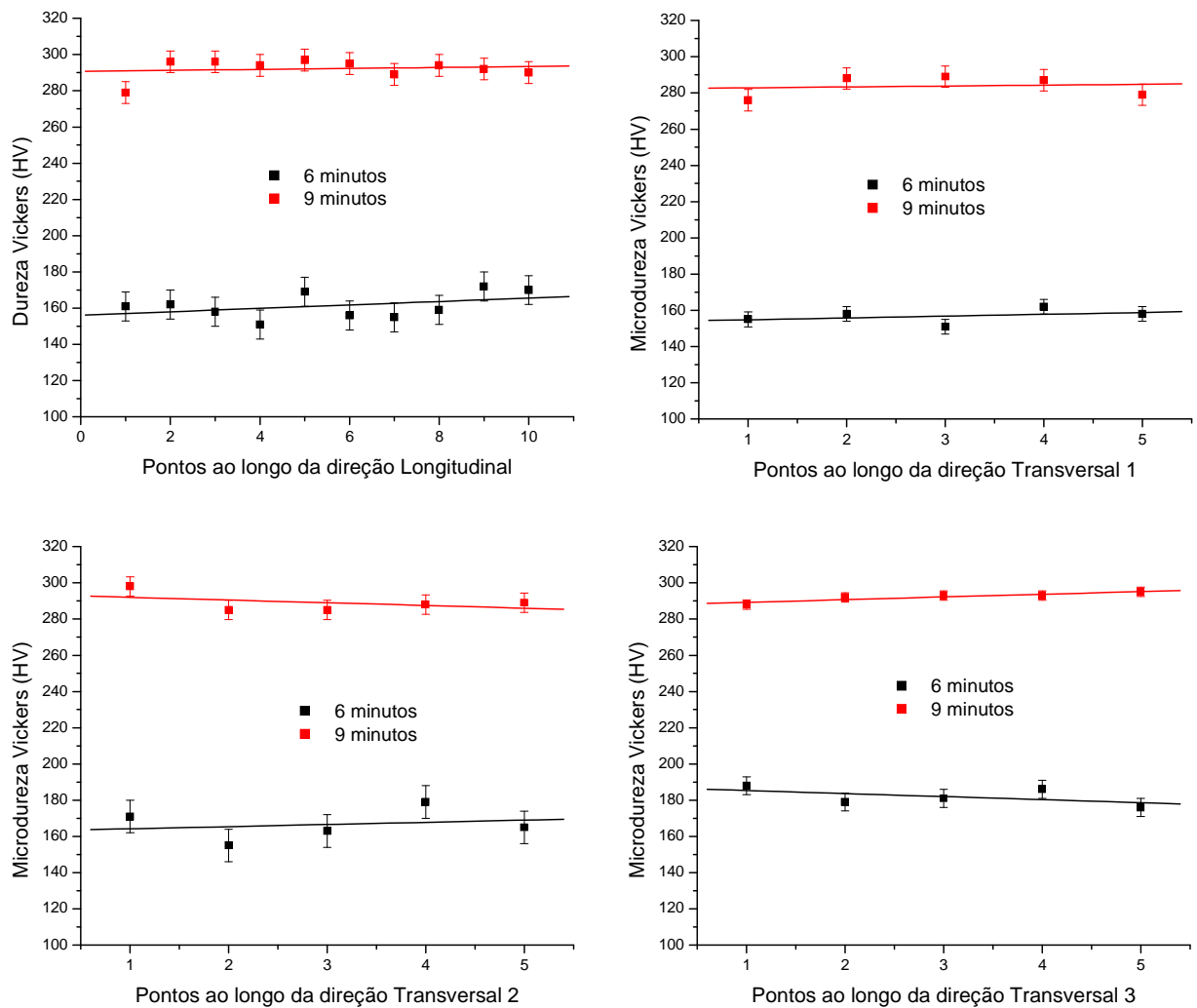


Figura 102. Resultados de dureza para as amostras do tipo M2 submetidas a sinterizações de 6 e 9 minutos (800°C / 34 MPa).

O gráfico da Figura 103 também mostra que para os valores médios de dureza, calculados para todas as amostras diamantadas sob os tempo tanto de 6 quanto de 9 minutos (800°C / 34 MPa), é possível observar a eficiência do aumento do tempo na sinterização uma vez que os valores médios de dureza, em todas as direções e para todas as amostras, aumentaram para a duração de 9 minutos. A amostra M2 se mostrou sempre mais dura do que M1.

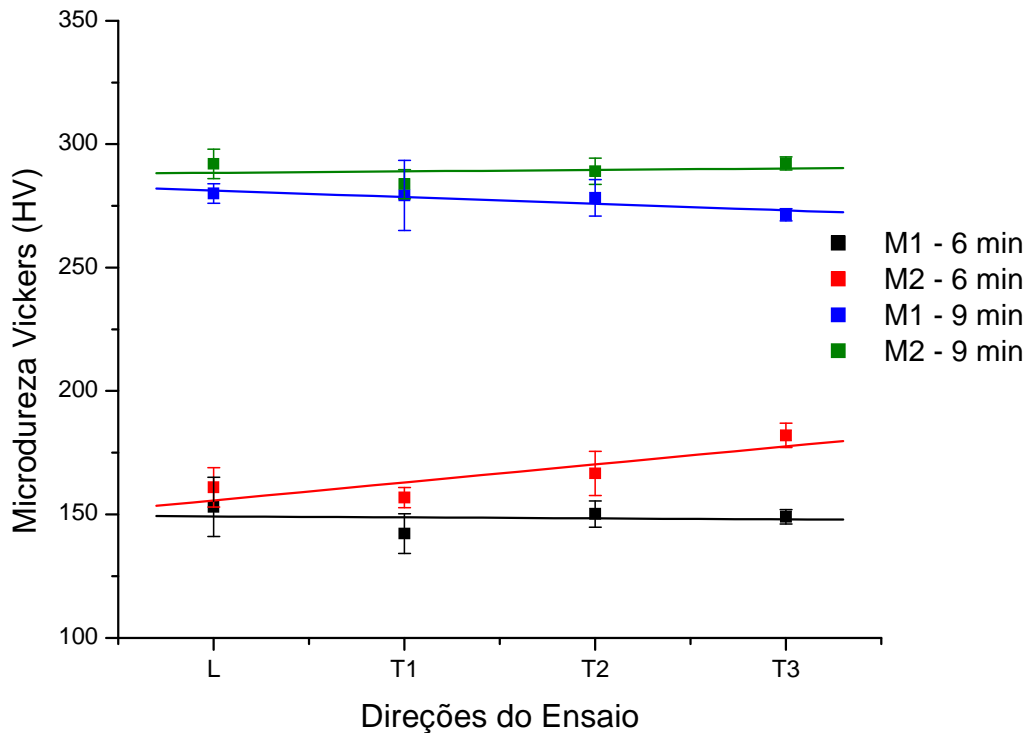


Figura 103. Apresentação gráfica dos valores médios de dureza obtidos para as amostras dos tipo M1 e M2 quando sinterizadas sob tempos de 6 e 9 min (800°C / 34 MPa), onde: L – longitudinal e T – Transversal.

Todos valores de dureza encontrados, para ambas as amostras e para as duas condições de tempo de sinterização, ficaram abaixo dos das ligas comerciais, como a Cobalite HDR, a qual apresenta dureza de 322 MPa HV para sinterizações entre 750 e 800°C (Clark e Kamphuis, 2002).

4.3.2 Ensaio de flexão

Durante o trabalho de corte, as ferramentas diamantadas necessitam apresentar uma boa tenacidade. Deformações elásticas são toleráveis, entretanto deformações plásticas podem causar a inutilização das ferramentas levando a perda precoce de cristais de diamantes da matriz (pull out). Assim, espera-se que os resultados produzidos pelos ensaios de flexão apresentem baixa ou praticamente nenhuma deformação plástica.

Como já apresentado na metodologia, todos os ensaios de flexão foram realizados sob as seguintes condições:

— Taxa: 0,5 mm/min;

— Temperatura Ambiente: 20 °C.

Os resultados apresentados servem apenas como comparação entre os segmentos diamantados M1 e M2, uma vez que os corpos de prova não puderam atender às recomendações das normas técnicas. Isso se deve à sua alta dureza impedir operações de corte e usinagem.

A Figura 104 mostra o resultado do ensaio para uma amostra do tipo M1 sinterizada (800 °C, 6 min, 34 MPa) sem adição de diamantes. Na Figura 105 é apresentado o resultado para um compósito também do tipo M1, entretanto com a presença de diamantes.

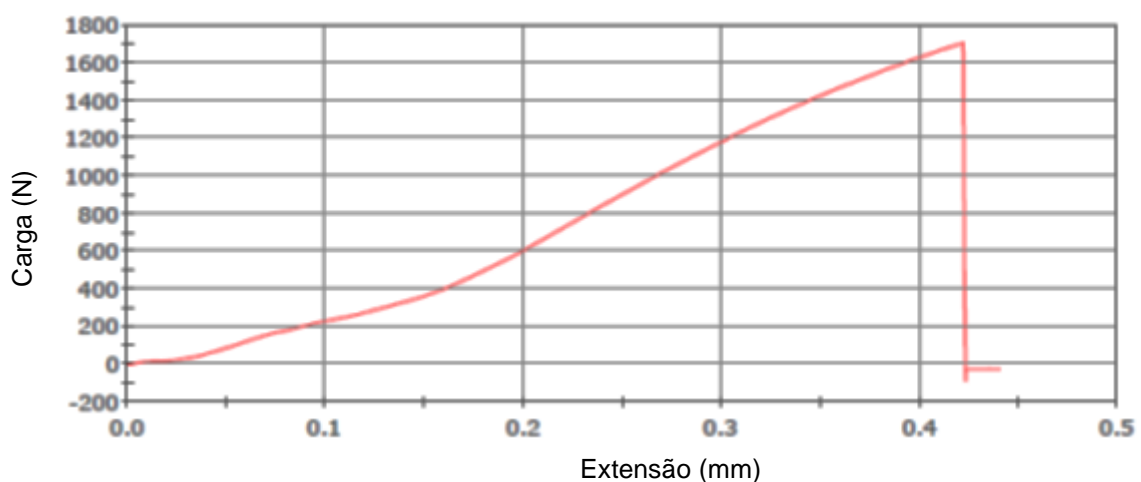


Figura 104. Ensaio de flexão para amostra do tipo M1 sem adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).

A comparação entre os dois gráficos (Figuras 104 e 105) mostra que para um mesmo tipo de amostra, a presença de cristais de diamantes resultou em um pequeno aumento de resistência do material, pois foi necessário um incremento de força de aproximadamente 30 N para partir o segmento quando comparado com o compósito sem diamantes. Entretanto, como pode ser observada na Figura 105, a amostra com presença de diamantes fraturou com deformação menor quando comparada com a da Figura 104. Assim, pode-se concluir que a presença de cristais de diamantes tornou o compósito mais frágil.

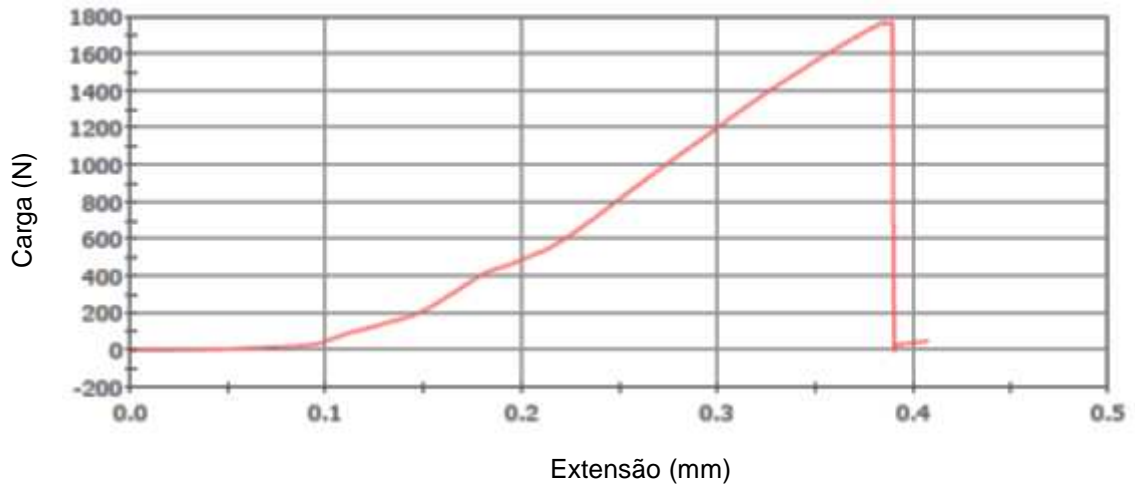


Figura 105. Ensaio de flexão para amostra do tipo M1 com adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).

São apresentados nas Figuras 106 e 107 os resultados para os ensaios das amostras do tipo M2 sem e com a presença de cristais de diamantes, respectivamente.

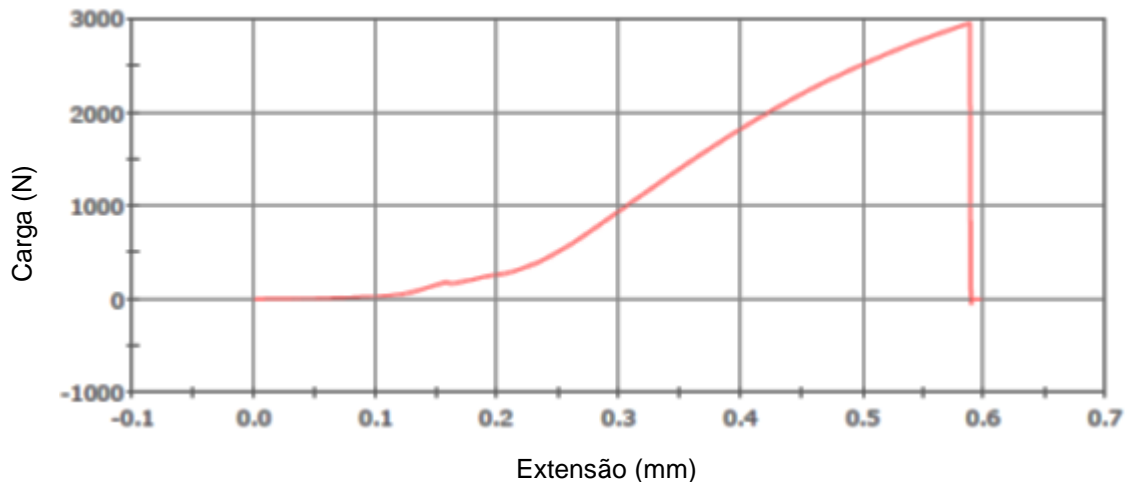


Figura 106. Ensaio de flexão para amostra do tipo M2 sem adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).

Assim como ocorreu para a composição M1, também para a composição M2 a presença de diamantes influenciou nos resultados dos ensaios, uma vez que o gráfico para a amostra contendo diamantes (Figura 107) mostra um material mais frágil quando comparado ao segmento do tipo M2, sem adição de diamantes (Figura 106). Esta conclusão deve-se ao corpo de prova ter se partido com deformação menor do que sem a presença dos cristais. Além disso, diferentemente do que

ocorreu para a amostra M1, o valor da carga máxima alcançada diminuiu, indicando uma redução da resistência do material.

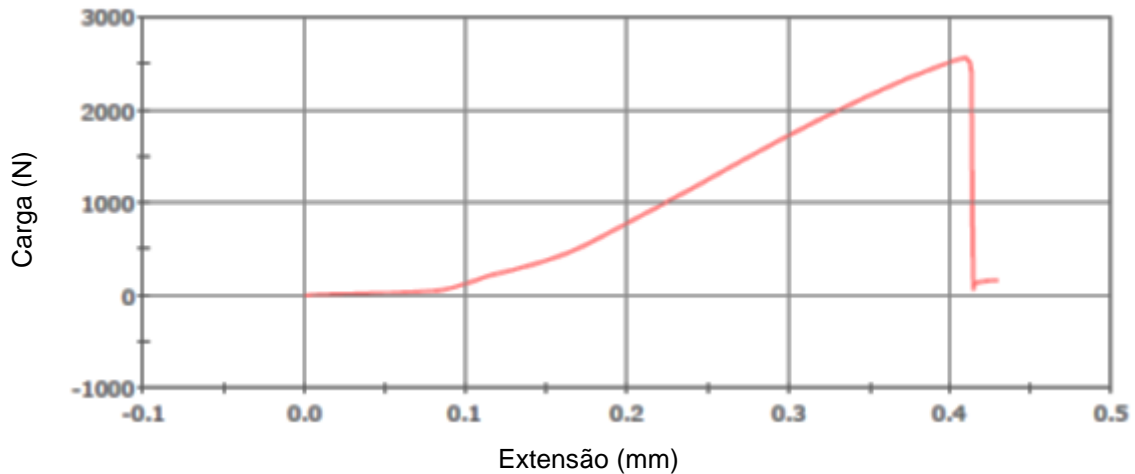


Figura 107. Ensaio de flexão para amostra do tipo M2 com adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).

Já para as amostras M1 e M2 sinterizadas sob maior tempo (800 °C, 9 min, 34 MPa), as Figuras 108 e 109 apresentam os resultados dos ensaios de flexão para ambas.

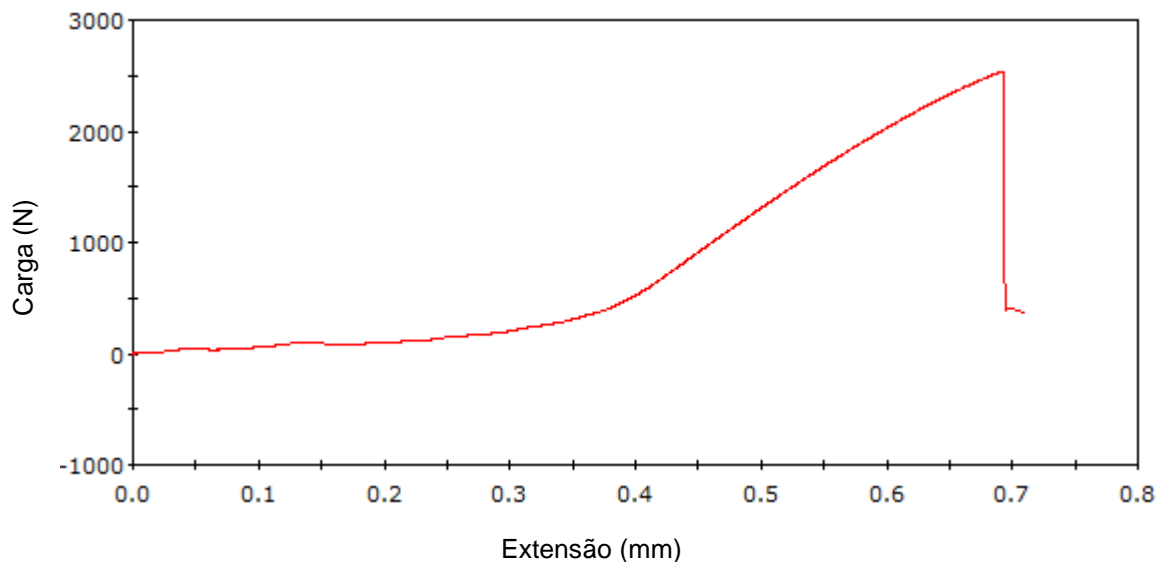


Figura 108. Ensaio de flexão para amostra do tipo M1 com adição de diamantes (800 °C, 9 min, 34 MPa).

Os valores de carga máxima do material, para ambas as amostras (Figuras 108 e 109) foram os mesmos, entretanto a amostra M2 fraturou com menor

extensão do que M1. Os resultados de dureza já apresentados indicam que o compósito M2 se apresenta mais duro do que o M1, conseqüentemente sua fragilidade também é maior. Assim, justifica-se a amostra M2 (Figura 109) ter fraturado mais brevemente do que o compósito M1 (Figura 108).

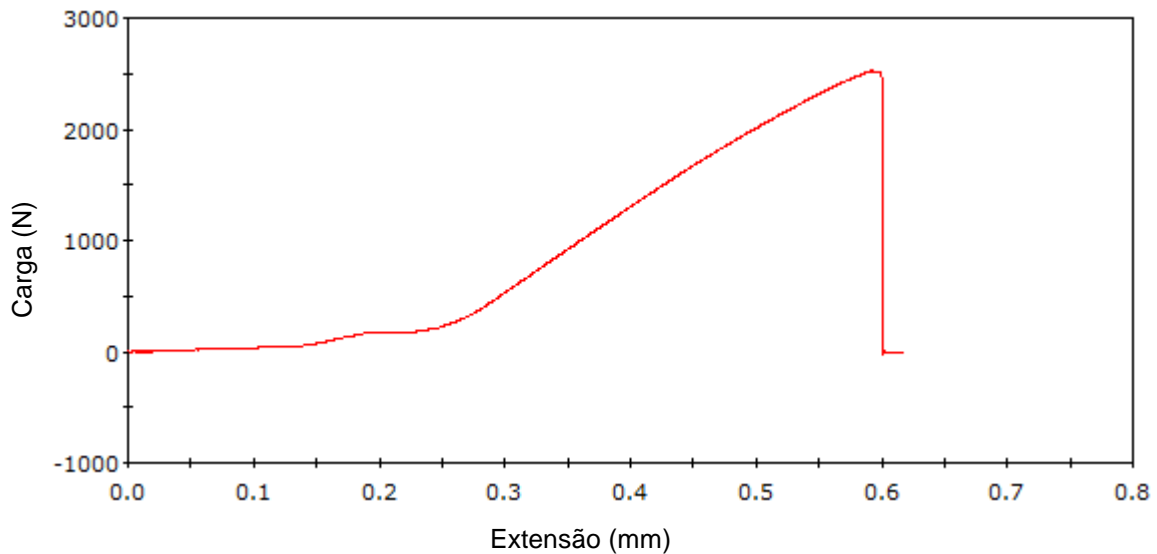
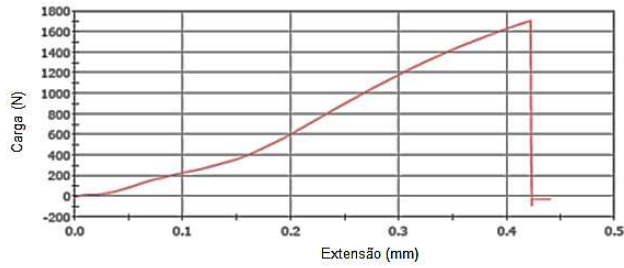


Figura 109. Ensaio de flexão para amostra do tipo M2 com adição de diamantes (800 °C, 9 min, 34 MPa).

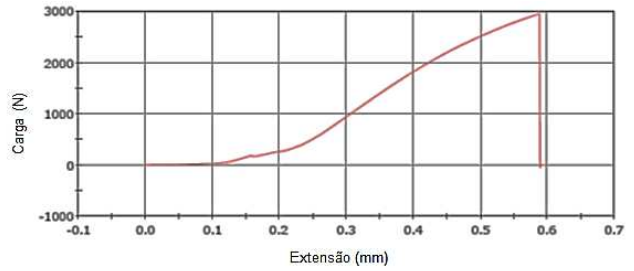
A fim de se fazer uma análise geral dos ensaios de flexão, a Figura 110 apresenta todos os resultados. Além das observações já mencionadas, nota-se que a amostra M1 diamantada, quando sinterizada sob tempo de 9 minutos, apresentou um aumento significativo de resistência quando comparada com sua sinterização em 6 minutos, tanto com ou sem a presença de diamantes. Já a M2 diamantada apresentou aumento de resistência, sob tempo de sinterização de 9 minutos, apenas em relação à sua sinterização de 6 minutos também diamantada, em relação a não diamantada os resultados foram praticamente os mesmos.



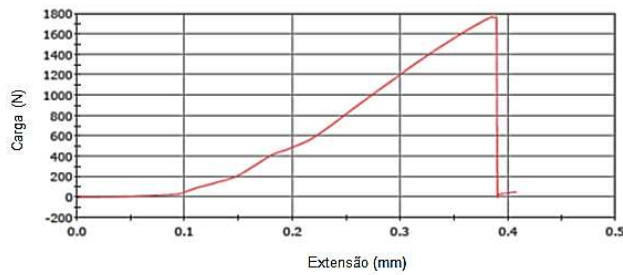
800 ° / 6 minutos / 34 MPa



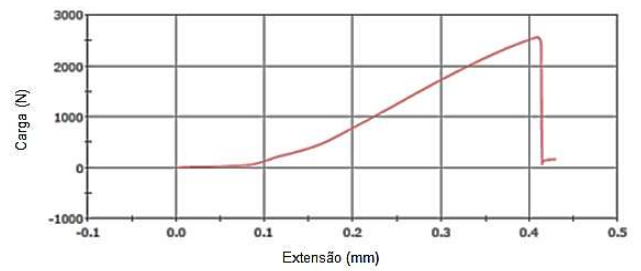
Sem Diamantes



Sem Diamantes

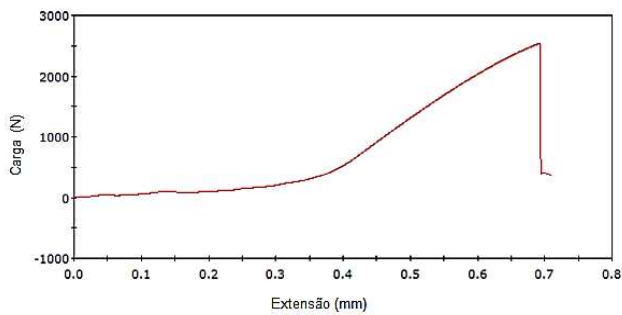


Com Diamantes

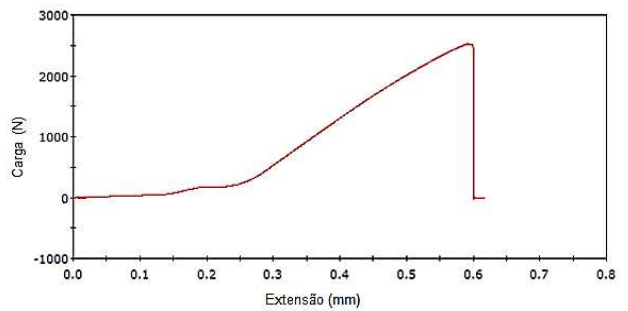


Com Diamantes

800 ° / 9 minutos / 34 MPa



Com Diamantes



Com Diamantes

Figura 110. Resultados dos ensaios de flexão para todas as amostras submetidas aos testes.

Jonsén *et al.* (2007) apresentaram a curva carga x deformação de flexão para compósitos diamantados (Figura 111). O gráfico desenvolvido por eles apresenta 4 regiões distintas, a saber:

1. Relação entre o suporte e a máquina de ensaio (acomodação);
2. Comportamento elástico do material até seu patamar de escoamento (B);
3. Deformação plástica até o valor de resistência do material (C);
4. Propagação rápida de trinca até a fratura (D).

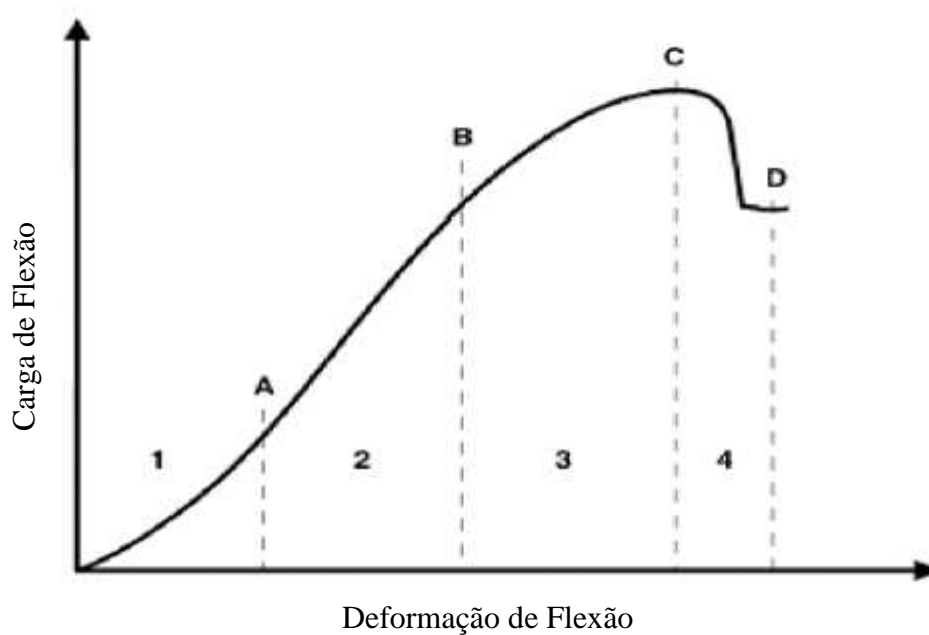


Figura 111. Gráfico Carga x Deformação de Flexão para materiais compósitos diamantados (Jonsén *et al.*, 2007).

Comparando o gráfico (Figura 111) como os resultados dos ensaios de flexão (Figura 110), pode-se dizer que os compósitos obtidos, M1 e M2 (com e sem a presença de diamantes e sob os dois diferentes tempos de sinterização), não apresentaram deformação plástica durante os ensaios, somente elástica. Esses resultados são de bastante interesse para a aplicação dos compósitos em ferramentas uma vez que as deformações plásticas durante as operações de corte diminuem sua vida útil.

A Figura 112 apresenta o resultado de flexão para um segmento comercial (Almeida, 2012). É possível observar uma deformação elástica inicial não linear. A

nível atômico, essa não linearidade pode ser interpretada como uma deformação plástica (Souza, 1982).

Comparando as Figuras 110 com a 112, pode-se concluir que todas as amostras do tipo M2 apresentaram resistência superior à comercial. Em relação à M1, somente a diamantada e sinterizada por 9 min é que foi superior.

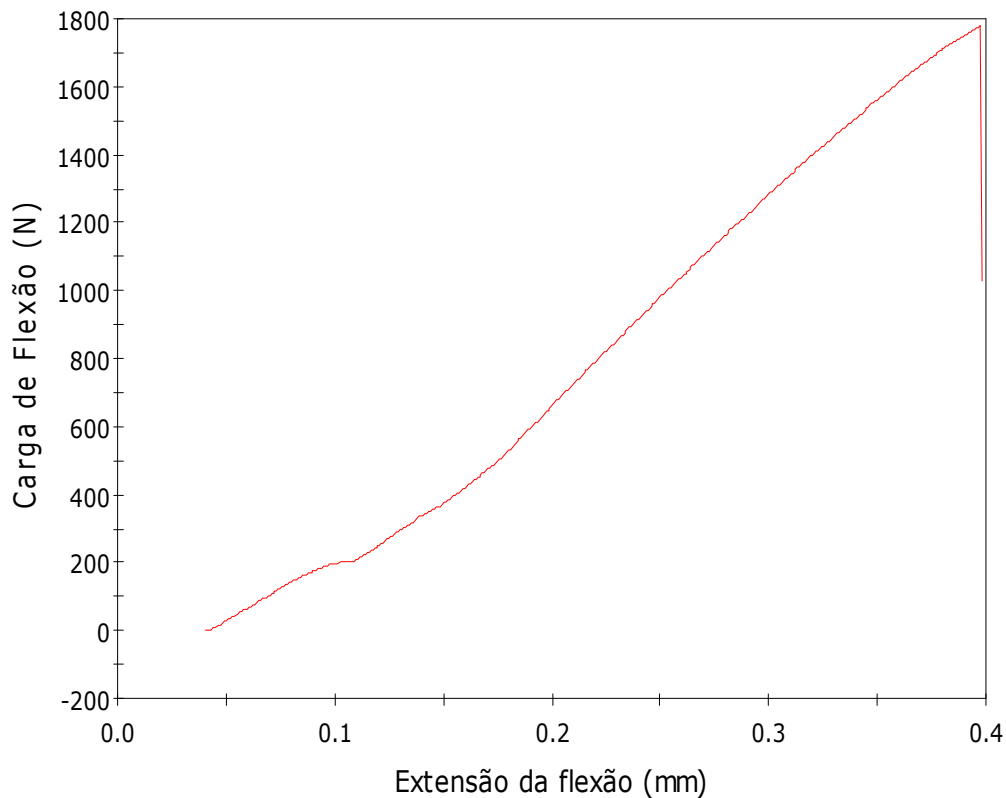


Figura 112. Resultado do ensaio de flexão para um segmento comercial (Almeida, 2012).

As fraturas dos corpos de prova diamantados são fortemente influenciadas pela presença dos cristais de diamantes. Estes desviam as direções de propagação como também causam ramificações devido à região do cristal formar um estado de tensão crítica. A Figura 113 apresenta uma amostra M1 submetida ao ensaio de flexão, sinterizada com e sem a adição de diamantes, onde é possível observar que a presença dos cristais (Figura 113 (b)) desvia a direção de propagação da trinca enquanto o segmento sem presença de diamantes apresentou uma trinca sem interferências em sua trajetória (Figura 113 (a)).

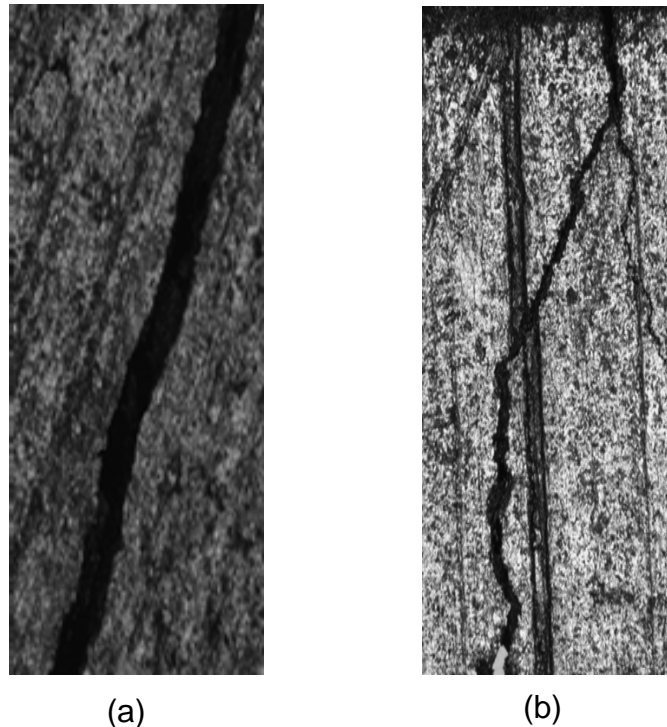


Figura 113. Aspecto das fraturas ocorridas nos segmentos diamantados M1: (a) sem adição de diamantes (500x); (b) com adição de diamantes (500x).

Para a mesma amostra diamantada M1 mostrada na Figura 113 (b), a Figura 114 apresenta uma micrografia, obtida por confocal, onde é possível observar dois cristais de diamantes posicionados exatamente sobre a região de fratura (trinca) do material.

Os cristais de diamantes, muito duros em relação à matriz do segmento, desviam a direção de propagação da trinca. Esses diamantes, além de desviar a direção de propagação da trinca, também criam estados críticos de tensão causando ramificações das trincas formadas. A Figura 115 ilustra um caso destes para uma amostra diamantada do tipo M2 submetida ao ensaio de flexão.

É importante observar que o aspecto das trincas não possibilitou a determinação quantitativa dos valores de tenacidade à fratura, uma vez que não é possível medir o ângulo de abertura da mesma. Assim, somente foi possível avaliar qualitativamente os resultados dos ensaios.

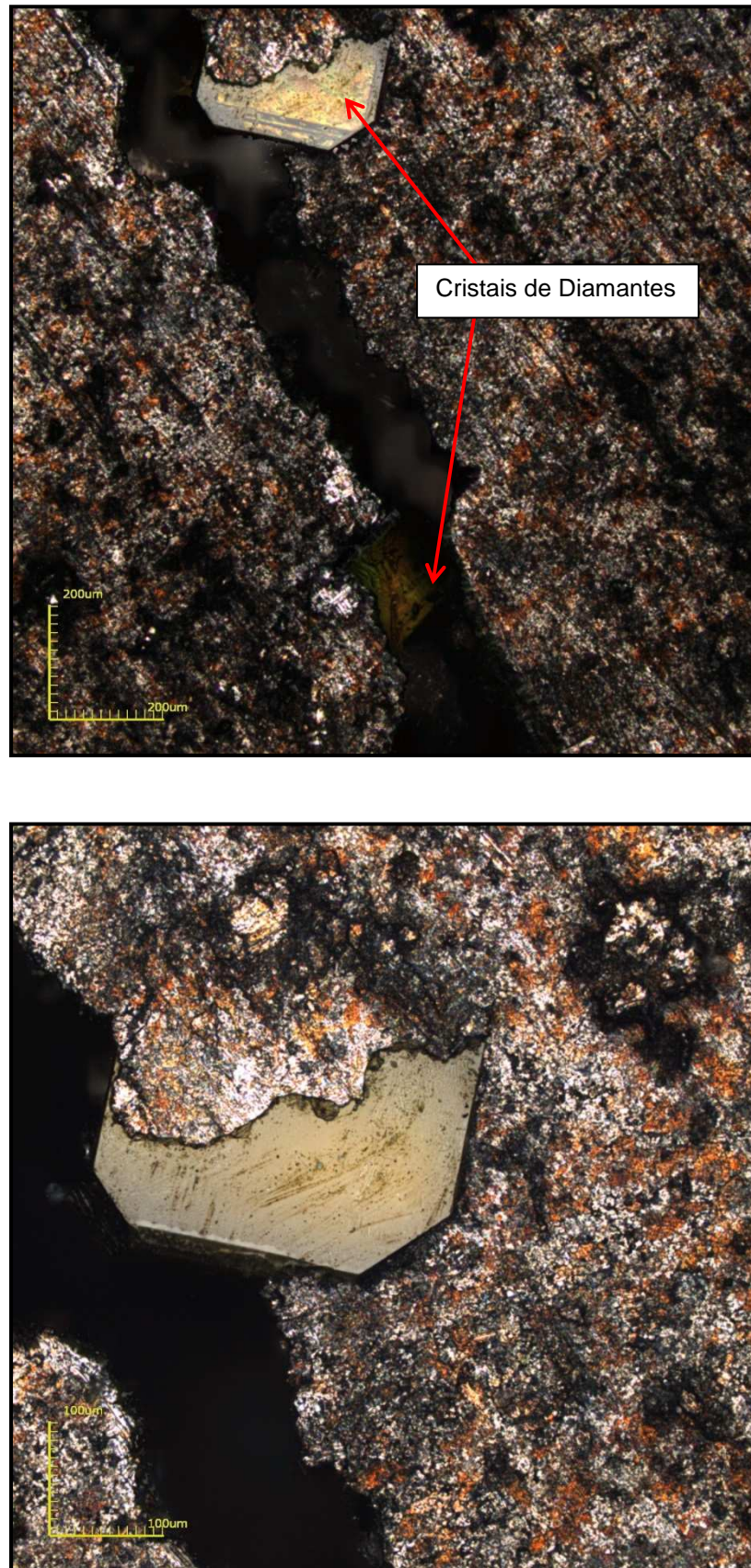


Figura 114. Imagem, obtida por confocal, de uma trinca ocorrida em um segmento diamantado M1 após o ensaio de flexão (800 °C, 9 min, 34 MPa).

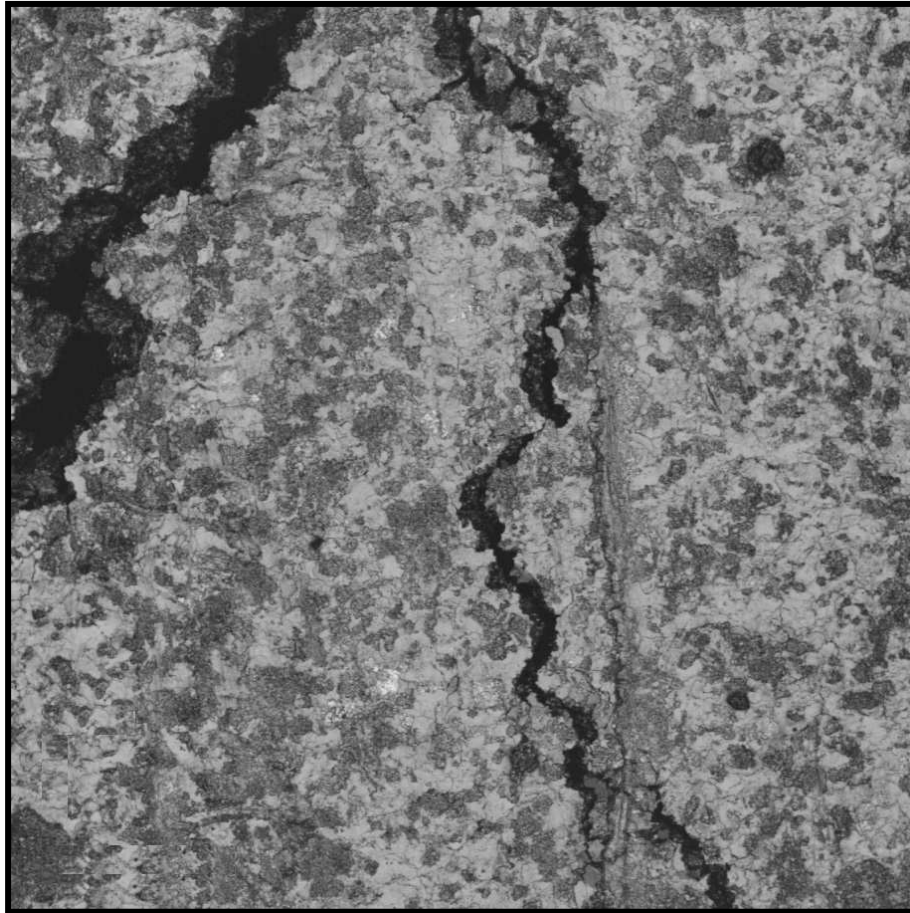


Figura 115. Microscopia de ramificação de trinca formada na fratura de um segmento do tipo M2 quando submetido ao ensaio de compressão.

4.3.3 Ensaio de compressão

As Figuras 116 e 117 apresentam os resultados de compressão para amostras diamantadas do tipo M1 e M2, sinterizadas sob tempo de 6 minutos.

Comparando os dois resultados, é possível concluir que embora apresentem valores próximos de resistência máxima, os segmentos do tipo M1 exibiu menor fragilidade do que o M2, pois este fraturou para uma extensão maior.

Assim como para os ensaios de flexão, os ensaios de compressão serviram apenas para comparação entre os corpos de prova M1 e M2.

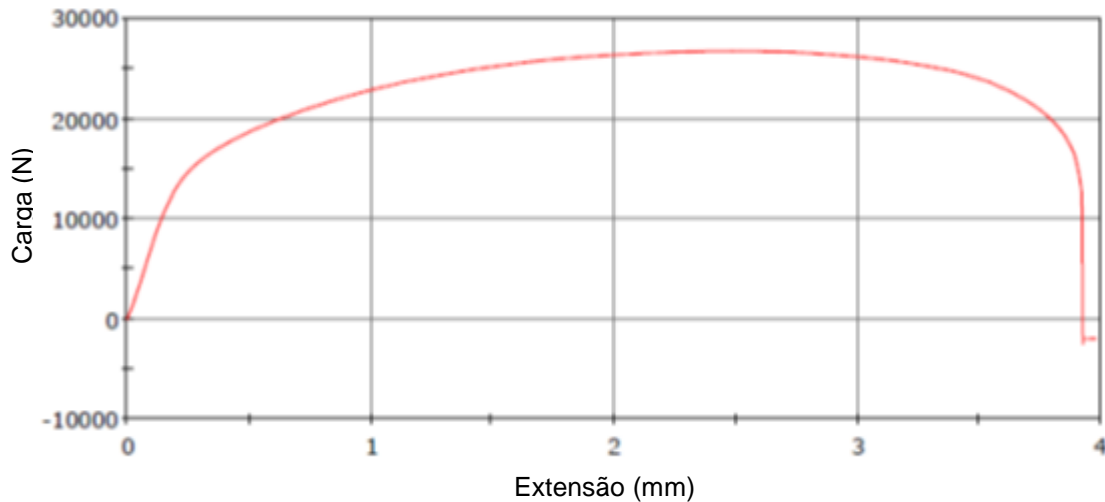


Figura 116. Ensaio de compressão para amostra do tipo M1, com adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).

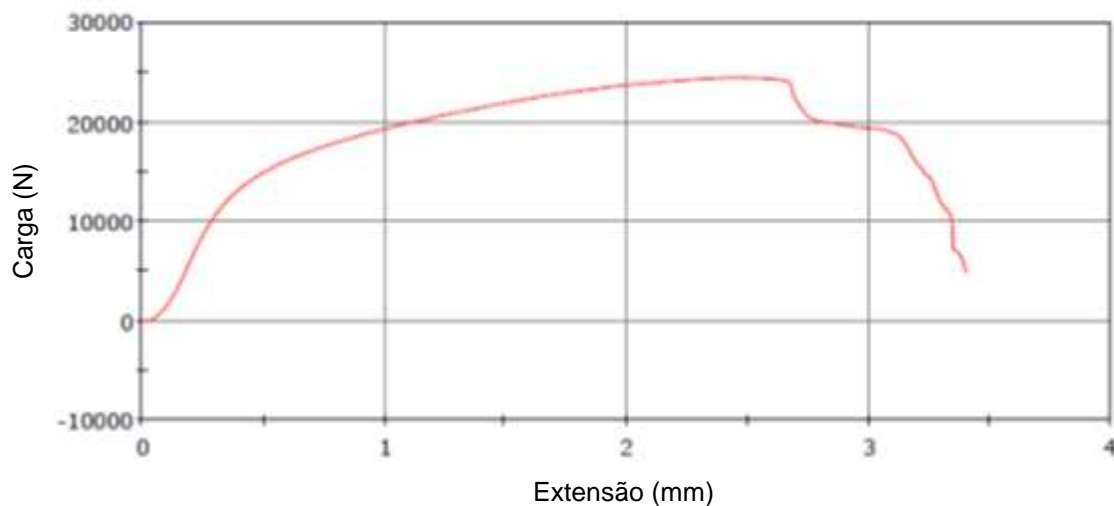


Figura 117. Ensaio de compressão para amostra do tipo M2, com adição de diamantes (800 °C, 6 min, 34 MPa).

A Figura 118 apresenta fotografias dos corpos de prova diamantados M1 e M2 após a realização do ensaio. Para a amostra do tipo M1, a trinca que se formou obedeceu ao comportamento normal do estado de tensão para um corpo submetido à carga de compressão, ou seja, o valor da tensão cisalhante máxima ocorreu para um ângulo de 45° (Beer e Johnston, 2007). Já a amostra M2 apresentou fratura sem nenhum padrão. Isso ocorreu, provavelmente, devido à presença de cristais de diamantes no caminho da trinca.

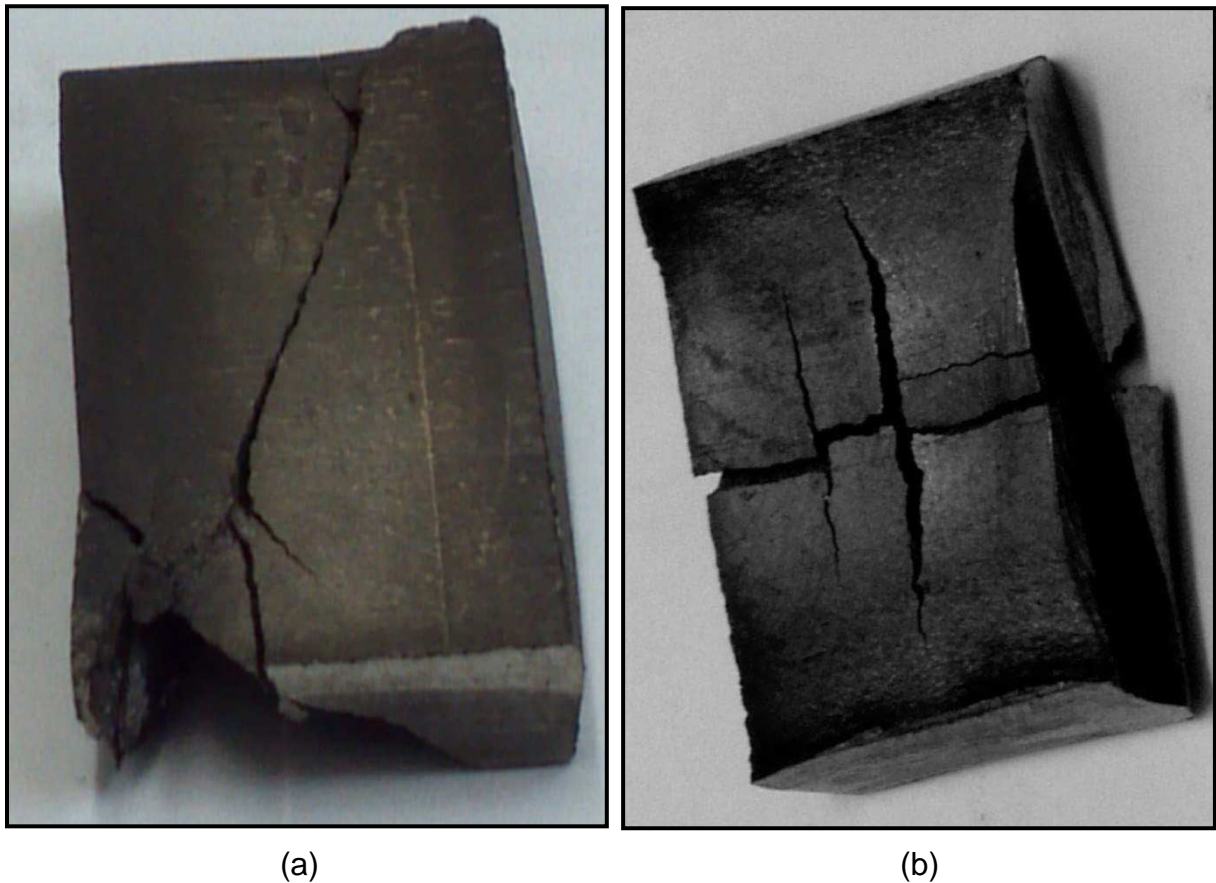


Figura 118. Segmentos diamantados após o ensaio de compressão: a) M1 e b) M2.

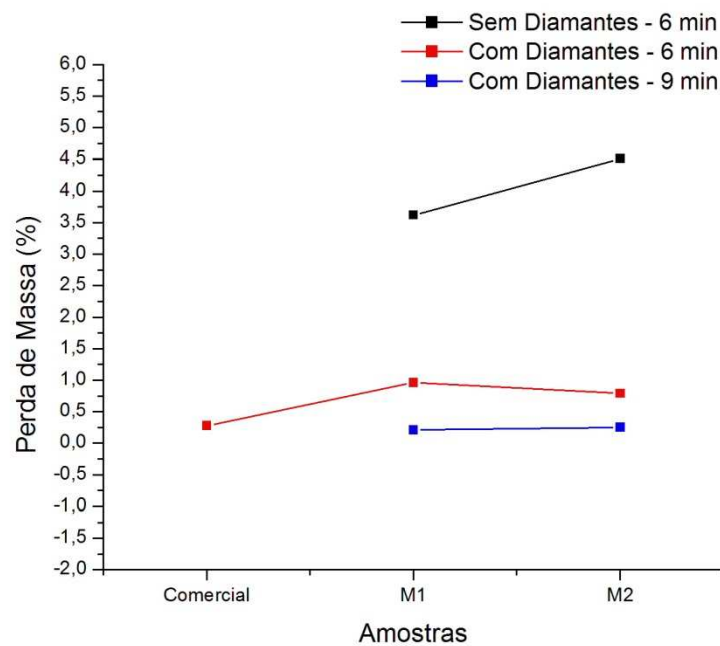
Pelos ensaios realizados, tanto de compressão como de flexão, pôde-se notar que a ocorrência de interferências dos cristais de diamantes sobre o mecanismo de fratura dos compostos diamantados é bastante comum.

4.3.4 Desgaste e abrasão

É importante observar que as condições presentes neste ensaio (rotação de 620 rpm, carga vertical de 200g e excesso de trepidação causada pelas irregularidades do disco de granito) fizeram com que os segmentos fossem submetidos a condições mais severas do que as de trabalho de campo, pois foi gerado um grande número de impactos entre o disco e a amostra. A Tabela 18 apresenta os resultados obtidos e as Figuras 119 e 120 seus respectivos gráficos. Também estão incluídos na Tabela 18 os resultados para uma amostra comercial obtidos por Almeida (2012).

Tabela 18 Resultados dos ensaios de desgastes e abrasão.

Sinterização (800 °C / 6 min / 34 MPa)			
Amostra		Perda de Massa (%)	Resistência ao Desgaste
M1	Sem Diamantes	3,62	0,28
	Com Diamantes	0,96	1,04
M2	Sem Diamantes	4,51	0,22
	Com Diamantes	0,79	1,26
Comercial		0,28	3,57
Sinterização (800 °C / 9 min / 34 MPa)			
M1	Com Diamantes	0,21	4,76
M2	Com Diamantes	0,25	4,00

**Figura 119.** Perda de massa das amostras submetidas ao teste de desgaste.

É notável que os melhores resultados foram obtidos para compósitos diamantados sinterizados sob tempo de 9 minutos. A resistência ao desgaste consequentemente se apresentou maior para essas amostras. Como esperado,

as maiores perdas de material ocorreram para segmentos sem adição de diamantes.

Os compósitos produzidos, sob tempo de 9 min, apresentaram-se mais resistentes quando comparados aos comerciais.

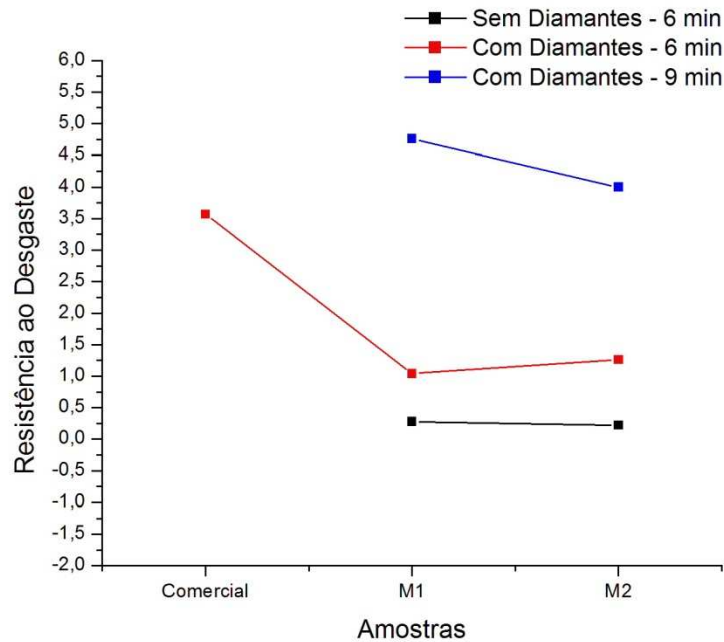


Figura 120. Resistência ao desgaste das amostras submetidas ao teste de desgaste.

4.4 SERRAS PRODUZIDAS

Uma fotografia de uma das serras circulares de diâmetro 340 mm produzidas na ABRASDI é apresentada pela Figura 121. A alma do disco é fabricada em aço 1045/1070. Foram produzidas duas serras, uma com segmentos diamantados do tipo M1 e uma com segmentos à base de M2.

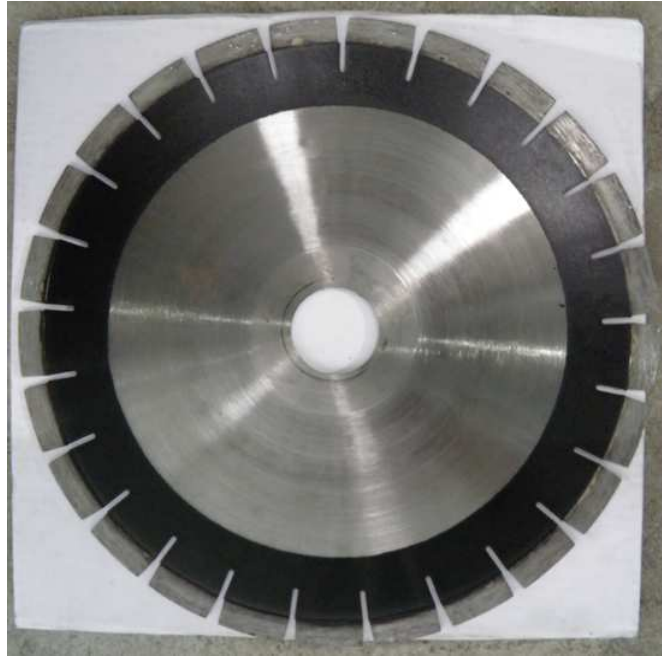


Figura 121. Fotografia de uma das serras circulares produzidas na ABRASDI.

4.5 TESTES DAS SERRAS SOB CONDIÇÕES REAIS DE SERVIÇO

Nos testes de Campo foram cortados dois tipos de Gnaisses: Pedra Madeira Amarela e Pedra Madeira Rosa. Petemel e Mansur (2002) mostraram que o gnaissse do tipo amarelo é bem mais duro que o rosa. A Tabela 19 apresenta os resultados.

Tabela 19. Resultados dos testes de campo.

Segmento	Pedra Madeira Amarela (m ²)	Pedra Madeira Rosa (m ²)
M1	24,0	307,0
M2	16,0	290,0

Segundo dados fornecidos pela ABRASDI, as serras circulares para o corte de gnaisses atualmente comercializadas, cortam em média 11 m² de pedra madeira amarela e 200 m² de pedra madeira rosa. Esses dados evidenciam o sucesso obtido tanto pelo compósito M1 quanto pelo M2.

A liga do tipo M2, apesar de ter apresentado maiores valores de dureza, nos testes de campo mostrou-se inferior à liga M1. Isso provavelmente ocorreu devido maiores valores de dureza resultarem em menor tenacidade, acarretando assim numa menor vida útil da serra. Esse comportamento se justifica devido à dureza e a tenacidade à fratura serem propriedades mecânicas com comportamentos opostos,

ou seja, geralmente valores altos de dureza implicam em valores baixos de tenacidade à fratura.

Assim, torna-se necessário um balanço entre estas duas propriedades mecânicas dos materiais para ferramentas, o que resulta em um grande desafio para os fabricantes e pesquisadores de ferramentas de corte. Atualmente, são encontrados no mercado uma infinidade de tipos de ferramentas de corte com valores variados de tenacidade à fratura e de dureza. Essa variedade de ferramentas é obtida pelo uso de composições químicas diferentes, pelo controle dos processos de fabricação, pelos tipos de tratamentos térmicos utilizados para a sua confecção. A Figura 122 mostra a relação entre dureza e a tenacidade à fratura dos principais materiais utilizados em ferramentas de corte (Mitsubishi Carbide, 2002).

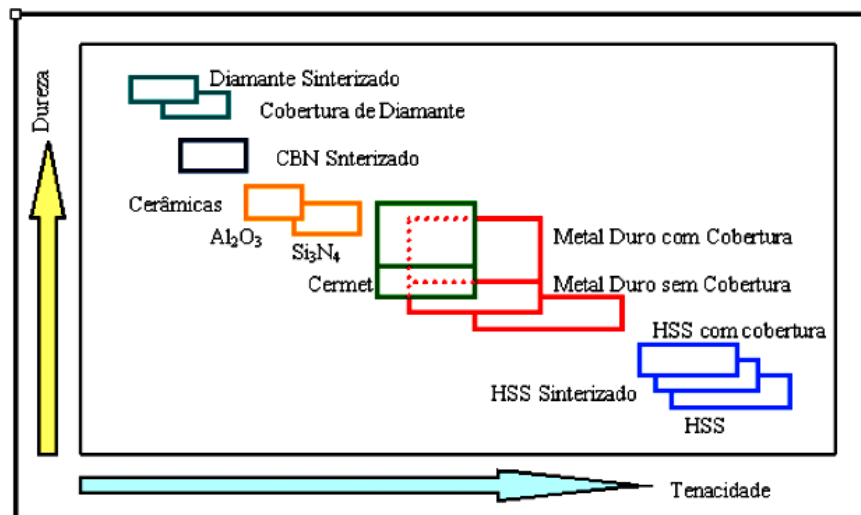


Figura 122. Relação entre dureza e tenacidade dos principais materiais para ferramentas de corte (Mitsubishi Carbide, 2002).

Quando a densificação do compósito é incompleta, ou quando sua estrutura é modificada em qualquer aspecto, a dureza é fortemente prejudicada, fornecendo resultados fora dos esperados, o que compromete as propriedades mecânicas do segmento, tal como baixa tenacidade. Isto pode ocasionar menor capacidade da matriz em reter cristais de diamantes e conseqüentemente diminuir a eficiência de corte e a vida útil da ferramenta.

4.6 ESPECTROSCOPIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE ENERGIA (EDS)

Os segmentos M1 e M2, sinterizados por 9 min, 800 °C e 34 MPa, foram submetidos a análises por EDS com objetivo de se estudar a efetividade dos compostos metálicos na aderência dos cristais de diamantes à matriz.

4.6.1 Segmento à base da composição M1

A Figura 123 apresenta um cristal, ainda em perfeitas condições, após o trabalho de corte do segmento.

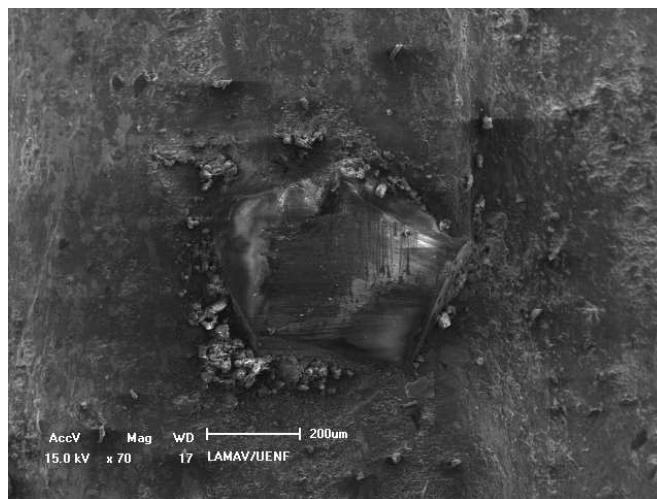


Figura 123. Micrografia de um cristal de diamante sobre uma matriz M1.

Foi realizado um mapeamento por EDS sobre toda região do cristal da Figura 123, onde foram identificados todos os elementos constituintes da composição utilizada em M1. A identificação de Si deve-se a resíduos da rocha cortada e o oxigênio, provavelmente, está presente devido à interferências do ambiente com possíveis formações de óxidos. Já o carbono provém do diamante, do WC e do B₄C. Os outros elementos metálicos (Fe, Cu, Sn, Ni e Co) já eram esperados de serem rastreados (Figura 124).

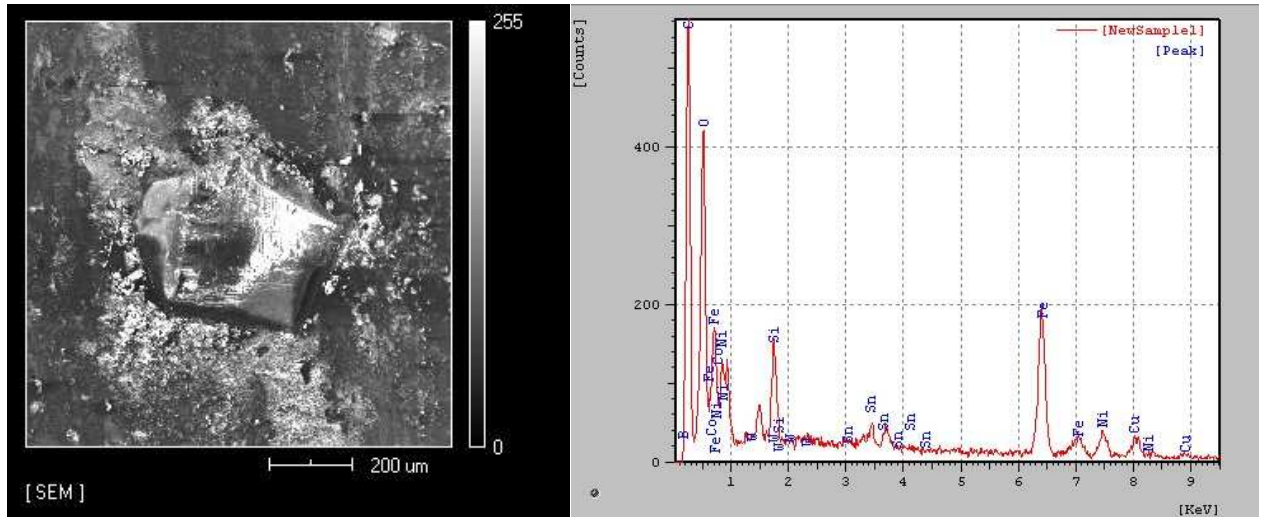


Figura 124. Mapeamento por EDS da região de um cristal de diamante (Fig. 123) sobre uma matriz M1.

A Figura 125 mostra a presença de boro em regiões próximas ao cristal e também disperso sobre ele. Assim, confirmou-se a participação do B_4C no processo de aderência do cristal.

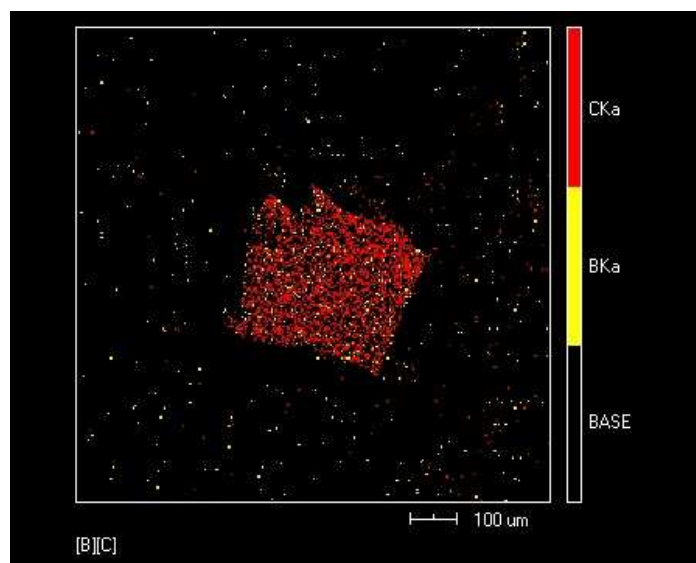


Figura 125. Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 123) sobre a matriz M1.

Já a Figura 126 apresenta toda a composição da liga dispersa em volta do cristal, confirmando sua efetividade no processo.

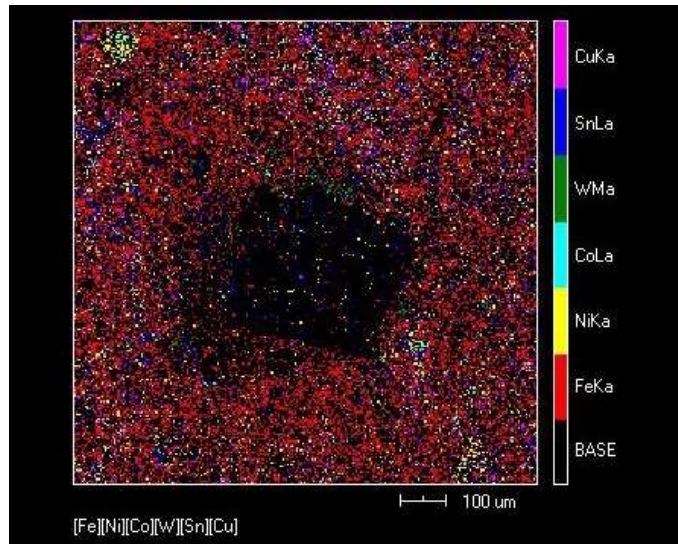


Figura 126. Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 123) sobre a matriz M1.

Na análise da Figura 127, as seguintes observações podem ser feitas:

1. Identificada a presença de B_4C tanto sobre o cristal quanto nas regiões próximas a este. Isso mostra a efetividade do composto no processo de aderência do diamante à matriz (Fig. 149 (a));
2. Grande quantidade de Fe nas regiões em torno do cristal. Esta maior quantidade já era esperada uma vez que trata-se do segundo maior constituinte da liga (34 %) (Fig. 149 (b));
3. O elemento de maior percentagem no compósito (35 % u.m). Segundo o mesmo difratograma citado no item b, também estão presentes outros compostos além do Cu puro, como o $CuSn$, Cu_3Sn , Cu_6Sn_5 , $CuNi_2Sn$ e $CuFe$ (Fig. 149 (c));
4. Ni, Sn e Co estão presentes em forma de compostos, além de suas formas elementares (Figs. (d), (e) e (f));
5. O mapeamento do tungstênio evidencia a presença do WC disperso sobre a matriz (Fig. (g));
6. Proveniente tanto do diamante quanto dos compostos WC e B_4C (Fig. (h));
7. Constituinte do material que compõe a rocha cortada (Fig. I).

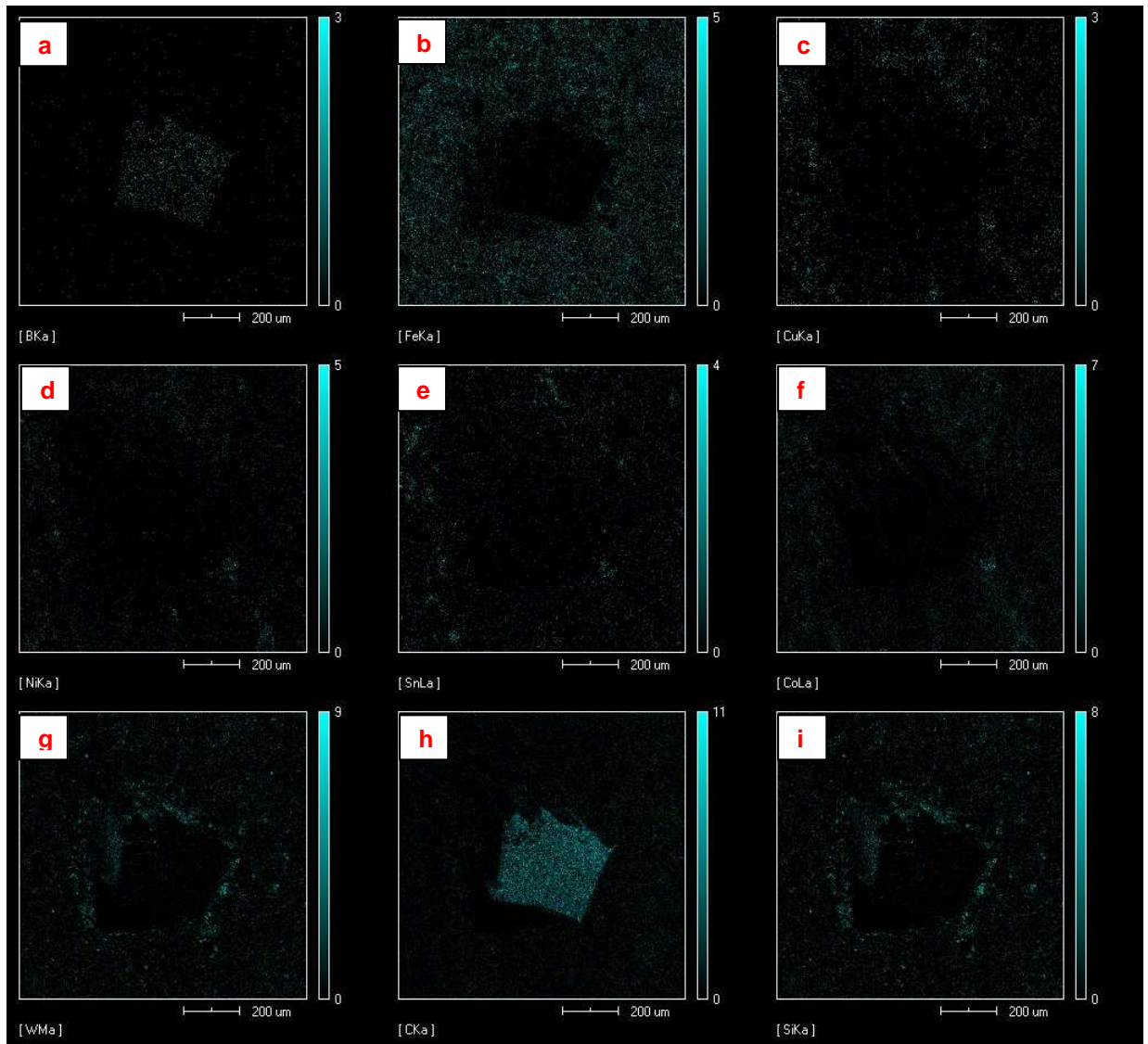


Figura 127. Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 123) sobre a matriz M1.

4.6.2 Segmento à base da composição M2

A Figura 128 apresenta um cristal de diamante aderido à matriz M2 tomado como referência para as análises de EDS. Todos os constituintes da composição M2 foram identificados em regiões próximas ao cristal (Figura 129). Além destes, também foi identificada a presença de oxigênio, provavelmente devido à formação de óxidos por causa do contato com o ar atmosférico.

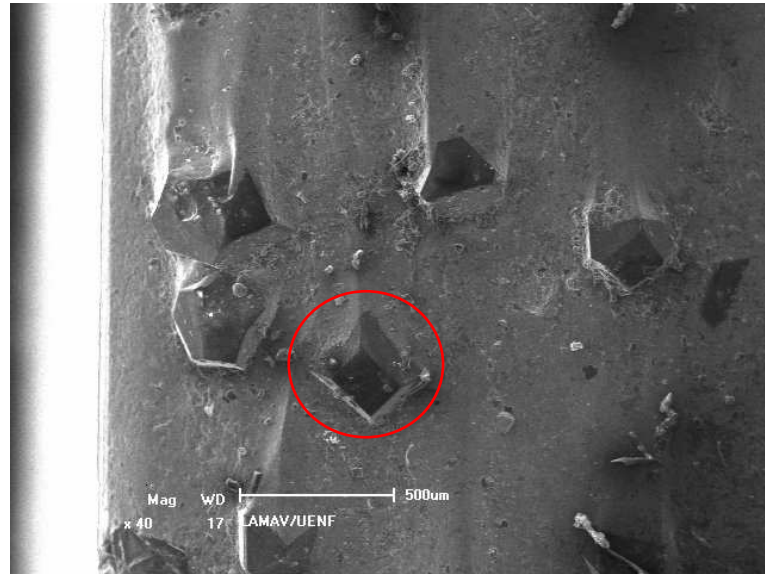


Figura 128. Micrografia de um cristal de diamante sobre uma matriz M2 selecionado para análise por EDS.

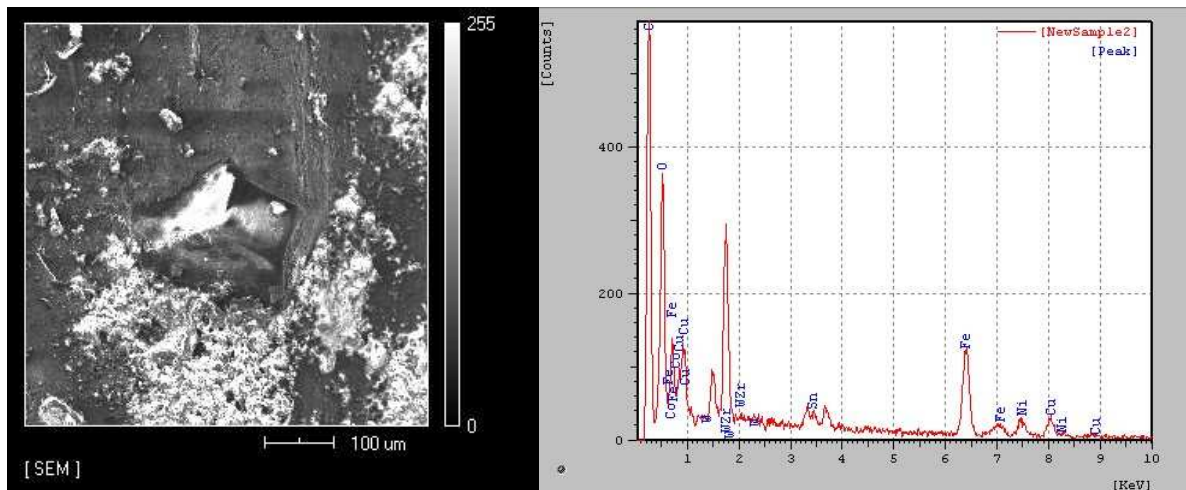


Figura 129. Mapeamento por EDS da região de um cristal de diamante sobre uma matriz M2.

O ZrO_2 foi encontrado em regiões próximas ao cristal, no entanto muito pouco sobre o diamante (Figura 130). Comparando este último resultado com o do B_4C (Figura 126) pode-se dizer que a participação do carbeto de boro foi muito mais efetiva que a do dióxido de zircônio.

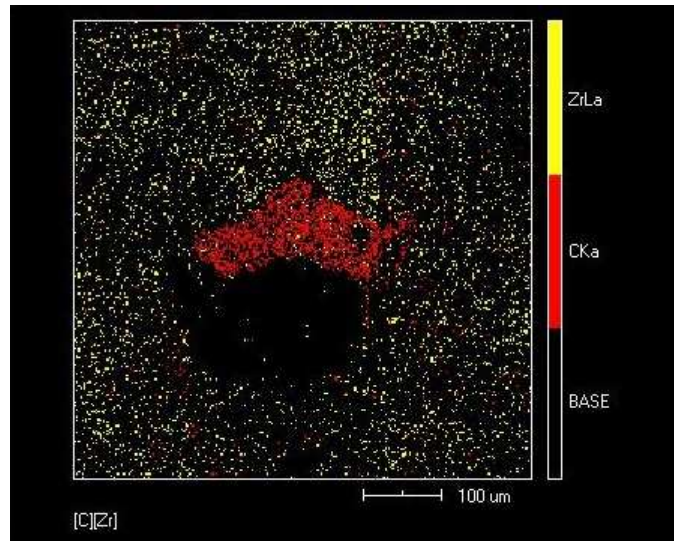


Figura 130. Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 128) sobre a matriz M2.

Já a distribuição da liga Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂, em regiões próximas ao cristal, se mostrou bastante homogênea, assim como aconteceu para a Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C (Figura 131).

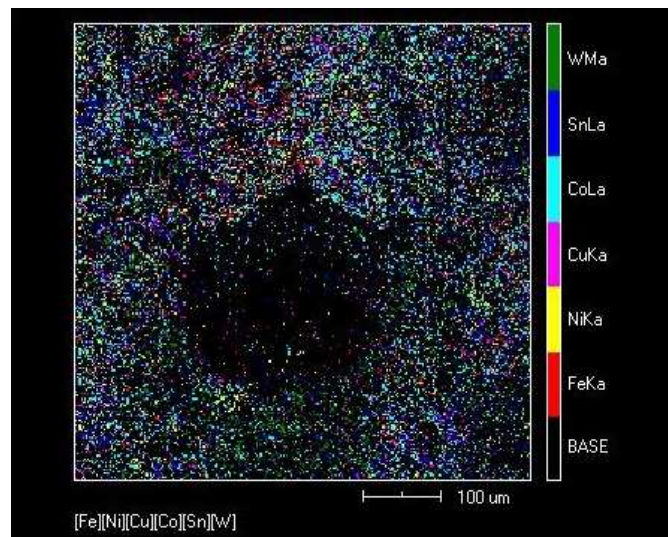


Figura 131. Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 128) sobre a matriz M1.

Também para o compósito M2 foi realizado mapeamento por EDS de todos os elementos envolvidos na mistura. Os resultados são apresentados na Figura 132. A diferença básica entre os resultados da Figura 132 e da 127 é que uma apresenta

B (M1) e a outra Zr (M2), obviamente se tratando da composição com adição de B_4C e ZrO_2 , respectivamente.

O segmento M2 também apresentou Si nos resultados (Figura 132 (i)). A presença deste elemento se deve a mesma razão para o segmento M1, ou seja, provém de resíduos da rocha cortada.

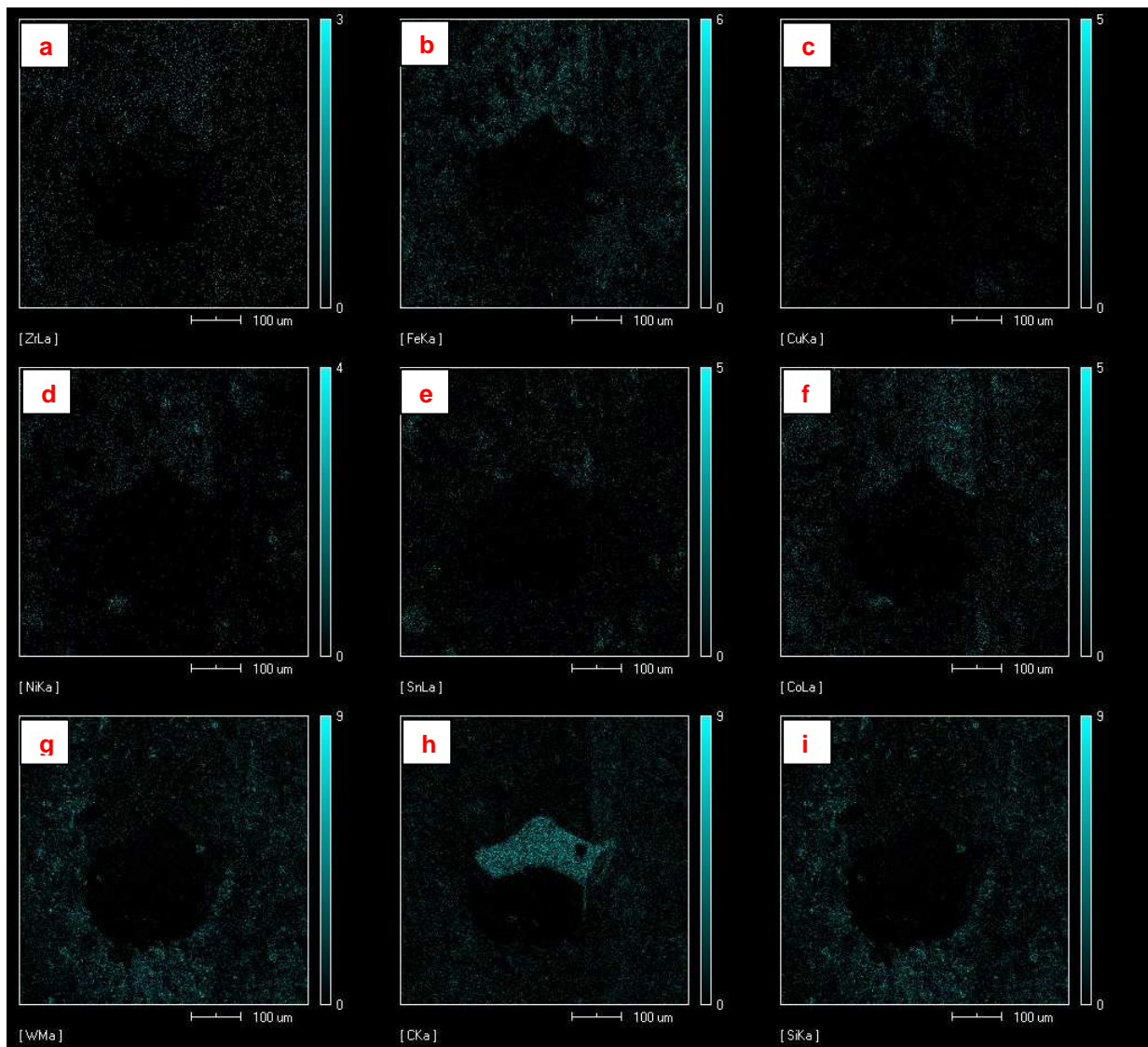


Figura 132. Mapeamento por EDS da região do cristal de diamante (Fig. 128) sobre a matriz M2.

4.7 ANÁLISES DOS SEGMENTOS

Durante o trabalho de corte das ferramentas, o atrito mecânico, os choques com o material de corte (peça), a vibração do equipamento e os efeitos térmicos locais, causam alterações na matriz do segmento de corte que podem prejudicar ou

contribuir para a vida útil da ferramenta. Alguns desses eventos foram observados nos segmentos das serras testadas em campo, são estes:

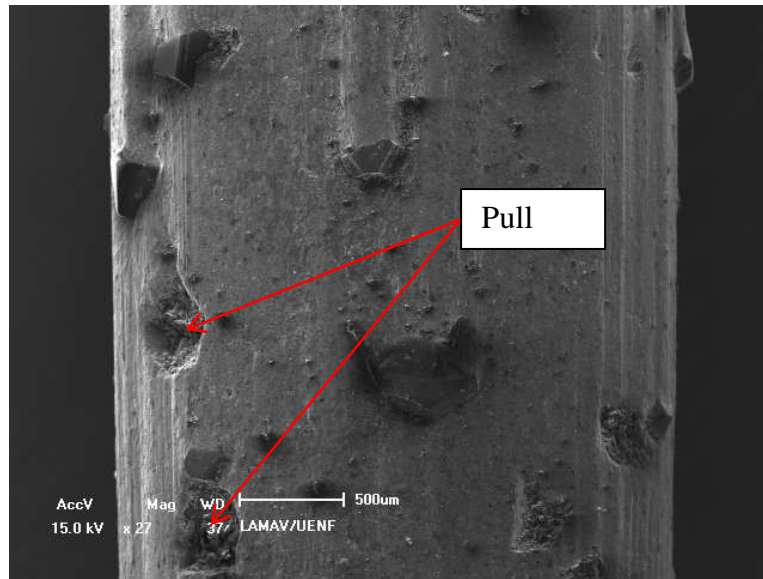
- Pull out;
- Microfraturas e Macrofraturas;
- Efeito Cometa;
- Cristais Polidos;
- Cristais inteiros;
- Cristais emergentes;
- Aderência dos cristais à matriz.

4.7.1 Pull Out

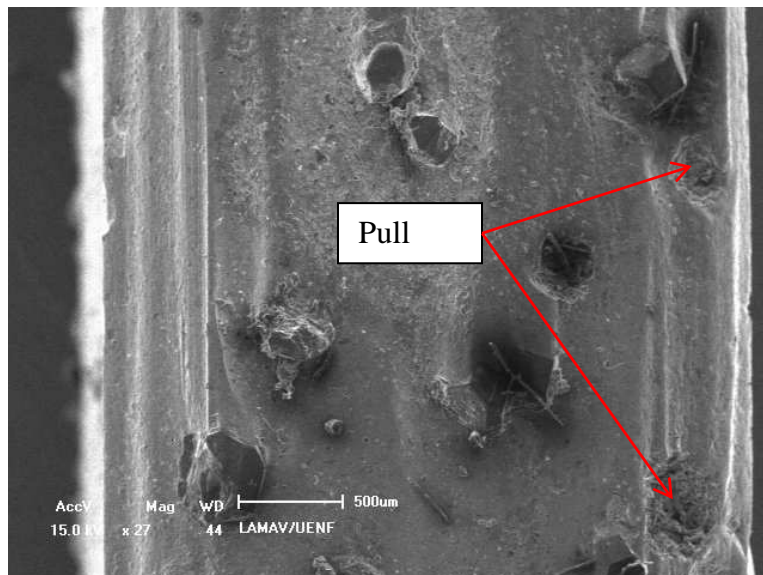
O desprendimento do cristal de diamante da matriz durante o processo de corte é o que se conhece como Pull Out. Esse desprendimento resulta em uma cratera na matriz ligante do segmento (Figura 133).

É importante observar que a ocorrência de Pull Out moderado, durante o trabalho de corte, é benéfico para a eficiência do segmento uma vez que cristais de diamantes fraturados, que já não participam do processo de corte, devem ser descartados para que surjam novas faces cortantes no segmento e assim a eficiência de corte seja mantida. Uma boa ferramenta é aquela que possui a capacidade de reter os cristais aptos para o trabalho de corte e eliminar os defeituosos (Oliveira, 2007).

Nas análises realizadas, foi observada uma ocorrência maior de pull out para os segmentos do tipo M2 do que para o M1, o que pode ter contribuído para uma maior vida útil desta última.



a)



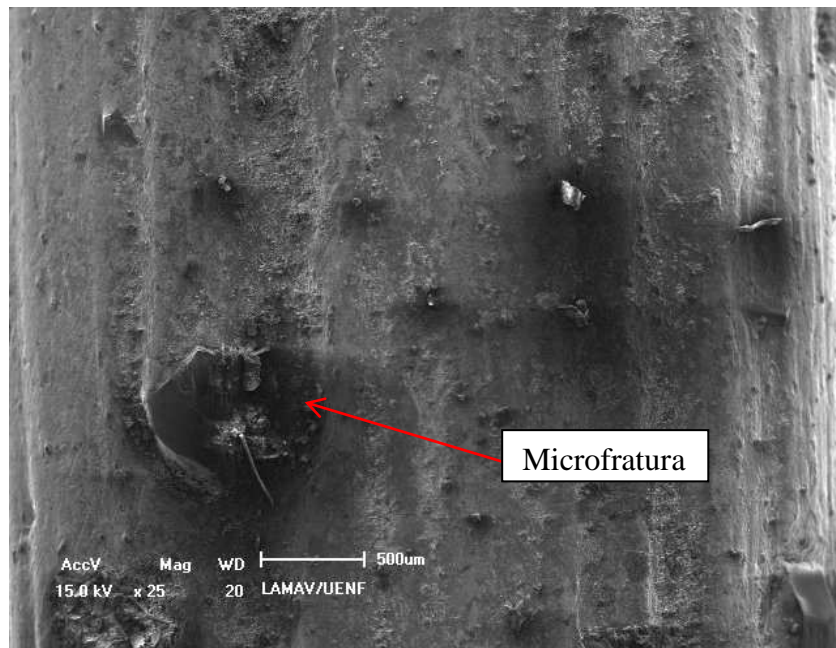
b)

Figura 133. Ocorrência de Pull Out no segmento M1 (a) e M2 (b) após o corte do Gnaiss.

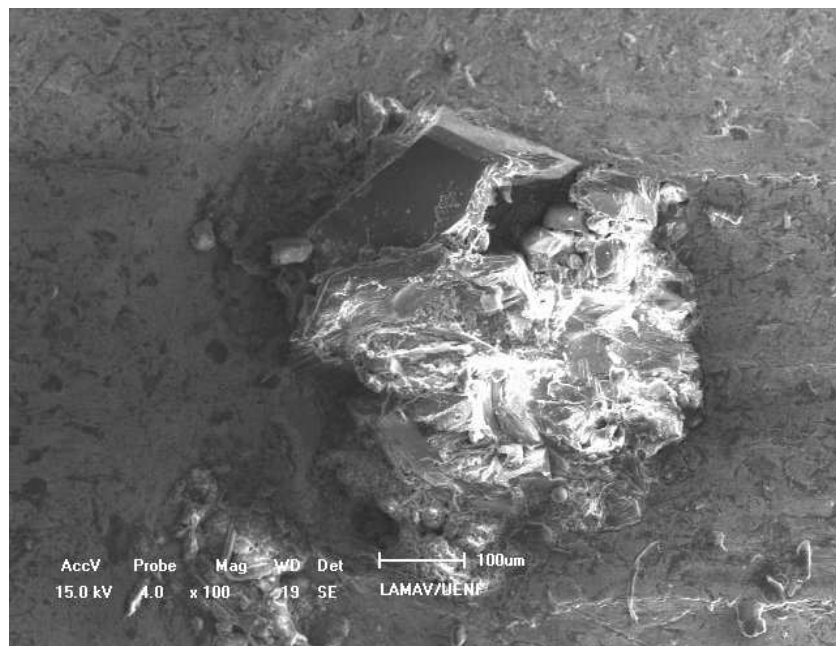
4.7.2 Microfraturas e Macrofraturas

A amostra do tipo M2 apresentou cristais tanto com micro quanto com macrofraturas em proporções praticamente equilibradas. Já as do tipo M1 a predominância foi de microfraturas, embora macrofraturas também tenham estado presentes.

As Figuras 134 e 135 apresentam cristais de diamantes microfraturados e macrofraturados para amostras do tipo M1 e M2, respectivamente.



a)



b)

Figura 134. Cristais de diamantes com microfraturas (a) e macrofraturas (b), localizados no segmento M1, ocorridas durante o corte do gnaiss.

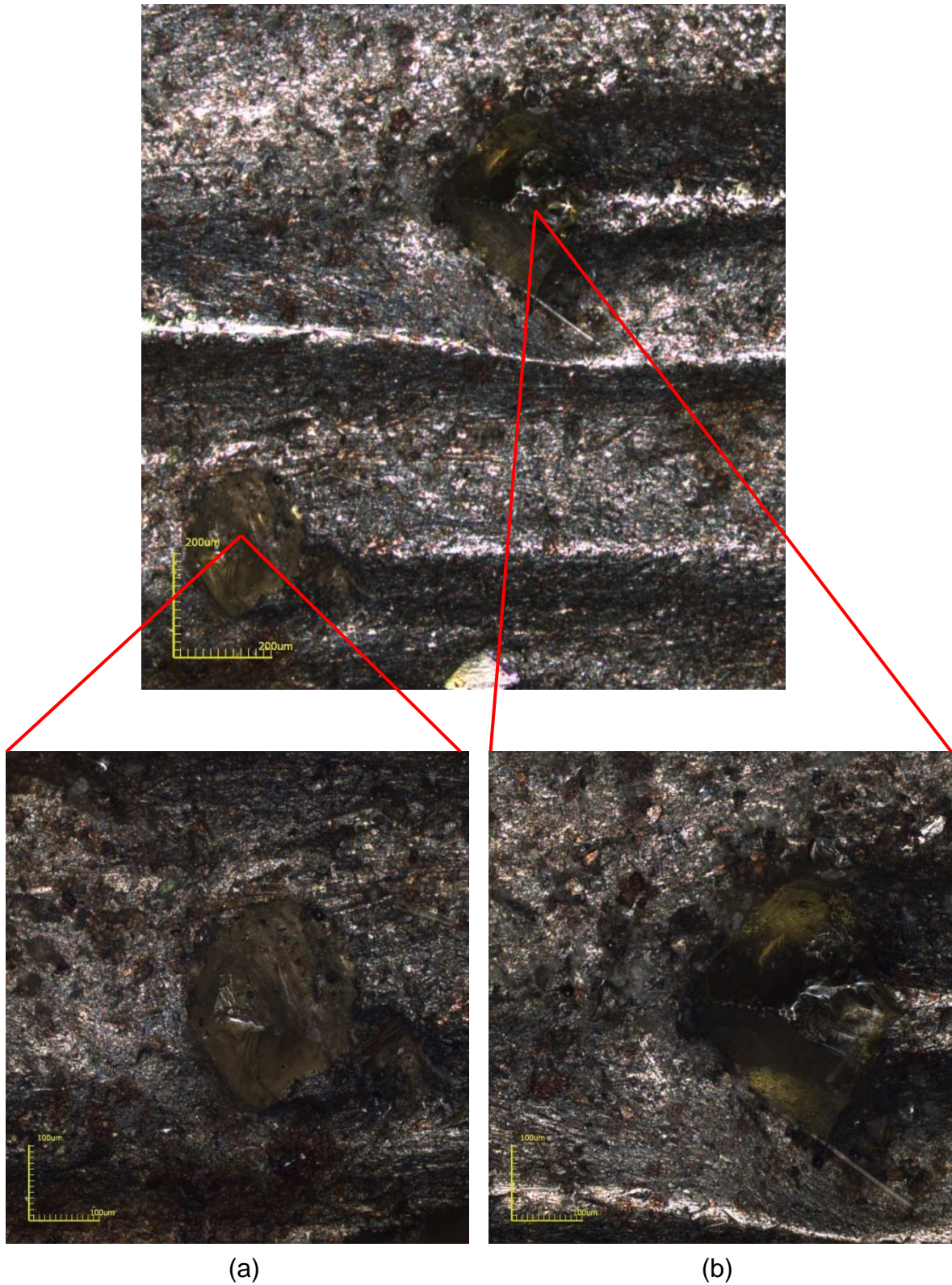


Figura 135. Cristais de diamantes com macrofraturas (a) e microfraturas (b), localizados no segmento M2, ocorridas durante o corte do gnaiss.

As microfraturas podem ocorrer durante o impacto da ferramenta com o material cortado. As microfraturas são benéficas para a ferramenta uma vez que a sua ocorrência produz novas arestas de corte, embora a profundidade seja reduzida.

Diferente da microfratura, a macrofratura dos diamantes causa uma redução acelerada da vida útil da ferramenta, uma vez que o cristal macrofraturado perde por completo sua capacidade de corte.

Assim, pode-se dizer que maior ocorrência de macrofraturas dos cristais de diamantes no segmento M2 tenha diminuído sua eficiência de corte e causa uma diminuição de sua vida útil.

4.7.3 Efeito Cometa

As variações de dureza presentes ao longo da matriz, como já verificado nos resultados dos ensaios de dureza Vickers do presente capítulo, podem causar um desgaste excessivo da matriz, em uma direção longitudinal e paralela ao corte, com aspecto parecido com uma calda de cometa, daí o nome dessa ocorrência ser denominada “efeito cometa”. Este efeito foi observado, em igual quantidade, tanto para amostra do tipo M1 como para a M2 (Figuras 136 e 137).

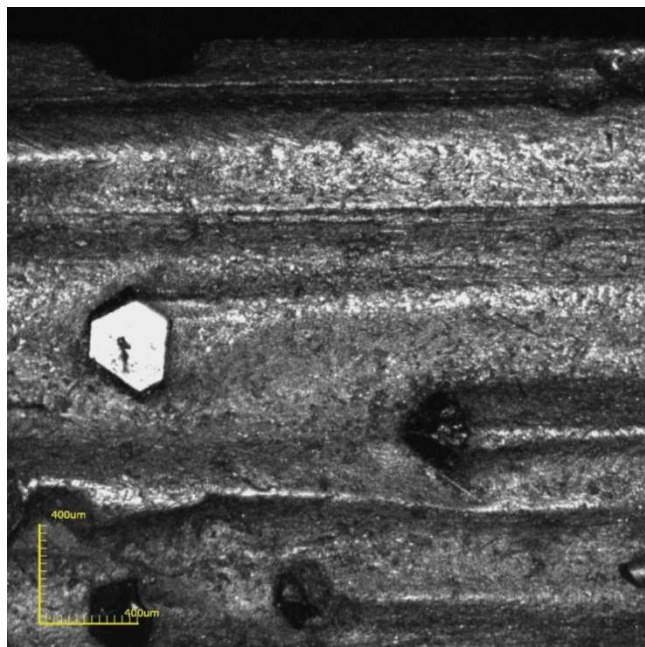


Figura 136. Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M1 ocorrido durante o corte do gnaisse.

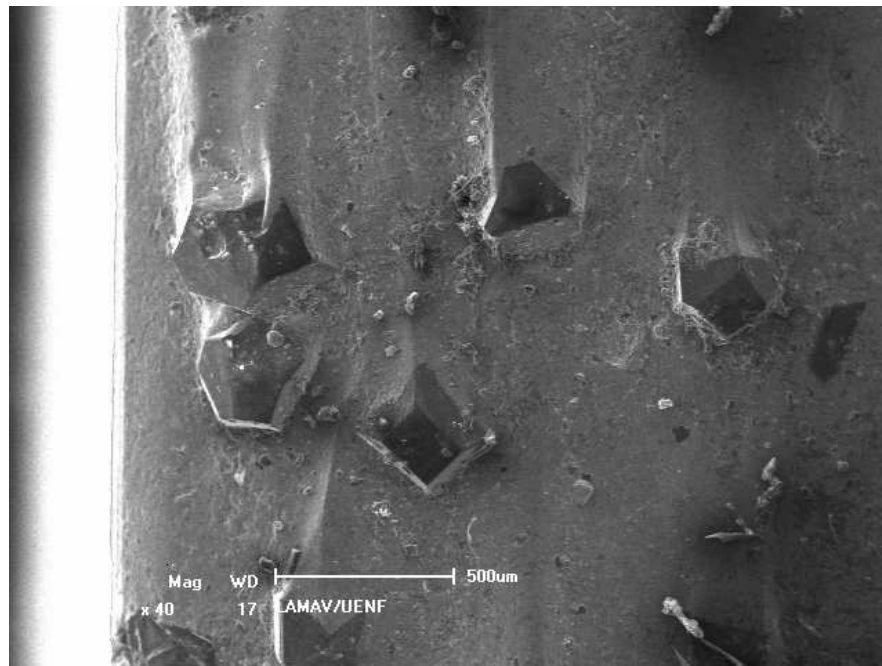


Figura 137. Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M2 ocorrido durante o corte do gnaisse.

O efeito cometa causa uma profundidade localizada na matriz que pode descobrir novas arestas de corte de cristais de diamantes e assim aumentar a eficiência de corte. Entretanto, um rastro (calda) muito profundo pode contribuir para o Pull Out dos cristais ou até mesmo favorecer a sua quebra.

4.7.4 Cristais Polidos

Os cristais de diamantes, que se apresentam de forma polida, apresentam suas faces lisas e planas além de arestas arredondadas (Figuras 138 e 139). Obviamente esse tipo de morfologia causa uma diminuição na eficiência de corte da ferramenta. Cristais polidos foram encontrados, em proporções muito próximas, tanto no segmento do tipo M1 quanto no M2.

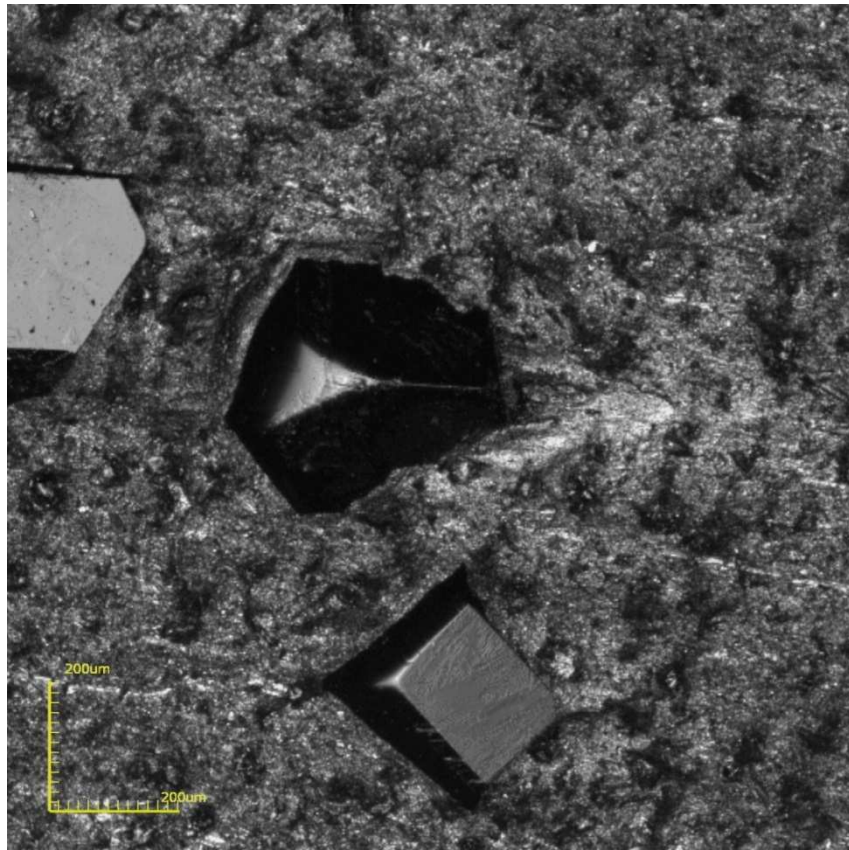


Figura 138. Cristais de diamantes polidos presentes na amostra M1.

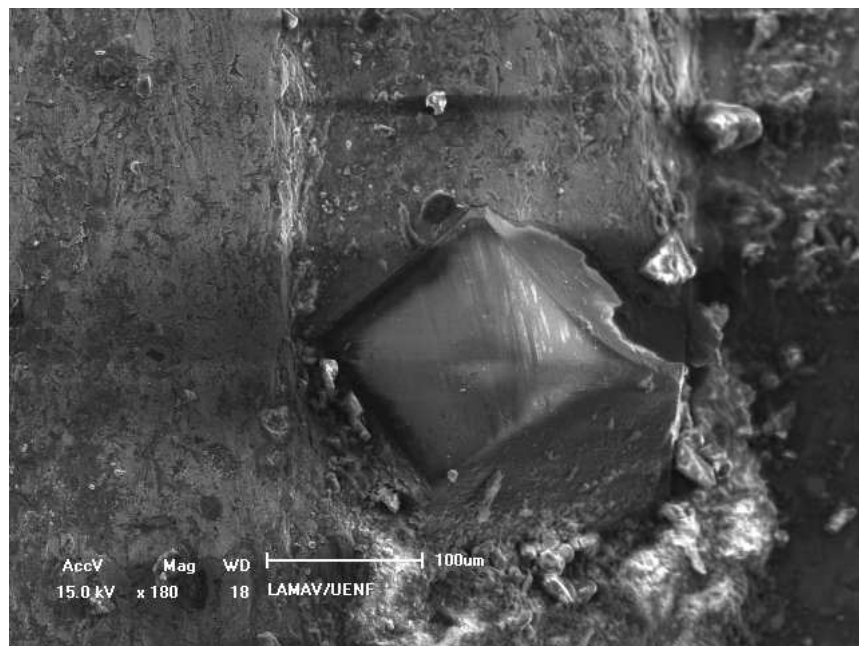


Figura 139. Cristal de diamante polido presente na amostra M2.

4.7.5 Cristais inteiros

Cristais de diamantes inteiros e bem facetados são os que apresentam a melhor contribuição para o corte do material. Esses cristais estiveram bastante presentes nos segmentos do tipo M1 e M2 (Figuras 140 e 141).

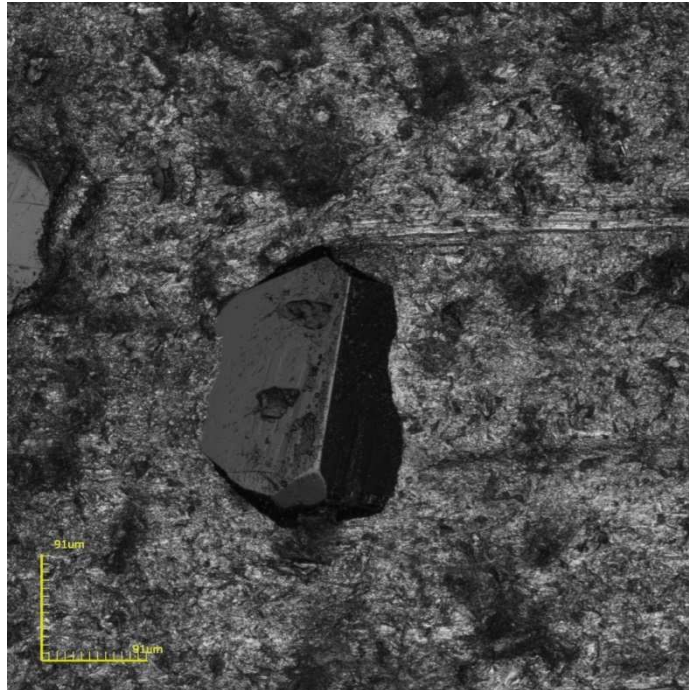


Figura 140. Micrografia obtida por confocal mostrando um cristal inteiro sobre a matriz de um segmento do tipo M1.

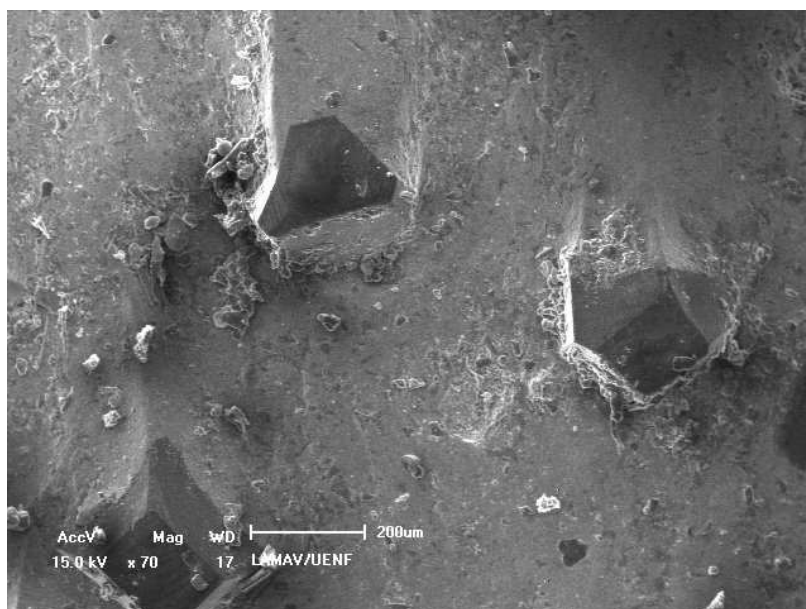


Figura 141. Micrografia obtida por MEV mostrando cristais inteiros e bem facetados sobre a matriz de um segmento do tipo M2.

4.7.6 Cristais emergentes

Os diamantes recentemente expostos na superfície da matriz, durante o processo de corte, são chamados de cristais emergentes (Figuras 142 e 143). Esse efeito acontece quando a matriz do compósito é desgastada contribuindo para a exposição do novo cristal o qual irá participar ativamente do processo. Assim, pode-se concluir que a matriz do compósito não pode ser rígida o suficiente para impedir o seu desgaste e a consequente exposição dos novos cristais, como também muito dúctil de forma que não consiga reter com eficiência os diamantes sobre ela.

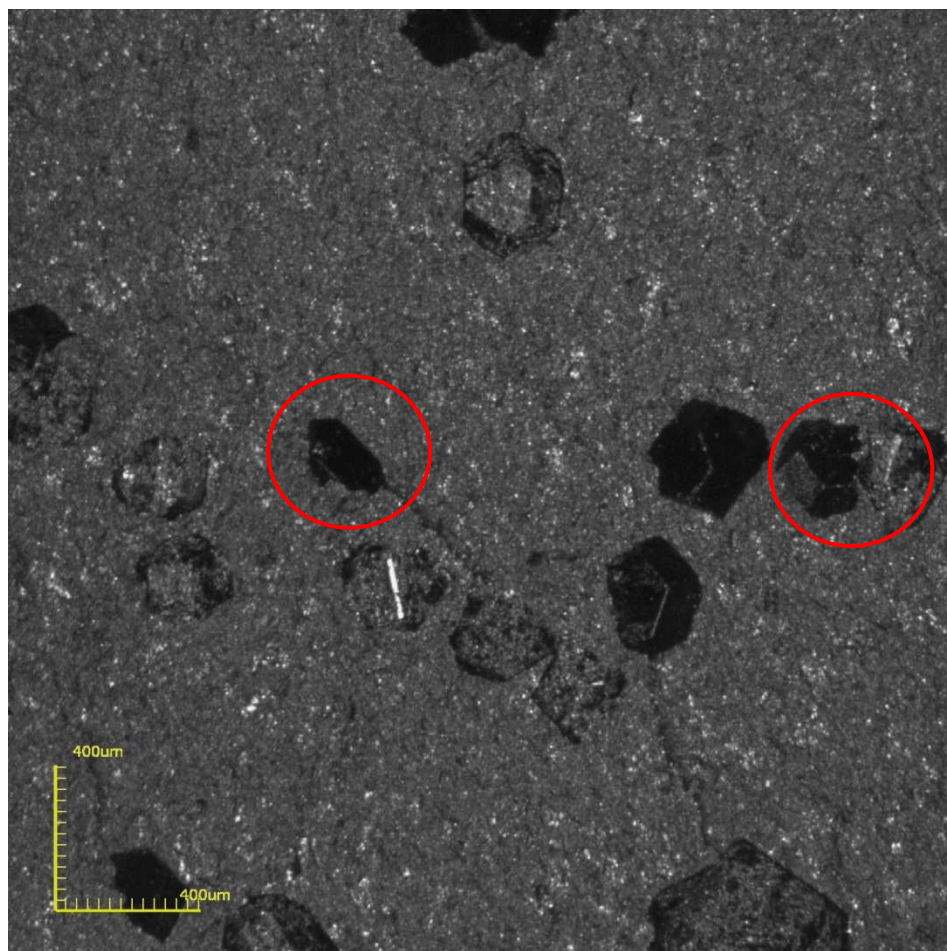


Figura 142. Micrografia obtida por confocal mostrando a presença de cristais emergentes (círculos vermelhos) sobre a matriz de um segmento M1.

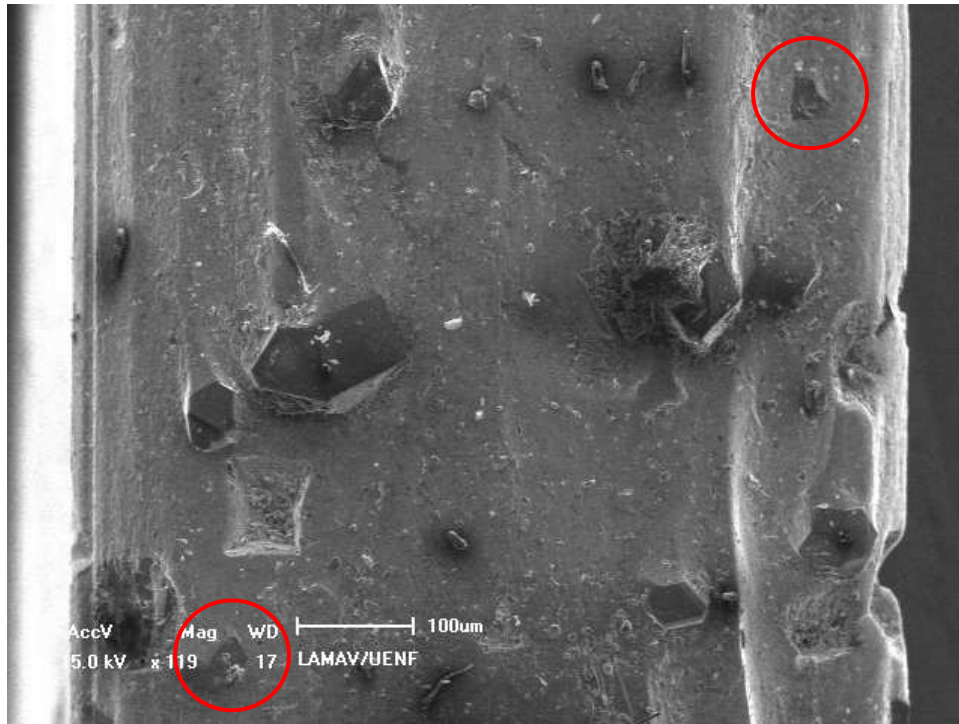


Figura 143. Micrografia obtida por confocal mostrando a presença de cristais emergentes (círculos vermelhos) sobre a matriz de um segmento M2.

Também para esse efeito, os dois tipos de segmento apresentaram quantidades equivalentes.

4.7.7 Aderência dos cristais de diamante à matriz

O segmento M1, responsável pelos melhores resultados no que tange o alcance dos objetivos da presente pesquisa, foi analisado por microscopia eletrônica. Além dos efeitos apresentados, também foi observada uma forte aderência de cristais de diamantes sobre a matriz do segmento M1, mesmo após a serra ter sido submetida a horas de corte. A Figura 144 apresenta imagens obtidas por microscopia eletrônica que evidenciam essa característica.

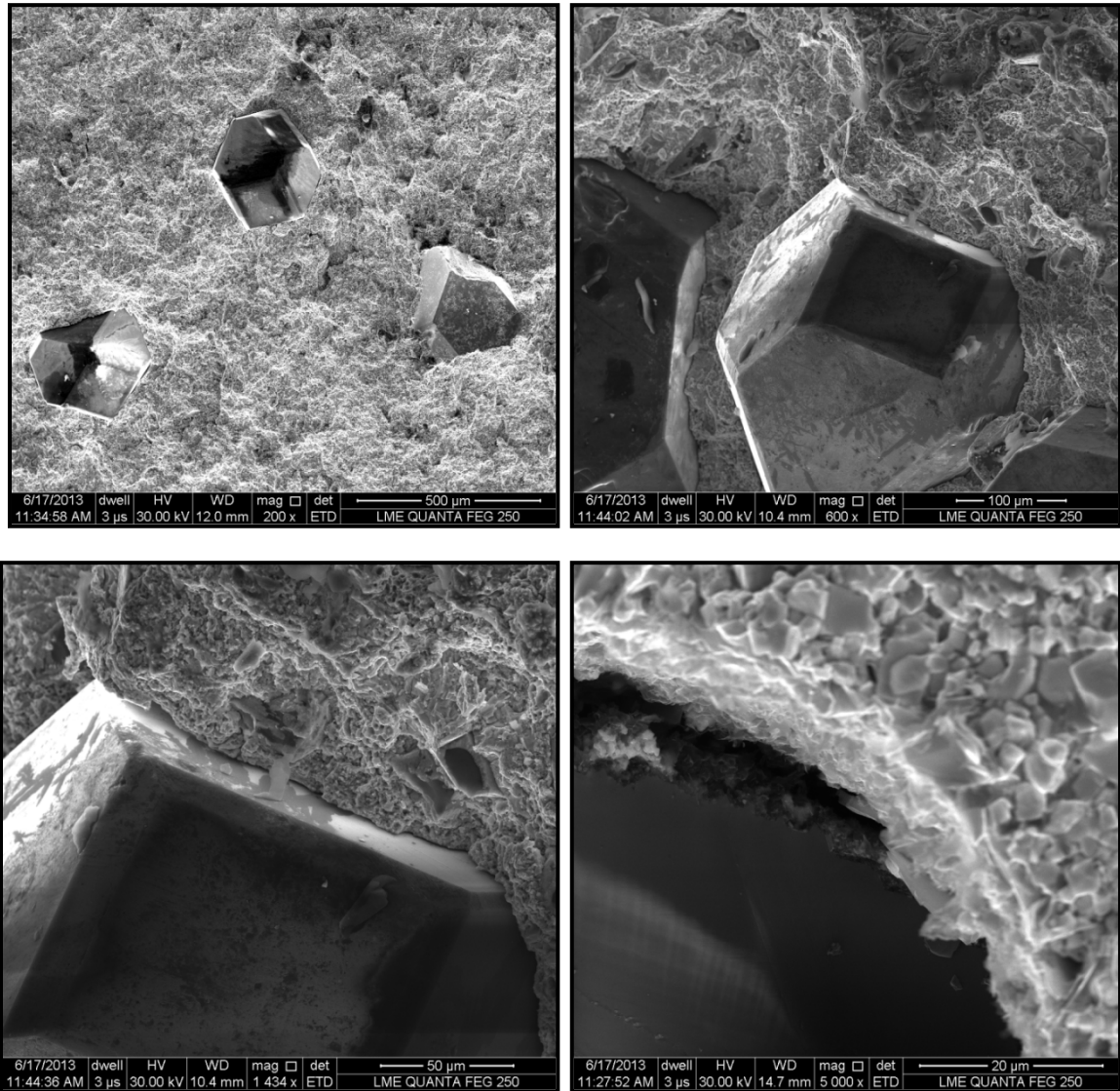


Figura 144. Cristais de diamantes fortemente aderidos sobre a matriz do segmento M1.

Também para o segmento obtido à base de M2 (Figura 145), foram identificados cristais perfeitos (bem facetados para o corte) fortemente aderidos à matriz mesmo após o término do processo de corte da serra.

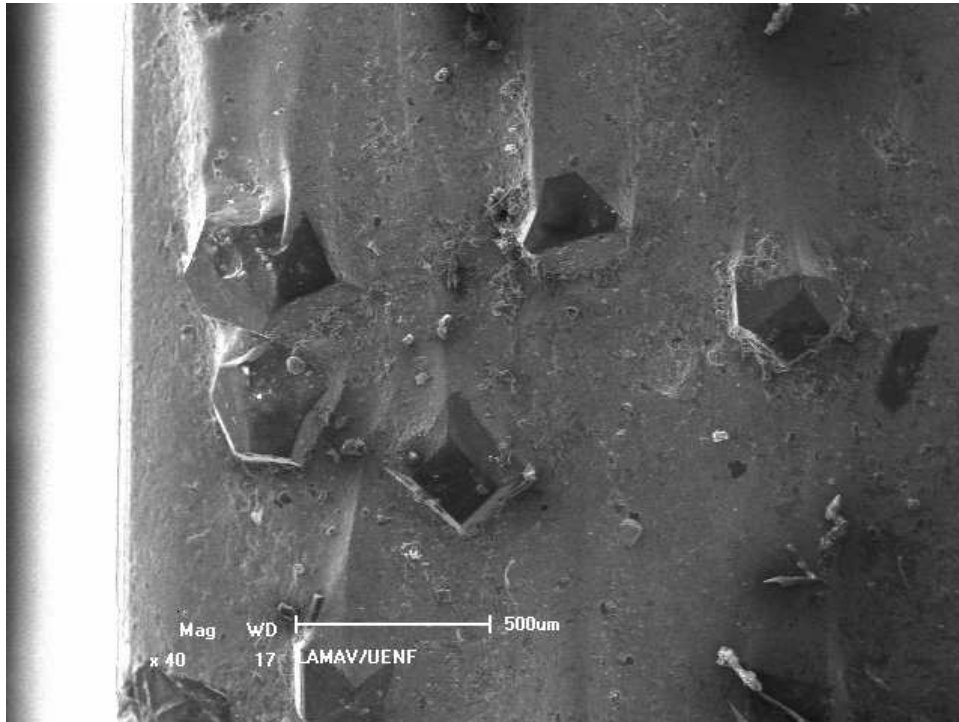


Figura 145. Cristais de diamantes fortemente aderidos sobre a matriz do segmento M2.

Assim, pode-se concluir que os efeitos que ocorreram com maior frequência na amostra do tipo M2 em comparação com M1, foram o pull out e as macrofraturas dos cristais. Essas duas ocorrências, podem ter sido as principais causas da menor eficiência de corte da serra com segmento M2 quando comparada à M1. Entretanto, para ambos os segmentos, conseguiu-se atingir maior eficiência de corte e vida útil da ferramenta, quando comparados à um compósito comercial, com uma considerável redução de cobalto à mistura.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

Uma vez provado o sucesso da utilização de compósitos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC com adições de B₄C ou ZrO₂, a fim de serem utilizados como segmentos de serras circulares para o corte de rochas ornamentais do tipo gnaisse, seguem as principais conclusões que servem como base para o desenvolvimento científico nesta área:

1. Os compósitos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC, com adições de B₄C ou ZrO₂, foram obtidos em condições de viabilidade tecnológica tanto de fabricação quanto de aplicação como segmentos de corte em serras circulares;
2. Através das análises metalográficas das matrizes, foram identificados aspectos condizentes com a literatura vigente. Isso ajudou na caracterização do material no que tange a identificação de fases intermetálicas após o processo de sinterização.
3. As duas composições (Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C e Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂) apresentaram aspectos micrográficos, para cada composição, muito parecidos, independente do tempo de sinterização aplicado;
4. De acordo com os dois tempos de duração de sinterização, um com 6 e o outro com 9 min, mantendo a temperatura e a pressão de compactação constantes para ambos (800 °C e 34 MPa), foi constatado que o maior tempo de sinterização (9 min) proporcionou melhorias consideráveis nas propriedades dos dois tipos de compósitos obtidos;
5. O segmento com adição de B₄C se apresentou menos poroso quando comparado com o ZrO₂, tanto para o tempo de sinterização de 6 min quanto

- para o de 9 minutos. Já as densificações atingidas pelo produto final foram praticamente as mesmas;
6. A porosimetria por intrusão de mercúrio obteve para Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C, dados de densidade aparente e porosidade bem próximos de um segmento comercial. Já o valor de porosidade para Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂ se mostrou bastante distante deste;
 7. Os segmentos do tipo Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/ZrO₂ apresentaram-se, de acordo com os testes mecânicos, mais duros e menos tenazes quando comparados aos de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B₄C. Isso provavelmente foi uma das causas básicas de sua menor vida útil;
 8. As análises micrográficas por confocal, após as fraturas dos corpos de prova, permitiram constatar a influência dos cristais de diamantes sobre o mecanismo de fratura do material. Os cristais atuam como concentradores de tensão na matriz diminuindo sua resistência;
 9. Nos testes reais de corte, os dois tipos de segmentos diamantados apresentaram-se bastante eficientes. Entretanto, o compósito com B₄C foi o que apresentou os melhores resultados, chegando a cortar 24 m² de pedra madeira amarela e 307 m² da rosa. Esses resultados são bastante animadores uma vez que uma serra comercial corta em média 11 m² da amarela e 200 m² da rosa;
 10. Os resultados de termogravimetria mostraram que ambas as composições estudadas, M1 e M2, apresentaram estabilidade térmica quando submetidos a temperaturas de até 750 °C;
 11. Além das propriedades físicas alcançadas, conseguiu-se reduzir consideravelmente o conteúdo de cobalto nos compósitos diamantados reduzindo os custos de produção e os riscos ao meio ambiente.

CAPÍTULO 6

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Promover a obtenção de novos compostos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC, com adições de B_4C ou ZrO_2 , utilizando para isto variadas composições de misturas sob os mesmos parâmetros de sinterização;
- Aplicar as serras produzidas no corte de diferentes tipos de rochas ornamentais, além dos gnaisses;
- Estudar as interações químicas entre os componentes do material do gnaisse com os do compósito diamantado;
- Produzir segmentos com as composições propostas pela presente pesquisa, utilizando diamantes revestidos, a fim de submetê-los às mesmas condições de trabalho apresentadas pela presente pesquisa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABIROCHAS – Associação Brasileira da Indústria de Rochas Ornamentais. Disponível em: <<http://www.abirochas.com.br>>. Acessos em: novembro de 2012 e julho de 2013.
- Aizenshtein, M., Froumin, N., Frage, M., P., (2005). Interface interaction and wetting behaviour in B₄C/(Me–Ti) systems (Me = Cu, Ag, Sn and Au). Department of Materials Engineering, Ben-Gurion University of the Negev, Israel, vol. 395, pp. 180-185.
- Alencar, C., R., A., Caranassios, A., Carvalho, D., (1996). Tecnologias de Lavra e Beneficiamento de Rochas Ornamentais. Estudo Econômico sobre Rochas Ornamentais. Federação das Indústrias do Estado do Ceará, vol.3, p.225.
- Almeida, L., L., P., (2012). Desenvolvimento de matrizes metálicas no sistema Ni-Fe-Cu-Sn com aditivos para aplicação em serras de corte de rochas ornamentais. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais). Campos dos Goytacazes – RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, 151p.
- Arslan, G., Kara, F., Turan, S., (2003). Quantitative X-ray diffraction analysis of reactive infiltrated boron carbide–aluminium composites. Journal of the European Ceramic Society, v. 23, pp. 1243 – 1255.
- Askeland, D., R., (1996). The Science and Engineering of Materials. 3 ed. Chapman and Hall.
- Azeredo, S., R., (2002). Processamento de Coroas Abrasivas do Sistema Sílica-Poliéster para Aplicação no desbaste de Pedras Ornamentais. LAMAV/UENF, p.32.

- Beer, F., P., Johnston, R., (2007). Resistência dos Materiais. McGraw-Hill. pp. 1-506.
- Campos, E., M., (2005), Estudo de propriedades físicas de nanomateriais produzidos por síntese mecânica. Tese de Doutorado - Universidade Federal de Santa Catarina, p.21-32.
- CETEC-MG. Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais. Disponível em: <<http://www.cienciadosmateriais.org>>. Acesso em: agosto de 2011.
- CETEMAG - Centro tecnológico do Mármore e Granito. Cachoeiro de Itapemirim, E.S. p. 67.
- Chevalier, J., Gremillard, L., (2009). Ceramics for medical applications: A Picture for the next 20 years. Journal of the European Ceramic Society, v. 29, n. 7, pp. 1245-1255.
- Chiang, Y., Birnie, D., P., Kingery, W., D., (1997). Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering. New York: John Wiley and Sons, pp. 29-30.
- Chinelatto, A., L., (1992). Efeito de terras raras na característica elétrico-microestrutural de zircônia estabilizada com ítria. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.
- Clark, I., E., Kamphuis, B., (2002). Cobalite HDR – A new prealloyed Matrix powder for diamond construction tools. Industrial Diamond Review, N. 3, pp.177-182.
- Claxton, N., S., Fellers, T., J., Davidson, M., W., (2012). Laser scanning confocal microscopy. Department of Optical Microscopy and Digital Imaging, National High Magnetic Field Laboratory, The Florida State University, Tallahassee, vol. 1, pp. 1-37.

- Costa, A., G., Campelo, M., S., Maciel, S., L., Calixto, C., Bezerra, J., E., (2002). Rochas Ornamentais e de Revestimento: proposta de classificação com base na caracterização tecnológica. III Simpósio de Rochas Ornamentais do Nordeste. Anais. Recife, pp. 55-59.
- Cowley, J., M., (1975). Diffraction physics. North-Holland, Amsterdam. ISBN 0-444-10791-6.
- Deghenghi, G., Chung, T., J., Sergo, V., (2003). Raman investigation of the nitridation of yttria-stabilized tetragonal zirconia. Journal of the American Ceramic Society, v. 86, pp.169-173.
- Del Villar, M., (2001). Consolidation of diamond tools using Cu-Co-Fe based alloys as metallic binders. Powder Metallurgy, v. 44, n. 1, pp. 82-90.
- DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral, (2011). Sumário Mineral de Rochas Ornamentais e de Revestimento. Brasília-DF, pp. 110-111.
- Duval, V., (1993). Inorganic Thermogravimetric Analysis. 2nd. ed. Amsterdam.
- ElementSix – De Beers – Group of Companies. Disponível em: <http://www.e6.com/wps/wcm/connect/E6_Content_EN/Home>. Acesso em: março de 2012.
- Evans, T., Phaal, C., (1962). Dislocation loops in diamond. Ibid, 7, n. 77, pp. 843-846.
- Exner, H., E., (1979). Rev. Powder Metallurg. Phys. Ceram., vol.1, p. 7.
- Fanchini, G., McCauley, J., M., Chowalla, M., (2006). Behavior of disordered boron carbide under stress, Physical Review Letters, v. 97.
- Field, J., E., (1979). The Properties of Diamond. Academic Press, New York.

- Frade, J., R., Paiva, A., T., (2006). Diferenciação de materiais baseada em medições de densidade. Dep. Eng. Cerâmica e do Vidro. Universidade de Aveiro, vol. 1, pp. 1-8.
- Frascá, M., H., B., O., (2001). Qualificação de Rochas Ornamentais e para revestimento de Edificações: caracterização tecnológica e ensaios de alterabilidade. II Seminário de Rochas Ornamentais do Nordeste – Anais, Salvador, p. 128-134.
- Frascá, M., H., B., O., (2004). Rochas Ornamentais e para revestimento: Variedades, propriedades, usos e conservação. In: A Cadeia Produtiva de Rochas Ornamentais e para Revestimento no Estado de São Paulo. Ed. Páginas & Letras Editora e Gráfica Ltda. Publicação IPT 2995, cap. 7, p.153-191.
- Fritsch. Disponível em: <<http://www.dr-fritsch.de/index.php/home-en.html>>. Acesso em: março de 2013.
- GE Superabrasives (1994). Catálogo Anexo I do Programa de Alto Desempenho – Projeto 2 – Tecnologia das Ferramentas Diamantadas. Pinatti, D., G., Tecnor/Fenorte.
- German R., M., (1985). Liquid Phase Sintering, Plenum Press. Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics, vol. 1, pp. 10 – 54.
- Gorni, A., Antônio Gorni Online. Disponível em: <<http://www.gorni.eng.br/protrap.html>>. Acesso em: março de 2012.
- Heuer, A., H., Hobbs, L., W., (1981). Science and Technology of Zirconia, v.3, Columbus: American Ceramic Society.
- Hlavác, J., (1983). The technology of glass and ceramics - An introduction. Elsevier, Amsterdã, p. 280.

-
- Janot, R., (2005). Ball milling in liquid media. Applications to the preparation of materials for lithium-ion batteries. *Progress in Materials Science*, vol. 50, pp.1-92.
 - Josén, P., Haggblad, H., A., Sommer, K., (2007). Tensile strength and fracture energy of pressed metal powder by diametral compression test. *Powder Technology*, n. 176, pp. 148-155.
 - Kamphuis, B., Serneels, A., (2004). Cobalt and nickel free bond powder for diamond tools: Cobalite CNF. *Industrial Diamond Review*, n.1, pp. 26-32.
 - Kang, Suk-Joong, L., (2005). *Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure*. Elsevier Ltd. pp. 9–18.
 - Kim, H., Koh, Y., Kima, H., (2000). Reaction sintering and mechanical properties of B₄C with addition of ZrO₂. School of Materials Science and Engineering, Seoul National University, Seoul, pp. 151-742.
 - Kingery, W., D., Pappis, J., Doty, M., E., Hill, D., C., (1959). Oxygen Ion Mobility in Cubic Zr_{0,85}Ca_{0,15}O_{1,85}. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 42, pp. 393-98.
 - Kiukkola, K., Wagner, C., (1959). Measurements on Galvanic Cells Involving Solid Electrolytes. *Journal of the Electrochemical Society*, 104 [6]: pp. 379-87.
 - Konstanty, J., (2003). Production of Diamond Sawblades for Stone Sawing Applications. *University of Mining Metallurgy*, vol. 30, pp. 30-59.
 - Konstanty, J., (1991). The Materials Science of Stone Sawing. *Industrial Diamond Review*, n.1, pp. 28-31.
 - Kulikovskiy, V., Vorlicek, V., Bohac, P., Ctvrtlik, R., Stranyanek, M., Dejneka, A., Lastrabik, L., (2009). Mechanical properties and structure of amorphous and crystalline B₄C films, *Diamond & Related Materials*, v. 18 pp. 27–33.

- Kwon, O., Messing, G., L., (1990). Kinetic Analysis of Solution-Precipitation During Liquid-Phase Sintering of Alumina. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 73. pp. 275-281.
- Liang. C., Li, W., C., Lin, S., T., (2002). *Diamond and related materials*. pp. 1363-1373.
- Lucchese, M., M., (2006). Nucleação e crescimento de filmes de diamante em substratos de zircônia parcialmente estabilizada. Tese (Doutorado em Ciências) – Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.
- Ma Q., (2010). Effect of additives introduced by ball milling on sintering behavior and mechanical properties of hot-pressed B₄C ceramics, *Ceramics International*. pp. 167–171.
- Mauri, F., Vast, N., Pickard, C., J., (2001). Atomic Structure of Icosahedral B₄C Boron Carbide from a First Principles Analysis of NMR Spectra, *Physical Review Letters*, v. 87.
- Medvedovski, E., (2001). *Wear*, v. 249, pp. 821–828.
- Mézaros, M., Vadasdi, K., (1994). Process and equipment for electrochemical etching of diamond – Containing Co-WC tools and recovery of diamond from used steel tools, *Journal Refractory Metals & Hard Materials*, v. 14, pp. 229-234.
- Mitsubishi Carbide. *Ferramentas de Metal Duro para Usinagem*. São Paulo: Catálogo 2001/2002, p. 560.
- Morks, M., F., Kobayashi, A., (2008). Development of ZrO₂/SiO₂ bioinert ceramic coatings for biomedical application. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, pp.165-71.

- Moriguchi, H., Tsuduki, K., Ikegaya, A., Miyamoto, Y., Morisada, Y., (2007). Int. J. Refract. Met. Hard Mater 25:237.
- Mukhanova, V., A., Kurakevychb, O., O., Solozhenkoa, V., L., (2002). Thermodynamic Model of Hardness: Particular Case of Boron Rich Solids. Université Paris Nord, Villetaneuse, France.
- Nitkiewicz, Z., Swierzy, M., (2006). J. Mater. Process. Technol, vol. 1, p.306.
- Oliveira, L., J., Bobrovnichii, G., S., Filgueira, M., (2007). Processing and characterization of impregnated diamond cutting tools using a ferrous metal matrix. Int. J. Refract. Met. Hard Mater., vol. 25, pp. 328-335.
- Osborne, J., J., Harris, I., L., Roberts, G., T., Chambers, A., R., (2006). Satellite and rocket-borne atomic oxygen sensors techniques, Reviews Scientific Instruments, v. 72, n. 11, pp. 4025-4041.
- Pacheco P., D., Oliveira, L., J., Quintanilha, R., Guimarães, R., S., Filgueira, M., (2007). Obtenção de ligas Fe-Cu via metalurgia do pó: Microestrutura, Dureza e limite de escoamento. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 26, n. 3, 121-125.
- Petemel, R., Mansur, K., (2002). Caminhos Geológicos. Departamento de Recursos Minerais do Estado do Rio de Janeiro, vol. 1, pp. 1-5.
- Przyklenk, K., (1993). Diamond Impregnated tools – Uses and Production. Toolmaking, n.4.
- Ruff, O., Ebert, F., (1929). Refractory Ceramics: The forms of zirconium Dioxide. Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie, v. 180, pp. 19-41.

- Sá, A., C., Moreira, E., C., G., Rangel, J., J., Guimarães, E., R., S., Skury, A., L., D., (2010). Modelo de Simulação para Análise do Sistema de Fabricação de Serras Diamantadas. EMEPRO – MG, pp. 1-9.
- Shibuta, D., (1983). Recovery of Diamond from Diamond Tool Scrap. Mitsubishi Metal Corporation. Japanese Patent.
- Silva, A., G., P., Alves Jr., C., (1998-a). Teoria de sinterização por fase sólida. Uma análise crítica de sua aplicação. *Cerâmica*, v.44, p.289.
- Silva, A., G., P., Alves Jr., C., (1998-b). A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. *Cerâmica*, v.44, p.290.
- Smallman R. E., Bishop, Ray J (1999). *Modern physical metallurgy and materials engineering: science, process, applications*. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Sousa, A., A., P., Rodrigues, R., (2002). Consumo dos principais insumos no desdobramento de granitos do nordeste de diferentes graus de dureza. *Anais: III Simpósio de Rochas Ornamentais do Nordeste*. Ed. Francisco W., H., Vidal; Rio de Janeiro: CETEM/UFPE, Recife, PE. Brasil.
- Souza, S., A., (1982). *Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos teóricos e práticos*. Edgard Blucher., 5 ed. São Paulo, p. 286.
- Stellin, Jr., A., (1998). Serragens de granitos para fins ornamentais. *Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, Depto de Engenharia de Minas*, São Paulo, p. 40.
- Stellin, Jr., A., (1990). Mármore e granitos brasileiros. In: *Convegno Minerario Italobrasiliano*, pp. 111 – 121.
- Stevens, R., (1986). *Zirconia and Zirconia Ceramics. Second Edition*. Magnesium Elektron Ltd.

- Suryanarayana, C., (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, v. 46, pp. 1-184.
- Thévenot, F., (1990). Boron Carbide – A Comprehensive Review, *Journal of the European Ceramic Society*, v. 6, p.205.
- Tolkowsky, M., (1920). D. Sc. Thesis, University of London.
- Tonshoff, H., K., Hillmann-Apmann, H., (2002). *Diam. Relat. Mater.* V. 11, p. 742.
- Vallejo, L., I., G., Ferrer, M., Ortuño, L., Oteo, C., (2002). *Ingeniería Geológica*. Prentice Hall, Madrid, pp.374-390.
- Vidal, F., W., H., (2002). Rochas Ornamentais do Nordeste – Brasil. III Simpósio de Rochas Ornamentais do Nordeste. *Anais, Recife*, pp. 146-153.
- Warren, B., (1992). *Sense Developments: A contrastive study of the development of slang senses and novel standard senses*. Acta Universitatis Stockholmiensis, Stockholm: Almqvist & Wiksell.
- Webb, S., W., (1999). Diamond retention in Sintered cobalt bonds for stone cutting and drilling. *Diamond and Related Materials*, v.8, pp. 2043-2052.
- Webb, S., W., (2000). Crystal Retention Improves ROI and Performance of Diamond Tools. *Proceeding of the Intertech July*, pp. 17-21. Vancouver/Canada.
- Weber, G., Weiss, C., (2005). Diamix – A Family of Bonds Based on Diabase – V21. *Industrial Diamond Review*, n. 2, p. 28-32.
- Wensheng, L., Zhang, J., Wang, S., Dong, H., Yaming, L., Liu, Y., (2012). Characterizations and mechanical properties of impregnated diamond segment using Cu-Fe-Co. Metal matrix. *Rare Metals*, vol. 31, p. 81.

- Wilks, J., Wilks, E., M., (1979). Abrasion and tear of Diamond, in J.E. Field. Properties of Diamond, Academic Press, London, p. 351-381.
- Wu, Y., Funkenbusch, P., D., (2010). Microstructure and mechanical properties of commercial, bronze-bond, diamond-abrasive tool materials. Journal Materials Science, v. 45, p.251.
- Xu, X., (2002). Experimental Study on temperatures and Energy partition at the Diamond-Granite Interface in Grinding. Tribology International, n. 34, pp. 419-426.
- Yu, L., G., Khor, K., A., Li, H., Pay, K., C., (2006). Restoring WC in plasma sprayed WC/Co coatings through spark plasma sintering (SPS). Svr. Coat. Technol. v. 182.
- Zepeda, V., (2009). Novos produtos deverão impulsionar setor de rochas ornamentais no estado. Disponível em: <<http://www.faperj.br/boletiminterna>>. Acesso em: outubro de 2009.
- Zeren, M., Karagoz, S., (2007). Sintering of polycrystalline diamond cutting tools. Mater. Des., v. 28, p.1055.
- Zhang, Z., Sandstrom, W., L., (2003). Modelling of swelling of Fe-Cu compacts sintered at temperatures above the copper melting point. Journal of materials Processing Technology, vol. 152, pp.131-135.