

**EFEITO DA ADIÇÃO DE ÓXIDOS EM MATRIZ METÁLICA
DIAMANTADA PARA APLICAÇÃO EM SERRA DE CORTE DE
ROCHAS ORNAMENTAIS**

EMILENE RITA PIMENTEL DA SILVA PEREIRA

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

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
ABRIL DE 2016**

**EFEITO DA ADIÇÃO DE ÓXIDOS EM MATRIZ METÁLICA
DIAMANTADA PARA APLICAÇÃO EM SERRA DE CORTE DE
ROCHAS ORNAMENTAIS**

EMILENE RITA PIMENTEL DA SILVA PEREIRA

Tese apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais 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.

Orientador (a): Prof.^a Ana Lúcia Diegues Skury

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
ABRIL DE 2016

**EFEITO DA ADIÇÃO DE ÓXIDOS EM MATRIZ METÁLICA
DIAMANTADA PARA APLICAÇÃO EM SERRA DE CORTE DE
ROCHAS ORNAMENTAIS**

EMILENE RITA PIMENTEL DA SILVA PEREIRA

Tese apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais 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.

Aprovada em 19 de abril de 2016

Comissão examinadora:

Prof.^a Elaine Aparecida Santos C.(DSc., Eng. e Ciências dos Materiais) - UENF

Prof.^a Camila Mendonça Romero Sales (DSc., Eng. e Ciências dos Materiais) – IFF

Prof.^a Cristiane Marinho dos Santos (DSc., Eng. e Ciências dos Materiais) – FSMA

Prof.^a Márcia Giardinieri de A. Basto (DSc., Eng. e Ciências dos Materiais) – UENF
(Presidente)

- Aos meus pais (Maria e Braz)
- e irmãos (Elizete, Elisângela e Edmilson)
- Ao meu marido Dailer

AGRADECIMENTOS

Alguém já disse que “a gratidão é a lembrança do coração”. Faz sentido. Ao longo de nossas vidas sempre aparecem “anjos da guarda” que nos ajudam, e sem os quais nossos objetivos seriam muito difíceis de alcançar, ou seriam até inatingíveis. Quero aqui expressar de coração os meus agradecimentos.

Primeiro de tudo, gostaria de agradecer a Deus e a Virgem Maria por me guiar, iluminar e me dar tranquilidade para seguir em frente com os meus objetivos e não desanimar com as dificuldades.

Agradeço principalmente aos meus pais, que sempre me motivaram, entenderam as minhas faltas e momentos de afastamento e reclusão e me mostraram o quanto era importante estudar, mesmo não tendo eles a mesma oportunidade no passado.

Agradeço também aos meus irmãos, meus cunhados, aos meus sobrinhos, aos meus sogros. Vocês são simplesmente fundamentais na minha vida, responsáveis diretos pela minha saúde afetiva

Agradeço ao meu marido, Dailer, com quem eu sei que passarei por muitos e muitos momentos de felicidade como este e que é a pessoa que a vida escolheu para ser meu companheiro nas horas boas e ruins, que fica sentado comigo às noites me olhando trabalhar, que finge ser platéia para eu ensaiar e que me tranquiliza dizendo: “calma, a tua hora vai chegar!”

Agradeço a todos os colegas de doutorado, alguns desde o mestrado, que vivenciaram momentos de estudo, de escrita de artigo e de tensão, como a qualificação, no decorrer desta jornada.

Agradeço aos amigos do setor de matérias super duros e em especial a Luciana Lezira sua atenção, conselhos... Foram fundamentais.

Agradeço muito a Ana Lúcia Diegues Skury. Resumi-la a minha orientadora é muito pouco e tenho certeza de que ela sente a importância que teve e tem para mim não só na condução do trabalho, mas também como conselheira e incentivadora.

Também preciso falar dos funcionários e técnicos do LAMAV que sempre propiciaram um ambiente amigável e fraterno durante todo o curso.

Aqueles não lembrados ou não citados me perdoem a injustiça do esquecimento.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE TABELAS	xiv
LISTA DE ABREVIATURAS.....	xv
RESUMO.....	xvi
ABSTRACT	xvii
CAPÍTULO 1	1
Introdução	1
1.1 – Objetivo	2
1.2 – Justificativa.....	3
1.3 – Ineditismo.....	4
CAPÍTULO 2	6
Revisão Bibliográfica.....	6
2.1 – A Indústria do Setor de Rochas Ornamentais no Brasil	6
2.1.1 - Exportações de Rochas Ornamentais no Brasil.....	8
2.2- Ferramentas diamantadas	8
2.2.1 - Serra circular.....	9
2.2.2– Seleção da Matriz Metálica	11
2.2.2.1 – WC-Co	12
2.2.2.2 – Liga a Base de Cu.....	13
2.2.2.3 – Liga a Base de Fe-Cr-Ni.....	14
2.2.2.4 – Liga a Base de Sn.....	15
2.3 – Ligas Comerciais.....	16
2.4 - Fases Oxidas Dispersas Utilizadas como Reforço ou Agente Inibidor de Desgaste	19
2.4.1 - Óxido de alumínio.....	19
2.4.2 - Óxido de Nióbio	20
2.4.3 - Óxido de Zircônia.....	21
2.4.4 - Óxidos de Terras Raras.....	22
2.4.4.1 - Óxido de Itírio	23
2.4.4.2 - Óxido de Lantânio.....	24

.4.4.3 - Óxido de Cério.....	24
2.5 - Diamante.....	26
2.5.1 Estrutura do diamante.....	27
2.5.2 Diamante utilizado em ferramentas de corte.....	27
2.6 - A Retenção dos Cristais De Diamante.....	31
2.7 – Metalurgia do Pó.....	32
2.8 – Desgaste e as Ferramentas de corte diamantadas.....	36
2.9 - Produção de serra circular.....	40
CAPÍTULO 3.....	43
Materiais e Métodos.....	43
3 - PARÂMETROS.....	44
3.1 - Seleção dos pós.....	44
3.2 - EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS.....	45
3.3 - Produção dos compósitos.....	45
3.3.1 - Preparação (seleção e pesagem) das misturas.....	46
3.3.2 - Preparação das misturas com diamante.....	47
3.3.3 - Montagem do molde de sinterização.....	48
3.3.4 - Sinterização em prensa hidráulica industrial.....	50
3.4 - Caracterização dos segmentos.....	52
3.4.1 - Difração de raios X.....	52
3.4.2 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	52
3.4.3 - Espectroscopia de Raios X por Dispersão de Energia (EDS).....	53
3.4.4 - Microscopia Confocal a Laser.....	53
3.4.5 - Densidade e porosidade.....	53
3.5 - Ensaio Mecânicos.....	55
3.5.1 - Ensaio de Flexão.....	55
3.5.2 - Microdureza Vickers.....	56
3.5.3 - Dureza Brinell.....	56
3.5.4 - Ensaio de desgaste.....	57
CAPÍTULO 4.....	59

4 - Resultados e Discussão.....	59
4.1 - Compósitos Produzidos	59
4.2 - Caracterização dos segmentos.....	60
4.2.1 - Difração de raios X	60
4.2.2 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS).....	67
4.2.2.1 - Matriz M0.....	68
4.2.2.2 - Matriz M1	70
4.2.2.3 - Matriz M2.....	72
4.2.2.4 - Matriz M3.....	74
4.2.2.5 - Matriz M4.....	76
4.2.2.6 - Matriz M5.....	78
4.2.2.7 - Matriz M6.....	80
4.2.3 - Densidade e porosidade	83
4.3 - Ensaio Mecânicos	85
4.3.1 - Ensaio de Flexão	85
4.3.2 - Microdureza Vickers	99
4.3.3 - Dureza Brinell	101
4.3.4 - Ensaio de desgaste	102
4.4 - Análise dos Segmentos.....	103
CAPÍTULO 5	126
Conclusões.....	126
CAPÍTULO 6	128
Sugestões	128
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:	129

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema representativo de ferramentas diamantadas, adaptado (Konstanty, 2005).....	9
Figura 2 - Serra circular diamantada (a), matriz do segmento (b), adaptado (Tönshoff, <i>et. al.</i> , 2002).....	10
Figura 3 - Estrutura do diamante (Rosa, <i>et. al.</i> , 2013)	27
Figura 4- a) Diamante natural. b) Diamante artificial com dopagem de níquel (Konstanty, 2005).....	28
Figura 5 - Morfologias assumidas por cristais de diamante sintético (Machado, <i>et. al.</i> , 2013).....	29
Figura 6 - Diamantes monocristalinos utilizados em ferramentas diamantadas. a)°Predominantemente octaédrico. b) Predominantemente tetraédrico (Davies., <i>et. al.</i> , 2007).	29
Figura 7 - Altura de protusão e interface da matriz com o diamante. (modificado) (Konstanty, 2005).....	31
Figura 8 - Esquema representativo de produção das pastilhas via metalurgia do pó	32
Figura 9 - Diagrama esquemático do tempo de vida hipotético de uma partícula de diamante, em termos de altura de protusão. (Aigueira., <i>et al.</i> , 2005).....	37
Figura 10– Perda de massa após ensaio de resistência a abrasão para as ligas Fe-Cu-SiC em função do teor de cobre, nas duas temperaturas de sinterização (a) e do compósito diamantado Fe-Cu-SiC-Diamante, sinterizado a 1150°C/25 minutos(b) (Oliveira, <i>et al.</i> , 2007).	38
Figura 11 – Distribuição dos cristais de diamante na matriz metálica ligante de Fe-20%pCu-1%pSiC após ensaio de resistência à abrasão (a) e retenção dos cristais de diamante pela matriz metálica ligante, (b) novos cristais surgindo para dar continuidade ao processo de corte (vide setas) (Oliveira, <i>et al.</i> , 2007).....	39
Figura 12 - Proposta de modelo de partículas de diamante mecanismo pull-out / fratura no desgaste da ferramenta de corte de diamante (Dhokey, <i>et al.</i> , 2013).....	40
Figura 13 – Processo de fabricação de serras diamantadas (Sá, <i>et al.</i> , 2012)	42
Figura 14 - Esquema da produção e caracterização das amostras	43
Figura 15 - Moinho cônico industrial (a) imagem frontal e (b) lateral (Abrasdi, 2016).	48

Figura 16 - Etapas da montagem do molde para a sinterização dos segmentos: (a) e (b) montagem do molde; c) preenchimento com as misturas; d) molde montado (Abrardi, 2015).....	49
Figura 17 - Molde utilizado no processo de fabricação (Abrardi, 2015).....	49
Figura 18 - Prensa hidráulica EKA modelo PHB30.REF220 (Abrardi, 2015).....	50
Figura 19 - 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 (Abrardi, 2015).	51
Figura 20 - Esquema padrão dos compósitos produzidos com espessura e ± 3 mm apresentando as dimensões aproximadas dos segmentos.....	52
Figura 21 - Montagem para medição de densidade por Arquimedes.....	54
Figura 22 - Representação esquemática da medida de microdureza das matrizes ..	56
Figura 23 - Representação esquemática da medida de dureza Brinell dos segmentos diamantados	57
Figura 24 - Abrasímetro adaptado para ensaio de desgaste (LAMAV/CCT/UENF). .	57
Figura 25 - Alguns segmentos das composições utilizadas neste trabalho.	59
Figura 26 - Difrátogramas das amostras M0 sem adição de cristais de diamantes. .	60
Figura 27 - Difrátogramas das amostras M1, M2 e M3 sem adição de cristais de diamantes.....	61
Figura 28 - Difrátogramas das amostras M4, M5 e M6 sem adição de cristais de diamantes.....	62
Figura 29 - Difrátograma da amostra M0D com adição de cristais de diamantes.	63
Figura 30 - Difrátograma da amostra M1D, M2D e M3D com adição de cristais de diamantes.....	64
Figura 31 - Difrátograma da amostra M4D, M5D e M6D com adição de cristais de diamantes.....	65
Figura 32 – Diagrama de Fases da liga (a) CuNi e (b) CuSn (Johnson, 2005)	66
Figura 33 – Diagrama de Fases da liga CuFe (ASM Handbook, 1973)	67
Figura 34 - Microestrutura da amostra M0D com a identificação das regiões de análise (a) e os pontos de espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c) Ponto 2.....	69
Figura 35 - Micrografia de um cristal de diamante sobre a matriz M1D selecionado para análise por EDS.	70
Figura 36 - Mapeamento por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b) matriz M1D	71

Figura 37 - Microestrutura da amostra M2D com a identificação das regiões de análise (a) e os pontos de espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c) Ponto 2.....	73
Figura 38 - Microestrutura da matriz M3D com a identificação das regiões de análise de EDS.....	74
Figura 39 - Mapeamento por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b) da matriz M3D.....	75
Figura 40 - Micrografia de um cristal de diamante sobre a matriz M4D selecionado para análise por EDS.	76
Figura 41 - Mapeamento da matriz M4D por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b).....	77
Figura 42 - Micrografia de um cristal de diamante sobre a matriz M5D selecionado para análise por EDS.	78
Figura 43 - Mapeamento da matriz M5D por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b).....	79
Figura 44 - Micrografia de um cristal de diamante sobre a matriz M6D selecionado para análise por EDS.	80
Figura 45 - Mapeamento da matriz M6D por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b).....	81
Figura 46 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M0 (a) / M0D (b).....	87
Figura 47 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M1 (a) / M1D (b).....	88
Figura 48 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M2 (a) / M2D (b).....	89
Figura 49 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M3 (a) / M3D (b).....	90
Figura 50 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M4 (a) / M4D (b).....	91
Figura 51 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M5 (a) / M5D (b).....	92
Figura 52 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M6 (a) / M6D (b).....	93
Figura 53 - Micrografia da fratura da amostra M0 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante.....	95
Figura 54 - Micrografia da fratura da amostra M1 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante.....	96
Figura 55 - Micrografia da fratura da amostra M2 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante.....	97
Figura 56 - Micrografia da fratura da amostra M3 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante.....	97
Figura 57 - Micrografia da fratura da amostra M4 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante.....	98
Figura 58 - Micrografia da fratura da amostra M5 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante.....	98

Figura 59 - Micrografia da fratura da amostra M6 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante.....	99
Figura 60 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M0D.	104
Figura 61 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M1D.	105
Figura 62 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M2D.	105
Figura 63 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M3D.	106
Figura 64 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M4D.	106
Figura 65 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M5D.	107
Figura 66 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M6D.	107
Figura 67 - Cristal de diamante polido presente na amostra M0D.	108
Figura 68 - Cristal de diamante polido presente na amostra M1D.	109
Figura 69 - Cristal de diamante polido presente na amostra M2D.	109
Figura 70 - Cristal de diamante polido presente na amostra M3D.	110
Figura 71 - Cristal de diamante polido presente na amostra M4D.	110
Figura 72 - Cristal de diamante polido presente na amostra M5D.	111
Figura 73 - Cristal de diamante polido presente na amostra M6D.	111
Figura 74 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura localizados no segmento M0D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.	112
Figura 75 - Cristais de diamantes com microfratura (a) e macrofratura (b) localizados no segmento M1D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.	113
Figura 76 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura no segmento M2D, ocorridas durante no ensaio de desgaste.	114
Figura 77 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura no segmento M3D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.	115
Figura 78 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura no segmento M4D, ocorridas no ensaio de desgaste.	115

Figura 79 - Cristais de diamantes com microfratura localizados no segmento M6D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.	116
Figura 80- Ocorrência de Pull Out no segmento M0D após o ensaio de desgaste.	117
Figura 81- Ocorrência de Pull Out no segmento M1D após o ensaio de desgaste.	118
Figura 82- Ocorrência de Pull Out no segmento M2D após o ensaio de desgaste.	118
Figura 83- Ocorrência de Pull Out no segmento M3D após o ensaio de desgaste.	119
Figura 84- Ocorrência de Pull Out no segmento M4D após o ensaio de desgaste.	119
Figura 85 -Ocorrência de Pull Out no segmento M5D após o ensaio de desgaste.	120
Figura 86- Ocorrência de Pull Out no segmento M6D após o ensaio de desgaste.	120
Figura 87 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M0D ocorrido após o ensaio de desgaste	122
Figura 88 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M1D ocorrido após o ensaio de desgaste	122
Figura 89 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M2D ocorrido após o ensaio de desgaste	123
Figura 90 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M3D ocorrido após o ensaio de desgaste	123
Figura 91- Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M4D ocorrido após o ensaio de desgaste	124
Figura 92 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M5D ocorrido após o ensaio de desgaste	124
Figura 93 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M6D ocorrido após o ensaio de desgaste.	125

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Pesquisas desenvolvidas	4
Tabela 2 – Composição das ligas comerciais com teores de cobalto (Machado, 2013).	17
Tabela 3 – Propriedades das ligas comerciais com teores de cobalto (Machado, 2013).	18
Tabela 4 – Propriedades dos pós de cobalto comerciais (Machado, 2013).	18
Tabela 5 – Principais propriedades do diamante, adaptado (Barquete, 1997).	26
Tabela 6 – Classificação conforme as concentrações de diamante em relação à norma FEPA (Machado, <i>et. al.</i> , 2013).	30
Tabela 7 - Formulação, identificação e quantidade de amostras produzidas sem diamante.	45
Tabela 8 - Formulação, identificação e quantidade de amostras produzidas com diamante.	46
Tabela 9 – Composição das matrizes.	47
Tabela 10 – Concentração x Densidade de diamantes em ferramentas de corte (GE Superabrasives, 1994).	47
Tabela 11-Densidade e porosidade das matrizes com e sem adição de diamante... ..	83
Tabela 12 - Resultado da tensão de ruptura dos segmentos com e sem diamantes ..	86
Tabela 13 – Resultado de microdureza Vickers dos segmentos sem diamante	100
Tabela 14 – Resultados de dureza Brinell dos segmentos com diamante	101
Tabela 15 – Resultados do ensaio de desgaste dos segmentos com diamante	102

LISTA DE ABREVIATURAS

MCD - Materiais compósitos diamantados
MSD - Materiais superduros
Co - Cobalto
W - Tungstênio
SEM / MEV - Microscopia eletrônica de varredura
EDS - Espectrometria por dispersão de energia
Fe - Ferro
Cu - Cobre
Ni - Níquel
Sn - Estanho
WC - Carbetos de tungstênio
Al - Alumínio
O - Oxigênio
La - Lantânio
Nb - Nióbio
Y - Ítrio
Zr - Zircônio
Ce - Cério
DRX - Difração de raio x
MP - Metalurgia do pó
Si - Silício
FEPA - Federação Européia de produção de abrasivos
MAE - Moagem de alta energia
ABRASDI - Comércio e indústria de ferramentas e abrasivos

RESUMO

O objetivo principal desta tese é produzir e caracterizar segmentos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-WC, com adição de Al_2O_3 , La_2O_3 , Nb_2O_5 , Y_2O_3 , ZrO_2 e CeO_2 em substituição ao cobalto, a fim de verificar a sua aplicabilidade em serras circulares para o corte de rochas ornamentais do tipo gnaisse. Os segmentos diamantados foram processados seguindo a rota industrial da metalurgia do pó: misturando metais com diamantes e prensados a quente a $800^\circ\text{C}/34\text{MPa}/3\text{min}$. Os corpos de provas obtidos foram caracterizados através das microscopias eletrônica de varredura (MEV) e confocal a laser, difração de Raios X, Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS), ensaio de flexão, dureza Vickers e Brinell, bem como testes de resistência à abrasão em um simulador físico, acompanhados novamente de MEV e confocal. Ao longo destes ensaios foi observada uma boa adesão das ligas com o diamante, boa ancoragem, boa distribuição dos cristais por toda a superfície de corte. Em consequência do intenso esforço, apareceram faces quebradas dos diamantes, *pull-out* e novas faces dos grãos aflorando, indicando a renovação dos diamantes na matriz. Estas características são típicas de uma ferramenta de corte diamantada, obtidas por metalurgia do pó. Os resultados foram satisfatórios: as seis ligas em estudo apresentaram comportamento de desgaste similar, indicando que é possível utilizar a nova liga em âmbito industrial, como exemplo em serras diamantadas. Vale ressaltar que pôde-se substituir o cobalto na matriz, reduzindo os riscos ambientais e à saúde humana. Os estudos realizados servem como base para o desenvolvimento de novas pesquisas direcionadas à produção de segmentos diamantados para serras de corte de rochas ornamentais.

Palavras-chaves: Sinterização, compósitos diamantados, óxidos

ABSTRACT

The main objective of this thesis is to produce and characterize diamond segments based on Fe-Cu-Ni-Sn-WC, with addition of Al₂O₃, La₂O₃, Nb₂O₅, Y₂O₃, ZrO₂ and CeO₂ replacing cobalt in order to verify their applicability circular saws for cutting ornamental type gneiss. The diamond segments were processed following the industrial route of powder metallurgy: mixed metals with diamonds and hot-pressed at 800 ° C / 35MPa / 3min. The bodies of obtained evidence were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and Confocal Laser diffraction of X-rays, Spectrometry by Energy Dispersive (EDS), bending test, Vickers and Brinell hardness, and resistance testing abrasion in a physical simulator, accompanied again SEM and confocal. During these tests it was observed a good adhesion of the alloy with the diamond, good anchorage, good crystals distribution across the cut surface. As a result of intense effort, appeared broken faces of diamonds, pull-out and new faces of the outcropping grains, indicating the renewal of diamonds in the matrix. These characteristics are typical of a diamond cutting tool, obtainable by powder metallurgy. The results were satisfactory: the six alloys in the study showed similar wear behavior, indicating that you can use the new alloy in industrial context, for example in diamond saws. It is noteworthy that it was possible to replace the cobalt in the array, reducing environmental risks and human health. The studies, conducted serve as a basis for the development of new research aimed at the production of diamond segments for cutting natural stone saws.

Keywords: Sintering, diamond composite, oxides

CAPÍTULO 1

Introdução

A classe dos materiais superduros (MSD) engloba vários tipos de materiais, geralmente, produzidos por altas pressões e altas temperaturas. Entre estes materiais destacam-se os materiais compósitos diamantados (MCD) (Nunes, *et. al.*, 2006).

Em particular, tem-se observado que a manufatura de ferramentas de corte para perfuração de poços e as operações da indústria metal mecânica está fortemente relacionado com os MCD's (Nunes, *et. al.*, 2006).

Uma das principais aplicações dos MCD's é na produção de insertos que podem ser aplicados em diversos tipos de ferramentas, como brocas, serras circulares, sapatas, dressadores, rebolos, fios diamantados, entre outros (Nunes, *et. al.*, 2006).

Nas diferentes áreas de aplicação, o uso e substituição de alguns tipos de ferramentas por ferramentas diamantadas é crescente. As ferramentas diamantadas também conhecidas como impregnadas, são produzidas por Metalurgia do Pó, uma técnica de processamento que oferece a facilidade da mistura de diferentes pós e, conseqüentemente a possibilidade de criar novos materiais compósitos com propriedades físicas e mecânicas especiais (Oliveira, *et. al.*, 2007).

Os compósitos diamantados sinterizados, são efetivos quando ao seu uso para se processar materiais não metálicos, frágeis e duros, tais como cerâmicos, rochas, concreto, vidro, etc. As ferramentas diamantadas empregadas para o corte de rochas ornamentais são compósitos constituídos de partícula de diamante embebidos numa matriz metálica ligante. Esses materiais são normalmente produzidos em grande escala pelas técnicas da Metalurgia do Pó e, abrange uma larga escala de aplicações, como processamento de rochas, engenharia civil, etc (Oliveira, *et. al.*, 2007).

A maioria destas ferramentas é produzida pela tradicional rota de prensagem a quente, que pode ser finalizada por infiltração metálica, em alguns casos, mas também podem ser produzidas por prensagem a frio e sinterização. 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 (Oliveira, *et. al.*, 2007).

A seleção dos metais ligantes é fortemente dependente da abrasividade e dureza do material a ser cortado. Normalmente usa-se tungstênio (W) para materiais de dureza extremamente elevada, tal qual o concreto. O cobalto (Co), ligas de W-Co para materiais de alta dureza como os granitos. Cobalto, cobalto-bronze, ferro-cobalto e ferro-bronze são ligantes empregados no corte de materiais de dureza moderada, como os mármore (Pacheco, *et al.*, 2007).

O ligante mais utilizado para a adesão de diamantes em ferramentas impregnadas é o cobalto (Co). Face às flutuações do preço deste metal no mercado mundial, alto custo, problemas ambientais no beneficiamento, e ao fato de que poucos países são detentores de reservas e produção deste metal, pesquisadores vem desenvolvendo novos ligantes metálicos, com substancial redução e/ou eliminação do Co, onde tais produtos se baseiam no sistema ferro (Fe) - cobre (Cu), Fe-Cu-Co e Fe-Ni-Cu-Sn-Co (Del Villar 2001, Clark 2002, Weber e Weiss 2005, Nitkiewicz e Swierzy 2006); B_4C e ZrO_2 também têm sido bastante aplicados em ferramentas de corte (Kim *et al.*, 2000, Aizenshtein *et al.*, 2005; Sideris, *et al.*, 2013).

Assim a presente tese propõe o desenvolvimento de novas ligas, com total substituição de cobalto, destinadas para produção industrial de serras circulares empregadas no corte de gnaisse.

1.1 – Objetivo

A presente pesquisa teve como objetivo principal a produção de segmentos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-WC, com adição de Al_2O_3 , La_2O_3 , Nb_2O_5 , Y_2O_3 , ZrO_2 e CeO_2 em substituição ao cobalto, a fim de verificar a sua aplicabilidade em serras circulares para o corte de rochas ornamentais do tipo gnaisse. Neste contexto, três principais objetivos podem ser apontados:

1. Eliminar a adição de cobalto nos segmentos diamantados;
2. Aumentar a eficiência de corte das serras circulares utilizando composições ainda não pesquisadas;
3. Avaliar a eficiência de resistência ao desgaste dos segmentos em comparação aos comerciais atualmente utilizados na indústria de corte de rochas ornamentais.

1.2 – Justificativa

Observa-se que a busca por materiais compósitos diamantados (MCD), em especial para fabricação de segmentos de serras circulares para corte de pedras ornamentais, como o gnaisse, com propriedades mecânicas adequadas (resistência mecânica a flexão, resistência ao desgaste, dureza), é um assunto ainda não completamente explorado e, portanto, passível de muitas investigações.

A necessidade de se buscar materiais que apresentem qualidades adequadas e que tornem o produto aplicável, de modo que, os resultados alcançados sejam iguais, ou até superiores aos já obtidos, permite a obtenção de MCD com tecnologia nacional acessível.

Outro ponto importante, no qual as pesquisas recentes apontam para a seguinte questão: O Brasil é reconhecido por sua excepcional diversidade mineral, incluindo rochas ornamentais, com destaque para materiais silicáticos (quartzitos, granitos e rochas similares). A produção e exportação desses materiais, além de ardósia e outras rochas menos comuns, evidenciaram forte evolução, o que reflete a capacidade brasileira de transformar recursos minerais em negócios minero-industriais. Atualmente, o Brasil já está incluído no grupo dos maiores produtores e exportadores mundiais, atuando como um efetivo global *player*. A produção brasileira de rochas ornamentais totalizou 10,13 milhões de toneladas em 2014 (Abirochas, 2015).

Apesar da exibição do alto desempenho 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. Além disso, em sua grande maioria são ferramentas importadas, e como já mencionado, ainda se necessita de redução ou substituição de elementos tóxicos empregados no processo, aumento da eficiência de corte.

Desta forma, justificou-se a execução da presente tese, uma vez que a realização destes estudos permitiram desenvolver seis novos sistemas Fe-Cu-Ni-Sn-WC-Co, com substituição do Co pelos óxidos Al_2O_3 , La_2O_3 , Nb_2O_5 , Y_2O_3 , ZrO_2 , CeO_2 individualmente.

1.3 – Ineditismo

Devido à necessidade, tanto do ponto de vista tecnológico quanto científico, o setor de materiais de alta dureza do LAMAV/UENF vem estudando os MCDs com diferentes formulações com o intuito de aprimorar estes materiais. Entre as pesquisadas realizadas podemos mencionar os compósitos desenvolvidos por (Nunes, *et. al.*, 2006), (Cabral, *et. al.*, 2009), (Almeida, *et. al.*, 2012), (Guimarães, *et. al.*, 2012), (Sideris, *et. al.*, 2013), (Junior, *et. al.*, 2013), (Abreu, *et. al.*, 2014), (Carvalho, *et. al.*, 2014). Na Tabela 1, estão organizados os trabalhos desenvolvidos sobre MCDs no LAMAV/UENF no período de 2006 a 2014 em ordem cronológica.

Tabela 1 - Pesquisas desenvolvidas

Índice	Trabalho	Autores/Ano
1	Obtenção de material compósito diamantado via sinterização sob altas pressões e altas temperaturas no sistema diamante-silício	(Nunes; Bobrovnitchii; 2006)
2	Influência do uso de revestimentos em diamantes nas propriedades de compósitos diamantados obtidos via metalurgia do pó.	(Cabral; Filgueira; 2009)
3	Compósitos Titânio-Diamante para uso como biomateriais	(Guimarães; Filgueira; 2012) a
4	Desenvolvimento de matrizes metálicas no sistema Ni-Fe-Cu-Sn com aditivos para aplicação em serras de corte de rochas ornamentais	(Almeida; Skury; 2012) b
5	Processamento e caracterização de pérolas de fios diamantados	(Junior; Filgueira; 2013) a
6	Obtenção e caracterização de compósitos diamantados para aplicação em serras de corte de gnaisses	(sideris; Skury; 2013) b
7	Obtenção de compósito abrasivo no sistema D-Si utilizando sinterização cíclica em altas pressões e altas temperaturas	(Abreu; Skury; 2014) a
8	Mapa e mecanismos de desgaste de compósitos diamantados de matriz metálica sinterizados	(Carvalho; Filgueira; 2014) b

Ao analisar os estudos apresentados na Tabela 1, observa-se que 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 e parâmetros de produção, em sua plenitude, ainda não foram usados em pesquisas científicas ou no desenvolvimento tecnológico industrial.

A fim de comprovar o ineditismo deste trabalho, foi efetuada buscas durante todo o tempo que foi realizado este trabalho na base de conhecimento Scopus, onde se obteve resposta nula, caracterizando assim o ineditismo da presente tese.

CAPÍTULO 2

Revisão Bibliográfica

2.1 – A Indústria do Setor de Rochas Ornamentais no Brasil

O Brasil é reconhecido por sua excepcional diversidade mineral, incluindo rochas ornamentais, com destaque para materiais silicáticos (quartzitos, granitos e rochas similares). A produção e exportação desses materiais, além de ardósia e outras rochas menos comuns, evidenciaram forte evolução, o que reflete a capacidade brasileira de transformar recursos minerais em negócios minero-industriais (Abirochas, 2015).

A partir dos anos 1990, o Brasil passou por um notável crescimento na produção e exportação de rochas ornamentais, com aumento de atividades em toda a cadeia produtiva. Além disso, os principais avanços mais recentes na extração e beneficiamento aconteceram devido ao aumento das exportações. Atualmente, o Brasil já está incluído no grupo dos maiores produtores e exportadores mundiais, atuando como um efetivo global player (Abirochas, 2015).

A produção brasileira de rochas ornamentais totalizou 10,13 milhões de toneladas em 2014. A produção abrange uma grande variedade de rochas, como granitos, mármore, quartzitos, ardósia, pedra-sabão, metaconglomerados, serpentinitos, travertino, calcário e outros tipos comercializados nos mercados interno e externo. A produção voltada para atendimento do mercado interno foi estimada em 6,7 milhões de toneladas, com 3,4 milhões de toneladas destinadas ao mercado externo (Abirochas, 2015).

Entre os negócios domésticos e de exportação, estima-se que a indústria brasileira de rochas ornamentais gerou transações comerciais superiores a US\$ 5 bilhões em 2014. As 10.000 empresas que compõem a cadeia produtiva do setor, no Brasil, são responsáveis por aproximadamente 120 mil empregos diretos e 360 mil empregos indiretos. Do total de empresas do setor, pelo menos 400 são exportadoras (Abirochas, 2015).

Pode-se observar que as atividades de lavra e beneficiamento de rochas ornamentais, como as atividades de mineração em geral, estão sendo transferidas para países de dimensões continentais, com abundantes recursos naturais e condições favoráveis de desenvolvimento para exportações. No segmento de rochas

ornamentais, este é o caso do Brasil, que está se impondo sobre os tradicionais players europeus no mercado internacional.

A Dimensão do Setor Brasileiro de Rochas Ornamentais – 2014:

- Produção de 10,13 milhões de toneladas de rochas ornamentais;
- 1.200 variedades comerciais comercializadas nos mercados interno e externo;
- 1.500 pedreiras ativas;
- 10 mil empresas atuando na cadeia produtiva;
- 120 mil empregos diretos no setor;
- Capacidade de produção de 93 milhões de m²/ano de rochas processadas especiais;
- Capacidade de produção de 50 milhões de m²/ano de rochas de processamento simples;
- Consumo interno de 75,7 milhões de m², incluindo rochas de processamento simples e especial;
- US\$ 1,28 bilhão e 2,55 milhões de toneladas exportadas (exportações equivalentes às de 2013);
- Exportações de 21,5 milhões de m² equivalentes de granitos e similares em chapas (com 2 cm de espessura);
- Pelo menos 400 empresas exportadoras (vendas no exterior para mais de 100 países);
- Transações comerciais superiores a US\$ 5 bilhões nos mercados interno e externo;
- Principal fornecedor para o mercado dos EUA (mais de 17,5 milhões de m² equivalentes de chapas exportadas em 2014, com 2 cm de espessura);
- Maior e melhor produtor mundial de grandes chapas de granito, quartzitos e outras rochas abrasivas;
- 270 teares multifio diamantados em operação (100 teares de fabricação nacional).

Pode-se sugerir que os granitos, ardósias, gnaisses e quartzitos brasileiros serão as principais rochas comercializadas no mercado internacional no século 21. Esta é a diretriz para o incremento da lavra e beneficiamento de rochas ornamentais no Brasil, abrindo o caminho para a instalação de centros industriais modernos e para a venda de produtos acabados nos mercados interno e externo (Abirochas, 2015).

2.1.1 - Exportações de Rochas Ornamentais no Brasil

No período janeiro-outubro/2015, as exportações de rochas ultrapassaram USD 1 bilhão (USD 1.045 milhões) e quase atingiram 2 milhões de toneladas (1.969.062 t). As vendas de outubro (USD 104,1 milhões) foram bem superiores às de setembro (USD 91,1 milhões) e maiores que as de outubro/2014 (USD 98,2 milhões), mantendo-se, no entanto, uma taxa negativa de faturamento (-3,81%) frente ao período janeiro-outubro/2014. A participação de rochas processadas permaneceu em um patamar elevado no total exportado, tanto em faturamento (82,15%) quanto em volume físico (58,91%). Pela menor participação de rochas brutas, o preço médio dos produtos exportados elevou-se 5,82%, passando de USD 501,5/tonelada em 2014 para USD 530,7/tonelada em 2015. A variação individual de preço médio dos produtos, no entanto, permaneceu negativa, isto devido aos descontos proporcionados pelos exportadores em função do câmbio. Os destaques ficaram por conta das exportações de chapas de mármore (6802.91.00) e blocos de quartzito maciço (2506.20.00), para os quais temos que nos debruçar com atenção (Abirochas 2016).

2.2- Ferramentas diamantadas

A utilização de ferramentas diamantadas, a partir da metade do século passado, facilitou a manufatura de peças de diversos metais e ligas não ferrosos, materiais não metálicos de alta dureza, corte de vidro, mármore, granito e concreto, a perfuração de poços de petróleo e gás, etc. As ferramentas diamantadas proporcionam nestas atividades um aumento de produtividade em dezenas de vezes, obtendo, principalmente, novos resultados no acabamento final do produto. Dentre a ampla gama de setores em que são aplicadas as ferramentas diamantadas, destaca-se o processamento de rochas ornamentais (Bobrovntchii, 2000).

O termo ferramentas diamantadas tem um significado muito amplo. As classificações atuais de ferramentas de diamante são baseadas em vários critérios, tais como a quantidade de diamante envolvido e a sua origem, a aparência exterior e da estrutura interna da ferramenta, a sua aplicação, entre outras (Konstanty, 2005).

É conveniente organizar os tipos de ferramenta em categorias que seria característico relativamente aos diversos métodos de fabricação envolvidos. Tal classificação é mostrada na Figura 1 (Konstanty, 2005).

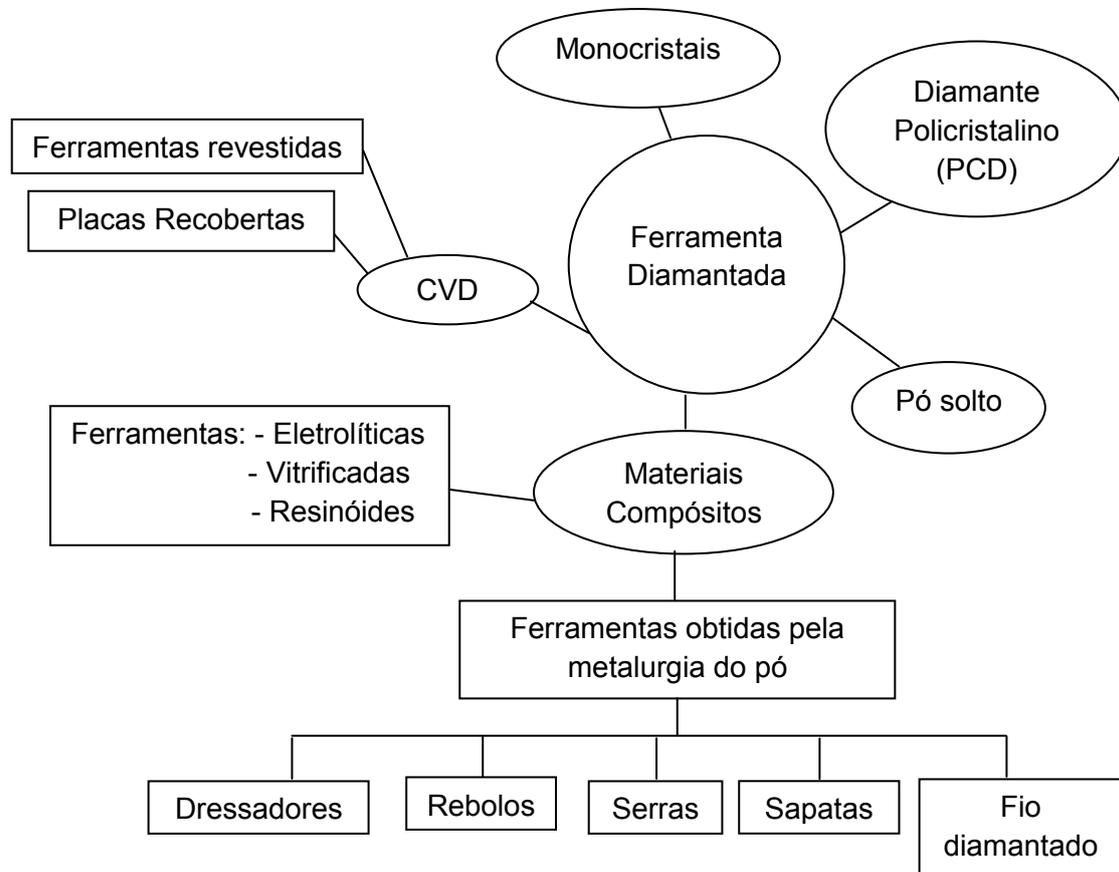


Figura 1 - Esquema representativo de ferramentas diamantadas, adaptado (Konstanty, 2005).

No presente estudo foi aprofundado o estudo de fabricação das serras. Sendo assim a descrição das outras ferramentas foge do escopo desta tese.

2.2.1 - Serra circular

Para o processamento de blocos de pedra natural, são utilizadas hoje em dia, principalmente, serras circulares de diamante (Figura 2). Estas ferramentas consistem em dois elementos principais, um centro de aço (disco, alma) e um segmento. O projeto da ferramenta e a escolha dos parâmetros de usinagem adequados pertencem ao know-how e experiência dos fabricantes de ferramentas e os usuários finais, respectivamente (Tönshoff, *et. al.*, 2002).

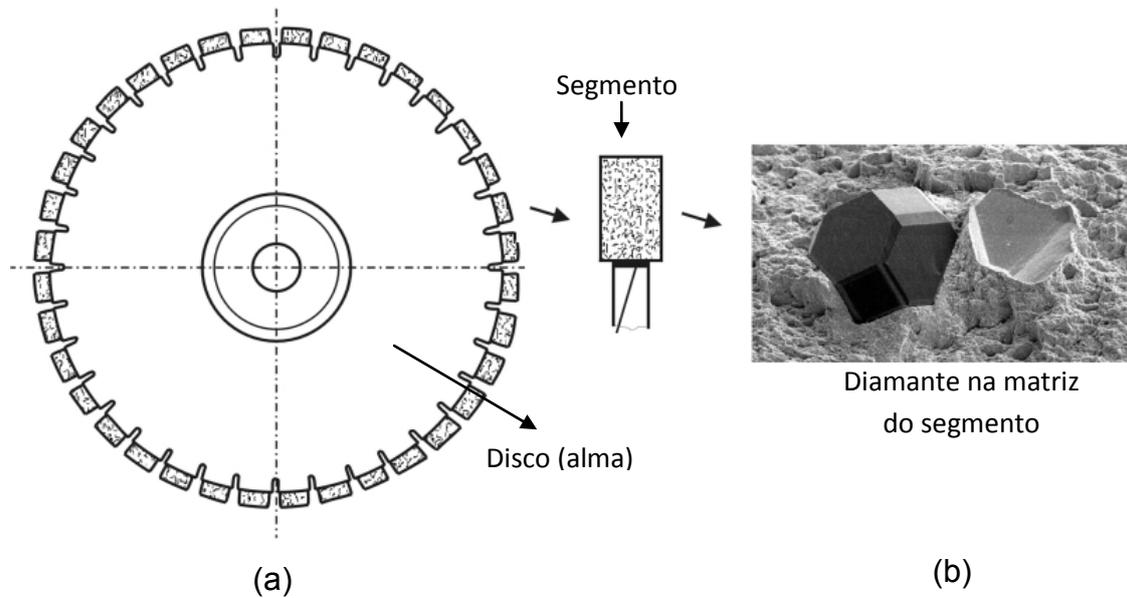


Figura 2 - Serra circular diamantada (a), matriz do segmento (b), adaptado (Tönshoff, *et. al.*, 2002).

Os núcleos de aço são feitos com diferentes tipos de aço, dependendo se os segmentos são colocados por solda ou brasagem. É claro que os núcleos de aço são endurecido e temperado a cerca de 43 - 45 HRC. Normalmente, a forma final do núcleo é feita por corte a laser ou fresagem. O furo é finalmente feita por brunimento, porque é necessário obter excelente circularidade com pequenas tolerâncias. Um ponto muito importante é a espessura exata (variação de "0,01 mm) sobre a forma geométrica total. Isto é conseguido por máquinas especiais de retificação. A fim de evitar o batimento da ferramenta durante o corte, as tensões residuais têm de ser trazidos para o núcleo da lâmina por tratamento térmico ou mecânico. Conjuntos de lâminas paralelas têm de ser tratados de forma semelhante para garantir um comportamento constante de todas as lâminas sobre toda a vida útil da ferramenta (Tönshoff, *et. al.*, 2002).

Os segmentos são ligados ao núcleo de aço por brasagem forte ou de solda a laser. A resistência ao desgaste da matriz deve ser ajustada para a velocidade de desgaste do diamante: se a matriz desgasta muito rápido, a capacidade do diamante não é completamente utilizado; se desgasta mais lentamente do que os diamantes, o espaço entre as arestas de corte e a matriz é constantemente reduzida. O cavaco não pode ser levado corretamente, e o segmento continuamente perde a sua capacidade de cortar. Assim, uma matriz relativamente macia tem de ser utilizado para pedra dura (Tönshoff, *et. al.*, 2002).

O desenvolvimento do corte do segmento está focado em dois pontos, um sobre o processo de fabricação dos segmentos, e, o outro, nas propriedades dos materiais do segmento (diamantes e pós-metálicos) (Tönshoff, *et. al.*, 2002).

Geralmente os segmentos são produzidos por metalurgia do pó (MP), técnica de processamento que oferece facilidade na mistura de diferentes pós e, conseqüentemente, possibilita criar novos materiais compósitos com propriedades físicas e mecânicas especiais. Essa técnica compreende duas rotas (Almeida, 2012):

1) Metalurgia do pó convencional – após a mistura do pó de diamante com os pós dos metais (que atuam como matriz ligante para os diamantes) ocorre à prensagem a frio dessa mistura, formando corpos com geometria e dimensões desejadas, e por último a sinterização (tratamento térmico abaixo do ponto de fusão do elemento majoritário dentre os metais, que promove difusão e coesão dos materiais);

2) Prensagem a quente – a mistura dos pós, de diamante e dos metais, é vertida em molde de grafite, cujos orifícios apresentam o formato e dimensões finais da peça a ser obtida, seguida da sinterização, que ocorre simultaneamente à prensagem.

Olhando para os cristais de diamante e materiais da matriz, os mais recentes desenvolvimentos tendem a usar grãos de diamante de alta qualidade juntamente com ligações resistentes ao desgaste com um baixo teor de cobalto (Tönshoff, *et. al.*, 2002).

A fim de satisfazer as mais recentes exigências ambientais e as necessidades econômicas, novos pós-metálicos deve ser utilizados em substituição parcial e/ou total de cobalto em segmento de diamante foram introduzidos ao mercado. Eles são pó de liga ultrafino, compostos de cobre, ferro e cobalto, com cada grão elementar contendo estes três metais de base. Após a sinterização, tais pós dão uma microestrutura ultrafina muito homogênea. Em particular, a compatibilidade desses pós com diamantes e diamantes revestidos são propostos para oferecer um elevado potencial para o desempenho da ferramenta (Tönshoff, *et. al.*, 2002).

2.2.2– Seleção da Matriz Metálica

A seleção dos metais ligantes depende fundamentalmente da abrasividade e dureza do material a ser cortado. Normalmente usa-se tungstênio (W) para materiais

de dureza extremamente elevada, tal qual o concreto armado. O cobalto (Co), ligas de W-Co para materiais de alta dureza como os granitos. Ligas de cobalto-bronze, ferro-cobalto e ferro-bronze são ligantes empregados no corte de materiais de dureza mais moderada, como os mármore. (Oliveira, *et. al.*, 2008)

De acordo com a referência, 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 carbeto de tungstênio (WC) – 0,5-2% em peso e tamanho médio de partícula de 5 µm – aumenta a resistência ao desgaste da matriz ligante, controlando a taxa de perda de ligante por abrasão. (Oliveira, *et. al.*, 2008)

Atualmente, a maioria das ferramentas diamantadas utilizam o cobalto (Co) como matriz ligante. O cobalto combina perfeita compatibilidade química com o diamante nas temperaturas de processamento, adequada retenção do diamante 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. Além disso, o cobalto é tóxico quando do seu beneficiamento, e neste sentido, recentemente, pesquisadores têm procurado desenvolver ou propor novas ligas que possam ser alternativamente usadas para minimizar o conteúdo de cobalto nas ferramentas diamantadas, como por exemplo, a liga Fe-Cu-Co. (Oliveira, *et. al.*, 2008)

Foram analisados os principais sistemas à base de Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC a fim de auxiliar no estudo do processo de sinterização do compósito.

2.2.2.1 – WC-Co

As propriedades mecânicas do metal duro à base de WC-Co dependem da microestrutura do material após a sinterização, que por sua vez é influenciada pelas características dos pós iniciais: WC e Co. A quantidade de cobalto esta diretamente relacionada com as propriedades do metal duro, ou seja, quando a quantidade de cobalto é aumentada a dureza do material diminui e a resistência à fratura aumenta (Torres, *et. al.*, 2009). O aumento da dureza sem comprometer a tenacidade e elevada resistência ao desgaste são as principais propriedades mecânicas desejadas na fabricação desses produtos estruturais (Zhang, *et. al.*, 2003).

Para obtenção do metal duro WC-Co o processo utilizado pela indústria é o da sinterização por fase líquida do pó de carbeto de tungstênio com o pó de cobalto, na temperatura de aproximadamente 1500°C.

A quantidade de tungstênio dissolvido no composto Co-W-C pode variar de 7% a 20% em peso e sua solubilidade é dependente do teor de carbono e influenciável pela velocidade de resfriamento e pureza. Quanto menor a presença de carbono na liga, maior será a quantidade de tungstênio dissolvido, o que contribui para o aumento da resistência a ruptura por tração (400 MPa a 1.300 MPa), dureza (320 Vickers a 500 Vickers) e alongamento (4% a 10 %). A grande contração do metal duro durante a sinterização é devido a excelente molhabilidade do WC pela fase líquida, por volta de 1.300°C (Rodrigues, *et. al.*, 2009).

2.2.2.2 – Liga a Base de Cu

As ligas de cobre vêm sendo utilizadas desde a antigüidade em função de suas boas propriedades de resistência à corrosão em vários meios, alta condutividade térmica e elétrica e facilidade em uso mecânico. Sabe-se que a adição de Al ao cobre melhora algumas propriedades como a dureza, resistência à deformação, porém diminui a condutividade elétrica e térmica e a ductilidade. As propriedades dessas ligas dependem da composição e das fases presentes (Noce, *et. al.*, 2003).

Nos últimos anos, algumas ligas de cobre têm despertado um interesse especial em função de apresentarem também o efeito de memória de forma e fenômenos relacionados, como a pseudoelasticidade. Estes efeitos estão relacionados à transformação martensítica termoelástica. A importância destes efeitos tem motivado esforços contínuos para um estudo e entendimento mais aprofundado do comportamento químico e mecânico destes materiais. As ligas de cobre e alumínio, também chamadas de bronzes de alumínio, possuem excelentes propriedades mecânicas e boa estabilidade química, dependendo do teor de alumínio, e são usadas na fabricação de peças para finalidades estruturais (Noce, *et. al.*, 2003).

Outra liga a base de Cu que tem sido estudada é a Cu-Sn (1-10%Sn). São ligas endurecidas por solução sólida com maior resistência que os latões, especialmente no estado deformado a frio, e melhor resistência à corrosão sendo, no entanto, mais caros. As ligas bronze para fundição contêm até cerca de 16% de

estanho e são usadas para rolamentos e peças para engrenagens de alta resistência mecânica. Quantidades elevadas de estanho (5 a 10%) são adicionadas para obter boa lubrificação em superfícies de rolamentos. As suas características gerais incluem: ótima vazabilidade, soldabilidade, ductilidade, e resistência à corrosão atmosférica e marinha. Exemplos (Ferreira, *et. al.*, 2012):

Bronzes de construção Mecânica - Gun Metal (8-10%Sn)

- Usados em engrenagens e rolamentos.
- Bronze universal (5%Sn, 5%Zn, 5%Pb)

A presença de duas fases diferentes leva a que se criem finas camadas de óleo nas zonas alfa, mais macias, o que ajuda a evitar a gripagem (adesão de uma peça a outra). É usado em válvulas, encaixes de tubagens, peças para canalização, bombas vazadas, rotores e caixas de bombas de água, peças ornamentais.

Bronzes fosforosos (6-14%Sn, 0.1 - 0.6% de Fósforo).

Os melhores para resistir à água salgada. Equilíbrio entre maquinabilidade e vazabilidade. Usados também para fundição (Ferreira, *et. al.*, 2012).

2.2.2.3 – Liga a Base de Fe-Cr-Ni

O sistema Fe-Cr-Ni engloba materiais de alto valor agregado, como alguns aços de alta liga e as ligas especiais à base de níquel. Os principais representantes das ligas de composição básica Fe-Cr (sem adição de níquel) são os aços inoxidáveis ferríticos. Os principais representantes das ligas Fe-Cr-Ni são os aços inoxidáveis austeníticos e as superligas à base de níquel. As superligas à base de níquel possuem adições de outros elementos para a obtenção de resistência mecânica satisfatória a temperaturas elevadas (Bubani, *et. al.*, 2010).

Os diagramas de fases no equilíbrio são valiosas ferramentas no estudo das possíveis fases que ocorrem em um material. Seu uso, entretanto, apresenta algumas limitações importantes. A rigor, na maioria dos sistemas, o equilíbrio não é atingido em uma escala de tempo compatível com o processamento do material. Os diagramas de fase no equilíbrio também ignoram as fases metaestáveis, as quais,

freqüentemente, têm propriedades interessantes e importância tecnológica e científica. Por todas essas considerações, o diagrama de fases deve ser usado com cuidado e bom senso para prever o comportamento e a microestrutura de ligas comerciais (Bubani, *et. al.*, 2010).

A análise do sistema Fe-Cr-Ni permite observar que o níquel expande o campo austenítico. Na ausência de níquel o sistema não apresentará austenita à temperatura ambiente. Na medida em que o teor de níquel aumenta, passa-se a ter austenita, numa condição metaestável, sendo que a quantidade mínima de níquel necessária para que o material apresente uma estrutura essencialmente austenítica à temperatura ambiente depende, dentre outros fatores, do teor de cromo. É possível induzir transformação martensítica na austenita metaestável tanto por deformação quanto por resfriamento criogênico. Na medida em que se adiciona mais níquel ao sistema, a fase austenítica torna-se progressivamente mais estável, sendo que acima de determinado teor de níquel a fase austenítica não apresentará transformação martensítica (Bubani, *et. al.*, 2010).

Duas fases martensíticas distintas podem ser formadas a partir da austenita, no sistema Fe-Cr-Ni: a martensita ϵ , que possui estrutura hexagonal compacta, e a martensita α' , que possui estrutura cúbica de faces centradas (Bubani, *et. al.*, 2010).

2.2.2.4 – Liga a Base de Sn

Nas ligas de estanho-chumbo, o estanho exerce a função de promover o espalhamento e o molhamento. O chumbo serve como elemento de diluição para redução de custo, por seu menor valor comercial. Também altera propriedades mecânicas, a temperatura de fusão, a energia de superfície líquido/vapor e a condutividade térmica e elétrica (Monezi, *et. al.*, 2007).

Dada a toxicidade do chumbo, causador de malefícios à saúde tais como desordens do sistema nervoso e reprodutivo e atraso neurológico e no desenvolvimento físico, vem se implantando legislações para o controle de sua utilização e substituição por outros elementos para formação de novas ligas com estanho.

Os elementos mais comumente adicionados ao estanho para formação de ligas isentas de chumbo são a prata, o cobre, o índio, o bismuto, o antimônio e em menor escala o zinco.

A prata eleva a resistência mecânica e à oxidação, embora implique em uma redução da ductilidade da solda e possua restrições devido à contaminação que pode causar e de custo. O cobre reduz o ponto de fusão, melhora o molhamento, a resistência à fadiga devido a oscilações térmicas e retarda a dissolução de cobre dos componentes na solda fundida durante o processo (Monezi, *et. al.*, 2007).

O índio também reduz a temperatura de fusão e a resistência mecânica e confere uma boa ductilidade, porém seu custo elevado é um item a ser considerado. O bismuto é capaz de reduzir o ponto de fusão, melhorar o molhamento, entretanto em quantidades maiores que 8% fragiliza a junta soldada e em ligas estanho-bismuto submete a solda a um grau maior de oxidação (Monezi, *et. al.*, 2007).

O antimônio forma intermetálicos com outros materiais, os quais tornam superior a resistência mecânica da solda, no entanto sua utilização possui restrições devido à contaminação. O zinco atua na redução da temperatura de fusão, mas apresenta uma elevada suscetibilidade à corrosão o que minimiza sua aplicação (Monezi, *et. al.*, 2007).

2.3 – Ligas Comerciais

Comercialmente, podemos citar quatro empresas que fornecem os pós metálicos, voltados exclusivamente para a fabricação das ferramentas de corte diamantadas para rochas ornamentais, sendo elas: Umicore, Eurotungstene, OM Group e Sandvik (Konstanty, 2005). Esses fornecedores subdividem suas linhas de produtos em alto teor de cobalto e baixo teor de cobalto. Diante desses fornecedores, dois deles (Eurotungstene e Umicore), utilizam o sistema Fe-Cu-Co como ligas de cobalto, onde é possível observar (Tabela 2) que a composição nominal de cobalto varia entre 10 e 47 % em peso. Em alguns casos, são observadas adições de W, Sn, Mo e Y₂O₃ (Machado, 2013).

Tabela 2 – Composição das ligas comerciais com teores de cobalto (Machado, 2013).

Designação	Composição química nominal (%wt)			
	Fe	Cu	Co	Outros
Next 100	29	46	25	
Next 200	15	60	25	
Next 300	72	3	25	
Next 400	-	35	15	
Next 900	80	20	-	
Keen 10	58	17	25	
Keen 20	43	33	19	5Mo
Cobalite 601	70	20	10	
Cobalite HDR	66	7	27	
Cobalite CNF	68	26	-	3Sn;2W;0,6Y ₂ O ₃
Cobalite XH	43	10	47	
Cobalite OLS	28	47	25	

As ligas comerciais de baixo teor de cobalto possuem um número maior de formulações, e conseqüentemente, uma variação maior de propriedades. Na Tabela 3 estão dispostas as principais propriedades que as principais ligas comerciais de baixo teor de cobalto normalmente alcançam. As peças são fabricadas por compactação a quente, com temperaturas de sinterização de 700 °C a 825 °C, tamanho de partícula de 0,2 µm a 15 µm e a dureza destes materiais variando de 93-108 HRB (Machado, 2013).

Tabela 3 – Propriedades das ligas comerciais com teores de cobalto (Machado, 2013).

Designação	Tamanho de partícula FSSS (μm)	Dureza (HRB)	T_s (°C)
Next 100	0,8-15	107	750
Next 200	0,8-15	100	750
Next 300	~4	99	750
Next 400	2,5	93	825
Next 900	~3	97	750
Keen 10	2,5	103	-
Keen 20	2,5	108,4	-
Cobalite 601	~5	104	-
Cobalite HDR	6,7	108	-
Cobalite CNF	~2	102	-

A Tabela 4 contempla algumas propriedades que as principais ligas comerciais de cobalto puro normalmente alcançam. As peças são fabricadas por compactação a quente, em temperaturas de sinterização de 750 °C a 900°C, com densidade relativa de 98 %, tamanho de partícula entre 0,9 μm e 3,5 μm e a dureza destes materiais variando de 104 a 110 HRB (Machado, 2013).

Tabela 4 – Propriedades dos pós de cobalto comerciais (Machado, 2013).

Designação	Produtor	Tamanho de partícula FSSS (μm)	Dureza (HRB)	T_s (°C)
Cobalt extra fine		1,45	105	750
Cobalt sub micron		0,90	107	750
Cobalt half micron	Umicore	0,65	110	900
Cobalt ultrafine		0,90	107	750
Cobalt COUF		0,90	110	775
Cobalt COF		1,25	110	775
Cobalt COC	Eurotungstene	1,60	109	850
Cobalt COD		1,80	107	850
Cobalt COH		3,50	104	900

Para o polimento de rochas ornamentais, foi constatado que alguns fabricantes usam ligas de bronze, com adições de níquel, na fabricação de *fickerts* (pedras de brunimento) (Machado, 2013).

2.4 - Fases Oxidas Dispersas Utilizadas como Reforço ou Agente Inibidor de Desgaste

As dispersões de óxidos agem como reforço à matriz metálica, aumentando principalmente suas resistências mecânica, química, térmica, elétrica, óptica e magnética seja sob temperaturas elevadas ou condições agressivas. Esses óxidos podem ser adicionados na composição base da liga ou também com reações *in situ* com reações de oxirredução. O mais importante é que se tenham partículas pequenas e bem-distribuídas na matriz (Jr, *et. al.*, 2009).

2.4.1 - Óxido de alumínio

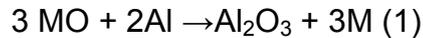
O óxido de alumínio ou alumina (Al_2O_3) é um composto covalente de cor branca, que apresenta propriedades anfóteras. O termo alumina refere-se a três classes de compostos: trihidróxido de alumínio, oxihidróxido de alumínio e óxido de alumínio. Os óxidos de alumínio podem aparecer em várias formas cristalinas e com graus de hidratação variáveis, do tipo $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. As condições de formação ou processamento do alumínio determinam qual óxido, ou hidróxido, será formado. A alumina pura é produzida principalmente através do processo Bayer que consiste em dissolver o óxido de alumínio hidratado presente na bauxita com solução de soda cáustica quente, produzindo uma solução de aluminato de sódio, obtendo-se o óxido de alumínio após a calcinação (Lima, *et. al.*, 2007).

Óxido de alumínio ou alumina apresenta elevada resistência mecânica e química, além de alta dureza e um alto ponto de fusão. Aluminas com teores de $\text{Al}_2\text{O}_3 >99,7\%$ são aplicadas em componentes com alta exigência mecânica, enquanto aluminas menos puras (80% a 99,7% Al_2O_3), por apresentarem formação de fase vítrea nos contornos de grão oriundas do processo de sinterização, são empregadas na fabricação de componentes elétricos. (Jr, *et. al.*, 2009).

Esse material cerâmico é usado com sucesso no desenvolvimento de compósitos por aumentar a resistência mecânica e a tenacidade em fratura dos

materiais. A alumina nanométrica pode ser produzida através de reações *in situ*, como na mecanossíntese (Jr, *et. al.*, 2009).

A reação obedece à equação (1):



onde M é um metal.

Diversos óxidos podem ser usados, como o CuO e o ZnO. O óxido é reduzido e o metal é inserido no reticulado do alumínio, aumentando suas propriedades mecânicas por solução sólida ou com a formação de intermetálicos (Jr, *et. al.*, 2009).

2.4.2 - Óxido de Nióbio

O pentóxido de nióbio (Nb₂O₅) ou nióbia é um sólido branco, com temperatura de fusão em torno de 1580°C, estável em ar, insolúvel em água e com elevada acidez, principalmente na sua forma hidratada, conhecida como ácido nióbico (Nb₂O₅.nH₂O). Nos últimos anos, sistemas baseados em (Nb₂O₅) tem recebido especial atenção, devido à sua atividade catalítica em vários processos químicos importantes, particularmente quando em alta acidez e tolerância à água são necessários nesses processos (Carvalho, *et. al.*, 2009).

Uma das dificuldades em se trabalhar com o óxido de nióbio é a complexidade do sistema cristalino, que apresenta grande variedade de formas polimórficas. Existem pelo menos três óxidos estáveis de nióbio: NbO, NbO₂ e Nb₂O₅ e cada um desses óxidos tem propriedades específicas. O composto NbO apresenta supercondutividade a 1,38 K e vem sendo utilizado como resistor em circuitos supercondutores. O dióxido de nióbio, NbO₂, é um semicondutor e tem se mostrado promissor como suporte para platina na oxidação do metanol e um agente redutor na tecnologia de células a combustível. O pentóxido de nióbio, Nb₂O₅, tem sido aplicado em várias tecnologias modernas como consequência de suas propriedades físicas e químicas únicas como alto índice de refração, band gap largo, excelente estabilidade química e resistência à corrosão e baixa absorção óptica no campo da luz visível até regiões próximas ao infravermelho, sendo amplamente utilizados como filtros de interferência óptica de alta qualidade (Scheidt, *et. al.*, 2014)

O óxido de nióbio (nióbia - Nb_2O_5) é utilizado num grande número de aplicações. É utilizado como aditivos em silicatos, fosfatos e boratos, pois aumentam o índice de refração, a resistência química e a resistência à devitrificação destes vidros. Este aditivo aumenta também a absorção de raios ultravioletas próximos do espectro visível, o que torna os vidros levemente amarelos. A nióbia também é utilizada na produção de sistemas de lentes compactas para câmeras, fotocopiadoras e aplicações oftalmológicas. Nos materiais cerâmicos dielétricos, o Nb_2O_5 é utilizado como aditivo para o controle do tamanho de grãos e a modificação do coeficiente de temperatura da constante dielétrica para capacitores de multicamada (Assis, *et. al.*, 2007).

2.4.3 - Óxido de Zircônia

O Zircônio (Zr) é um elemento químico de número atômico 40 e peso atômico 91,22 localizada no grupo 4 da tabela periódica. É um metal duro, branco acinzentado e resistente à corrosão. Os minerais mais importantes em que se encontram estabelecidas são zircão (ZrSiO_4) e badeleyite (ZrO_2). (Vilarrubí, *et. al.*, 2011).

A zircônia, também chamada de “aço cerâmico”, é um dióxido cristalino de zircônio. Suas propriedades mecânicas são muito semelhantes às dos metais e sua cor é parecida com a cor do dente (Silva, *et. al.*, 2011).

A ZrO_2 é considerada hoje um dos mais importantes materiais cerâmicos em tecnologia moderna. Tem uma vasta gama de aplicações industriais devido à excelente combinação de alta resistência à flexão e boa tenacidade à fratura, juntamente com sua estabilidade em alta temperatura e constante dielétrica ideal. É utilizada para revestimentos metálicos, como material refratário em isolamento, abrasivos, vernizes e esmaltes, como material de suporte para a catálise e, devido sua condutividade iônica, também é aplicado em sensores de gás, bombas oxigênio para regulação de pressão e células combustíveis em altas temperaturas (Silva, *et. al.*, 2011).

A zircônia apresenta três estados polimórficos bem definidos: monoclinica, tetragonal e cúbica. A zircônia pura é monoclinica (m- ZrO_2) e ocorre à temperatura e pressão ambientes. Com o aumento da temperatura o material transforma em tetragonal (t- ZrO_2), a partir de 1170 °C e, em seguida, acontece a transformação em

uma estrutura cúbica (c-ZrO₂) a partir cerca de 2370 °C e temperatura de fusão a 2716 °C (Silva, *et. al.*, 2011).

À temperatura ambiente, a estrutura monocíclica é a fase estável. Após o resfriamento, a partir do ponto de fusão, a zircônia mostra dois tipos de transformação de fase sólido-sólido, denominadas cúbica-tetragonal (c-t) e tetragonal-monocíclica (tm). A transformação t-m ocorre com a expansão volumétrica e uma deformação de cisalhamento paralela ao plano basal da t-ZrO₂. Estas duas características podem ser utilizadas para aumentar tanto a resistência, quanto a tenacidade da zircônia. Na verdade, ZrO₂ possui várias propriedades notáveis que estão intimamente relacionadas com a transformação de fase t-m, como por exemplo, a mudança de volume a tensão de cisalhamento desenvolvida pela transformação t-m de partículas tetragonais metaestáveis agindo contra a abertura da trinca, e portanto, aumentando a resistência da cerâmica à propagação da mesma. Este mecanismo aumenta significativamente a confiabilidade e vida útil de materiais derivados da ZrO₂ e eleva a tenacidade à fratura da zircônia tetragonal (Silva, *et. al.*, 2011).

2.4.4 - Óxidos de Terras Raras

As terras raras, para as quais se utiliza o símbolo Ln, correspondem aos elementos do lantânio (La, Z = 57) ao lutécio (Lu, Z = 71), entre os quais se incluem o ítrio (Y, Z = 39) e o escândio (Sc, Z = 21). Mas, segundo recomendações da IUPAC1, usam-se os termos lantanídeos para designar os elementos do La ao Lu e terras raras quando aos lantanídeos são incluídos o Sc e o Y (Martins, *et al.*, 2005).

A expressão terras raras é imprópria para designar estes elementos, que receberam esta denominação porque foram inicialmente conhecidos em forma de seus óxidos, que se assemelham aos materiais conhecidos como terras. Além da expressão “terras” não ser apropriada à denominação de tais elementos, a expressão “raras” também não está de acordo, pois os lantanídeos são mais abundantes (com exceção do promécio que não ocorre na natureza) do que muitos outros elementos. Por exemplo, os elementos túlio (0,5 ppm) e lutécio (0,8 ppm) que são as terras raras menos abundantes na crosta terrestre, são mais abundantes que a prata (0,07 ppm) e o bismuto (0,008 ppm)^{2,3} (Martins, *et al.*, 2005).

O primeiro elemento das terras raras descoberto foi o cério, em 1751, pelo mineralogista suíço A. F. Cronstedt, quando obteve um mineral pesado, a cerita. Porém, existem controvérsias quanto a este fato e atribui-se o ano de 1787 como o início da história das terras raras, quando Carl Axel Arrhenius encontrou um mineral escuro, a iterbita (também conhecido como gadolinita), em uma pequena vila, Ytterby, próxima a Estocolmo. Por constituírem uma família que apresenta propriedades físicas e químicas semelhantes, exigindo um trabalho imenso para separá-los com a obtenção de espécies relativamente puras, este grupo de elementos foi pouco explorado durante anos e somente em 1907 é que praticamente todas as terras raras naturais foram conhecidas (Martins, *et al.*, 2005).

A industrialização das terras raras teve início com a fabricação de camisas de lâmpões. Com o passar do tempo suas propriedades foram tornando-se mais conhecidas e seus compostos passaram a ser mais utilizados, tais como na produção de “mischmetal” para pedras de isqueiro, baterias recarregáveis e aplicações metalúrgicas (Martins, *et al.*, 2005).

Com o desenvolvimento tecnológico as terras raras passaram a ganhar novos usos e, hoje em dia, o universo de suas aplicações é muito abrangente, sendo utilizadas como catalisadores, por exemplo, no tratamento de emissões automotivas e no craqueamento do petróleo; na fabricação de lasers e como materiais luminescentes, “fósforos” na fabricação de lâmpadas fluorescentes e tubos de raios catódicos de aparelhos de televisão, etc (Martins, *et al.*, 2005).

O interesse em aplicar as terras raras na investigação das propriedades e funções de sistemas bioquímicos e na determinação de substâncias biologicamente ativas tem aumentado. As terras raras são usadas principalmente como sondas espectroscópicas no estudo de biomoléculas e suas funções, por exemplo em traçadores biológicos para acompanhar o caminho percorrido pelos medicamentos no homem e em animais; como marcadores em imunologia (fluoroimuno ensaios) e também, como agentes de contraste em diagnóstico não invasivo de patologias em tecidos por imagem de RMN (ressonância magnética nuclear) (Martins, *et al.*, 2005).

2.4.4.1 - Óxido de Ítório

Óxido de ítório ou ítria é o composto mais importante do ítório sendo amplamente usado na composição de supercondutores. É usado como agente de

reforço em ligas metálicas, ligas ODS, aumentando as resistências à oxidação e fluência. Sua aplicação clássica é a de pás de turbinas de jatos, economicamente mais viável que aços inoxidáveis austeníticos. A ítria também é aplicada na produção de sensores de indicação de concentração de oxigênio em exaustores de gases (Jr, *et. al.*, 2009).

2.4.4.2 - Óxido de Lantânio

O óxido de lantânio é um sólido branco, com ponto de fusão de 2315 °C e ponto de ebulição de 4200 °C, apresentando uma estrutura hexagonal. Possui várias aplicações industriais incluindo a fabricação de vidros óticos, e como são materiais refratários, são utilizados em materiais cerâmicos e supercondutores. Estes têm sido estudados como promotores em aplicações comerciais, pois sua adição melhora a atividade, seletividade e aumenta a estabilidade térmica do mesmo. Por exemplo, os metais terras raras são usados no tratamento de emissões gasosas, rejeitos líquidos e, principalmente, no tratamento de emissões automotivas, tendo, portanto uma importante aplicação ambiental. São utilizados, também, em processos de craqueamento de frações do petróleo (Lima, *et. al.*, 2007).

O óxido de lantânio é um sólido básico, cujas propriedades dependem do método de preparação. Diferentes métodos de preparação irão provocar uma alteração na morfologia da superfície, influenciando então nas propriedades catalíticas alterando a atividade. Os estudos sobre as propriedades do estado sólido do óxido de lantânio mostraram que os defeitos de Frenkel no óxido de lantânio (La_2O_3) consistem de vacâncias O^{2-} e são devido à compensação por dopantes ou impurezas. A maioria dos defeitos causados pela adição de metais alcalinos ou alcalinos terrosos levará à formação de vacâncias O^{2-} que aumentam o fluxo de oxigênio através do sólido (Lima, *et. al.*, 2007).

.4.4.3 - Óxido de Cério

O cério, elemento químico de número atômico 58, é o mais abundante das Terras Raras. Sua abundância na crosta terrestre é da ordem de 60 ppm, o que o torna o 26º elemento em frequência de ocorrência, sendo quase tão abundante quanto cobre e níquel. Apesar de o cério ser o lantanídeo de maior ocorrência, é encontrado em muitos minerais somente em níveis traço, sendo a bastinasita e

monasita os minerais mais importantes como fonte de cério e suprem a maior parte da demanda mundial deste elemento (Martins, *et. al.*, 2007).

O cério, que tem a configuração eletrônica $[\text{Xe}]4f^1 5d^1 s^2$, é muito eletropositivo e suas interações são predominantemente iônicas devido ao baixo potencial de ionização ($3,49 \text{ kJ mol}^{-1}$) para a remoção dos três primeiros elétrons. Assim como outros lantanídeos, o estado de oxidação mais estável deste elemento é o (+III). O cério trivalente tem propriedades semelhantes a outros íons lantanídeos com mesmo estado de oxidação, com exceção da sua fácil oxidação para Ce^{4+} e instabilidade em ar e água (Martins, *et. al.*, 2007).

Dentre os compostos de Ce^{4+} , o dióxido de cério (CeO_2 , também chamado de céria) é o mais estável em virtude de sua estrutura cúbica tipo fluorita (grupo espacial $Fm3m$). Tal estrutura confere a este óxido uma estabilidade maior que o sesquióxido, Ce_2O_3 , com cério trivalente (estrutura hexagonal). O CeO_2 pode ser obtido a partir de sais precursores por calcinação em ar ou meio que contém oxigênio; o óxido de cério não estequiométrico, CeO_{2-x} (x pode ser acima de 0,3), também pode ser obtido e neste caso, utilizam-se dopantes, tais como óxidos de outras terras raras, como por exemplo, Y ou La. A introdução desses elementos na rede cristalina do dióxido de cério faz com que ocorra uma compensação de cargas, gerando vacâncias de oxigênio, sendo que a mobilidade do oxigênio depende do tipo de dopante empregado (Martins, *et. al.*, 2007).

Os compostos de cério têm um enorme potencial para aplicação em diversas vertentes tecnológicas, principalmente devido a algumas de suas propriedades, tais como faixa de potencial redox, alta mobilidade de oxigênio na rede cristalina, alta afinidade por compostos contendo oxigênio, nitrogênio e enxofre (Martins, *et. al.*, 2007).

Uma das principais aplicações de compostos à base de cério é em processos metalúrgicos, onde estes compostos são adicionados ao aço para eliminar impurezas, principalmente oxigênio e enxofre, devido à sua alta afinidade para formar ligações com esses elementos, contribuindo, assim, para melhorar significativamente a qualidade do aço, aumentando, por exemplo, a resistência e ductibilidade. Com esta mesma finalidade, estes compostos também podem ser adicionados a outras ligas metálicas, tais como ligas à base de cobalto ou níquel, que são utilizadas, por ex., em turbinas de motores de aviões. O cério, na forma de sais, cloretos e nitratos, também é utilizado para evitar corrosão de utensílios de

alumínio (e suas ligas), substituindo os íons cromatos, que apresentam implicações negativas do ponto de vista ambiental (Martins, *et. al.*, 2007).

2.5 - Diamante

O diamante é um material caracterizado pelas suas excelentes propriedades mecânicas, ópticas e térmicas que resultam numa estrutura cristalográfica constituída por átomos de carbono ligados dum modo covalente e dispostos segundo tetraedros com comprimentos de ligação uniformes. Esta estrutura dá origem a um material extremamente duro, muito resistente ao desgaste e com baixo coeficiente de atrito, com aptidão comprovada para ser utilizado no corte de vários tipos de materiais não ferrosos e não metálicos. Na Tabela 5 apresentam-se as propriedades mais relevantes do diamante monocristalino que são solicitadas nas aplicações do diamante como ferramenta de corte (Barquete, 1997).

Tabela 5 – Principais propriedades do diamante, adaptado (Barquete, 1997).

Propriedades	
Densidade (g/cm ³)	3,5
Dureza Knoop (GPa)	80-120
Módulo de elasticidade (GPa)	1050-1200
Tenacidade a fractura (MPa m ^{-1/2})	3,4
Resistência à tração (GPa)	5
Tensão de Compressão (GPa)	16
Coeficiente de atrito	0,03
Condutividade térmica (W/m.K)	600-15000
Coeficiente de expansão térmica (K ⁻¹)	0,8x10 ⁻⁶
Razão de Poisson	0,07

A acrescentar a estas propriedades, e considerando agora a sua reatividade química, o diamante é totalmente inerte em contacto com metais como o alumínio, o cobre, o zinco, com os plásticos e com os materiais cerâmicos. No entanto, reage a altas temperaturas com os metais que têm a capacidade de solubilizar carbono, dos quais se destacam o ferro, o níquel e o cobalto, e forma carbonetos com o titânio, o zircônio, o tântalo e o tungstênio (Barquete, 1997).

Tendo em atenção as propriedades anteriores, os materiais à base de diamante apresentam-se como ideais para maquinar ligas de alumínio e de cobre, materiais compósitos de matriz metálica, plásticos, madeira e seus aglomerados.

Nestas aplicações, o diamante tem sido utilizado na sua forma natural e sintética (Barquete, 1997).

2.5.1 Estrutura do diamante

O diamante é uma forma cristalina do carbono, com uma estrutura cúbica, do tipo sp^3 , ou seja, cada átomo de carbono da estrutura está ligado a outros quatro átomos de carbono, formando uma geometria tetraédrica como mostra a Figura 3. (Rosa., *et. al.*, 2013)

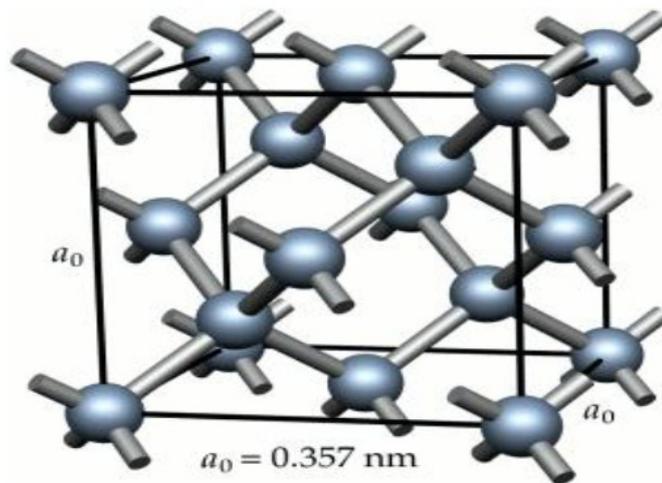


Figura 3 - Estrutura do diamante (Rosa, *et. al.*, 2013)

O carbono pode formar outras estruturas sólidas que varia de acordo com os tipos de ligações. O grafite possui um arranjo atômico do tipo sp^2 , cada átomo de carbono da estrutura está ligado a outros três átomos de carbono, com geometria trigonal. (Rosa, *et. al.*, 2013)

2.5.2 Diamante utilizado em ferramentas de corte

O diamante natural tem sido utilizado há centenas de anos em ferramentas de corte. A utilização do diamante sintético teve seu início de utilização na década de 50, porém sua utilização foi mais difundida após o desenvolvimento da técnica de fabricação industrial do diamante, nos anos 70 (Clark, *et. al.*, 1998)

O diamante utilizado na fabricação dos anéis diamantados para o corte de rochas ornamentais é sintético monocristalino e suas características são comparáveis às do diamante natural. Contudo, a estabilidade térmica do diamante natural é muito superior quando comparada ao sintético, suportando temperaturas

superiores a 1400 °C, enquanto o diamante artificial suporta temperaturas próximas a 850 °C (Konstanty, 2005).

Como se pode observar nas micrografias óticas da Figura 4, a cor do diamante artificial difere do natural, podendo assumir cores que vão do amarelo ao verde. A cor é referente à dopagem por elementos químicos necessários à sua fabricação.

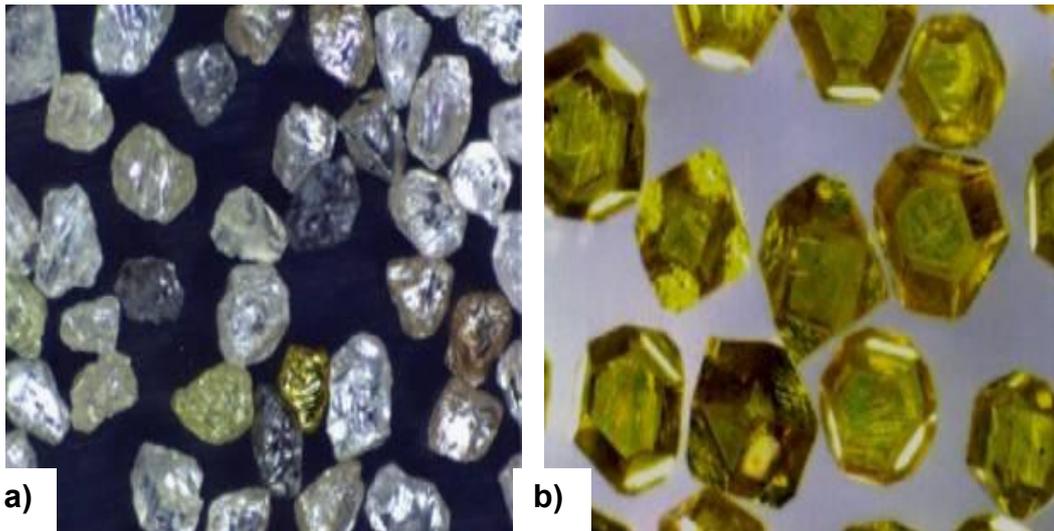


Figura 4- a) Diamante natural. b) Diamante artificial com dopagem de níquel (Konstanty, 2005).

Os diamantes fabricados pelo sistema convencional de alta pressão e alta temperatura possuem basicamente dois tipos de planos de crescimento, o plano cúbico $\{100\}$ e o plano octaédrico $\{111\}$ (Davies., *et. al.*, 2007). A morfologia dos cristais de diamantes muda conforme o plano de crescimento, sendo dependente da temperatura e pressão utilizada na fabricação do diamante. A Figura 5 mostra as possíveis morfologias que o diamante pode assumir no sistema cubo-octaédrico (Machado, *et. al.*, 2013).

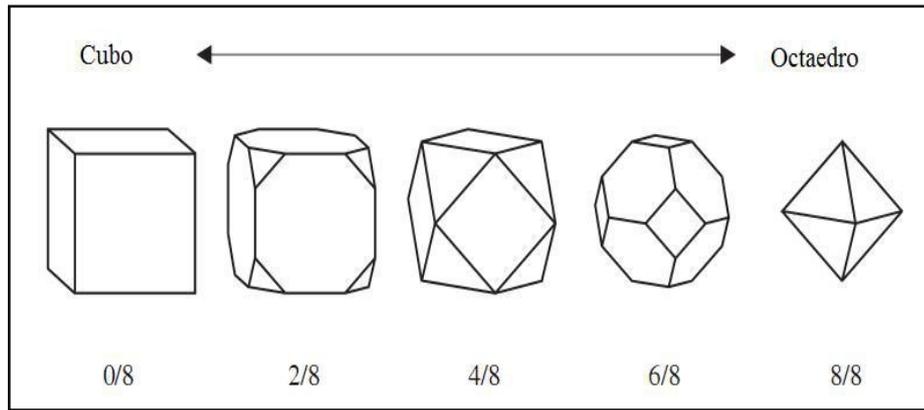


Figura 5 - Morfologias assumidas por cristais de diamante sintético (Machado, et. al., 2013).

O avanço na tecnologia de classificação dos diamantes permitiu que os mesmos fossem distribuídos em diversas classes de tamanhos e formas. Comercialmente, os diamantes monocristalinos são fornecidos com uma grande variedade de tamanhos, formas, pureza e grau de seleção. A Figura 6 mostra, respectivamente, um típico diamante hexagonal e um tetragonal, ambos monocristalinos (Machado, et. al., 2013).

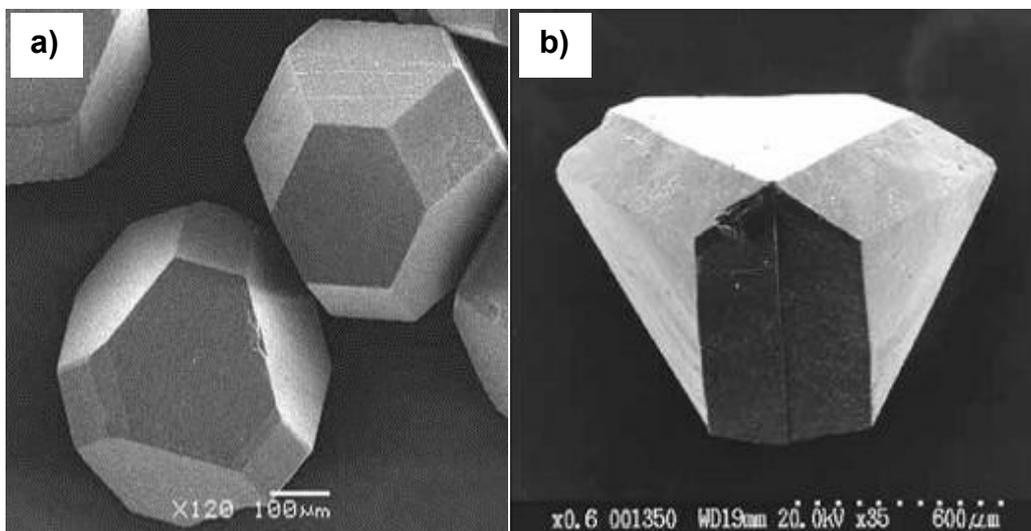


Figura 6 - Diamantes monocristalinos utilizados em ferramentas diamantadas. a) Predominantemente octaédrico. b) Predominantemente tetraédrico (Davies., et. al., 2007).

Uma classe de diamantes, com a função voltada exclusivamente para a fabricação de ferramentas diamantadas, é a dos grãos monocristalinos fraturados. Em comparação com os diamantes monocristalinos inteiros, os diamantes fraturados

possuem um poder de corte maior, porém com uma resistência mecânica e ao desgaste menor (Machado, *et. al.*, 2013). Isto se deve ao fato de que os diamantes irregulares possuem uma melhor fixação na matriz, em contrapartida, os diamantes não fraturados possuem formatos mais regulares que aumentam sua resistência mecânica (Konstanty, 2005).

O aumento da concentração de diamante aumenta a vida da ferramenta, contudo, o arrancamento dos diamantes também aumenta. Este arrancamento é proporcional à concentração de diamantes e inversamente proporcional ao tamanho médio das partículas de diamante (Konstanty, 2005). Uma baixa concentração de diamantes também pode ocasionar o arrancamento prematuro das partículas de diamante, por isso, é necessário adequar a concentração de diamantes para minimizar este arrancamento (Konstanty, 2005).

A classificação da concentração de diamantes corresponde às recomendações da FEPA (Federation of European Producers of Abrasives), onde a concentração de abrasivos na ferramenta é dada pela razão entre o peso do diamante em quilates (1 quilate = 0,2 gramas) e o volume de abrasivo ocupado em um centímetro cúbico. De acordo com as normas da FEPA, a concentração de diamantes varia linearmente, de acordo com a designação recebida, onde uma concentração de C100 corresponde a 4,4 ct/cm³. A Tabela 6 mostra a classificação de diferentes concentrações de diamantes em relação à norma FEPA, bem como seu volume ocupado na ferramenta (Machado, *et. al.*, 2013).

Tabela 6 – Classificação conforme as concentrações de diamante em relação à norma FEPA (Machado, *et. al.*, 2013).

Concentração Norma FEPA	Peso de diamante para cada cm ³ de ferramenta (ct/cm ³)	Volume ocupado dos diamantes (%)
C25	1,1	6,00
C50	2,2	12,50
C75	3,3	18,75
C100	4,4	25,00
C125	5,5	31,25
C150	6,6	37,50
C175	7,7	43,75
C200	8,8	50,00

2.6 - A Retenção dos Cristais De Diamante

A matriz metálica do compósito diamantado tem basicamente duas funções: segurar os diamantes e desgastar de forma controlada com o intuito de aflorar os diamantes para o corte.

A retenção do diamante é realizada através de uma ancoragem mecânica, podendo ser auxiliada em alguns casos por uma ancoragem química. Contudo, a maioria das matrizes metálicas das ferramentas diamantadas atuais promove somente a ancoragem mecânica do diamante (Konstanty, 2005). A ancoragem química pode ser realizada através da utilização de uma liga que possua elementos formadores de carbetos ou do recobrimento de elementos reativos diretamente na superfície do diamante. Estes elementos formam uma interface que seguram firmemente o diamante na matriz metálica (Figura 7). Os principais elementos utilizados na liga como agentes formadores de carbetos são: o titânio, o silício e o cromo.

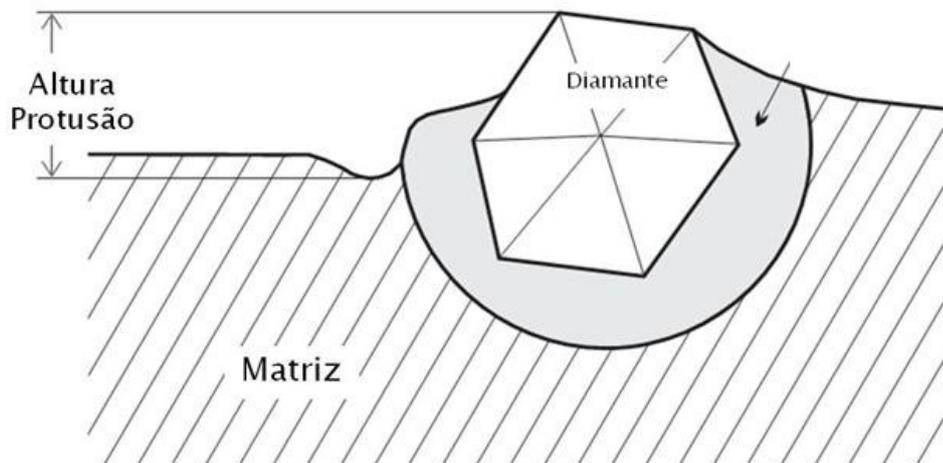


Figura 7 - Altura de protusão e interface da matriz com o diamante. (modificado) (Konstanty, 2005).

A seleção do material da matriz dos compósitos diamantados depende da abrasividade e dureza do material a ser cortado. As propriedades da matriz devem ser ajustadas a fim de promover um desgaste gradual da matriz, garantindo uma protusão constante dos diamantes (Figura 7). Quando a matriz do compósito é mais mole do que o especificado, a altura de protusão dos diamantes aumenta e os diamantes são destacados antes do seu desgaste total. Em oposição, quando a matriz é muito dura, os diamantes não conseguem aflorar à superfície e, não

havendo espaço para a condução do cavaco e do fluido de corte, o corte cessa. (Machado, *et. al.*, 2009)

2.7 – Metalurgia do Pó

A metalurgia do pó é a técnica utilizada para produzir compostos metálicos ou cerâmicos através da produção do pó e de sua consolidação pela aplicação de pressão e calor sob temperaturas abaixo do ponto de fusão do constituinte majoritário (Braga, *et. al.*, 2007). O processamento de ligas se dá pelas rotas convencionais da metalurgia do pó, onde os pós elementares são cominuídos, misturados e granulados, compactados e sinterizados (Rodrigues, *et. al.*, 2006), como esquematizado na Figura 8.

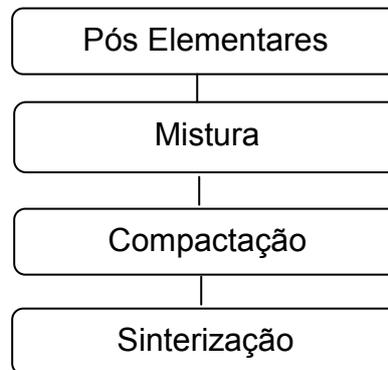


Figura 8 - Esquema representativo de produção das pastilhas via metalurgia do pó

O pó pode ser obtido por métodos físicos e/ou químicos. Dentre os métodos químicos, podem ser citados a redução de óxidos; o processo hidrometalúrgico; a decomposição térmica de carbonilas; a hidretação metálica, a atomização (Braga, *et. al.*, 2007).

Os aspectos relevantes concernentes à obtenção do pó são o tamanho médio das partículas do pó, a morfologia e composição química das referidas partículas e as microestruturas obtidas. Em seqüência à obtenção do pó, ocorre o processo de moagem, no qual forças de impacto, atrito, cisalhamento e compressão atuam sobre as partículas metálicas maiores, para promoverem a quebra destas, por processos como microforjamento, fratura, aglomeração e desaglomeração, diminuindo o tamanho médio de partículas (Braga, *et. al.*, 2007).

O processo de Moagem de Alta Energia (MAE) é uma síntese mecano-química em que as misturas de pós, de diferentes metais ou ligas, são moídas

conjuntamente para obtenção de uma liga homogênea, através da transferência de massa. Durante o processo, as partículas de pó são continuamente deformadas, soldadas a frio, quebradas e re-soldadas. A técnica consiste basicamente no processamento de materiais na forma de pós, juntamente com corpos de moagem, que podem ser esferas de aço ou outro material de alta dureza, inseridos em um vaso de moagem, geralmente feito do mesmo material das esferas (Torres, *et. al.*, 2010).

Por vibração ou rotação as esferas chocam-se com as paredes do vaso resultando em uma prensagem do pó a cada impacto, e deste modo o pó é repetidamente levado a solda, fratura e ressolda num intenso processo cíclico de transferência de energia que possibilita a nanoestruturação dos materiais moídos (Suryanarayana, *et. al.*, 2001) (Torres, *et. al.*, 2010). Atualmente, vem permitindo a obtenção de materiais compósitos, materiais nanoestruturados, compostos intermetálicos, soluções sólidas amorfas, entre outros (Lin, *et. al.*, 2000) (Hwang, 2000).

Durante a moagem de alta energia, alta deformação é introduzida nas partículas. Isso é manifestado pela presença de vários defeitos cristalinos, tais como discordâncias, vazios, falha de empilhamento e aumento no número de contornos de grão. A presença desses defeitos, além do refinamento da microestrutura que diminui as distâncias de difusão e do aumento da temperatura durante a moagem, aumenta a difusividade dos elementos solutos na matriz, resultando na produção de pós com alta sinterabilidade em relação à moagem convencional (Torres, *et. al.*, 2010).

Após a moagem, segue-se a etapa de conformação, baseada na compactação ou prensagem do pó contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível através da aplicação de pressão (Albero, 2005) (Braga, *et. al.*, 2007).

Os dois tipos básicos de prensagem são a uniaxial e a isostática. Na prensagem uniaxial, a compactação do pó é realizada em uma matriz rígida, por aplicação de pressão na direção axial, através de punções rígidos. É utilizada para conformar peças que não apresentam relevo superficial na direção de prensagem (Braga, *et. al.*, 2007).

Na prensagem isostática, a compactação do pó se dá no interior de um molde flexível, sobre o qual atua um fluido pressurizado. Este procedimento assegura uma distribuição homogênea da pressão sobre a superfície do molde. É empregada na

fabricação de peças com formato complexo que apresentam relevos em duas ou mais direções, ou em peças nas quais uma das dimensões é muito maior que as demais, como no caso de tubos e barras (Braga, *et. al.*, 2007).

Dentre os fatores que afetam o empacotamento de partículas, destacam-se (Oliveira, *et. al.*, 2000):

- A distribuição granulométrica do pó – empacotamentos com menor porosidade podem ser obtidos se os vazios existentes entre as partículas nas monodispersões forem preenchidos por partículas menores que os mesmos. Geralmente a densidade se eleva com o valor do quociente entre os tamanhos (diâmetros) das partículas maiores e os das menores;
- A morfologia das partículas – quanto mais afastada do formato esférico for a partícula, menor é a densidade de empacotamento de uma distribuição que a contenha. Isso ocorre devido à fricção interparticular, que surge pelo contato das superfícies irregulares das mesmas. Quanto menor for o tamanho das partículas irregulares, maior será este efeito, devido à maior área superficial específica. Através do controle de distribuição granulométrica, é possível otimizar a densidade de empacotamento em sistemas compostos por partículas não-esféricas;
- A porosidade das partículas – para se obter um empacotamento de máxima densidade para uma dada distribuição granulométrica, é preciso que se utilizem partículas densas e com a menor porosidade possível e;
- Técnicas de compactação – através da compactação isostática, pode-se obter compactos muito mais densos que pela técnica de compactação uniaxial.

A compactação é uma etapa importantíssima na técnica da metalurgia do pó, contudo, a etapa seguinte, sinterização, é determinante das propriedades do material, uma vez que é através desta que são determinadas as microestruturas do material (Braga, *et. al.*, 2007).

A sinterização é um processo de consolidação por queima (na presença ou não de oxigênio), na qual as partículas do pó são unidas formando agregados de alta resistência mecânica. Como consequência, tem-se a diminuição da porosidade da peça e o aumento da densificação. A sinterização ocorre a partir de 1/2 a 2/3 da

temperatura de fusão, o suficiente para causar difusão atômica ou fluxo viscoso. A força motriz para a sinterização é a redução da área superficial (e da energia superficial) obtida pela substituição de um pó solto, cujas superfícies têm alta energia (sólido-vapor), por um sólido ligado, cujos contornos de grão apresentam energia mais baixa (Braga, *et. al.*, 2007).

A transferência de massa durante a sinterização se dá pelos seguintes mecanismos: a sinterização pode ser resultado de um escoamento viscoso ou plástico; a difusão atômica pode ocorrer não somente ao longo dos contornos de grão, ou entre as partículas, mas também no interior dos grãos; materiais voláteis evaporam nas superfícies convexas das partículas e se condensam nas superfícies côncavas de outras, devido aos diferenciais pressão – vapor e, a energia superficial do sólido no líquido é maior nas superfícies convexas que nas côncavas. Portanto, a sinterização na fase líquida provoca uma redução na energia superficial (Braga, *et. al.*, 2007).

Existem, rigorosamente falando, 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, *et. al.*, 1998).

Existe uma teoria de sinterização para materiais cristalinos puros, amplamente empregada para a descrição do processo em metais e cerâmicas, que tenta relacionar propriedades dos materiais sinterizantes, suas características geométricas (aspectos de partícula) e as condições de sinterização à contração dimensional (e logicamente a variação da densidade) que atuam na peça sob sinterização. Esta teoria é, entretanto, muito ambiciosa. Para conseguir tanto, diversas considerações simplificadoras foram adotadas e a afastaram consideravelmente da descrição de sistemas reais. A referência traz uma crítica ao uso desta teoria e à forma como este tipo de sinterização é comumente abordado (Silva, *et. al.*, 1998).

2.8 – Desgaste e as Ferramentas de corte diamantadas

O desgaste da ferramenta inicia-se através do desgaste da partícula abrasiva, causando o seu abaulamento (planificação ou embotamento do grão abrasivo). Em seguida a matriz metálica também sofre um desgaste, diminuindo a área na qual a partícula abrasiva se sustenta sobre tal matriz. Com o aumento deste desgaste até um ponto crítico, a partícula abrasiva se desprende e uma nova camada de partículas abrasivas começa a surgir. Esse desprendimento das partículas para o surgimento de uma nova camada é chamado de protusão ou “pullout” (Aigueira., *et. al.*, 2005).

A explicação mais antiga do mecanismo de desgaste do diamante é que pequenos fragmentos da superfície são lascados e a superfície resultante, provavelmente, é constituída de uma série de asperezas cujas faces são planos de fácil clivagem. Tem-se que a taxa de desgaste não aumenta com a temperatura, mas é dependente da direção de abrasão. Entretanto, o mecanismo de desgaste mais aceito de uma ferramenta de corte à base de diamantes impregnados em matriz ligante foi fornecido por Wright e Wapler, e explicado por Davis. (Aigueira., *et. al.*, 2005)

Este mecanismo é ilustrado esquematicamente na Figura 9, mostrando o comportamento da protusão de uma partícula de diamante embebida na matriz, com o tempo, ou com a área de pedra cortada. Na região 1 ocorre o desgaste inicial da matriz e surgimento das faces cortantes das partículas abrasivas. A região 2 é denominada zona de trabalho constante, onde ocorre apenas um leve desgaste abrasivo da matriz ligante, e a região 3 é caracterizada pelo embotamento (início de planificação) do diamante e posterior quebra de sua ponta cortante, porém ocorre a auto afiação da partícula abrasiva, mediante fricção contínua com a pedra. A região 4 é denotada pelo desgaste erosivo da matriz pela pedra, com liberação parcial das outras faces do diamante, até que, na região 5 ocorra a quebra da partícula, culminado com a protusão da mesma, na região 6. (Aigueira., *et. al.*, 2005)

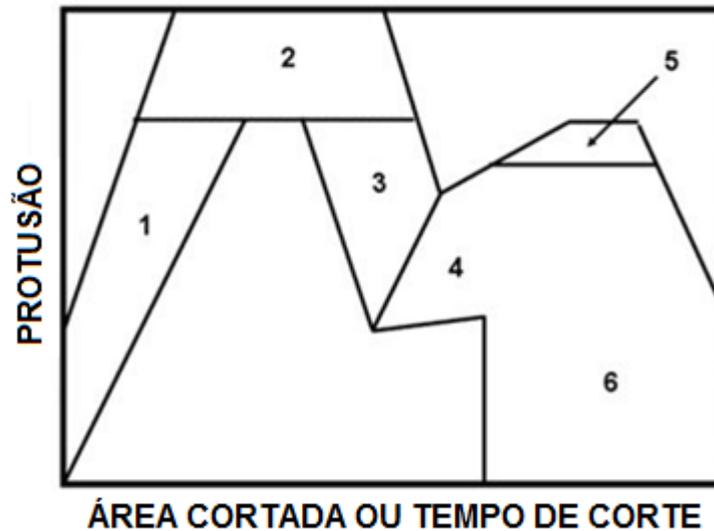


Figura 9 - Diagrama esquemático do tempo de vida hipotético de uma partícula de diamante, em termos de altura de protusão. (Aigueira., *et al.*, 2005)

Oliveira e seus colaboradores (2007) realizaram um estudo sobre desgaste no sistema Fe-(5-10-15-20)%pCu com adição de 1% em peso de carbeto de silício (SiC) como matriz ligante para ferramentas diamantadas, Foram produzidos compósitos metálicos e diamantados – via Metalurgia do Pó convencional – sinterizados a 1050 e 1150°C, para obtenção e análise dos resultados. Após a sinterização, os compósitos foram submetidos a testes de resistência ao desgaste e MEV.

A perda de massa (resistência a abrasão) das amostras em função do teor de cobre, para as ligas Fe-Cu-SiC, sinterizadas a 1050 e 1150°C, é mostrada na Figura 10.

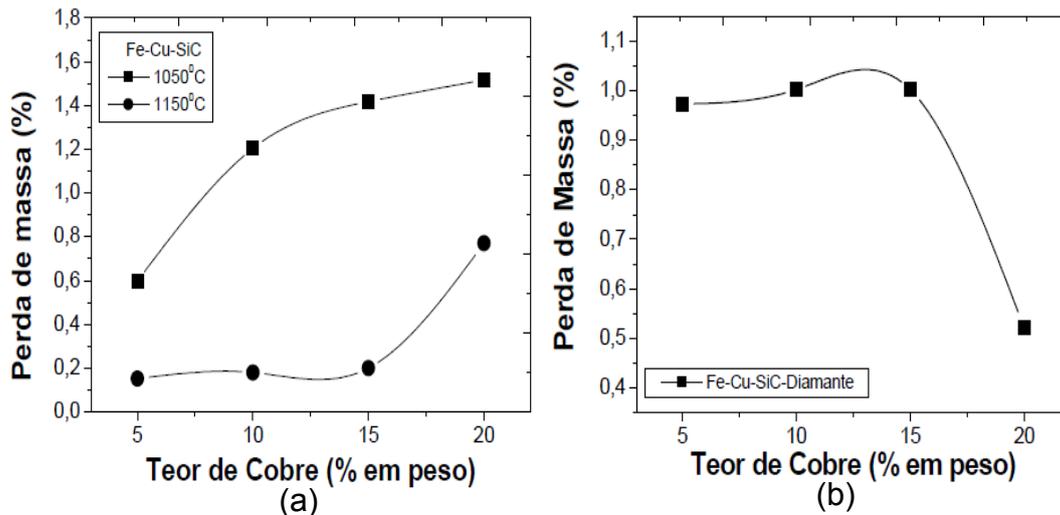


Figura 10– Perda de massa após ensaio de resistência a abrasão para as ligas Fe-Cu-SiC em função do teor de cobre, nas duas temperaturas de sinterização (a) e do compósito diamantado Fe-Cu-SiC-Diamante, sinterizado a 1150°C/25 minutos(b) (Oliveira, *et al.*, 2007).

Pode ser visto que há uma diferença significativa nos valores obtidos, quando se considera as duas temperaturas de sinterização e, há uma perda de massa um pouco mais acentuada no teor de 20% em peso de cobre, o que pode ser atribuído ao fato de ter ocorrido maiores inchaços para as amostras com maiores teores de cobre – levando a maiores quantias de porosidade – o que reduz a resistência ao desgaste por abrasão da ferramenta.

Pode ser também identificado um valor bem menor de perda de massa, da ordem da metade, para a mistura com teor de 20% em peso de cobre, o que sugere aí uma resistência à abrasão superior, o que indica e justifica a escolha da mesma como a ideal para o compósito diamantado.

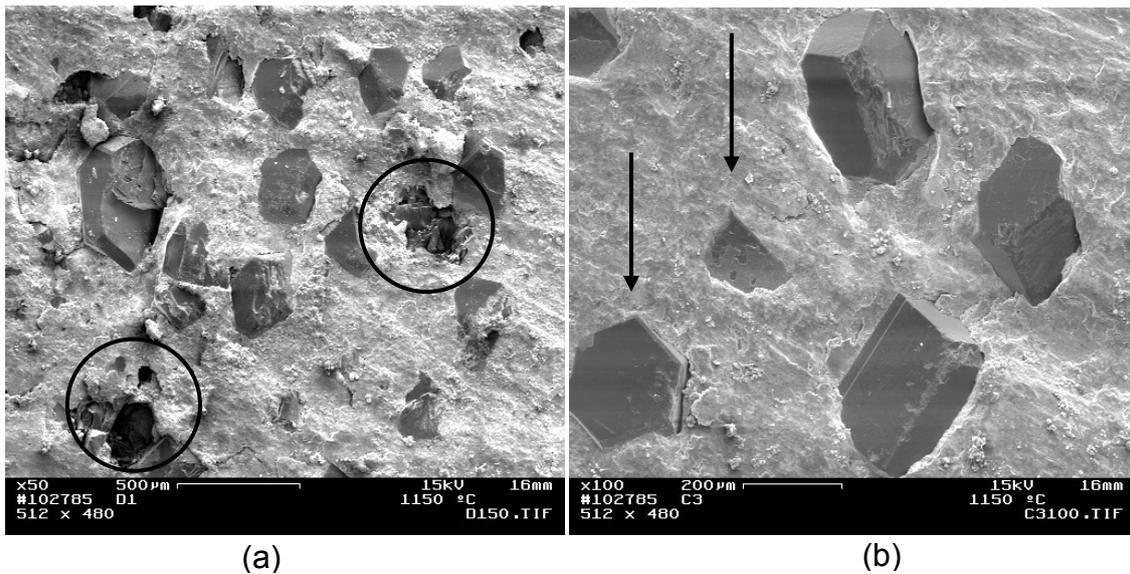


Figura 11 – Distribuição dos cristais de diamante na matriz metálica ligante de Fe-20%pCu-1%pSiC após ensaio de resistência à abrasão (a) e retenção dos cristais de diamante pela matriz metálica ligante, (b) novos cristais surgindo para dar continuidade ao processo de corte (vide setas) (Oliveira, *et al.*, 2007)

Observando a Figura 11, percebem-se que inicialmente a matriz metálica sofreu a abrasão, e conseqüentemente as faces cortantes dos primeiros diamantes ficaram expostas na superfície das amostras e, alguns diamantes apresentam altura de protrusão maior que outros o que é altamente benéfico para o desempenho e tempo de vida da ferramenta. Em seguida, estes diamantes de maior exposição (altura de protrusão), os quais já foram submetidos a um maior trabalho de corte, começavam a clivar, trincar ou planificar. Aqueles diamantes de faces expostas com altura de protrusão menor também propiciaram o corte, porém o dano sofrido pelos mesmos foi bem menor, conforme ilustra a Figura 11. Com o decorrer do corte, aqueles cristais mais danificados (maior altura de protrusão) são liberados da matriz (pull-out) – vide círculos na Figura 11, e ao mesmo tempo novas faces cortantes de cristais que estavam no “bulk” da ferramenta surgem, e continuam o processo – vide setas na Figura 11, pois o processo de desgaste da matriz metálica é contínuo, até o fim da vida da ferramenta.

Para compreender como ocorre o desgaste da matriz e do diamante Dhokey (2013) fez uma breve descrição com das etapas apresentada na Figura 12: [I] partícula de diamante incorporado na matriz; [II] partícula de diamante é apenas exposto devido ao desgaste perda da matriz circundante; [III] fase avançada em que a porção máxima da partícula está exposta ao desgaste perda da matriz

circundante; [IV] diamante é desalojado devido ao enfraquecimento da interface de partícula de matriz deixando cavidade; [IVb] partícula de diamante mostra fratura devido à nucleação de microtrincas na partícula; e [IVc] um canto da partícula é lançada para fora na direcção de deslizamento (V), devido às forças de atrito tangenciais pesados (Dhokey, *et al.*, 2013)

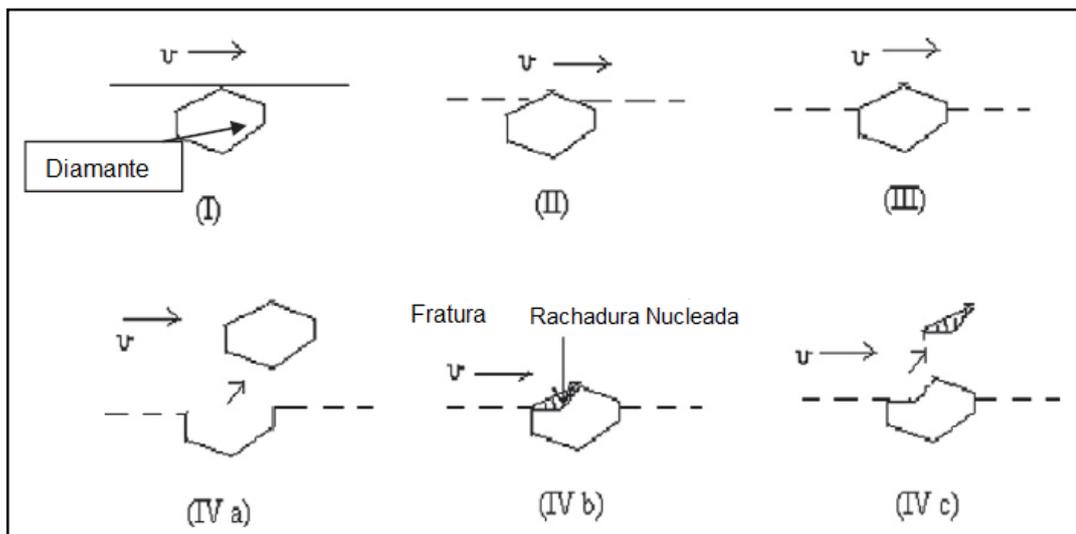


Figura 12 - Proposta de modelo de partículas de diamante mecanismo pull-out / fratura no desgaste da ferramenta de corte de diamante (Dhokey, *et al.*, 2013).

2.9 - Produção de serra circular

O sistema de fabricação de serras diamantadas é 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 sistema. A meta principal do sistema é a de manter sempre os menores tempos nas operações realizadas com o menor número de operadores. Conseqüentemente, o menor tempo de espera, proporcionando assim, uma maior agilidade na fabricação das serras, com o intuito de ampliar ainda mais as vendas (Sá, *et al.*, 2012).

Assim, pode-se descrever o sistema de fabricação de serras diamantadas como o conjunto das seguintes operações: mistura do produto inicial (liga + diamante), pesagem da mistura, preenchimento da mistura no molde, sinterização, lubrificação dos moldes, limpeza dos segmentos, soldagem do segmento na alma,

retífica, tensionadora, pintura e embalagem. A Figura 13 mostra esquematicamente a rota do processo para fabricação de serras diamantadas (Sá, *et al.*, 2012).

A etapa do processo inicia-se no laboratório pelo processo de mistura (Etapa 1). Realizada a etapa, serão preenchidos os copos com a quantidade necessária à fabricação de cada segmento. Este procedimento é realizado na mesa de molde e pode ser intitulado como etapa 2. Ainda na mesa de molde acontece a etapa 3. Nela, um operador preencherá os moldes com a mistura dos copos da etapa anterior (Sá, *et al.*, 2012).

Na próxima etapa (Etapa 4), os moldes já preenchidos seguem para a sinterizadora. Nela, a mistura que está dentro do molde será compactada através de um tratamento termobárico transformando-a em “segmentos sinterizados”. Quando o molde sai da sinterizadora, um operador o coloca na bancada de desmolde para dar início à Etapa 5. Para realizar esta etapa é necessário esperar os moldes esfriarem para que seja possível manipulá-los. Após o resfriamento, ele vai desmoldando cada segmento e separando molde de segmento. Na próxima etapa (Etapa 6), é realizada a lubrificação dos moldes. Esta etapa é considerada uma inspeção, que 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 (Sá, *et al.*, 2012).

Na próxima etapa (Etapa 7), será feita a limpeza dos segmentos, que retirará as rebarbas dos mesmos. Após realizada a limpeza dos moldes, estes serão soldados na alma (disco de aço), que entra no processo apenas nesta etapa (Etapa 8) (Sá, *et al.*, 2012).

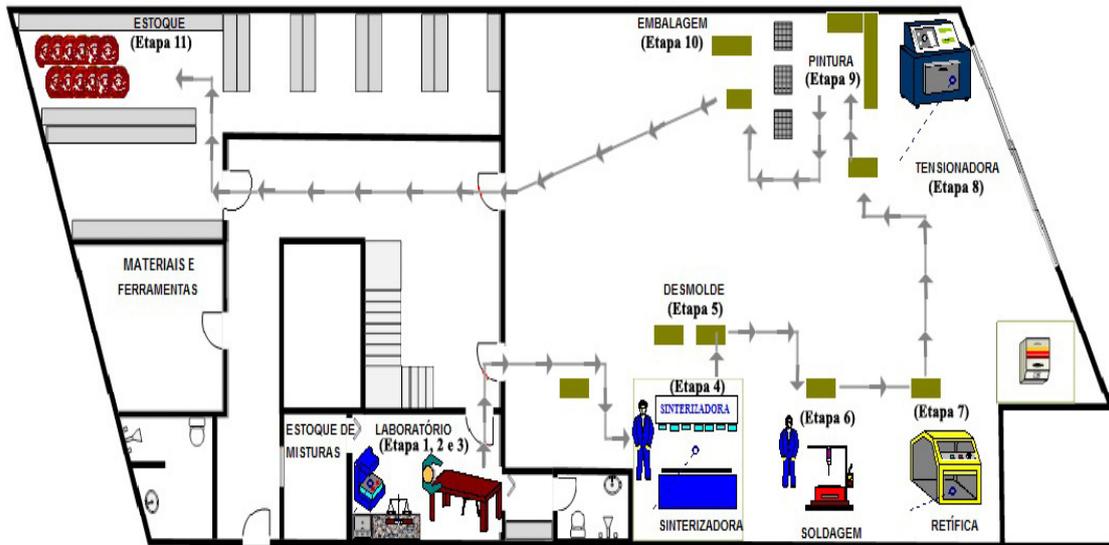


Figura 13 – Processo de fabricação de serras diamantadas (Sá, *et al.*, 2012)

Com todos os segmentos soldados na alma, esta já pode ser chamada de serra. Na etapa seguinte (Etapa 9), a serra é encaminhada para ser retificada. As serras são colocadas dentro da retífica e passam por um processo de alinhamento e retirada dos excessos (Sá, *et al.*, 2012).

Porém, durante a soldagem pode eventualmente ocorrer algum empeno e, por isso, logo ao saírem da retífica, as serras serão encaminhadas para a tensionadora (Etapa 12).

Na etapa 11, será realizada a pintura das serras. A pintura será realizada por uma máquina ou por um operador. Por fim, a serra será encaminhada para a etapa final (Etapa 12), onde as serras serão embaladas (Sá, *et al.*, 2012).

CAPÍTULO 3

Materiais e Métodos

A metodologia utilizada na realização dos experimentos deste trabalho foi direcionada de acordo com a Figura 3.1. Tal metodologia foi dividida em três etapas que são detalhadas respectivamente nas seções 3.1, 3.3, 3.3.1. e 3.3.2.

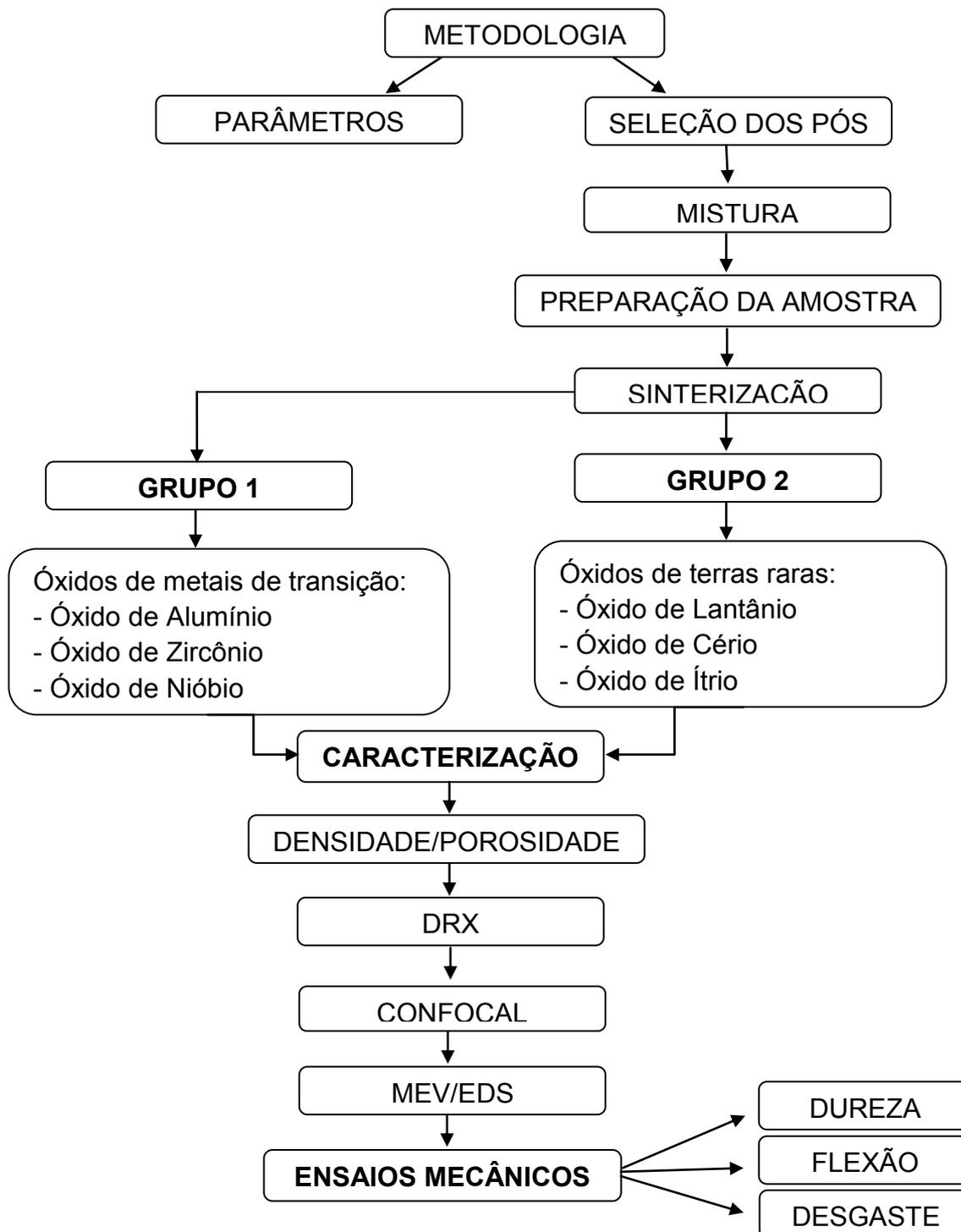


Figura 14 - Esquema da produção e caracterização das amostras

Na primeira etapa, foi realizada sinterização sob parâmetros (800 °C / 3 min / 34 MPa) industrialmente utilizados na produção de compósitos diamantados. Duas amostras à base de Fe-Cu-Ni-Sn-WC com Co, e três amostras à base de Fe-Cu-Ni-Sn-WC com adição individual dos óxidos (Al_2O_3 , La_2O_3 , Nb_2O_5 , Y_2O_3 , ZrO_2 , CeO_2) sem adição de diamantes.

Já na segunda, foi realizada a sinterização dos compósitos diamantados, seguindo os mesmos parâmetros e distribuição de amostras utilizadas anteriormente para os compósitos sem diamante.

Enquanto na terceira as amostras de cada composição foram destinadas a caracterizações e testes.

3 - PARÂMETROS

A sinterização dos compósitos foi realizada sob os parâmetros de 800°C/ 34 MPa de pressão, sendo que o tempo de sinterização nestas condições foi de três minutos, os quais são utilizados na produção industrial dos compósitos diamantados. 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.

3.1 - Seleção dos pós

Os seguintes materiais foram empregados nos processos de produção da matriz metálica e dos compósitos diamantados:

- Pó de Fe / 0,98 μm / 99,8% (Hogganas);
- Pó de Cu / 1,2 μm / 99,8% (Derivata);
- Pó de Ni / 2,0 μm / 99,7% (Derivata);
- Pó de Sn / 2,0 μm / 99,9% (JB-química);
- Pó de Co / 2,0 μm / 99,8% (Derivata);
- Pó de WC / 0,98 μm / 99,6% (Wolfram);
- Pó de Al_2O_3 / 10 μm / 98,8% (Derivata);
- Pó de La_2O_3 / 10 μm / 98,8% (REacton);
- Pó de Nb_2O_5 / 10 μm / 98,8% (Aldrich);
- Pó de Y_2O_3 / 10 μm / 98,8% (Aldrich);
- Pó de ZrO_2 / 2,0 μm / 99% (Aldrich);

- Pó de CeO_2 / 10 μm / 98,8% (Aldrich);
- Cristais de diamantes com granulometria entre 300e 350 μm ; (Trust diamond)

3.2 - EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS

- Balança analítica modelo SBC 31-220g (Scaltec);
- 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);
- Durômetro HMV (Shimadzu);
- Máquina Universal de Ensaio Mecânicos modelo 5582 com 100 kN de capacidade (Instron);

Estes equipamentos se encontram no prédio das oficinas do LAMAV/CCT - UENF.

- Moinho cônico industrial (a) imagem frontal e (b) lateral. Encontra-se na Abrasdi.

3.3 - Produção dos compósitos

Na etapa inicial dos estudos foram produzidas vinte amostras sem a adição de diamantes visando o estudo das matrizes, com a seguinte distribuição.

Tabela 7 - Formulação, identificação e quantidade de amostras produzidas sem diamante

Formulação	Amostras sem diamante	Quantidade de amostras
Fe-Cu-Ni-Sn-WC-Co	M0	2
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/ Al_2O_3	M1	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/ La_2O_3	M2	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/ Nb_2O_3	M3	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/ Y_2O_3	M4	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/ ZrO_2	M5	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/ CeO_2	M6	3

Na segunda etapa, as novas amostras foram todas diamantadas, com as mesmas composições, quantidade de amostras e mesmos parâmetros de temperatura e pressão, 800 °C e 34 MPa, respectivamente, do primeiro processo. Abaixo, segue a distribuição dos novos segmentos.

Tabela 8 - Formulação, identificação e quantidade de amostras produzidas com diamante

Formulação	Amostras com diamante	Quantidade de amostras
Fe-Cu-Ni-Sn-WC-Co	M0D	2
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/Al ₂ O ₃	M1D	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/La ₂ O ₃	M2D	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/Nb ₂ O ₃	M3D	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/Y ₂ O ₃	M4D	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/ZrO ₂	M5D	3
Fe-Cu-Ni-Sn-WC/CeO ₂	M6D	3

A fim de facilitar a leitura dos resultados, as amostras foram nomeadas como M0, para a composição à base de Fe-Cu-Ni-Sn-WC-Co, M1 para aqueles com a substituição do Co pelo Al₂O₃, M2 com a substituição pelo La₂O₃, M3 com a substituição pelo Nb₂O₃, M4 com a substituição pelo Y₂O₃, M5 com a substituição pelo ZrO₂ e M6 com a substituição pelo CeO₂ (Tabela 7). Quanto à identificação das amostras diamantadas foi adicionada a letra D para identificar a adição de diamantes (Tabela 8).

3.3.1 - Preparação (seleção e pesagem) das misturas

Na presente tese foram estudados seis novos sistemas sem adição de cobalto para a produção dos segmentos diamantados para uso em serras circulares. A composição das misturas está apresentada na Tabela 9. Cabe mencionar aqui que a diferença entre as matrizes é a substituição do cobalto pelo óxido; sendo que estes estão na mesma proporção em massa do cobalto.

A composição de todas as amostras produzidas foi preparada como mostrado na Tabela 9. Estas foram selecionadas com base na natureza exploratória do presente trabalho e em algumas composições, de ligas comerciais, usadas pela ABRASDI.

Tabela 9 – Composição das matrizes.

ELEMENTO QUÍMICO						
MATRIZ	Ni	Cu	Sn	Fe	WC	Co
	10 - 15%	35 - 45%	5 - 8%	40 - 45%	1 - 2%	3%

O seguinte roteiro foi tomado para a fabricação dos segmentos:

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

3.3.2 - Preparação das misturas com diamante

Após a mistura das ligas sem diamantes, teve-se início à preparação das mesmas com diamantes, a concentração utilizada foi 50 como apresentado na Tabela 10. A escolha da quantidade de diamantes foi com base na FEPA. As quantidades apresentadas são para cada 250g de mistura que corresponde a 20 amostras produzidas por sinterização.

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 ($\rho=3,48 \text{ g/cm}^3$).

Para a mistura dos pós com e sem adição de cristais de diamantes, utilizou-se um moinho cônico industrial (Figura 15).



Figura 15 - Moinho cônico industrial (a) imagem frontal e (b) lateral (Abrardi, 2016).

3.3.3 - Montagem do molde de sinterização

De posse das misturas, 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 16:

1. O molde é montado sobre um apoio fabricado em madeira (Figuras 16 (a, b));
2. As cavidades do molde são preenchidas, manualmente, com as misturas (Figura 16 (c));
3. Uma vez que todo o molde foi preenchido com a mistura, a montagem é finalmente finalizada (Figura 16 (d)).

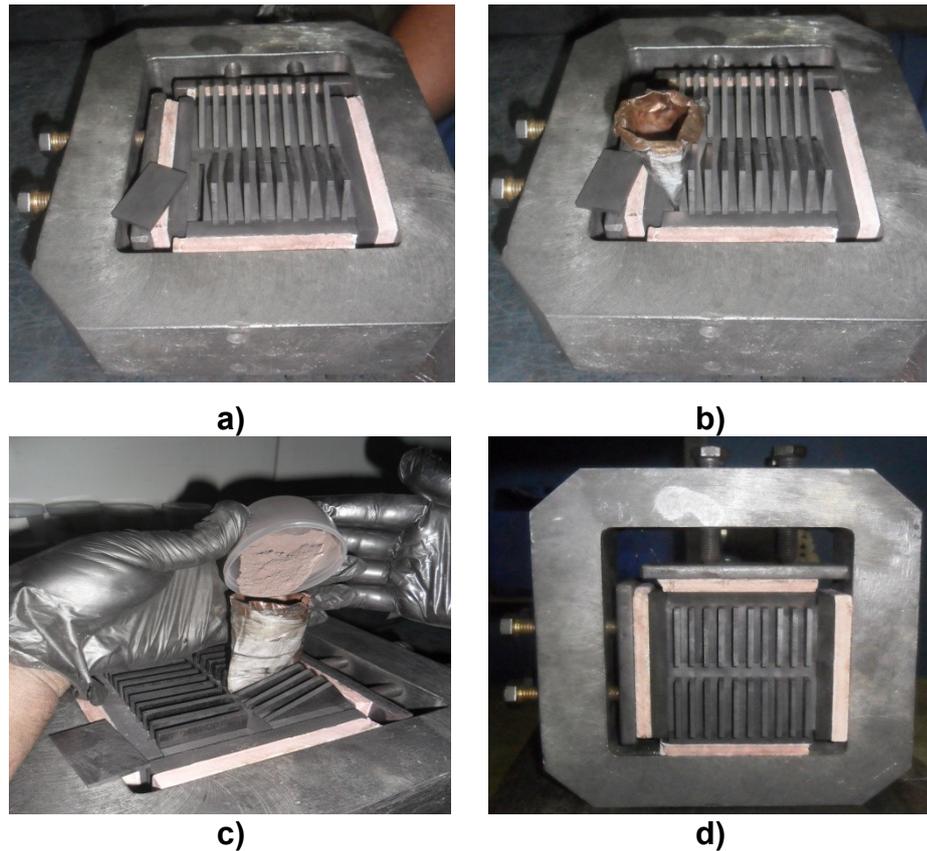


Figura 16 - Etapas da montagem do molde para a sinterização dos segmentos: (a) e (b) montagem do molde; c) preenchimento com as misturas; d) molde montado (Abraldi, 2015).

O molde, em detalhes, é apresentado na Figura 17.

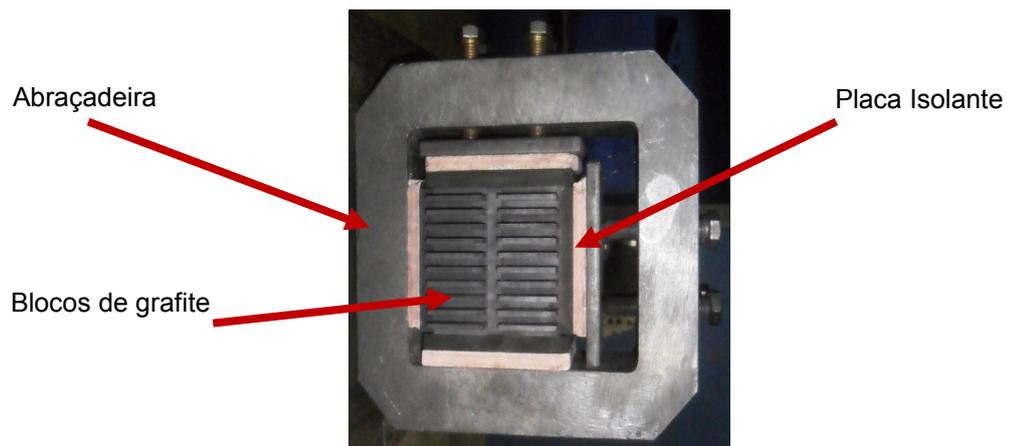


Figura 17 - Molde utilizado no processo de fabricação (Abraldi, 2015).

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 (mistura dos metais + diamantes). Esta construção permite produzir, por processo, até vinte segmentos.

3.3.4 - 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 18).



Figura 18 - Prensa hidráulica EKA modelo PHB30.REF220 (Abrasdi, 2015).

A Figura 19 apresenta a sequência do processo de sinterização:

1. Primeiro a matriz, já montada manualmente, foi instalada na prensa hidráulica como mostra a Figura 19 (a);

2. A seguir, foi acionado o sistema de força da prensa, sendo desenvolvida uma pressão inicial, previamente ajustada, de 20 Bar (Figuras 19 (b, c));

3. Após o estabelecimento da pressão inicial (20 Bar), foi acionado o sistema de aquecimento, o qual por efeito Joule aqueceu o molde até a temperatura de 800 °C (Figura 19 (d));

4. Uma vez atingida a temperatura de 800 °C, a força foi aumentada a fim de se atingir o valor de pressão de 40 Bar(34MPa). A partir desse ponto é que se iniciou a contagem do tempo (3min.);

5. Transcorrido o tempo de 3 min. (para fabricação de 20 segmentos), o sistema de aquecimento foi desligado e a matriz, ainda submetida à pressão de 40 Bar, resfriada durante 5 min;

6. Uma vez atingido 250 °C, o sistema de força foi descarregado de forma gradual;

7. O molde pôde então, ser removido da prensa para a retirada dos segmentos produzidos.

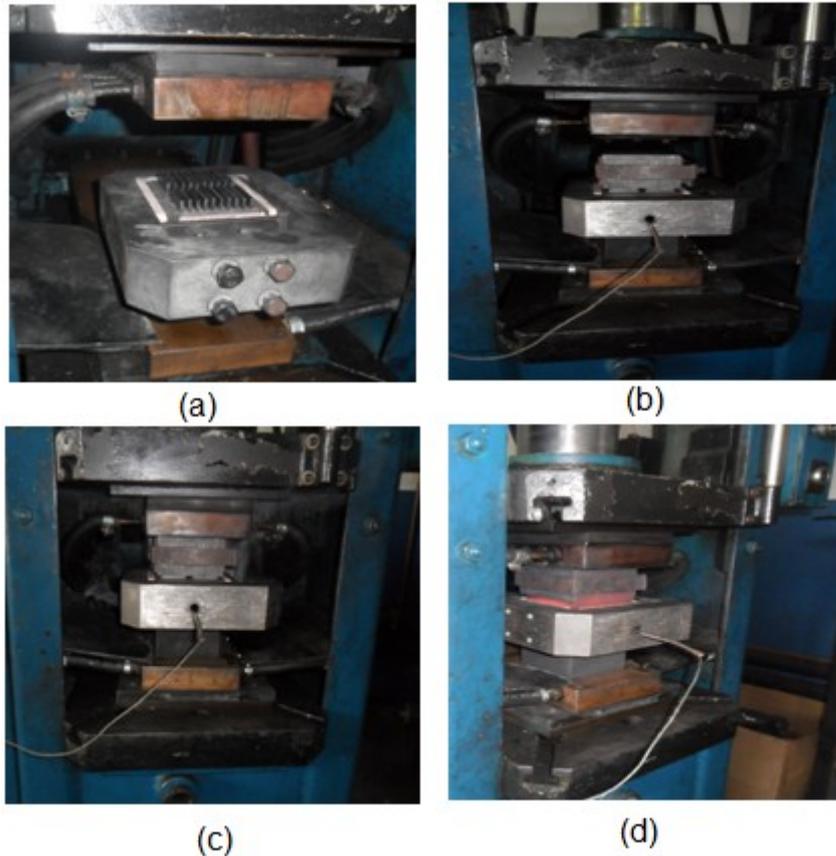


Figura 19 - Processo de sinterização dos segmentos: (a) matriz instalada na prensa; (b) aplicação de força sobre a matriz; (c) detalhe da aplicação de força sobre a matriz; (d) aquecimento por corrente elétrica (Abrasdi, 2015).

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 20 apresenta o esquema padrão das amostras produzidas.

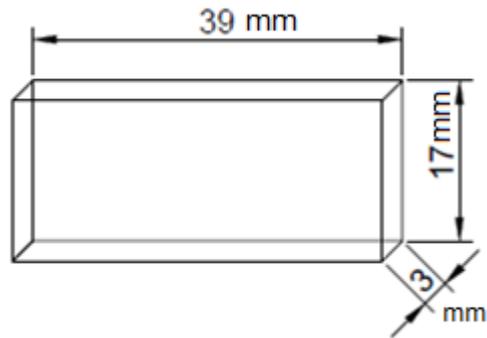


Figura 20 - Esquema padrão dos compósitos produzidos com espessura e ± 3 mm apresentando as dimensões aproximadas dos segmentos.

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

3.4.1 - Difração de raios X

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, 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 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 nanômetro (nm). A análise teve como objetivo investigar os cristais de diamantes aderidos sobre a superfície da matriz do segmento. O microscópio de varredura Shimadzu, modelo Super Scan SSX-550, disponível no LAMAV/CCT/UENF, foi utilizado nas análises.

3.4.3 - Espectroscopia de Raios X por Dispersão de Energia (EDS)

A análise por Espectrometria de Raios X por Dispersão de Energia acoplado a Microscopia Eletrônica de Varredura, determina a composição semi-qualitativa e quantitativa 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.

3.4.4 - Microscopia Confocal a Laser

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

- Observar a ancoragem dos diamantes na matriz metálica;
- 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, Olympus, modelo LEXT – 3D Ols 4000.

3.4.5 - Densidade e porosidade

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

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.

Utilizando o princípio de Arquimedes, a fim de se determinar a densidade real de cada segmento, foi montado o aparato mostrado na Figura 21.



Figura 21 - Montagem para medição de densidade por Arquimedes.

Por este método, a densidade aparente de cada segmento foi calculada com base na equação 2.

$$\rho_a = \frac{M_s}{(M_u - M_i)} \quad (\text{eq. 2})$$

Onde:

ρ_a – densidade aparente;

M_s – massa seca;

M_u – massa úmida;

M_i – massa imersa.

Já a densidade teórica de cada composto 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 3, as massas e as densidades das quantidades de diamantes envolvidos.

$$\rho = \frac{m_{Fe} + m_{Cu} + m_{Ni} + m_{Sn} + m_{WC} + m_x}{\frac{m_{Fe}}{\rho_{Fe}} + \frac{m_{Cu}}{\rho_{Cu}} + \frac{m_{Ni}}{\rho_{Ni}} + \frac{m_{Sn}}{\rho_{Sn}} + \frac{m_{WC}}{\rho_{WC}} + \frac{m_x}{\rho_x}} \quad (\text{eq. 3})$$

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 4) baseia-se na razão entre a densidade aparente e a densidade teórica das amostras (Frade e Paiva, 2006).

$$\rho_R = \frac{\rho_a}{\rho_t} \quad (\text{eq. 4})$$

Onde:

ρ_a – Densidade aparente;

ρ_t – Densidade teórica.

A porosidade aparente das amostras pôde ser calculada pela equação 5 (Frade e Paiva, 2006).

$$P_a = \frac{M_u - M_s}{(M_u - M_i)} \quad (\text{eq. 5})$$

Onde:

P_a – porosidade aparente;

M_s – massa seca;

M_u – massa úmida;

M_i – massa imersa.

3.5 - Ensaio Mecânicos

3.5.1 - Ensaio de Flexão

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 25 °C. Foram ensaiados segmentos tanto diamantados quanto não diamantados.

3.5.2 - Microdureza Vickers

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 5 pontos distribuídos longitudinalmente (L) e 5 pontos transversalmente (Figura 22).

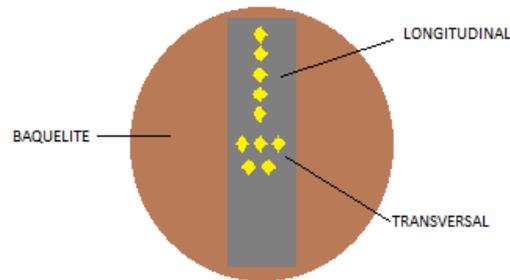


Figura 22 - Representação esquemática da medida de microdureza das matrizes

O equipamento utilizado foi um Durômetro SHIMADZU, modelo HVM (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 cujas diagonais são medidas por um microscópio acoplado à máquina de testes. Uma vez medidas as diagonais, o micro-durômetro utilizado fornece o valor da micro-dureza.

A técnica de micro-dureza Vickers permitiu avaliar diferenças de micro-dureza entre as possíveis fases presentes, como não tem como desviar o indentador dos cristais de diamantes presentes na superfície da amostra, o que poderia danificar o equipamento, assim, a micro-dureza pôde ser medida somente sobre a matriz do compósito.

3.5.3 - Dureza Brinell

A análise de dureza Brinell foi realizada nas amostras com diamante na empresa Gt Wire em Cachoeiro de Itapemirim - ES.

Os parâmetros utilizados estão em concordância com a norma ASTM- A370 (1996), como indicado na figura 23. Onde Diâmetro (D) = 1/16", Força (F) = 3000 Kgf, esfera de carbeto de tungstênio (WC) e tempo (t) de 30 segundos

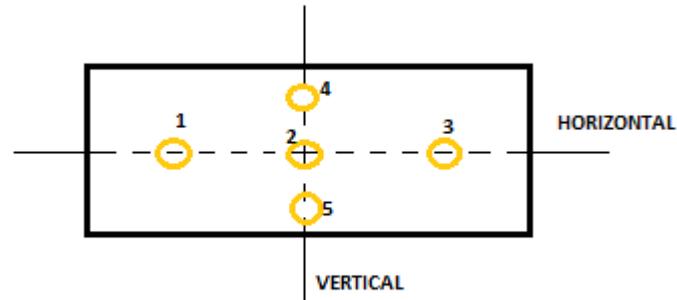


Figura 23 - Representação esquemática da medida de dureza Brinell dos segmentos diamantados

3.5.4 - Ensaio de desgaste

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

Utilizando uma politriz do fabricante Arotec (Figura 24), 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 24 - Abrasimetro adaptado para ensaio 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 e espessura de 5 cm.

Rotação constante de 150 rpm foi utilizada com carga aplicada igual ao próprio peso da amostra somado o peso do adaptador (400g). O tempo de duração de teste, para cada amostra, foi de 15 minutos para aquisição dos dados, onde as

amostras foram retiradas para pesagem em balança de precisão (10^{-4} g – Gehaka). A equação 6 foi utilizada para o cálculo do desgaste.

$$\Delta m = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100 \quad (\text{eq. 6})$$

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 7).

$$RA = \frac{1}{\Delta m} \quad (\text{eq. 7})$$

Onde:

RA – resistência ao desgaste ou abrasão.

É importante ressaltar 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.

CAPÍTULO 4

4 - Resultados e Discussão

4.1 - Compósitos Produzidos

A Figura 25 apresenta a fotografia de alguns segmentos produzidos com as composições de acordo com a metodologia citada. O principal objetivo dos experimentos realizados nesta tese foi desenvolver matrizes metálicas para confecção de segmentos diamantados destinados para o corte de rochas ornamentais. Foram estudadas sete composições. Conforme já dito na introdução, uma das principais motivações da tese foi a obtenção de segmentos com boas características mecânicas que permitissem a sua produção em escala industrial para a fabricação de serras.

Para a obtenção dos dados necessários para a elaboração desta tese foi sinterizados um total de 40 segmentos. Os parâmetros utilizados na sinterização dos segmentos foram escolhidos com base na linha de fabricação da empresa ABRASDI.



Figura 25 - Alguns segmentos das composições utilizadas neste trabalho.

4.2 - Caracterização dos segmentos

4.2.1 - Difração de raios X

Os difratogramas das amostras estudadas estão apresentados nas Figuras de 26 a 31. As amostras apresentaram resultados semelhantes para as composições das fases. A única diferença entre os resultados apresentados ficou por conta dos picos dos óxidos individualmente adicionados em cada amostra.

Os difratogramas obtidos a partir das misturas das amostras sem diamante estão apresentados nas Figuras 26, 27 e 28, evidenciando a presença predominante de Fe e Cu.

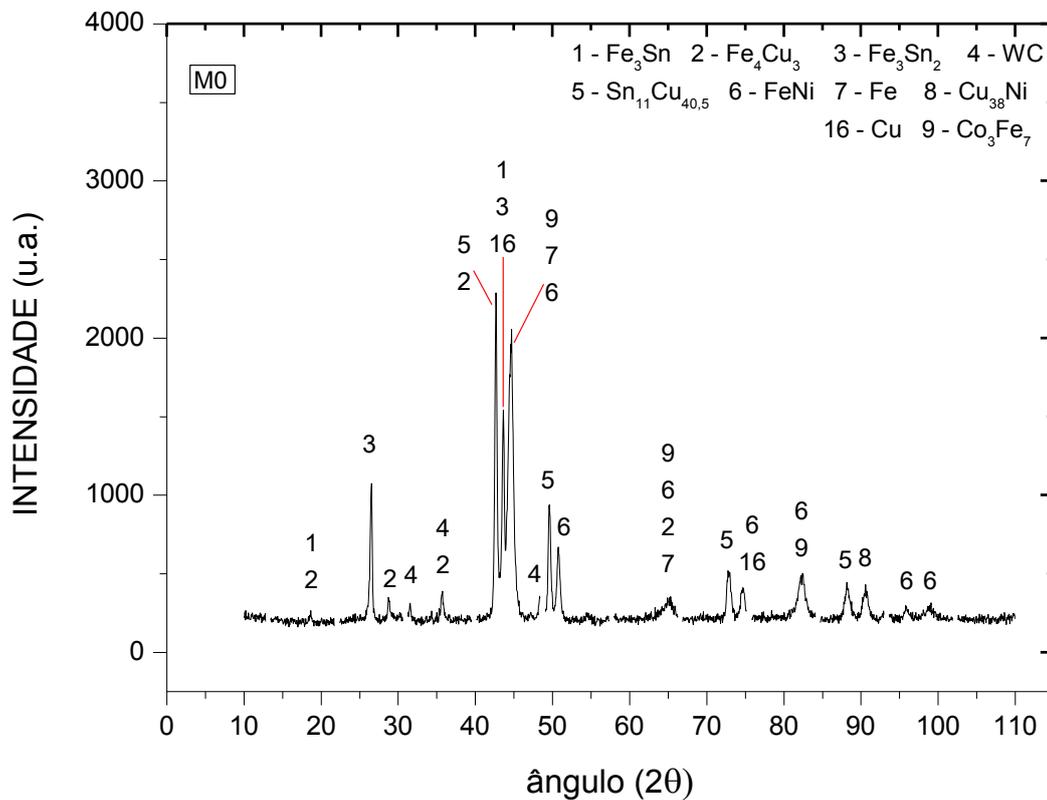


Figura 26 - Difratogramas das amostras M0 sem adição de cristais de diamantes.

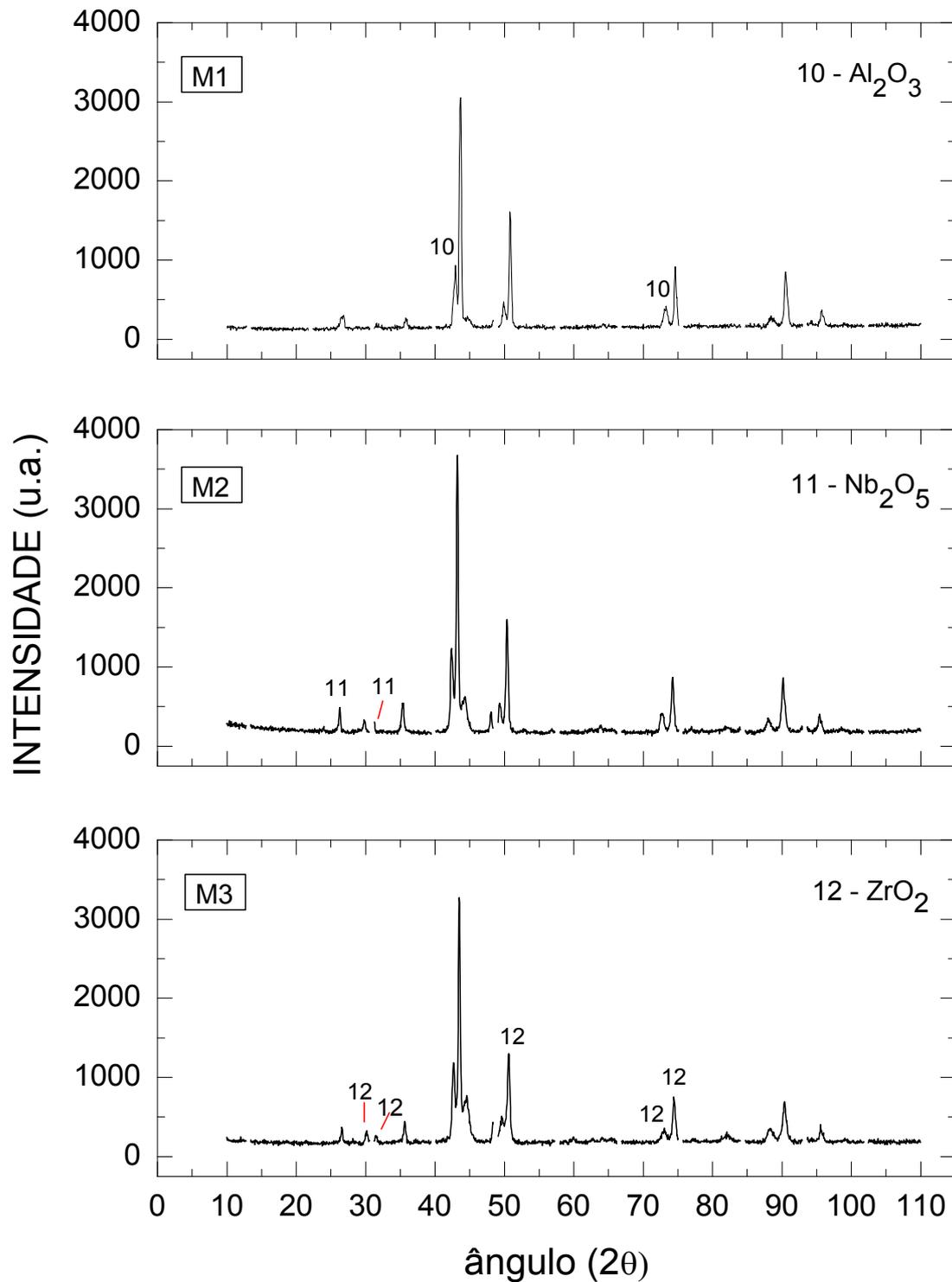


Figura 27 - Difrátogramas das amostras M1, M2 e M3 sem adição de cristais de diamantes.

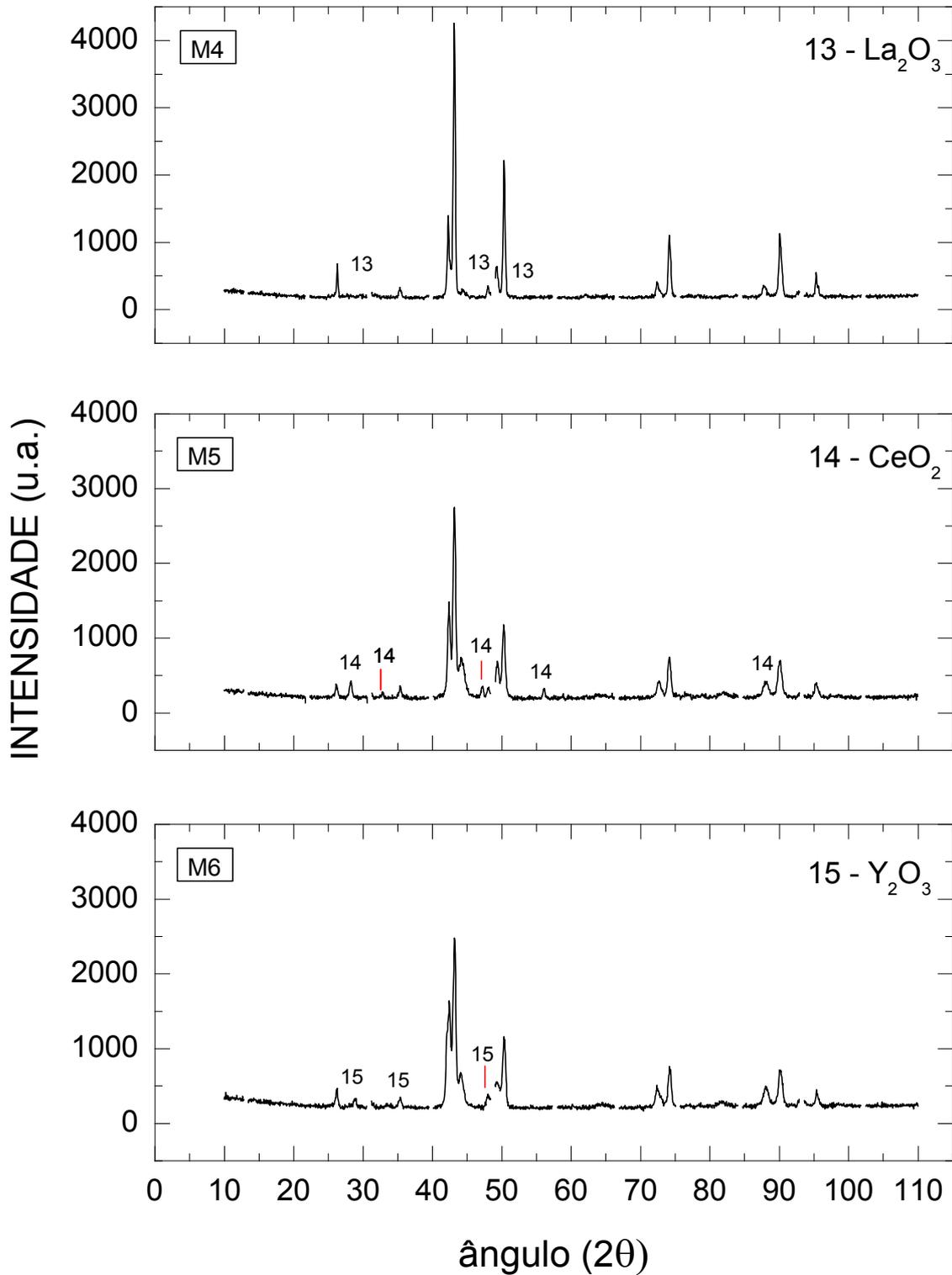


Figura 28 - Difractogramas das amostras M4, M5 e M6 sem adição de cristais de diamantes.

Observa-se que as amostras sem adição de diamante apresentam resultados semelhantes, possivelmente esta similaridade tenha acontecido, pelo fato das amostras possuírem a mesma composição base, conforme Tabela 7. Os difratogramas das amostras sem adição de diamante apresentaram a formação de Fe_3Sn , Fe_4Cu_3 , Fe_3Sn_2 , Cu , WC , $\text{Sn}_{11}\text{Cu}_{40,5}$, FeNi , Fe , Cu_{38}Ni .

Já as amostras com adição de óxido em substituição ao Co, apresentaram uma única diferença que ficou por conta dos picos dos óxidos. Foram mapeados os mesmos compostos para todas as amostras, evidenciando que a presença do óxido não possibilitou a formação de novas ligas metálicas.

As figuras 29, 30 e 31 apresentam os difratogramas das amostras com adição de diamantes.

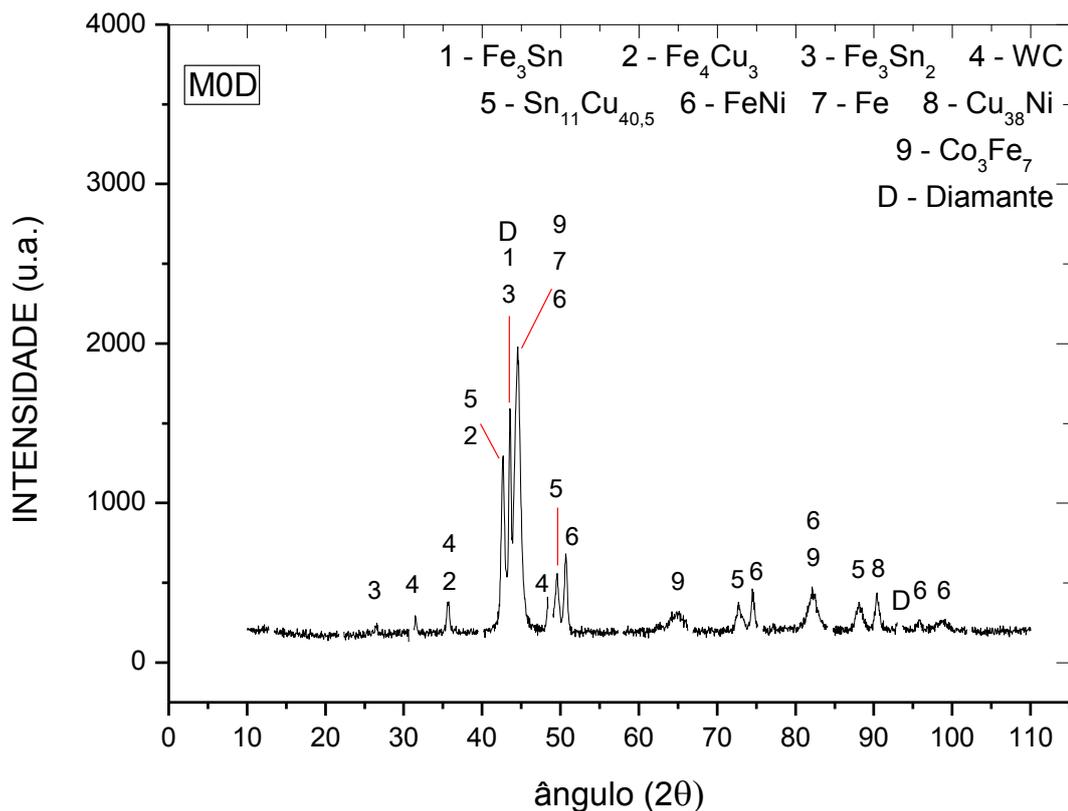


Figura 29 - Difratograma da amostra MOD com adição de cristais de diamantes.

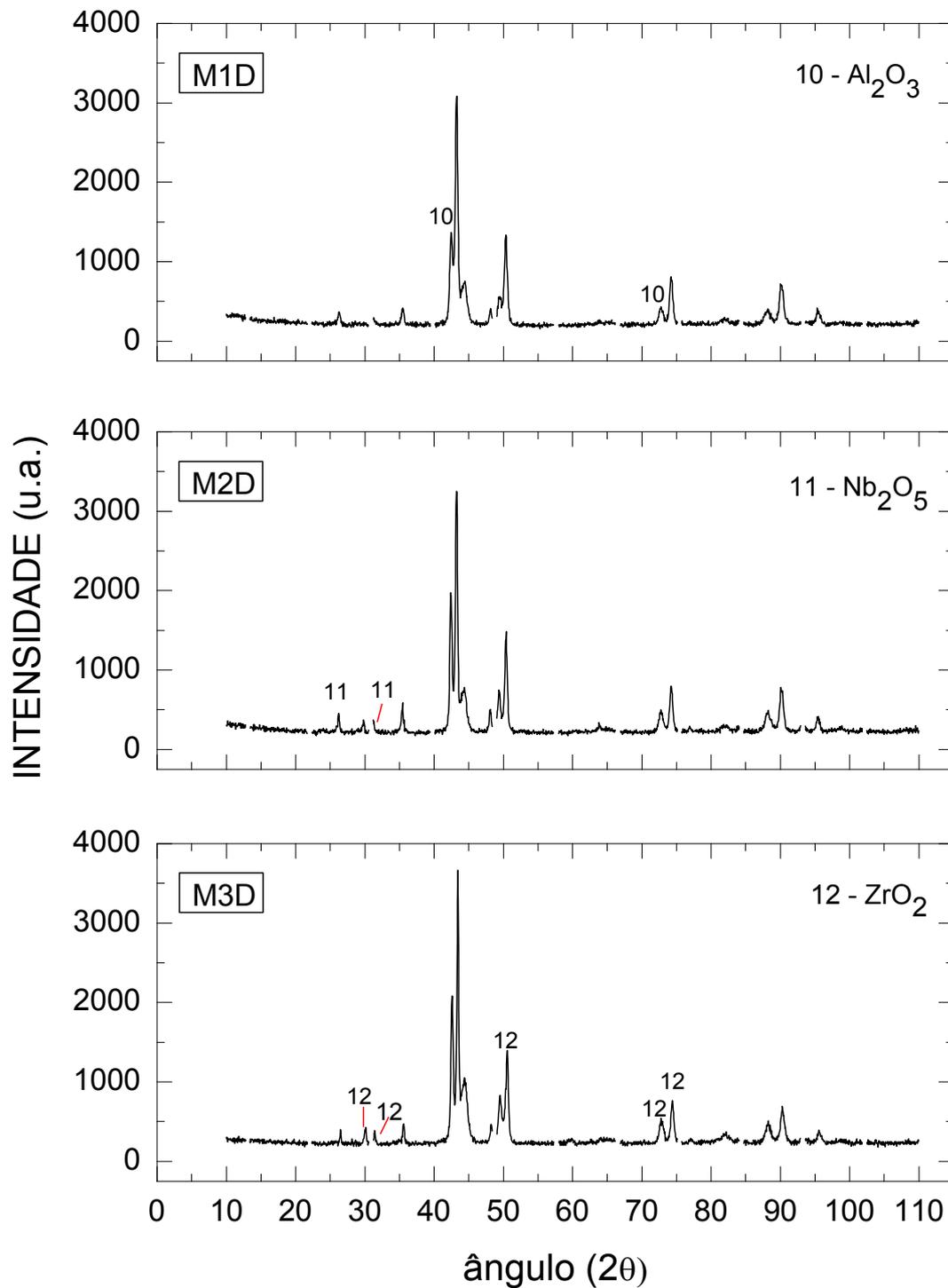


Figura 30 - Difratoograma da amostra M1D, M2D e M3D com adição de cristais de diamantes

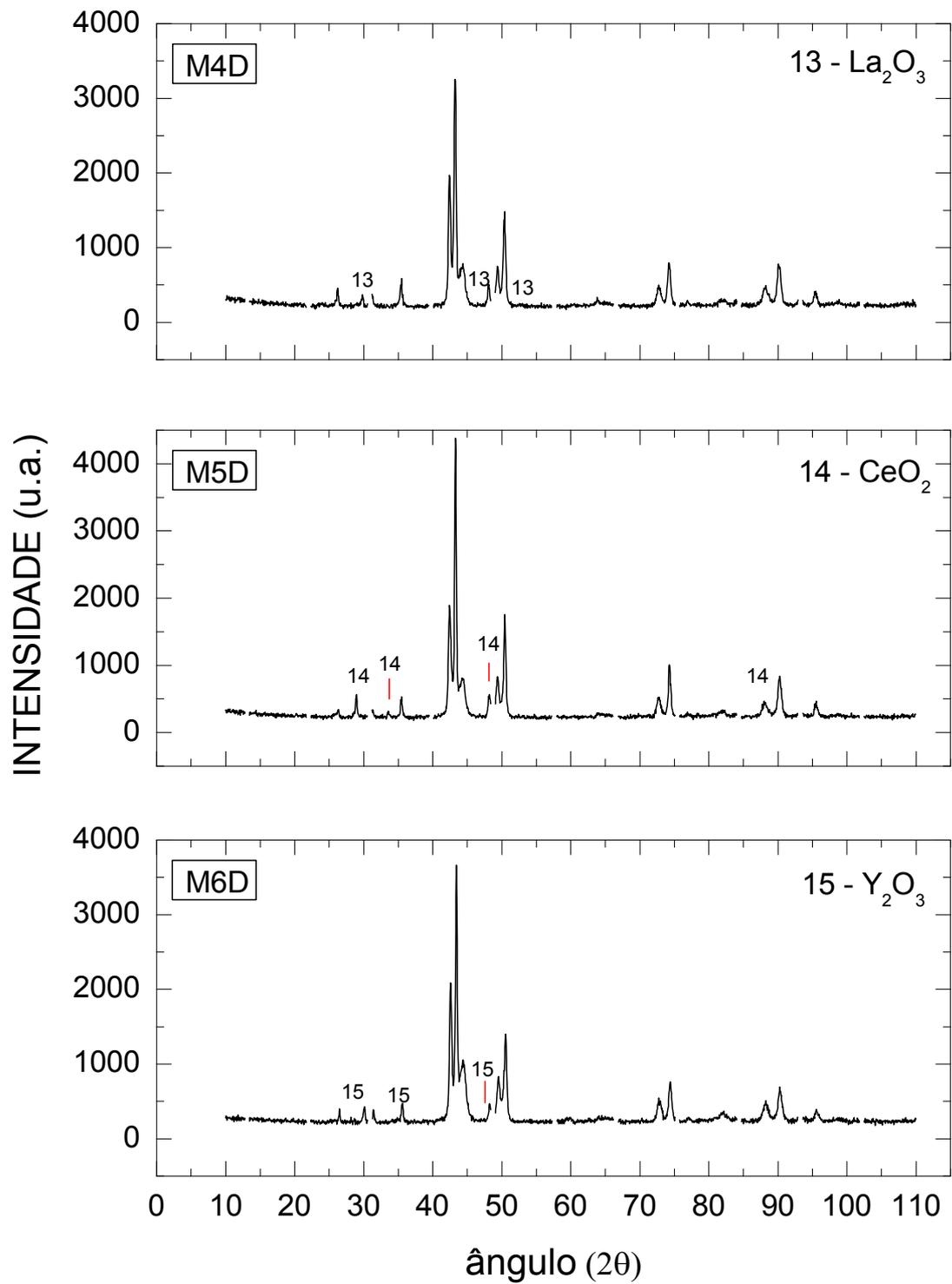


Figura 31 - Difratoograma da amostra M4D, M5D e M6D com adição de cristais de diamantes.

A partir dos difratogramas obtidos observa-se a presença predominante de compostos a base de Fe e Cu, sendo estes elementos em maior quantidade (%peso) de material na formulação do compósito.

Segundo Almeida (2012), a composição formada a base de Cu enriquecida de Sn revela que o Cu-Sn e Ni-Sn em baixa temperatura de fusão formam soluções sólidas durante o processo de sinterização dos elementos apresentados conforme pode ser observado nos diagramas de fases na Figura 32 (a e b).

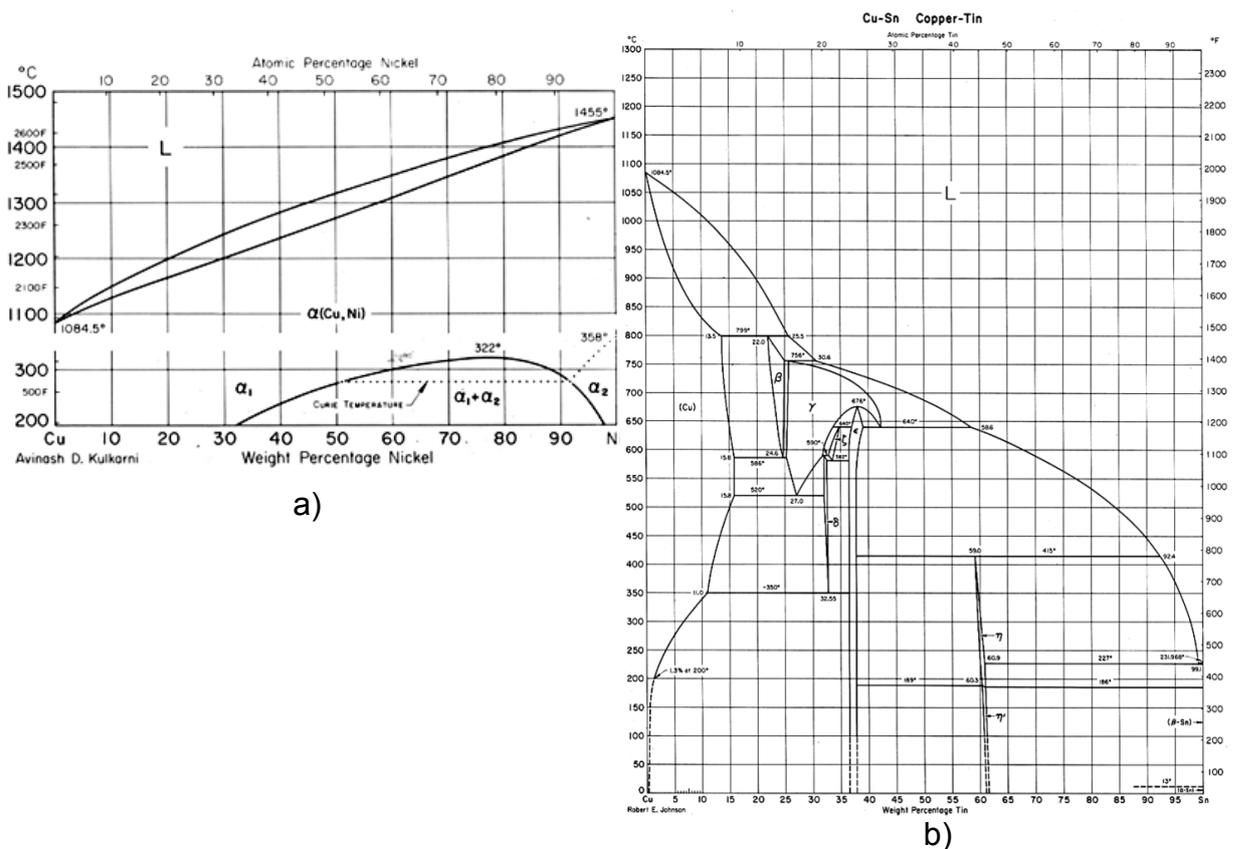


Figura 32 – Diagrama de Fases da liga (a) CuNi e (b) CuSn (Johnson, 2005)

A presença de solução sólida Fe_4Cu_3 é caracterizada pela baixa solubilidade do cobre em ferro, uma vez que não há formação de fase líquida, conforme observado no diagrama de fases (ASM Handbook, 1973), no qual na temperatura de sinterização de 800°C a solubilidade de cobre no ferro é aproximadamente da ordem de duas vezes e meia superior à do recíproco, conforme Figura 33.

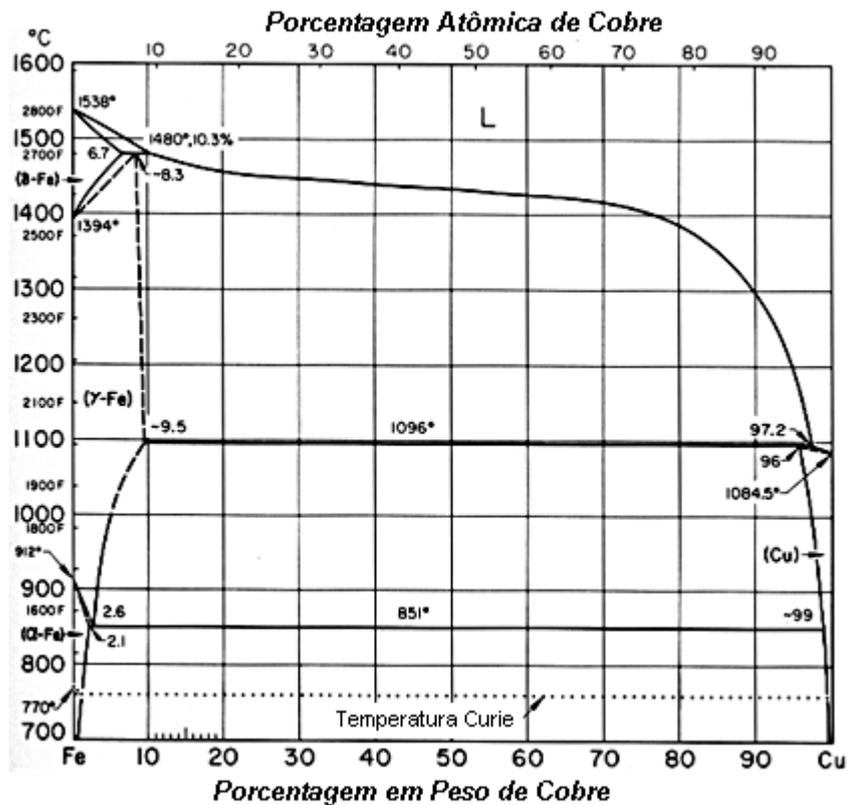


Figura 33 – Diagrama de Fases da liga CuFe (ASM Handbook, 1973)

Para Gorni (2001) a coexistência do cobre e ferro, é devido ao cobre apresentar diâmetro atômico muito próximo ao do ferro; portanto, esses elementos não formam compostos intermetálicos entre si. A solubilidade do cobre em ferro é de 2,4% a 840°C (Hornbogen, 1960); ou seja, na temperatura de sinterização da matriz do segmento (800°C) a solubilidade do cobre em ferro seria menor que 2,4%.

A comparação entre as amostras com e sem adição de diamante deixa evidente apenas a diferença no pico do diamante, por volta de 42° que está sobreposto à fase do Fe_4Cu_3 e $Sn_{11}Cu_{40,5}$. Ademais, não foram encontradas evidências sobre a ocorrência da reação entre os elementos de liga e os diamantes, ou seja, nenhuma reação da liga com o C do diamante. Isto demonstra que os diamantes não sofreram o processo de grafitação, o qual é extremamente prejudicial para a eficiência e vida útil das ferramentas (Wensheng et al, 2012).

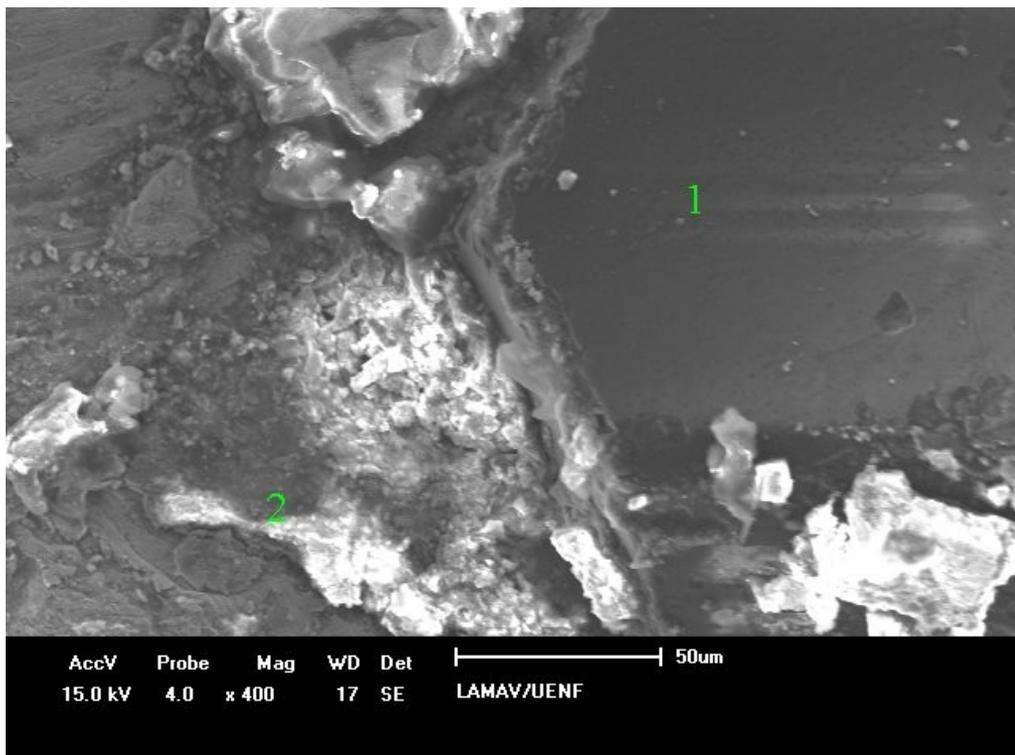
4.2.2 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS)

As superfícies das amostras foram analisadas no MEV com o intuito de se obter maiores informações sobre o processo de mistura e sinterização.

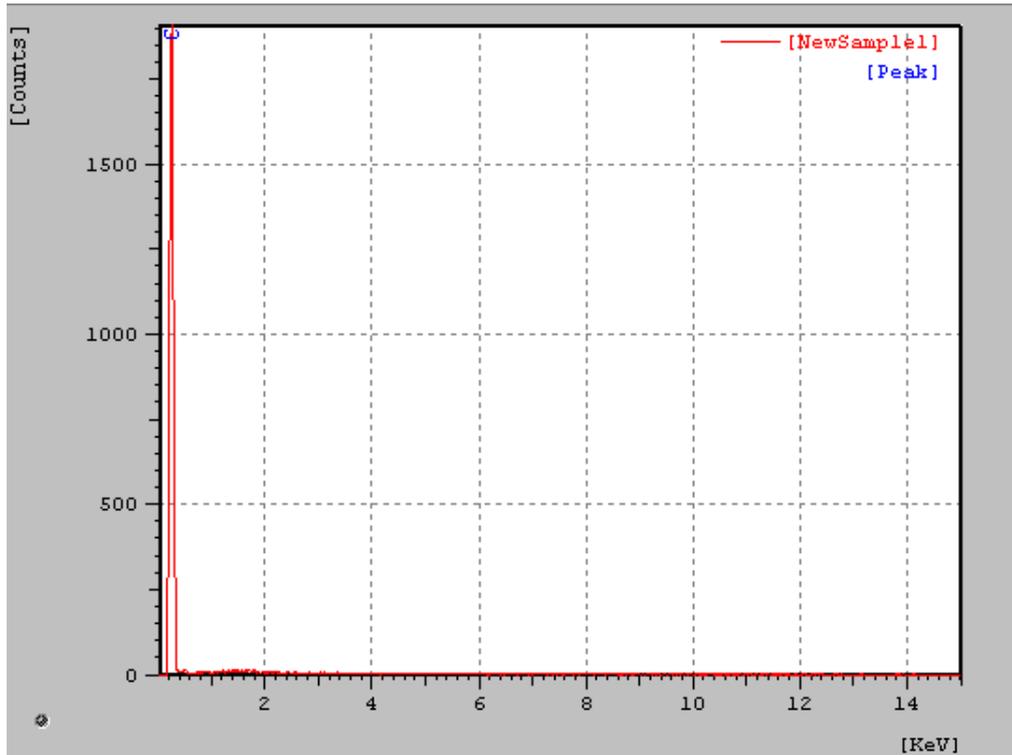
A partir da análise por EDS obtêm-se os picos característicos dos elementos presentes nos segmentos; esta análise foi realizada em uma região superficial da amostra que apresenta um cristal, ainda em perfeitas condições, após o ensaio de desgaste. Na região analisada por EDS obteve-se uma micrografia onde apresenta a imagem da microestrutura da liga obtida por MEV e a identificação das regiões onde foi realizada a análise pontual por EDS, o ponto 1 refere-se ao diamante e o ponto 2 a liga metálica.

4.2.2.1 - Matriz M0

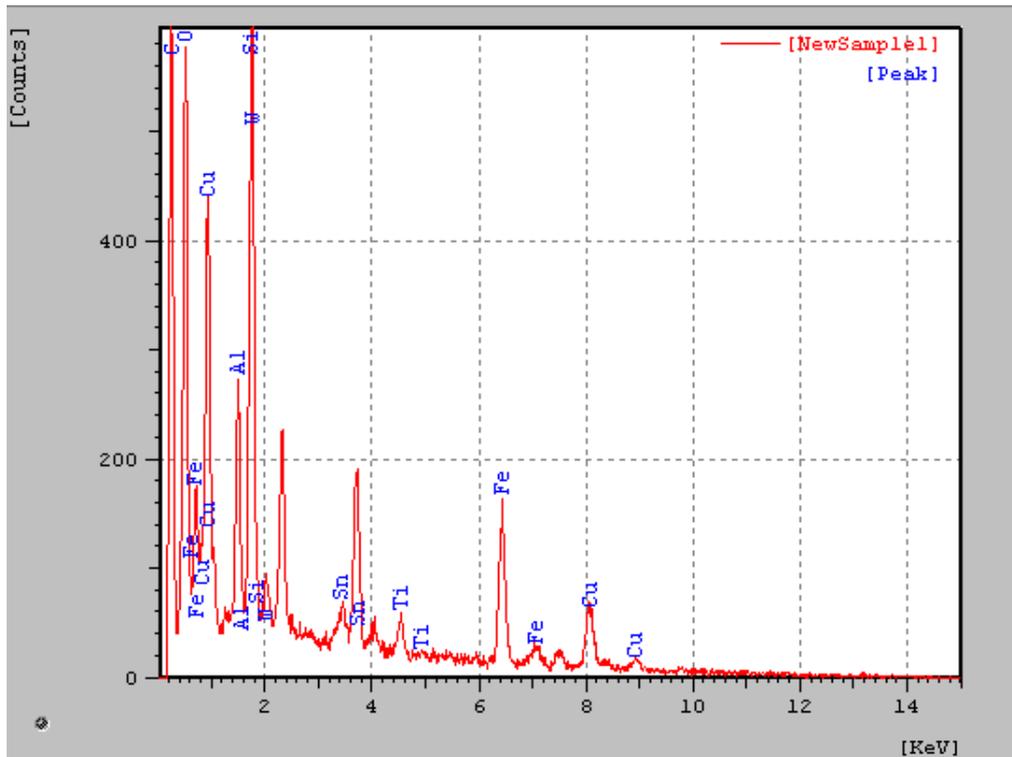
A microestrutura da liga obtida por MEV e a identificação das regiões onde foi realizada a análise pontual por EDS está apresentada na imagem da Figura 34 (a). Também estão apresentados os espectros de emissão característica de raios X ponto 1 (b) e ponto 2 (c), as quais comprovam a presença dos elementos Fe, Cu, Sn, W, C, O, Al, Ti.



(a)



(b)



(c)

Figura 34 - Microestrutura da amostra MOD com a identificação das regiões de análise (a) e os pontos de espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c) Ponto 2

A identificação de Ti, Al e O deve-se a resíduos deixados sobre a amostra que antes já havia sido usada para outras análises e o oxigênio, provavelmente, está presente devido à interferências do ambiente com possíveis formações de óxidos. Já o carbono provém do diamante e do WC. Os outros elementos metálicos (Fe, Cu, Sn, Ni e Co) já eram esperados de serem rastreados (Figura 34 (b) e (c)).

4.2.2.2 - Matriz M1

A figura 35 apresenta um cristal, ainda em perfeitas condições, após o ensaio de desgaste.

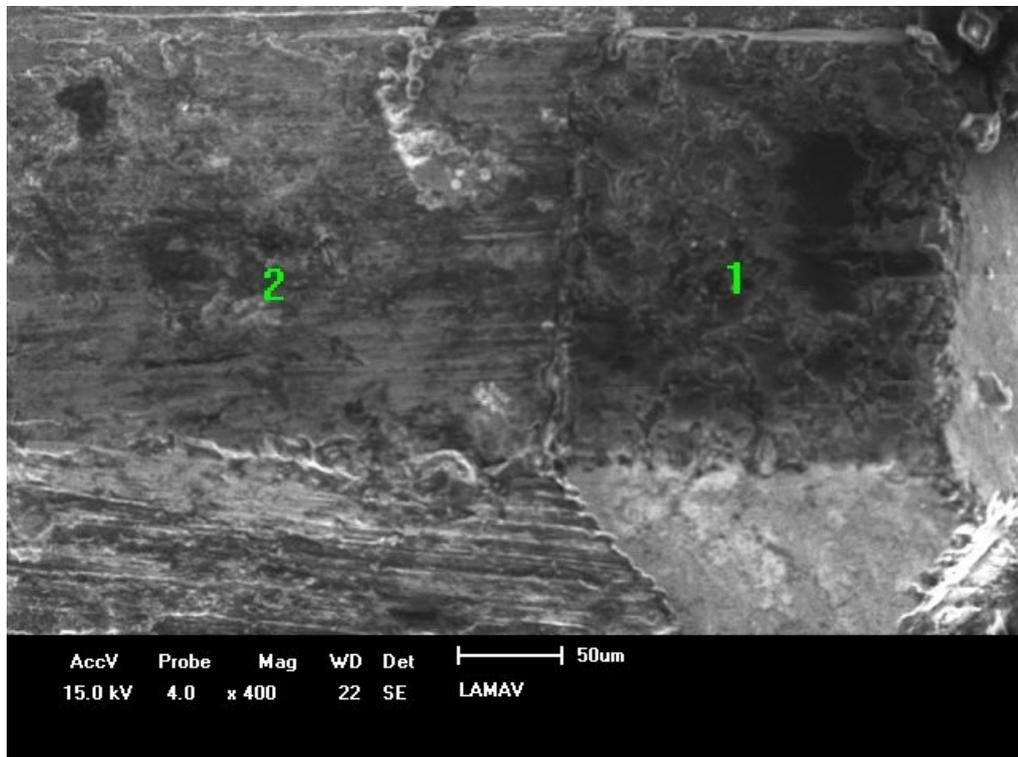
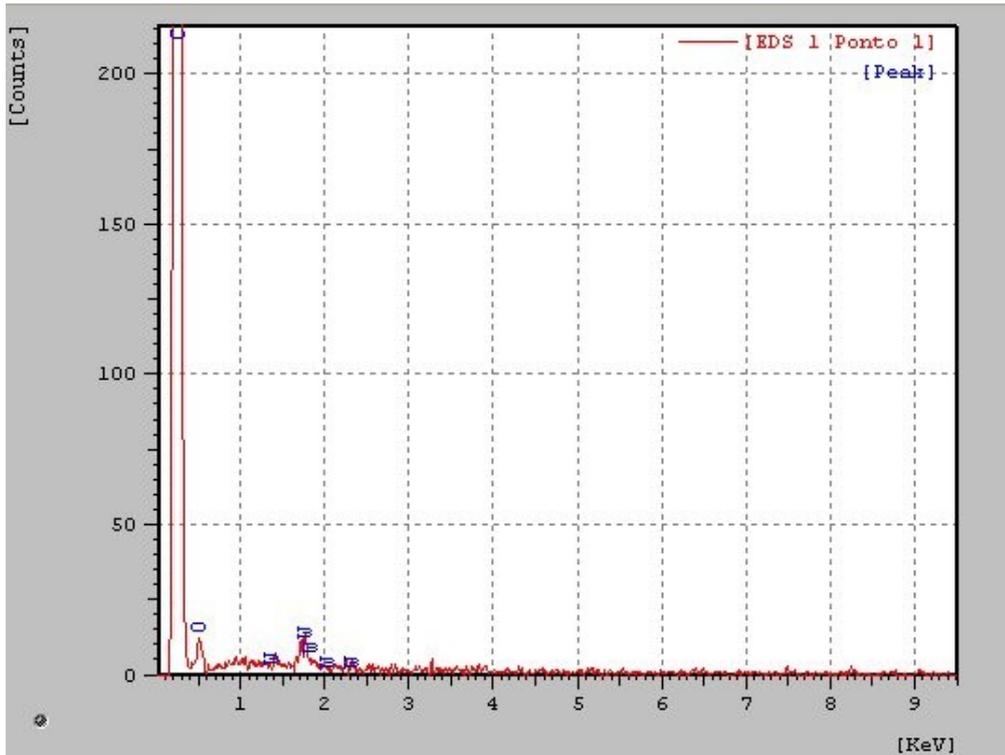
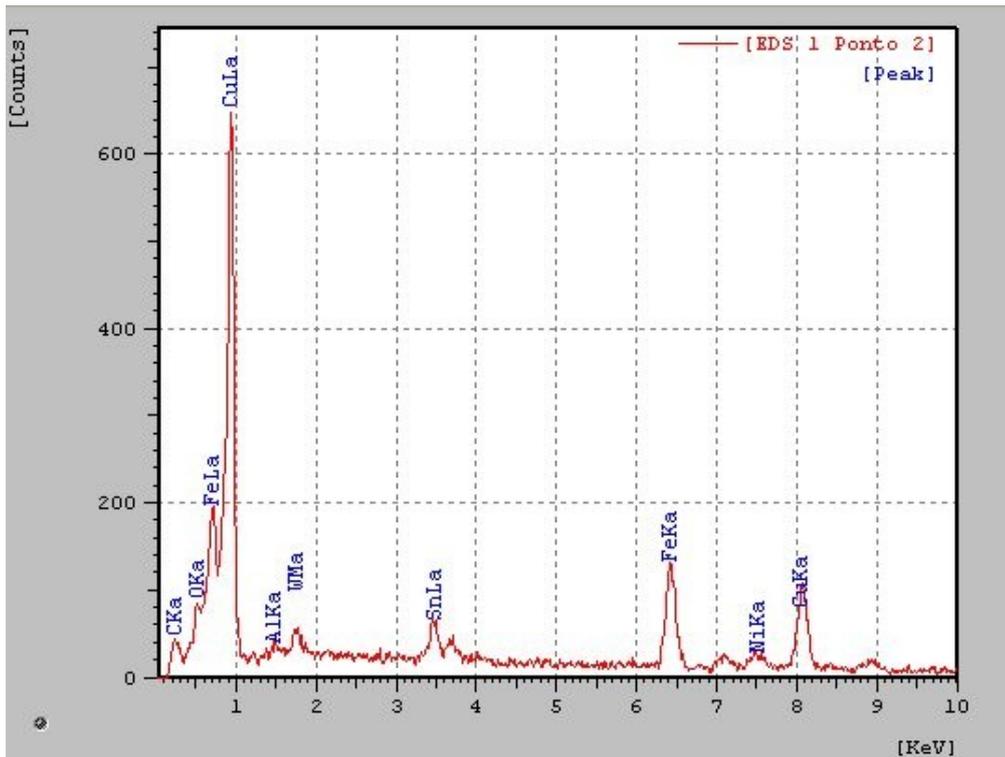


Figura 35 - Micrografia de um cristal de diamante sobre a matriz M1D selecionado para análise por EDS.

Foi realizado um mapeamento por EDS sobre os pontos 1 e 2 da Figura 35, onde foram identificados todos os elementos constituintes da composição utilizada em M1. Os espectros de emissão característica de raios X estão apresentados na Figura 36 (a) e (b).



(a)



(b)

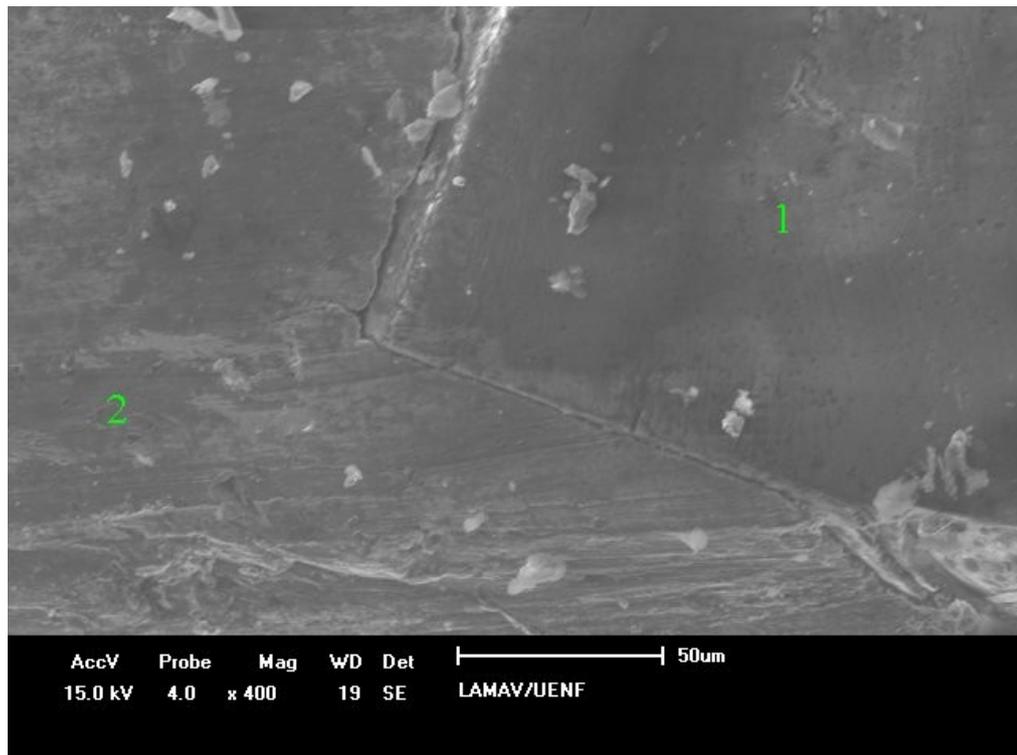
Figura 36 - Mapeamento por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b) matriz M1D

Foram identificados todos os elementos constituintes da composição utilizada na formulação. A identificação de oxigênio (O) presente deve-se possivelmente pela

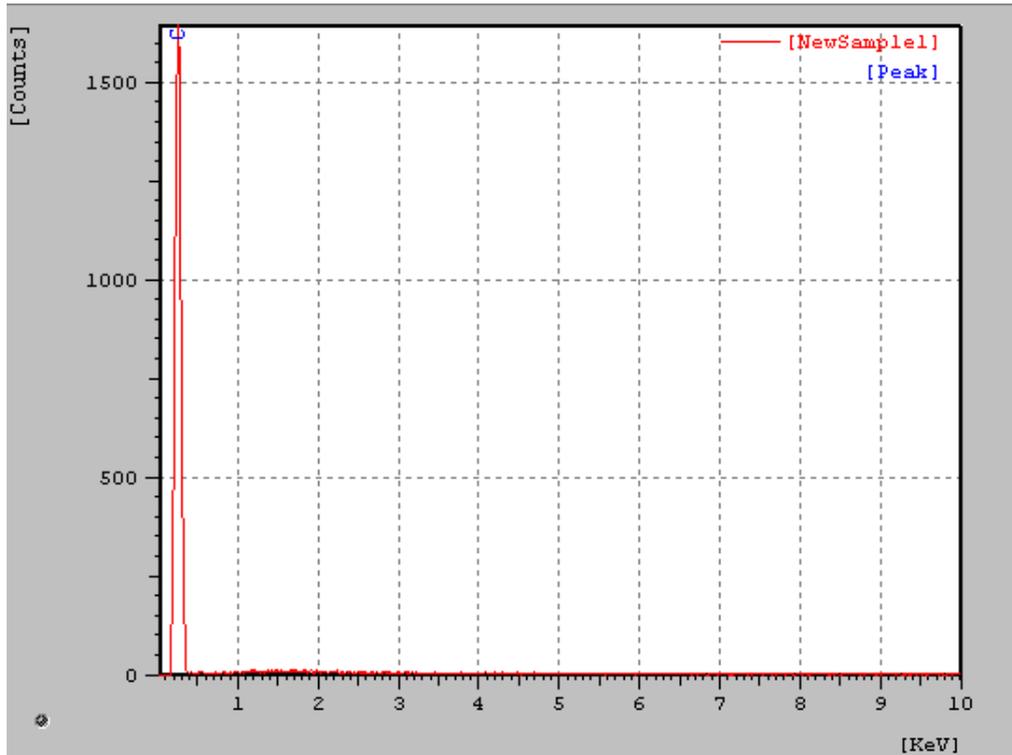
presença do óxido. Já o carbono provém do diamante e/ou do WC. Os outros elementos metálicos já eram esperados de serem rastreados devido à formulação (Fe, Cu, Ni, Sn, WC, Al e O) (Figura 36 (b)).

4.2.2.3 - Matriz M2

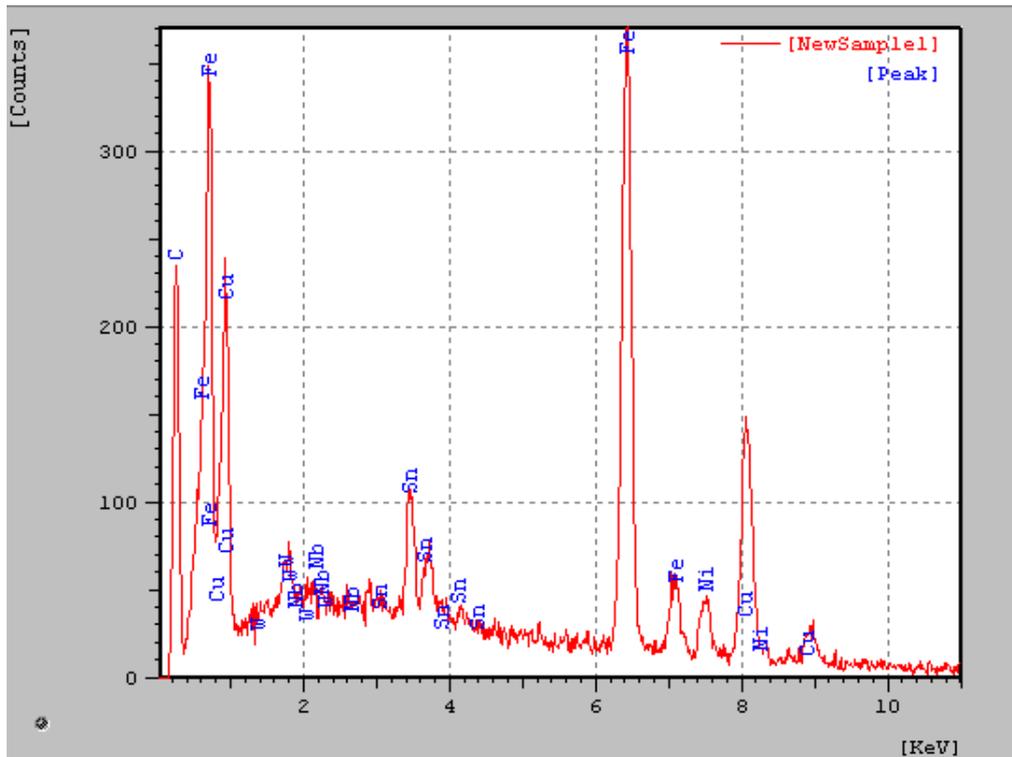
A micrografia da Figura 37 apresenta um cristal da amostra M2 aderido a matriz metálica onde foi realizada a análise de EDS.



(a)



(b)



(c)

Figura 37 - Microestrutura da amostra M2D com a identificação das regiões de análise (a) e os pontos de espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c) Ponto 2

Como observado nas amostras anteriores todos os elementos constituintes da formulação M2 foram identificados. Não foram identificados elementos diferentes da composição que provem de resíduos de análises anteriormente realizadas.

4.2.2.4 - Matriz M3

A Figura 38 apresenta um cristal de diamante aderido a matriz M3 tomado como referência para a análises de EDS.

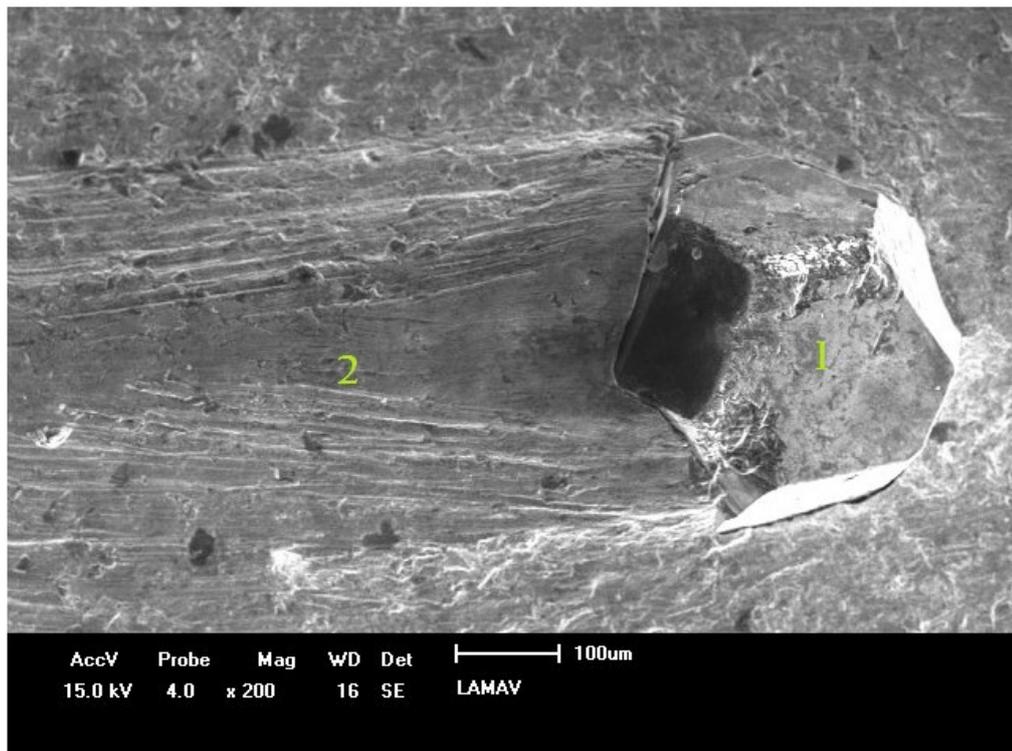
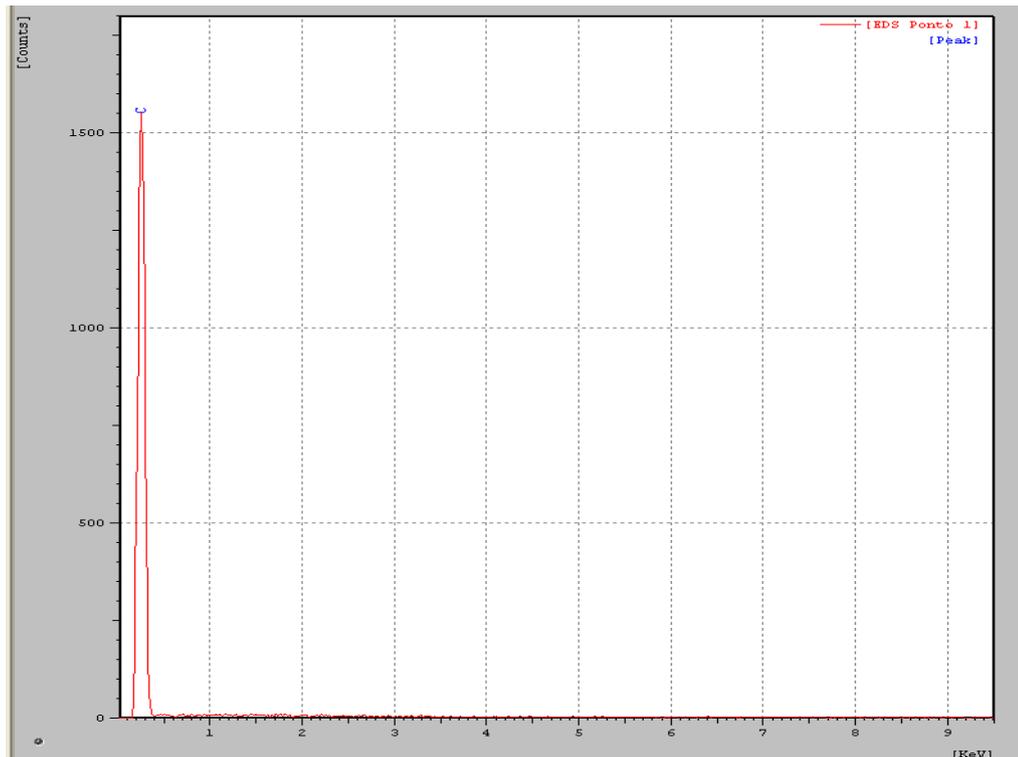
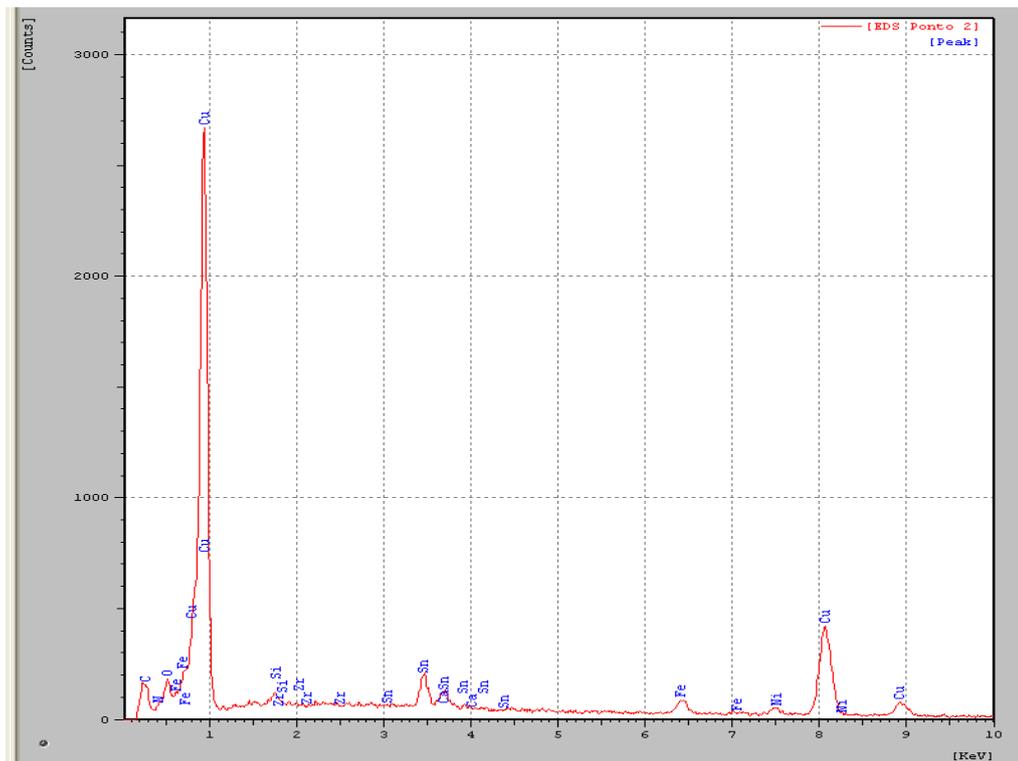


Figura 38 - Microestrutura da matriz M3D com a identificação das regiões de análise de EDS.

A micrografia da região superficial típica selecionada da amostra M3 está apresentada na Figura 38 e a análise em área por emissão característica de raios X dos elementos para a mesma área da amostra pode ser visualizado através da figura 39 (a) e (b).



(a)



(b)

Figura 39 - Mapeamento por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b) da matriz M3D

As análises por EDS apresentadas nas figuras 39 (a) e (b) revelam picos de elementos contaminantes, alguns identificados, e outros não identificados, como o

cálcio e nitrogênio, presente na região superficial da amostra; o Silício, que também está presente na superfície da amostra deve-se a resíduos da rocha cortada, já o oxigênio é devido às interferências do ambiente e ao óxido presente na formulação.

O mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos para a área selecionada (Figura 39 (b)) apresentou os elementos presentes na formulação (Fe-Cu-Ni-Sn-WC-ZrO₂).

4.2.2.5 - Matriz M4

A micrografia da região superficial típica selecionada da amostra M4 está apresentada na figura 40 e a análise em área por emissão característica de raios X dos elementos para a mesma área da amostra pode ser visualizado através da figura 41 (a) e (b).

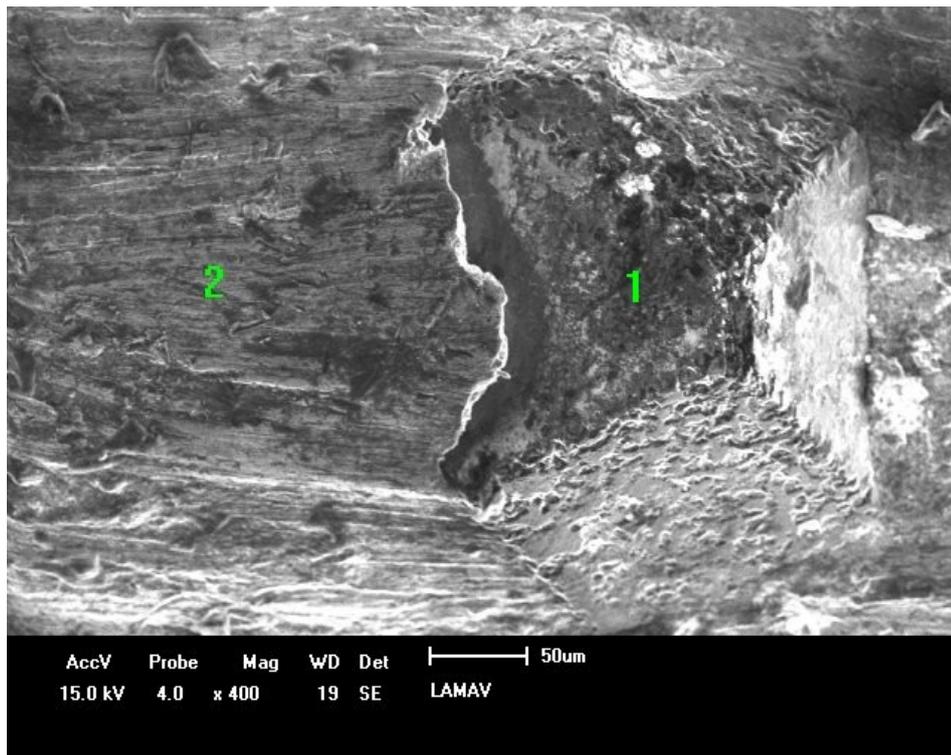
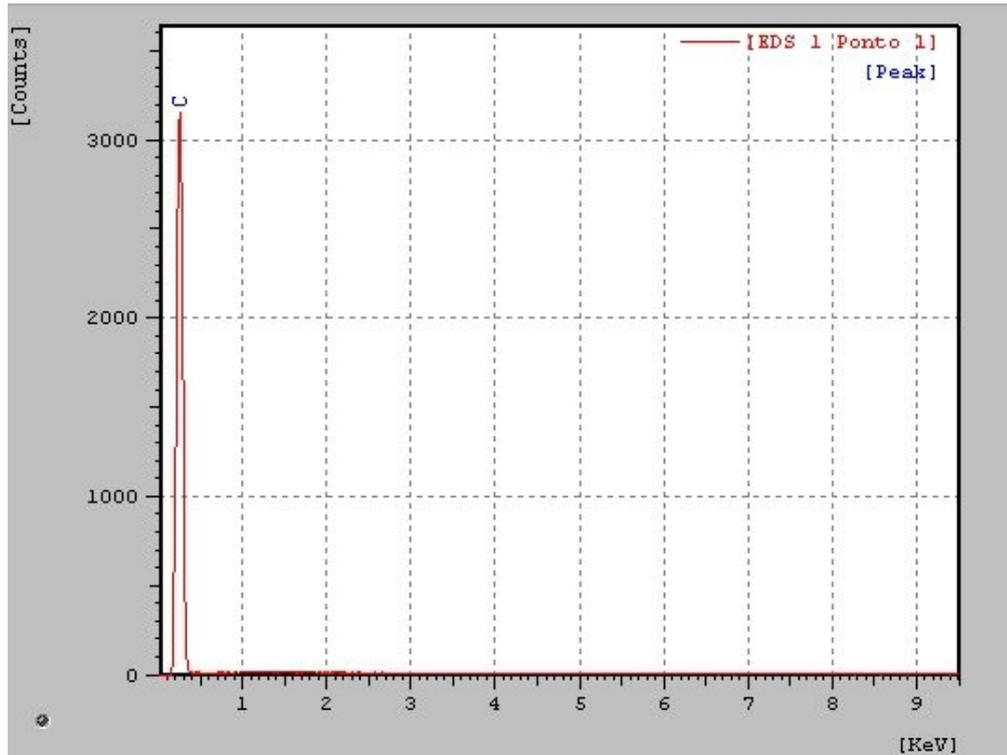
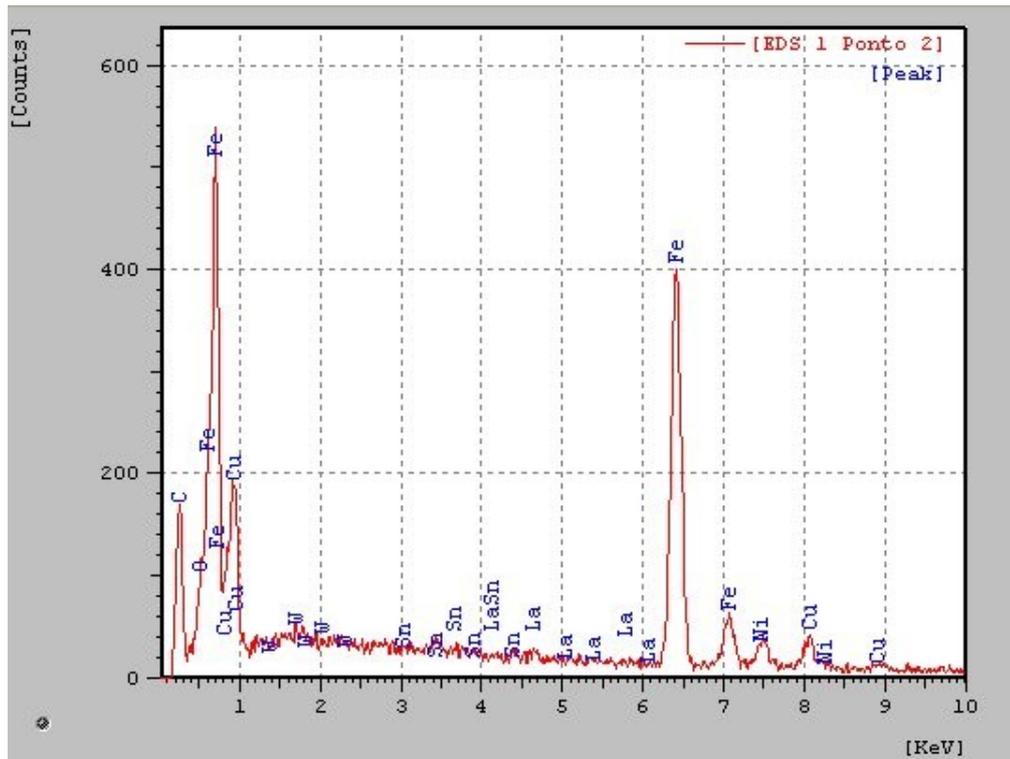


Figura 40 - Micrografia de um cristal de diamante sobre a matriz M4D selecionado para análise por EDS.



(a)



(b)

Figura 41 - Mapeamento da matriz M4D por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b)

Na amostra M4 identificaram-se todos os elementos utilizados na formulação (Fe, Cu, Ni, Sn, WC, La e O). Como mencionado anteriormente à identificação de

oxigênio (O) presente é devido à presença do óxido. Já o carbono provém do diamante e do WC. Os outros elementos metálicos já eram esperados de serem rastreados devido à formulação.

4.2.2.6 - Matriz M5

A micrografia da região superficial típica selecionada da amostra M5 está apresentada na figura 42 e a análise em área por emissão característica de raios X dos elementos para a mesma área da amostra pode ser visualizado através da figura 43 (a) e (b).

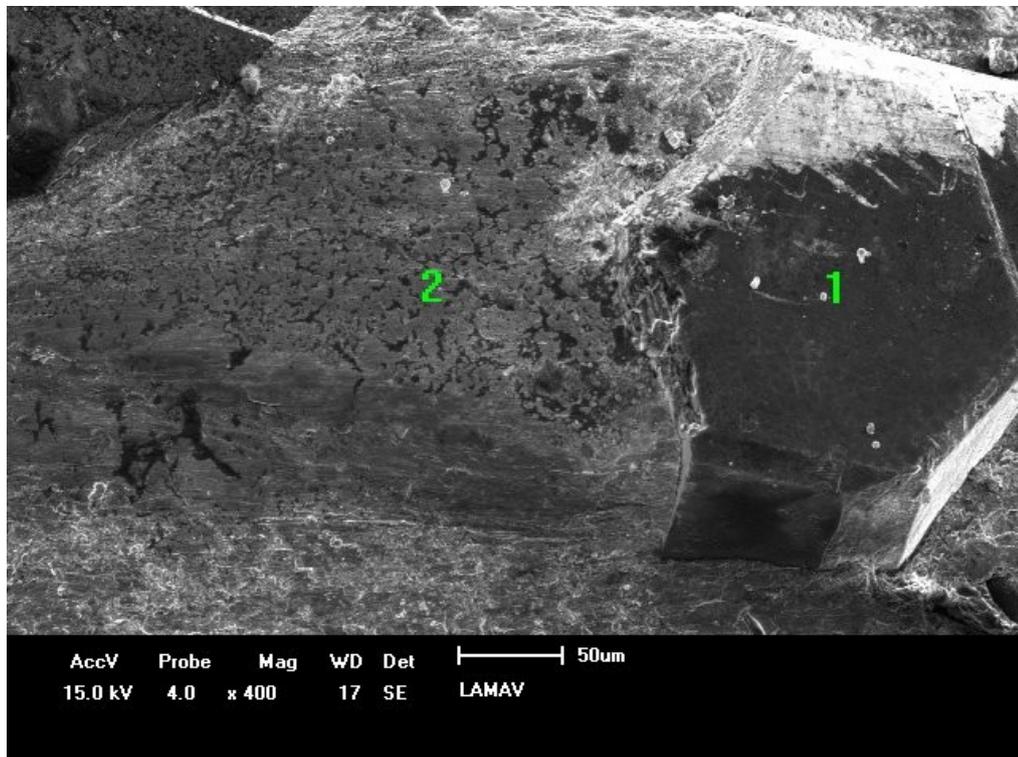
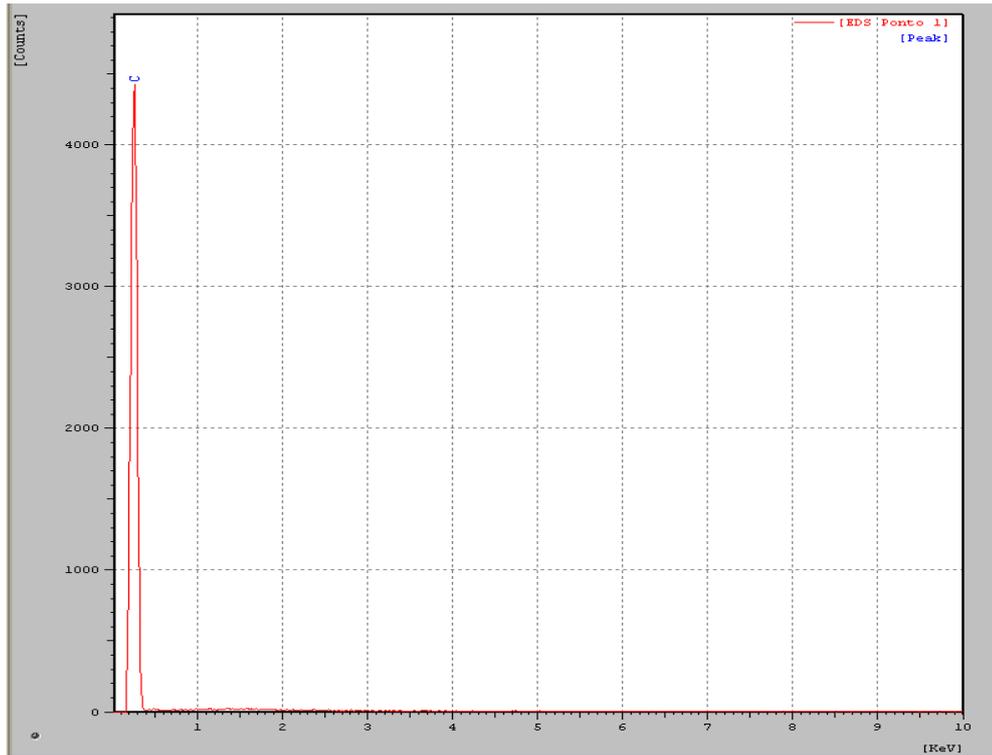
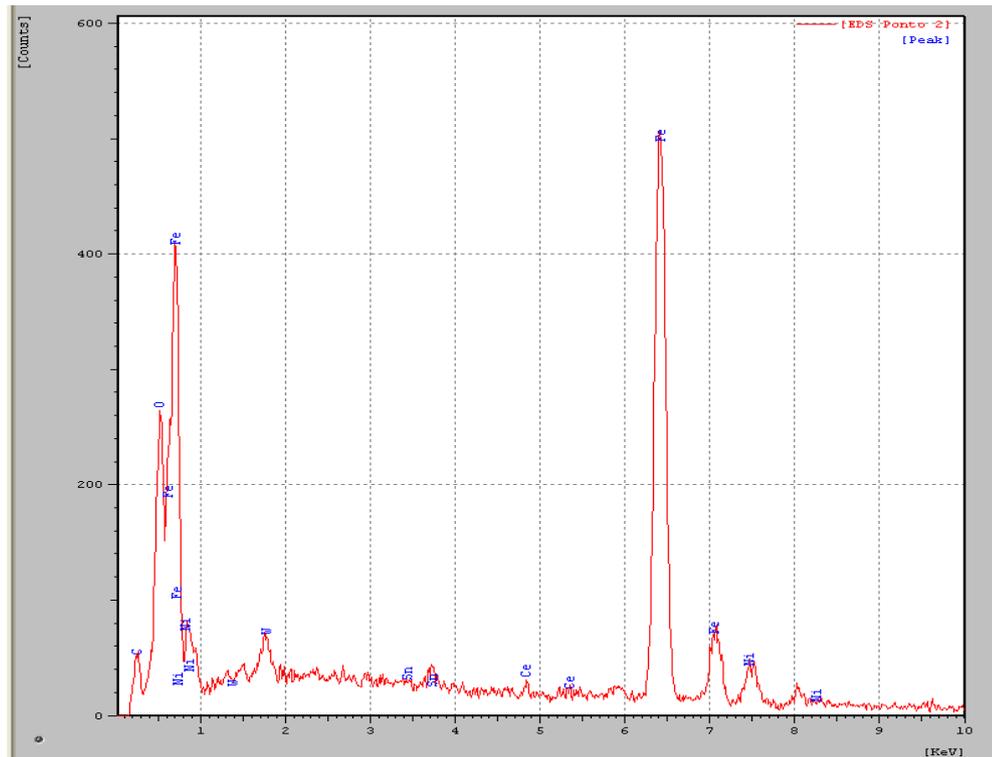


Figura 42 - Micrografia de um cristal de diamante sobre a matriz M5D selecionado para análise por EDS.



(a)



(b)

Figura 43 - Mapeamento da matriz M5D por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b)

Na amostra M5D também identificaram todos os elementos utilizados na formulação (Fe, Cu, Ni, Sn, WC, Ce e O). Como nas outras amostras à identificação

de oxigênio (O) presente é devido à presença do óxido. Já o carbono provém do diamante e do WC.

4.2.2.7 - Matriz M6

A micrografia da região superficial típica selecionada da amostra M6D está apresentada na Figura 44 e a análise em área por emissão característica de raios X dos elementos para a mesma área da amostra pode ser visualizado através da Figura 45 (a) e (b).

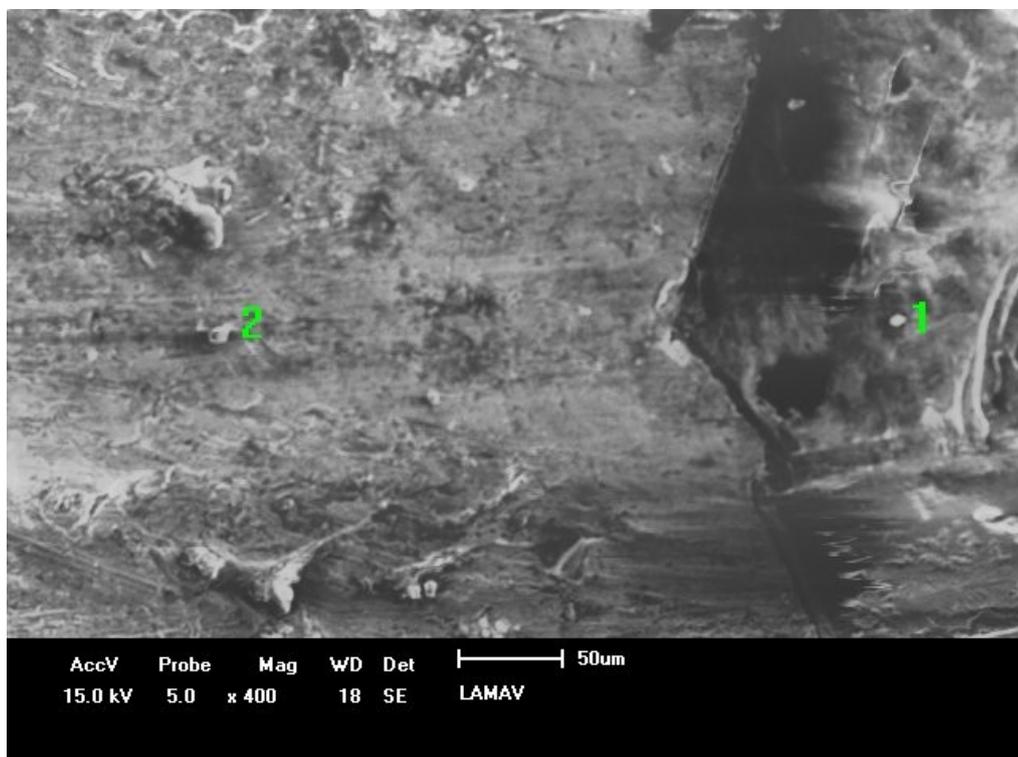
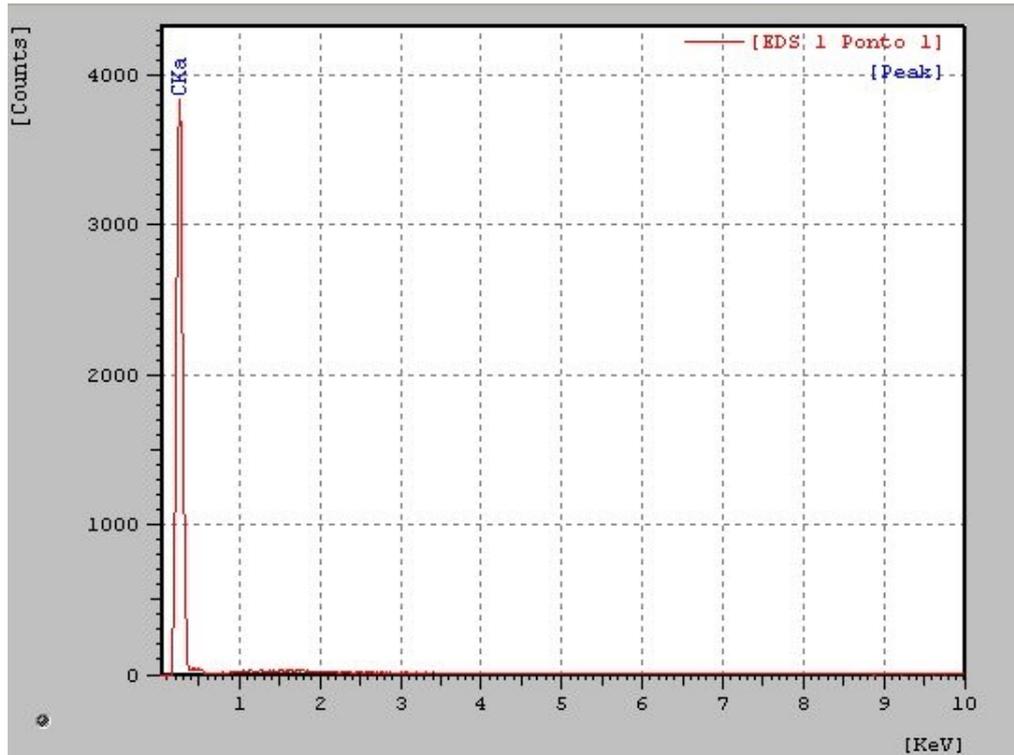
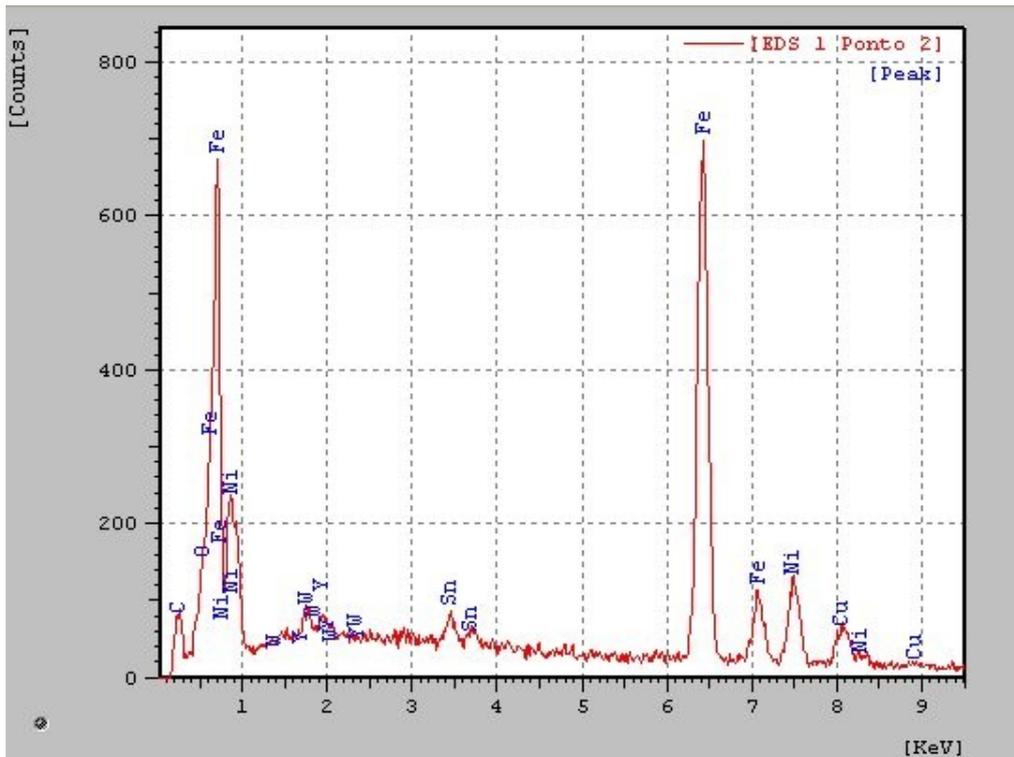


Figura 44 - Micrografia de um cristal de diamante sobre a matriz M6D selecionado para análise por EDS.



(a)



(b)

Figura 45 - Mapeamento da matriz M6D por EDS ponto 1 (a) e ponto 2 (b)

Como observado nas outras amostras, o EDS apresentou todos os elementos químicos utilizados na formulação desta amostra. A presença de oxigênio é

possivelmente devido ao óxido e o carbono ao diamante e/ou o carbeto de tungstênio.

Em todas as amostras observou-se que o EDS apresentou o espectro dos elementos presentes na formulação e os resíduos encontrados são possivelmente devido ao contato da amostra com a pedra no ensaio de desgaste e também o contato da mesma com suporte e outros materiais em outras análises.

O desempenho de uma serra diamantada depende principalmente das propriedades dos segmentos de diamante ligados à serra, em que os diamantes estão incorporados numa matriz de metal. O principal papel do metal da matriz é manter os diamantes por tanto tempo quanto possível. No entanto, uma boa retenção de diamantes depende, principalmente, se os diamantes podem ser quimicamente ligados à matriz de metal (Xu, et. al., 2007).

Além da ligação entre diamante e matriz, a qualidade de sinterização da matriz também pode influenciar em sua capacidade de ligação ao diamante.

Investigações anteriores com difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) sobre compósitos de diamante de metal revelam três características na camada interfacial entre diamante e metal durante o processo de sinterização (Tillmann, et. al., 2013):

1. Formação de carboneto:

- Pela reação química uma forte ligação entre o carbono e o metal é realizada. Espera-se que, ao aumentar a força de ligação também as qualidades das ferramentas aumentam.

2. Degradação do diamante e formação de grafite:

- A degradação de diamantes que ocorre em associação com a formação de grafite na superfície diamantes deverá diminuir a qualidade da ferramenta de duas formas. Primeiro, o próprio diamante fica danificado e, segundo a ligação entre diamante e matriz de metal é enervado pela camada de grafite sobre a superfície de diamantes.

3. Comportamento inerte:

- Não há reações químicas ou ocorrem processos de difusão. A superfície do diamante praticamente não é afetada e nenhum produto de reação, tais como

grafite é formada durante o processo de sinterização. Os diamantes são apenas mecanicamente ligados dentro da matriz de metal.

4.2.3 - Densidade e porosidade

A Tabela 11 apresenta os resultados de densidade e porosidade das matrizes puras e com diamante, após a sinterização a 800°C para um tempo de 3 minutos.

Tabela 11-Densidade e porosidade das matrizes com e sem adição de diamante

		ρT (g/cm ³)	ρa (g/cm ³)	ρR (%)	Porosidade (%)
SEM DIAMANTE					
	M0 - Co	8,40	7,97	95	0,98
Óxidos de Metais de Transição	M1 - Al ₂ O ₃	8,11	7,20	89	1,68
	M2 - Nb ₂ O ₅	8,18	7,72	94	0,83
	M3 - ZrO ₂	8,28	7,68	93	1,28
Óxidos de Terras Raras	M4 - La ₂ O ₃	8,29	7,76	94	1,95
	M5 - CeO ₂	8,33	7,84	94	1,44
	M6 - Y ₂ O ₃	8,22	7,66	93	1,48
COM DIAMANTE					
	M0D - Co	8,35	7,39	88	2,29
Óxidos de Metais de Transição	M1D - Al ₂ O ₃	8,06	6,98	87	1,85
	M2D - Nb ₂ O ₅	8,14	7,45	91	0,93
	M3D - ZrO ₂	8,23	7,39	90	2,34
Óxidos de Terras Raras	M4D - La ₂ O ₃	8,24	7,41	90	2,45
	M5D - CeO ₂	8,28	7,54	91	1,59
	M6D - Y ₂ O ₃	8,18	7,34	90	2,79

Os dados apresentados na Tabela 9 permitem fazer as seguintes observações:

_Analisando as formulações de maneira individual, percebe-se que não há diferença considerável de densificação para as diferentes adições de óxidos. Para os sistemas sem diamante, nota-se que a matriz M1, foi a que apresentou o menor valor de densificação e conseqüentemente o maior valor de porosidade; dentre as matrizes com óxidos de terras raras a M4 e M5 apresentaram o mesmo valor de densificação, mas diferentemente a M5 apresentou menor valor de porosidade dentre os óxidos de terras raras.

_Para as formulações com diamante, pode ser notada também certa tendência dos valores de densificação, tendo novamente a matriz M1D apresentada menor valor de densificação, contudo não apresentou maior valor de porosidade, sendo a matriz M3D dentre os óxidos dos metais de transição com maior porosidade.

_Já nas formulações diamantadas com óxidos de terras raras a matriz M4D e M6 apresentaram o menor valor de densificação, mas a matriz M6D foi quem obteve o maior valor de porosidade.

_Comparando ambos os sistemas observa-se que a densificação está no mesmo patamar, com discrepâncias desprezíveis nos diferentes óxidos, ambos apresentam uma densificação entre os diferentes óxidos com uma diferença de aproximadamente 3,5%.

_Ambas as formulações com óxidos de transição como as com óxidos de terras raras, quando misturadas com diamantes, apresentaram aumento na porcentagem de porosidade quando comparadas às mesmas sem a adição dos cristais. Com os dados obtidos não foi possível uma explicação plausível para este efeito. Estudos mais aprofundados são necessários.

_A variação de porosidade entre as formulações com os óxidos, tanto com quanto os sem diamantes, foi mais pronunciada do que a variação de densificação.

_De forma geral observou-se que para todas as amostras, maiores densificações resultaram em menores porosidades.

_As variações de porosidade entre as amostras apresentou-se mais pronunciável do que as de densificações, a qual se comportou quase de forma constante entre os segmentos. Também não foi observada uma relação proporcional entre as variações de densificação e as de porosidade.

_Comparando os segmentos diamantados em ambas as formulações, observa-se que os com óxidos de transição exibiram maior valor de densificação e menor de porosidade. Assim pode-se dizer que a composição diamantada dos óxidos de transição respondeu de forma mais eficiente à sinterização do que as formulações com óxidos de terras raras.

_O ensaio de Arquimedes mostrou, teoricamente, que os segmentos diamantados de óxidos de transição responderiam melhor aos processos de

corde do que os de óxidos de terras raras, uma vez que quanto menor a presença de porosidade do material, maior será sua resistência.

Como reportado por Almeida 2012, Del Villar e colaboradores (2001) e Oliveira (2010), o principal fenômeno de transporte de massa para a densificação são basicamente limitados pela fase rica em Cu. Este processo de densificação tem duas importantes contribuições. Primeiro, durante a etapa de compactação, onde, devido ao baixo campo de tensões das partículas de Cu e o efeito da concentração de tensão produzido pela presença da segunda fase dura de Fe, o Cu pode alcançar importante deformação plástica e conseqüentemente uma densidade a verde relativamente alta. Segundo, durante a alta temperatura de consolidação, o fluxo plástico para estas partículas de Cu altamente tensionadas é visto como um importante papel para a ativação de mecanismos de transporte de material baseados em difusão.

Ainda de acordo com a literatura (Oliveira, *et. al.*, 2010) a Cobalite HDR apresenta uma densificação de 98% para temperaturas de sinterização entre 750 e 850°C. As ligas alternativas ao cobalto, chamadas DIABASE (Fe-Cu-Co-Sn) sinterizada em um intervalo de temperatura entre 780 e 900°C possui uma densidade de aproximadamente 98,5%. A liga NEXT 100 sinterizada a 720°C possui uma densidade de 97% (Oliveira, *et. al.*, 2010).

Vale ressaltar que esses valores foram obtidos em amostras cilíndricas e pré-compactadas, diante disto, as ligas obtidas neste trabalho, sinterizadas a 800°C, obtiveram valor de densificação satisfatório, podendo ser viável na fabricação de compósitos diamantados.

4.3 - Ensaio Mecânicos

4.3.1 - Ensaio de Flexão

Durante o trabalho de corte, as ferramentas diamantadas precisam apresentar uma boa tenacidade. Deformações elásticas são aceitáveis, contudo deformações plásticas podem acarretar na inutilização das ferramentas levando a perda precoce de cristais de diamantes da matriz (pull out). Portanto, espera-se que os resultados produzidos pelos ensaios de flexão apresentem baixa ou praticamente nenhuma deformação plástica (Sideris, 2013).

O ensaio de flexão foi realizado nas matrizes sinterizadas com e sem diamante. Como resultado se obteve a curva de tensão x deformação e a carga máxima de ruptura. Os valores de tensão máxima estão apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 - Resultado da tensão de ruptura dos segmentos com e sem diamantes

		Tensão de Ruptura (N)		
		Amostra	Sem Diamante	Com Diamante
		M0 - Co	2568, 377	1854, 726
		M1 - Al₂O₃	1967, 206	1706, 460
Óxidos de M.T.		M2 - Nb₂O₅	2335, 801	1996, 676
		M3 - ZrO₂	2282, 336	1714, 796
		M4 - La₂O₃	2387, 282	2026, 201
Óxidos de T.R.		M5 - CeO₂	2201, 125	1941, 735
		M6 - Y₂O₃	2310, 164	1860, 012

Ao analisar a Tabela 12 observa-se que as formulações de maneira individual, não apresentam diferença considerável de tensão a ruptura para as diferentes adições de óxidos. Para os sistemas sem diamante, nota-se que a matriz M1, foi a que apresentou o menor valor de tensão de ruptura; dentre as matrizes com óxidos de terras raras a M4 apresentou a maior resistência.

Nas formulações com óxidos de transição como as com óxidos de terras raras quando misturadas com diamantes, apresentaram diminuição na resistência quando comparadas às mesmas sem a adição dos cristais. Possivelmente os cristais de diamantes, quando adicionados à matriz dos segmentos, tornaram os compósitos mais frágeis.

Para as formulações com diamante, pode ser notada também certa tendência dos valores de tensão de ruptura, tendo novamente a matriz M1 apresentado menor resistência, e M4 a maior.

Comparando os segmentos diamantados em ambas as formulações, observa-se que os com óxidos de terras raras apresentaram maior valor de tensão de ruptura.

Almeida (2012) realizou o ensaio de flexão em uma amostra comercial, onde obteve uma tensão de ruptura de 1777 N, ao comparar os resultados das

formulações com óxidos com a amostra comercial observa-se que apenas as amostras M1 e M3 obtiveram valor inferior a mesma.

A Figura 46 mostra os gráficos do ensaio de flexão para as amostras M0 (a) M0D (b).

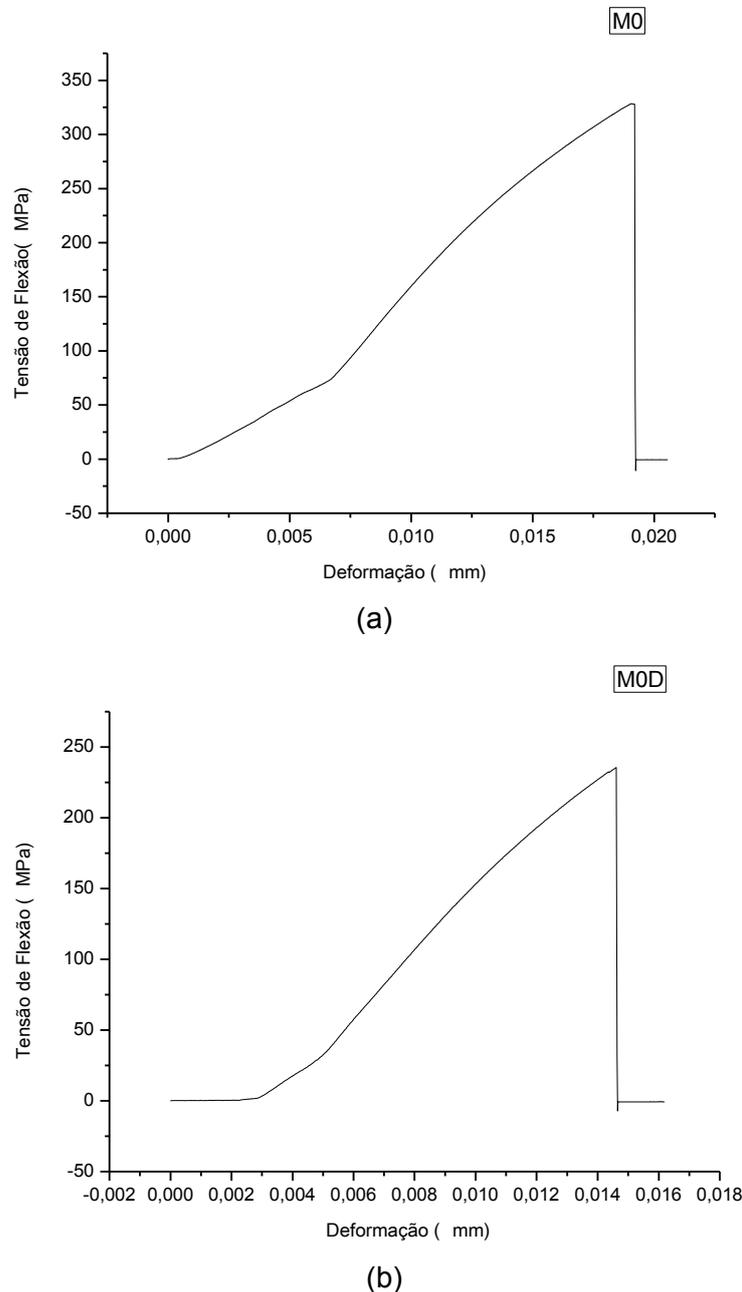
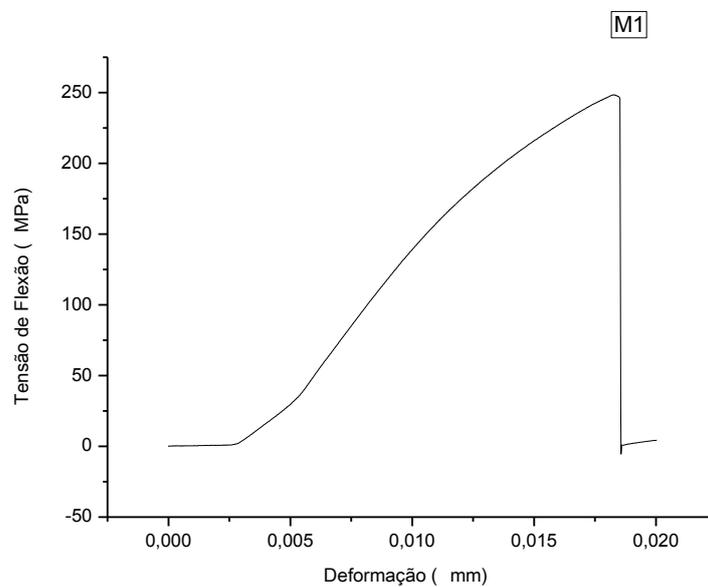


Figura 46 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M0 (a) / M0D (b).

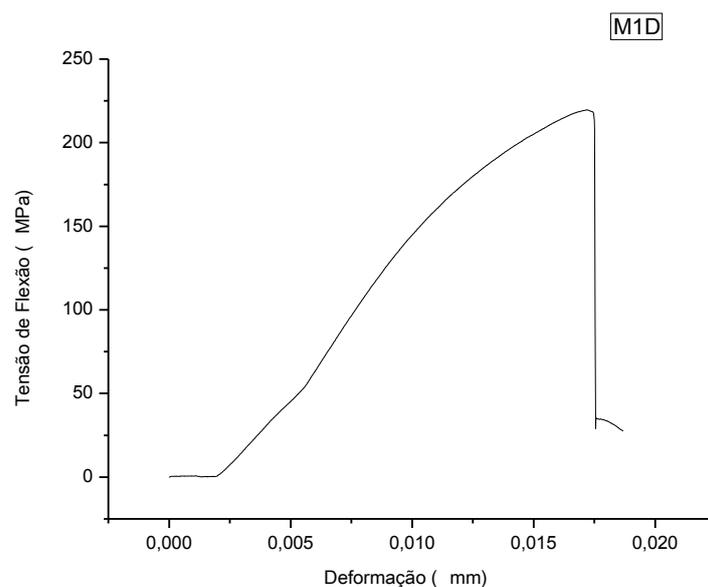
A comparação entre os dois gráficos da Figura 46 ((a) e (b)) mostra que para um mesmo tipo de amostra, a presença de cristais de diamantes resultou em uma pequena diminuição de resistência do material, observa-se uma queda de força de 197 MPa para partir o segmento quando comparado com o compósito sem

diamantes. Nota-se também que a amostra M0 com presença de diamantes Figura (b), fraturou com deformação menor quando comparada com a da Figura (a). Assim, pode-se se concluir que a presença de cristais de diamantes tornou o compósito mais frágil.

São apresentados nas Figuras 47 a 52 os resultados para o ensaio de flexão das amostras com os óxidos de transição e terras raras sem e com a presença de cristais de diamantes, respectivamente, a fim de se fazer uma análise geral do ensaio de flexão.

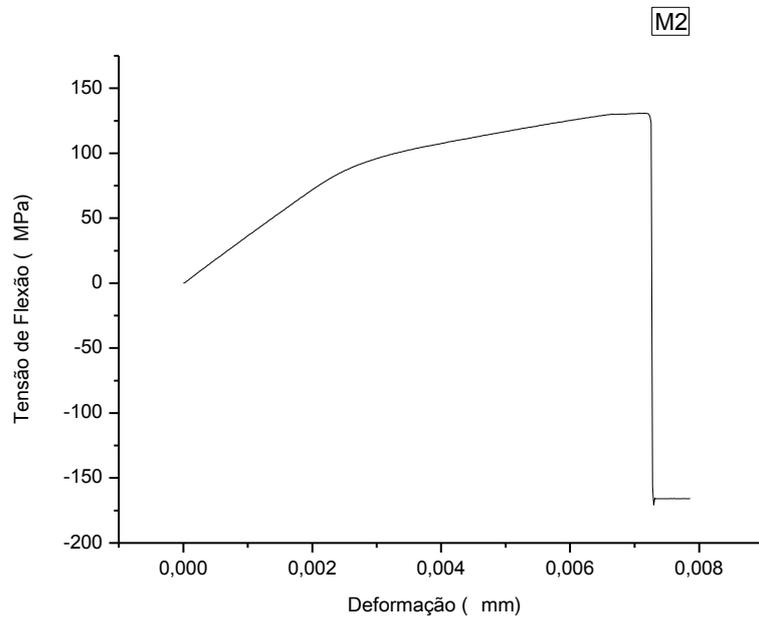


(a)

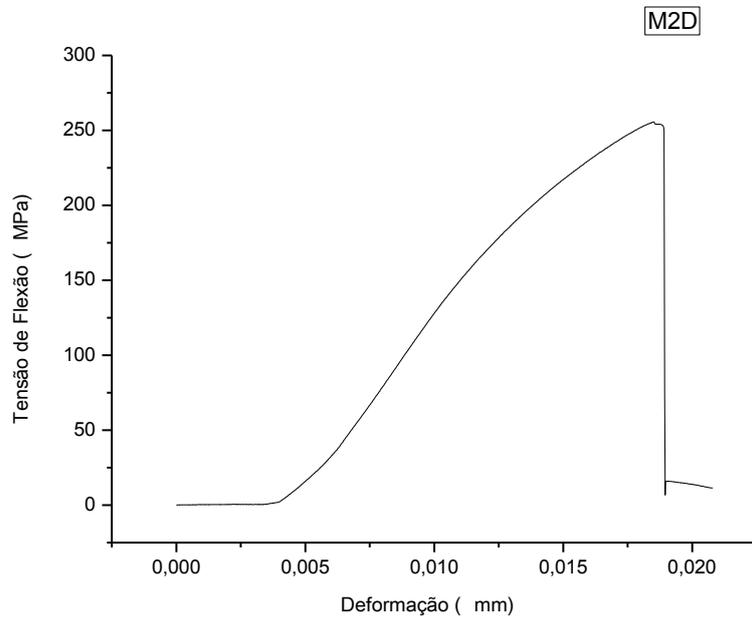


(b)

Figura 47 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M1 (a) / M1D (b)

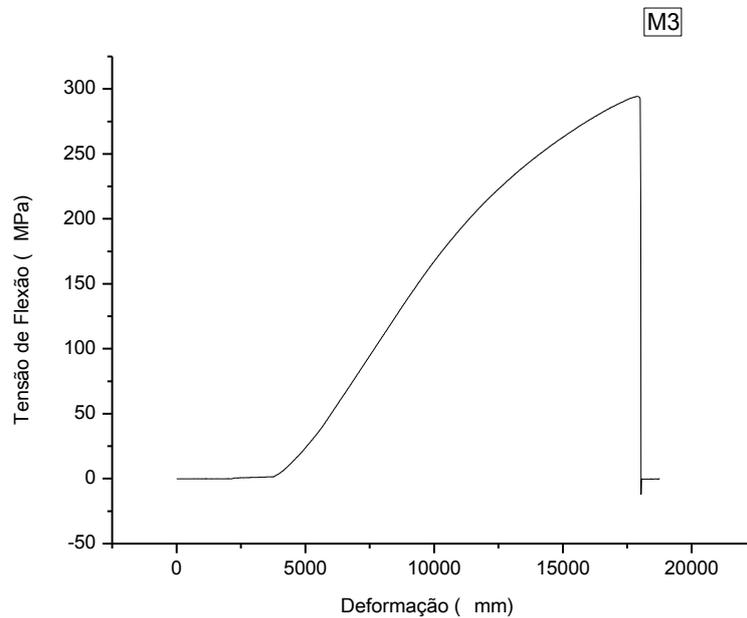


(a)

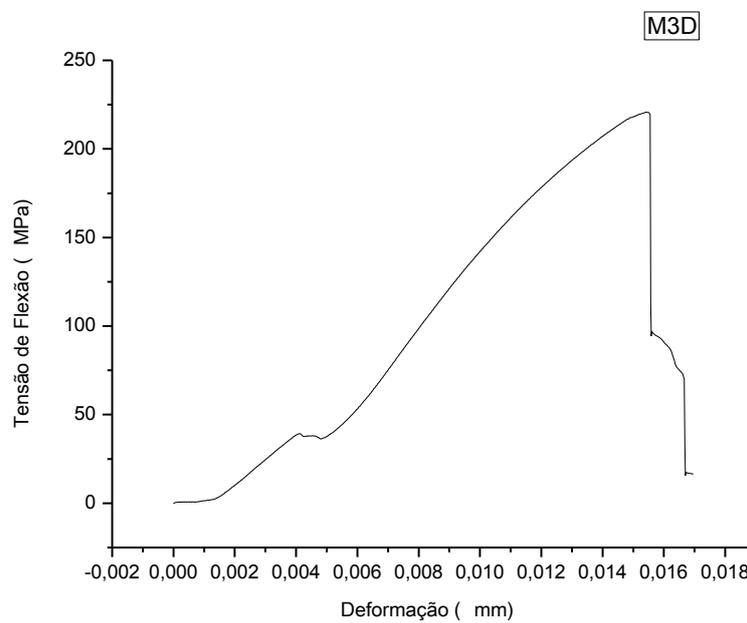


(b)

Figura 48 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M2 (a) / M2D (b)



(a)

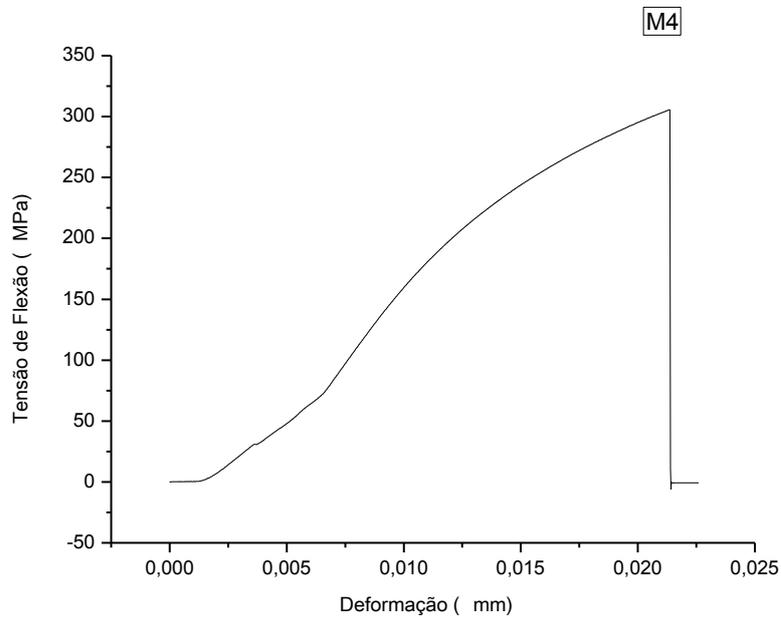


(b)

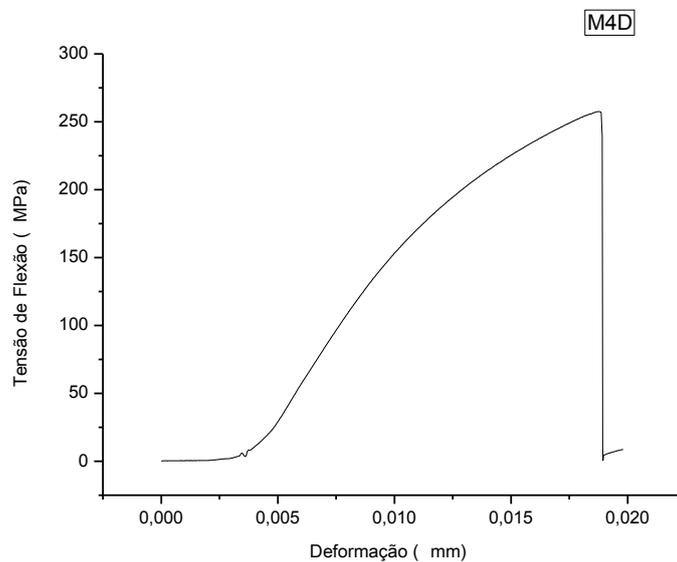
Figura 49 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M3 (a) / M3D (b)

Analisando os segmentos com óxidos de metais de transição sem e com a presença de cristais de diamante, observa-se que o segmento M2 sem diamante apresentou maior resistência, com uma menor deformação quando comparada ao

segmento com diamante. Nas amostras M1 e M3 observou-se que para uma mesma formulação, a presença de cristais de diamante resultou em uma diminuição da resistência, utilizou uma menor força (Tensão de flexão (MPa)) para partir o segmento quando comparado com o que possui diamante.

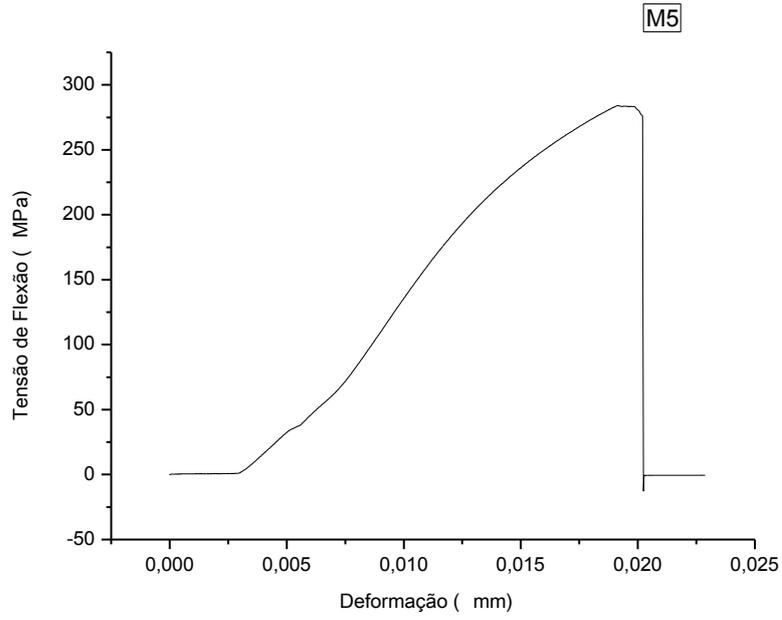


(a)

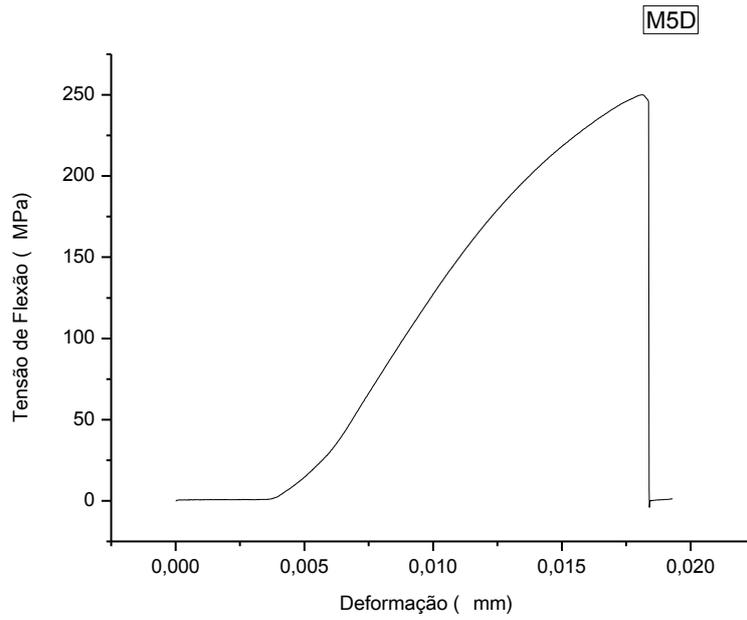


(b)

Figura 50 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M4 (a) / M4D (b)

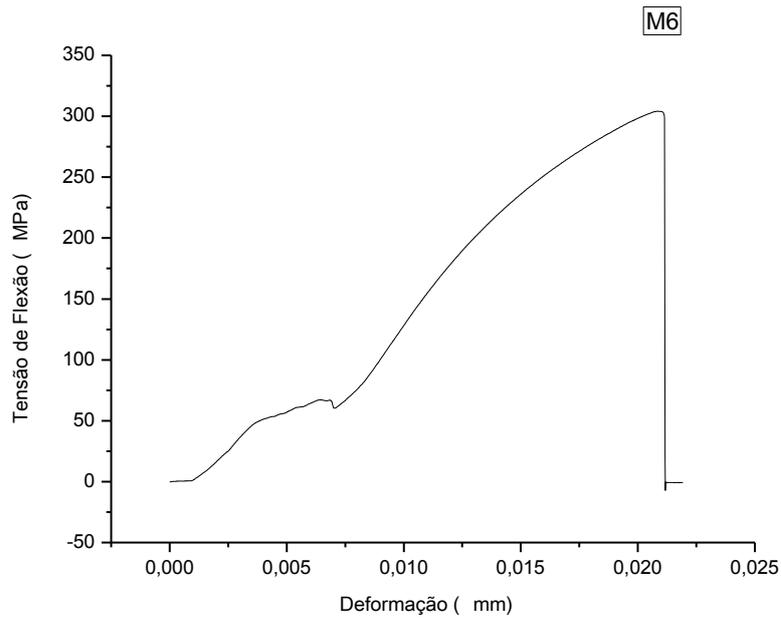


(a)

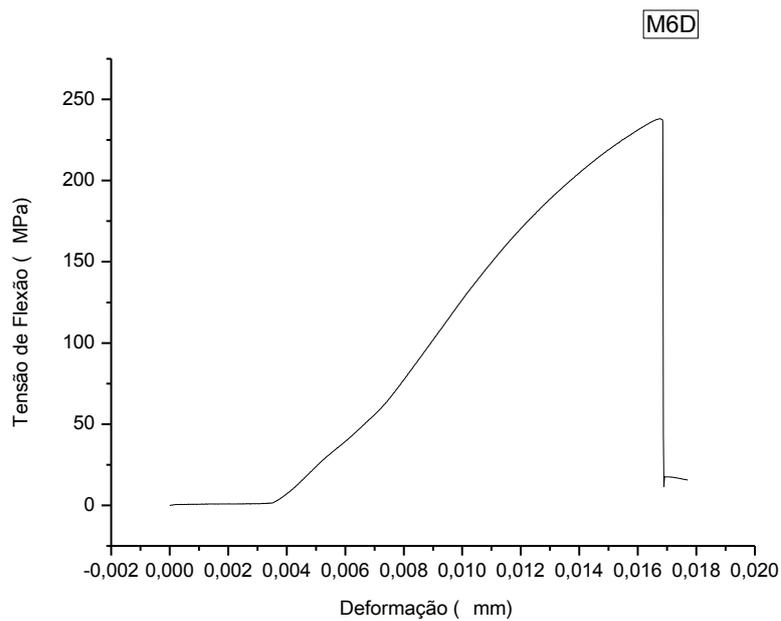


(b)

Figura 51 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M5 (a) / M5D (b)



(a)



(b)

Figura 52 - Resultado do ensaio de flexão da amostra M6 (a) / M6D (b).

Assim como ocorreu para as composições com óxidos de metais de transição, também para os segmentos com óxidos de terras raras a presença de cristais de diamante influenciou nos resultados, visto que os gráficos para as amostras com diamante apresentaram um material mais frágil quando comparado ao segmento sem a presença de diamantes. Isto se deve ao corpo de prova ter se partido com

menor tensão de flexão e com menor deformação em comparação aos segmentos sem diamante.

Do mesmo modo como ocorreu para a composição M0, também para as demais composições com óxidos a presença de diamantes influenciou nos resultados dos ensaios, uma vez que o gráfico para as amostras contendo diamantes (Figura 46 a 52 (b)) apresenta um material mais frágil quando comparado ao segmento sem adição de diamantes (Figura 46 a 52 (a)). 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 sem diamante, o valor da carga máxima alcançada diminuiu, indicando uma redução da resistência do material.

Uma vez que as condições de sinterização foram idênticas para as duas amostras, a diferença na resistência a ruptura deve ser atribuída à sua diferença na ligação diamante-matriz. Provavelmente a maior presença do cobre com teor aproximado de 45%, foi responsável pela formação de fases mais dúcteis na liga; onde o mesmo tem baixa solubilidade com Fe, como discutido no capítulo 4.2.1. Importante lembrar que quanto mais Cobre, maior a ductilidade.

Comparando as curvas das matrizes sem e com adição de diamante, dos gráficos das Figuras 46 a 52 observa-se que a deformação inicial ocorre gradativamente a partir da aplicação do carregamento e não foi representativo nas amostras. E que todas as amostras apresentaram deformação elástica não linear e uma deformação elástica quase linear até o início da fratura. Este comportamento indica que ao se atingir o ponto de máxima resistência, a ruptura é súbita e imediata ocorrendo uma queda de praticamente toda a carga aplicada.

Ao analisarem alguns estudos anteriores sobre o desempenho das ferramentas diamantadas sinterizada, Xu e seus colaboradores 2007, observaram que a resistência a ruptura transversal de um segmento de diamante é governada pela ligação entre os diamantes e matriz, bem como as forças de ligação entre as partículas de metal da matriz.

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 crítico (Sideris, *et. al.*, 2013).

Sabe-se que os compósitos diamantados necessitam ser capazes de absorver ou resistir aos carregamentos impostos durante o corte, principalmente em relação às cargas elásticas, pois uma deformação permanente (plástica) pode causar a perda das propriedades originais da ferramenta. Consequentemente a deformação plástica gerada pelo carregamento do processo de corte pode levar a perda prematura dos cristais de diamantes (*pull-out*) (Almeida, *et. al.*, 2012).

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 (Sideris, *et. al.*, 2013).

A Figura 53 apresenta a micrografia da amostra M0, obtida por confocal, submetida ao ensaio de flexão, sinterizada com e sem a adição de diamantes, onde é possível observar que o segmento sem presença de diamantes apresentou uma trinca sem interferências em sua trajetória (Figura 53 (a)), já a presença dos cristais (Figura 53 (b)) desvia a direção de propagação da trinca

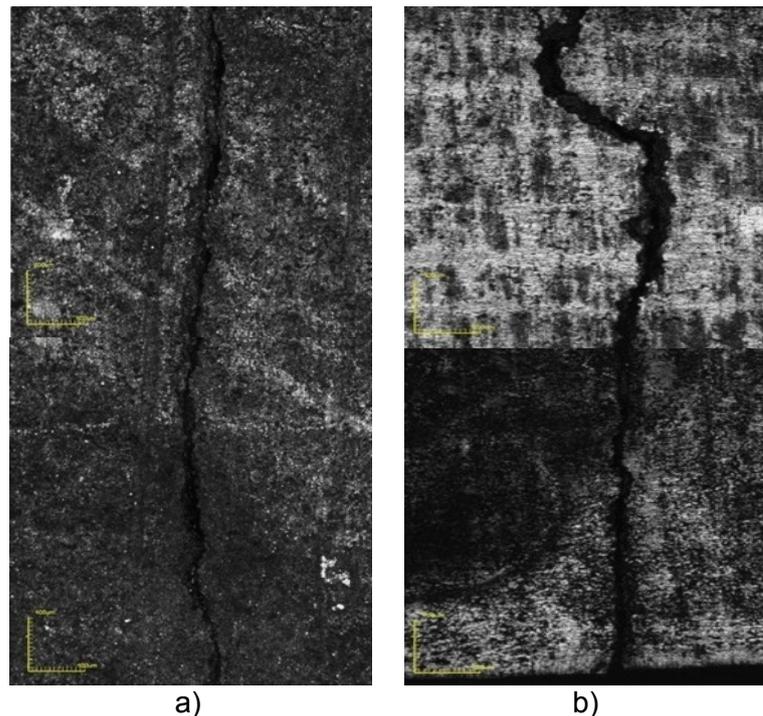


Figura 53 - Micrografia da fratura da amostra M0 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante

As Figuras 54 a 59 apresentam as micrografias das amostras com óxidos na posição de ruptura com e sem a adição de diamantes.

Ao comparar as amostras observa-se que a amostra M3 (a) sem diamante apresenta uma trinta menos linear que as demais com adição dos óxidos.

As demais amostras apresentam características semelhantes, onde a matriz sem diamante apresenta trincas mais lineares em relação às amostras com diamantes.

Como mencionado por Sideris, (2013) 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.

Faz-se necessário mencionar que o aspecto das trincas não permite a determinação quantitativa dos valores de tenacidade à fratura, uma vez que não é possível medir o ângulo de abertura da mesma. Assim sendo, apenas foi possível avaliar qualitativamente os resultados dos ensaios.

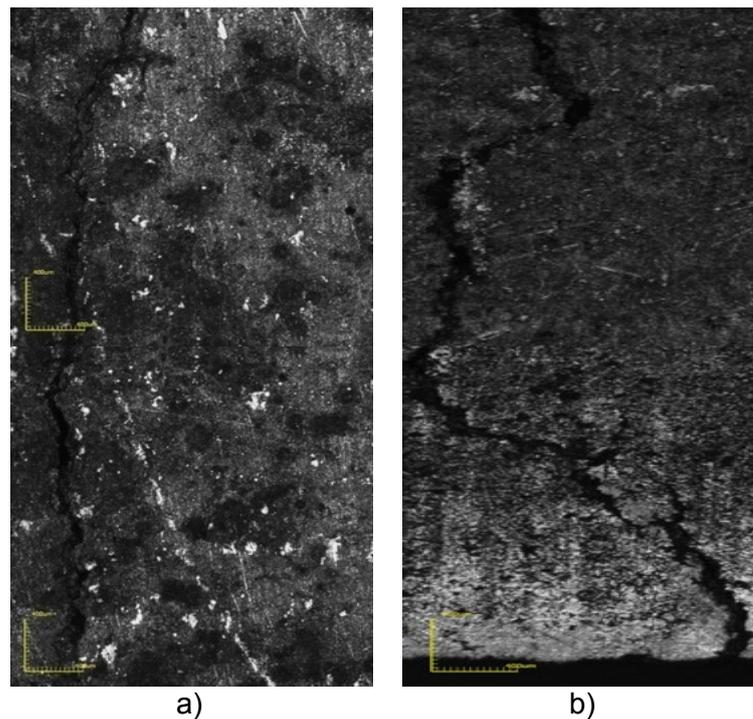


Figura 54 - Micrografia da fratura da amostra M1 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante

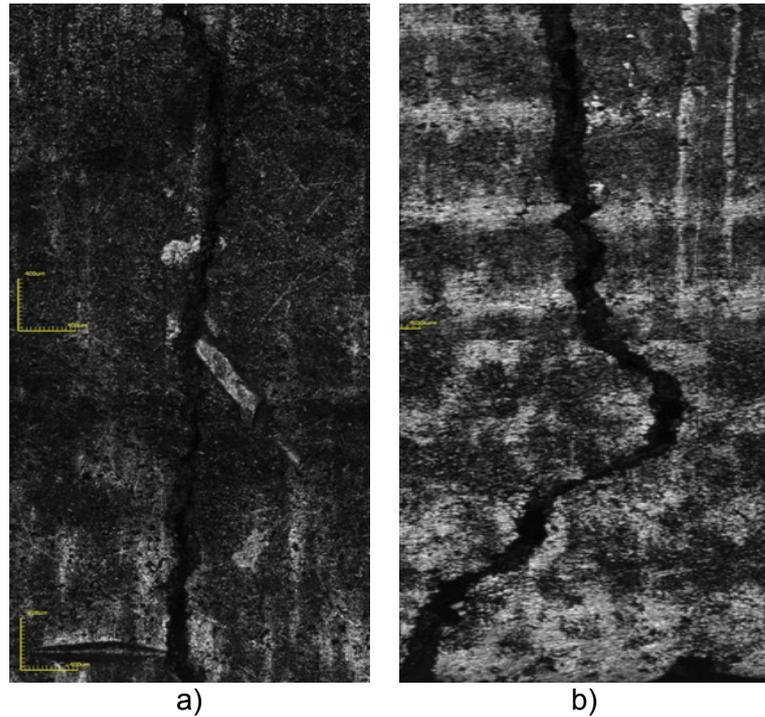


Figura 55 - Micrografia da fratura da amostra M2 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante

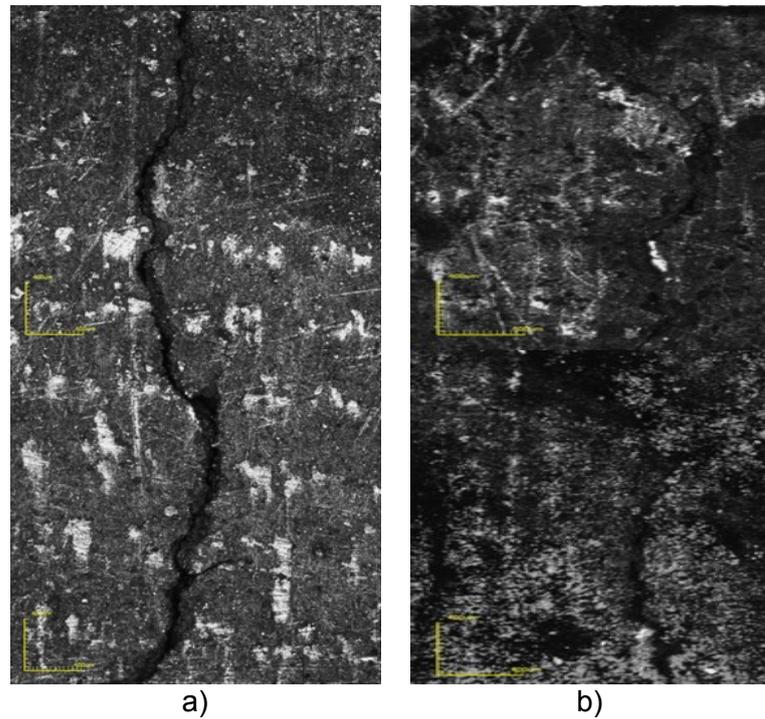


Figura 56 - Micrografia da fratura da amostra M3 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante

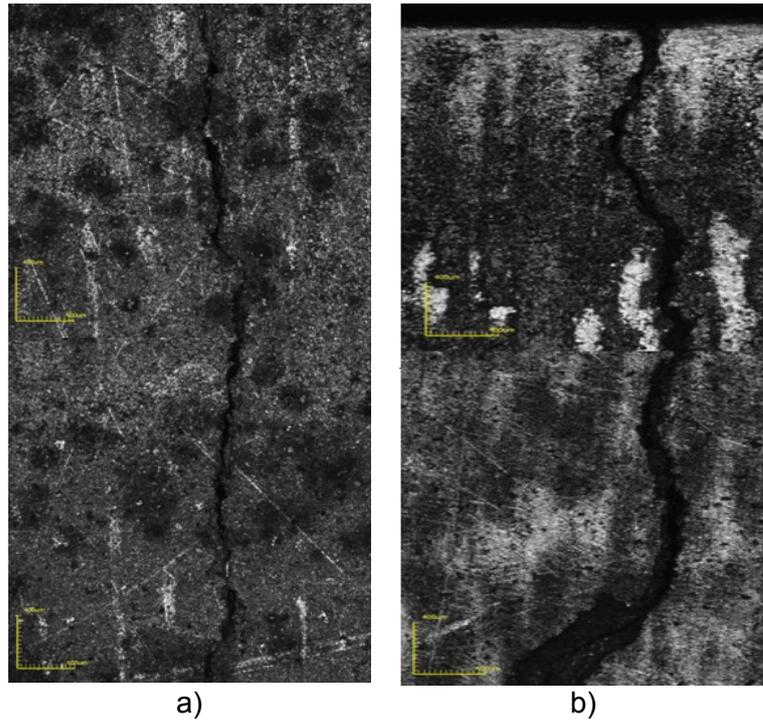


Figura 57 - Micrografia da fratura da amostra M4 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante

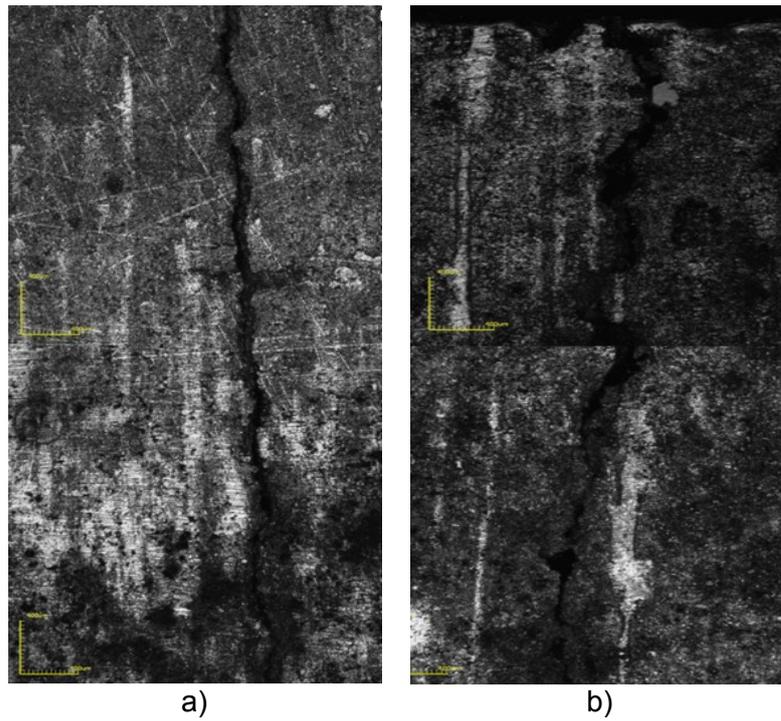


Figura 58 - Micrografia da fratura da amostra M5 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante

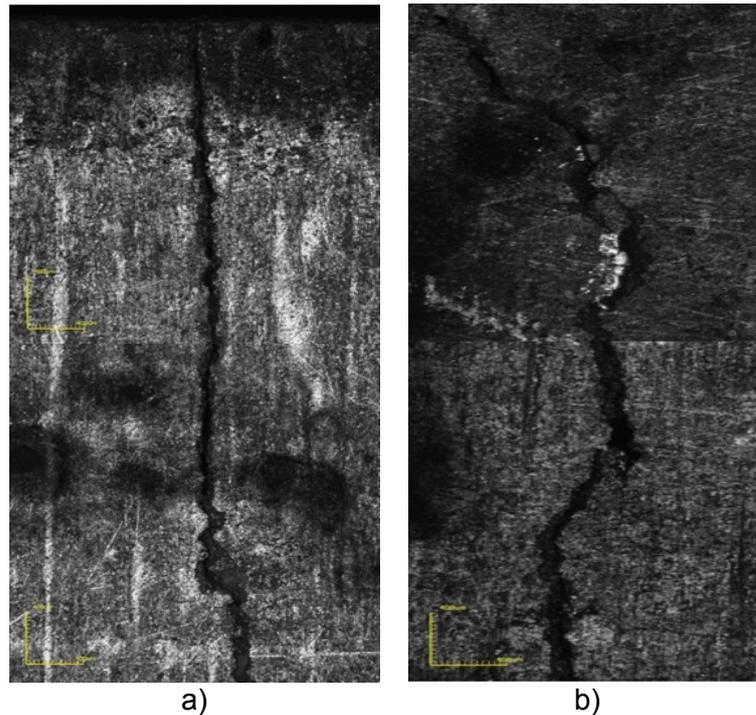


Figura 59 - Micrografia da fratura da amostra M6 (a) sem diamante e (b) com adição de diamante

4.3.2 - Microdureza Vickers

A dureza é a resistência que um material apresenta ao risco ou a formação de uma marca permanente, quando pressionado por outro material ou marcadores padronizados.

Neste estudo realizou-se a medida da microdureza pelo método Vickers aplicável a todos os materiais metálicos, o qual relaciona a carga aplicada com a área superficial da impressão. Os pontos medidos, para todos os ensaios de microdureza realizados pela pesquisa, foram selecionados de acordo com os apresentados na metodologia. Os ensaios foram realizados em cinco pontos ao longo da direção longitudinal e cinco pontos ao longo da direção transversal da amostra, sendo esta última direção executada em duas regiões diferentes como mostrado na Figura 22.

Os resultados de microdureza, realizado nas matrizes metálicas dos compósitos estão dispostos na Tabela 13.

Tabela 13 – Resultado de microdureza Vickers dos segmentos sem diamante

Óxidos de M.T.	M0 - Co		M1 - Al ₂ O ₃		M2 - Nb ₂ O ₅		M3 - ZrO ₂	
	L	T	L	T	L	T	L	T
Pontos								
1	260	300	287	298	311	142	179	213
2	228	298	250	182	183	218	227	171
3	155	250	349	213	96,7	184	197	235
4	199	282	279	149	136	271	194	315
5	312	239	311	220	167	212	211	230
Média	231	274	295	212	179	205	202	233

Óxidos de T.R.	M4 - La ₂ O ₃		M5 - CeO ₂		M6 - Y ₂ O ₃	
	L	T	L	T	L	T
Pontos						
1	271	234	170	212	335	234
2	223	207	214	200	248	215
3	256	188	185	259	254	229
4	231	251	207	229	278	294
5	217	230	230	290	232	261
Média	240	222	201	238	269	247

*L (longitudinal) * T(Transversal)

Neste ensaio, observa-se que, dentre as ligas estudadas, a matriz M1 apresentou com 295 HV o maior valor de microdureza. Nota-se também que, comparativamente, as adições do óxido de terras raras a M6 resultou em um aumento no endurecimento do material.

Entre os óxidos adicionados neste trabalho, destaca-se a matriz M2 com 179 HV sendo a menor dureza.

Os valores médios, para cada direção ensaiada, se apresentaram bem distantes. 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 microdureza diferente do restante da matriz.

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

Comparando as formulações com adições dos óxidos, observa-se que a amostra M1 dos óxidos de transição e a amostra M6 com óxidos de terras raras apresentaram valores médios de microdureza superiores aos demais dos seus grupos. Assim pode-se dizer que as formulações M1 e M6 permitem a produção de um material mais duro, seja devido a uma melhor consolidação dos pós durante o processo de sinterização ou por refinamento da microestrutura.

Segundo Almeida (2012), se a estrutura do segmento desvia substancialmente em qualquer aspecto, ou se a densificação é incompleta, a dureza

não se enquadra dentro do intervalo especificado, o que compromete as propriedades mecânicas do segmento, tal como baixa tenacidade; o que pode resultar em resistência ao desgaste e capacidade de retenção de diamantes na matriz.

Os valores médios de microdureza encontrados para todas as formulações se mostraram abaixo dos obtidos em ligas comerciais, como a Cobalite HDR, a qual apresenta microdureza de 322 HV para sinterização entre 750 e 800°C (Sideris, 2013), devendo ser ressaltado a forma do corpo de prova.

4.3.3 - Dureza Brinell

Estão apresentados na tabela 14 os resultados de cinco medidas de dureza Brinell nas amostras contendo diamante, realizados em cada uma das sete amostras selecionadas, suas médias e desvios padrão.

Tabela 14 – Resultados de dureza Brinell dos segmentos com diamante

Óxidos de M.T.	M0D - Co		M1D - Al ₂ O ₃		M2D - Nb ₂ O ₅		M3D - ZrO ₂	
	H	V	H	V	H	V	H	V
1	90,6	102,3	87,7	94,3	90,9	92,7	86,2	94,4
2	95,3	95,3	90,5	90,5	88,0	88,0	89,4	89,4
3	95,7	97,1	90,8	88,3	80,9	98,2	86,6	88,7
Média	93,9	98,2	89,7	91,3	86,6	93,0	87,4	90,8

Óxidos de T.R.	M4D - La ₂ O ₃		M5D - CeO ₂		M6D - Y ₂ O ₃	
	H	V	H	V	H	V
1	91,2	89,8	90,5	103,8	89	85,7
2	91,2	89,8	88,5	88,5	88,0	88,0
3	91,2	95,1	89,5	90,4	87,5	99,6
Média	91,2	91,6	89,5	94,2	88,2	91,1

*H (Horizontal) * V (Vertical)

Conforme se pode verificar na Tabela 14, não são encontradas variações significativas das medidas de dureza Brinell nas amostras contendo óxido, estando os valores entre os limites de 94,2 a 87,4 HB.

Os valores médios, para cada direção ensaiada, se apresentaram bem próximos. Também para cada direção, não foram observadas discrepâncias de valores, demonstrando que a presença dos cristais de diamante não propiciou a

formação de novos compostos, mantendo as fases já encontradas nos segmentos sem diamantes como observados no DRX.

Assim como ocorreu no ensaio de dureza vickers, a amostra M2D apresentou o menor valor de dureza HB, e a amostra M1D apresentou o maior valor de dureza no grupo dos óxidos de metais de transição. Enquanto nos óxidos de terras raras o valor de dureza encontrado para as amostras ficaram muito próximos não apresentando diferenças significativas.

4.3.4 - Ensaio de desgaste

A tabela 15 apresenta os valores de resistência à abrasão e a variação da perda de massa das amostras após o ensaio de desgaste.

Antes de iniciar a discussão dos resultados de desgaste por abrasão faz-se necessário salientar que as condições presentes neste ensaio (carga vertical de 400g, rotação de 150 rpm e excesso de trepidação causada pelas irregularidades do disco de granito) ocasionaram condições mais bruscas que a do trabalho de campo, pois foi provocado um grande numero de impactos entre o disco e a amostra.

Tabela 15 – Resultados do ensaio de desgaste dos segmentos com diamante

	Δm	RA
M0 - Co	0,50	2,02
Óxidos M. T.		
M1D - Al ₂ O ₃	2,62	0,38
M2D - Nb ₂ O ₅	7,09	0,14
M3D - ZrO ₂	3,88	0,26
Óxidos T. R.		
M4D - La ₂ O ₃	2,51	0,40
M5D - CeO ₂	3,45	0,29
M6D - Y ₂ O ₃	3,75	0,27

Analisando a tabela 15, observa-se que as perdas de massa das amostras foram significativas. Pode-se observar que a perda de massa das amostras com óxidos em relação a M0 foram relevantes.

A matriz M0D foi a que apresentou a menor perda de massa e conseqüentemente maior resistência a abrasão.

Dentre as matrizes com óxidos de metais de transição verificou-se que a M1D apresentou menores índices de perda de massa e maior resistência a abrasão. Os

resultados de microdureza já apresentados indicam que a matriz M1D se apresenta mais dura.

Já nas matrizes com óxidos de terras raras a M4D foi a que apresentou maior valor de resistência abrasão, e menor perda de massa.

A Tabela 15 mostra que todas as formulações diamantadas obtiveram valores semelhantes e inferiores a matriz M0D. Isso ocorre pelo fato destas formulações possuírem ligantes macios, portanto RA menor.

Importante ressaltar que há relação direta entre RA e dureza neste caso. Contudo, nem sempre o material mais duro é o que apresenta as melhores resistências ao desgaste, pois caso a matriz tenha dureza muito elevada, a mesma poderá sofrer fraturas, conseqüentemente desprendendo os grãos de diamante da matriz prematuramente, prejudicando o beneficiamento das rochas ornamentais, o que explicaria a menor R.A. da matriz M6D.

A ancoragem do diamante tem de fornecer o apoio necessário, e suportar as forças de corte durante a operação. Além disso, a matriz de ligação deve ser especialmente formulada para usar na mesma taxa que o grão de diamante de modo que, quando as bordas de corte do diamante se desgastam, novos grãos ficam salientes para facilitar o corte eficiente e constante (Luo, et. al., 1995) a partir dos valores encontrados no ensaio de desgaste observa-se que as formulações de M1D e M4D foram as que apresentaram maior resistência e interação com o diamante.

4.4 - Análise 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 testados no ensaio de resistência ao desgaste, são estes:

- Cristais inteiros;
- Cristais Polidos;
- Microfraturas e Macrofraturas;
- Pull out;
- Efeito Cometa;

A partir de diversas micro-observações da superfície desgastada, as condições do diamante podem ser classificadas da seguinte forma:

(a) Cristal inteiro. Esta é uma partícula salientes acima da superfície da matriz que realiza o melhor trabalho de corte, mantendo a sua forma de cristal e não exibindo qualquer dano significativo na superfície. Este tipo de cristal é considerado para ser de grande ajuda para corte livre durante a serragem.

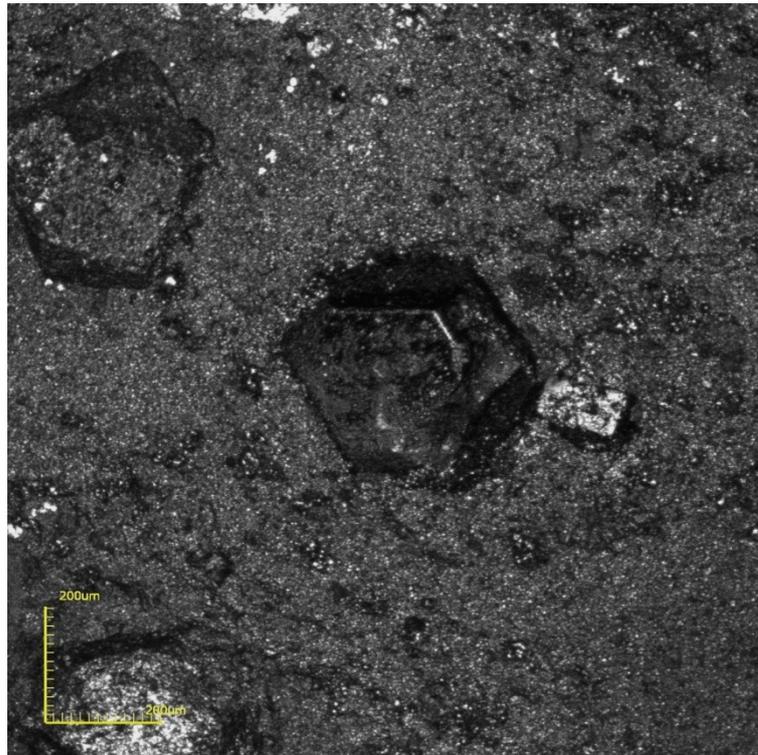


Figura 60 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo MOD.

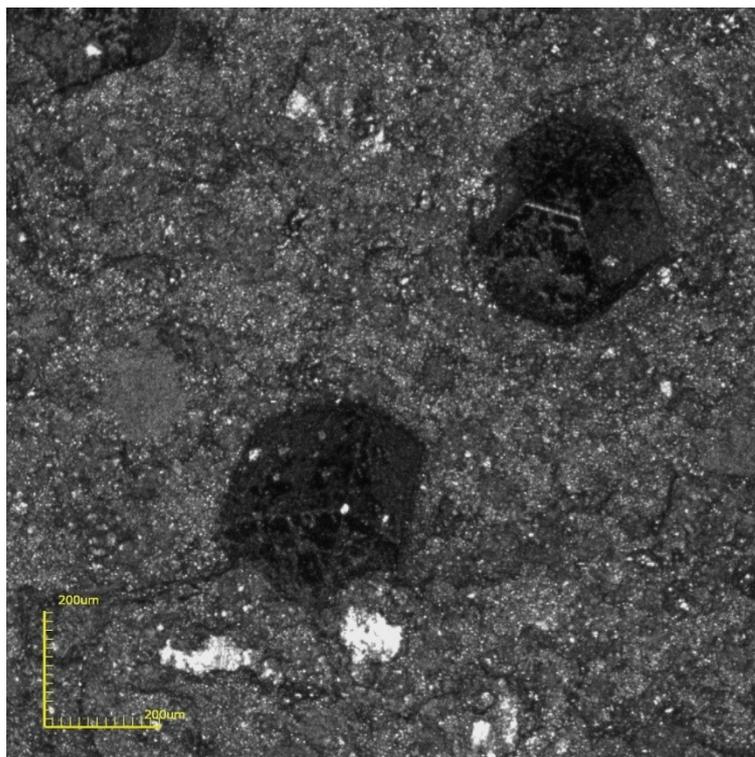


Figura 61 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M1D.

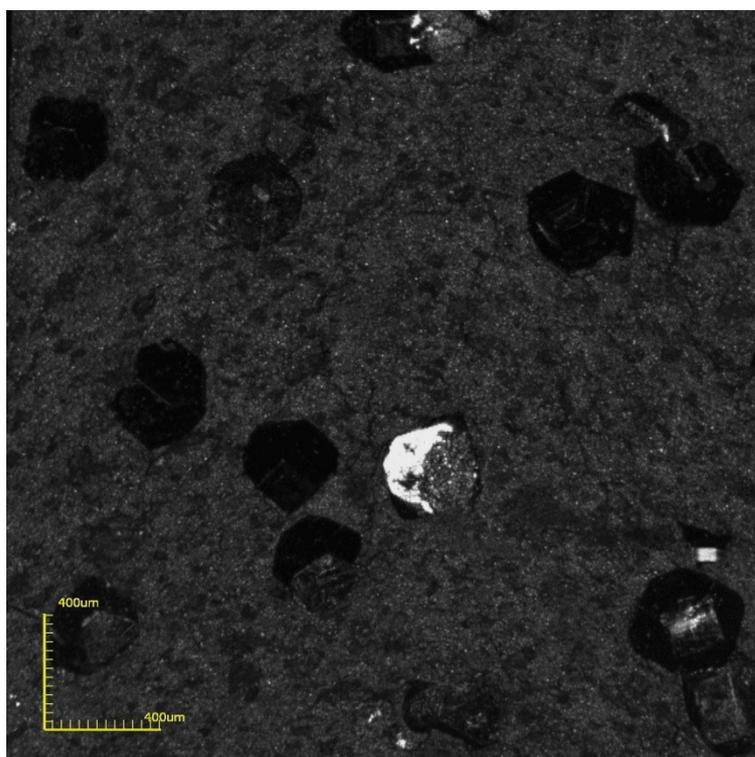


Figura 62 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M2D.

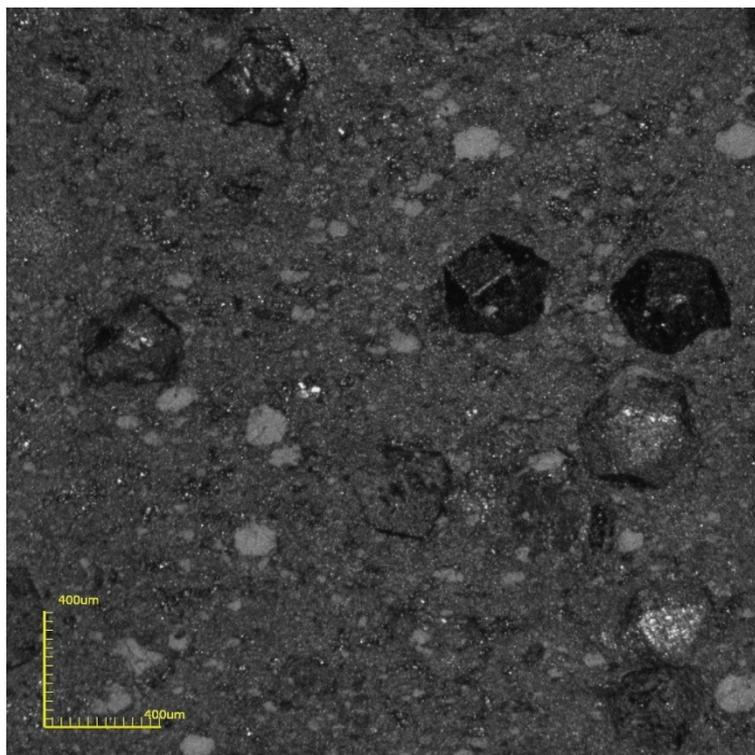


Figura 63 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M3D.

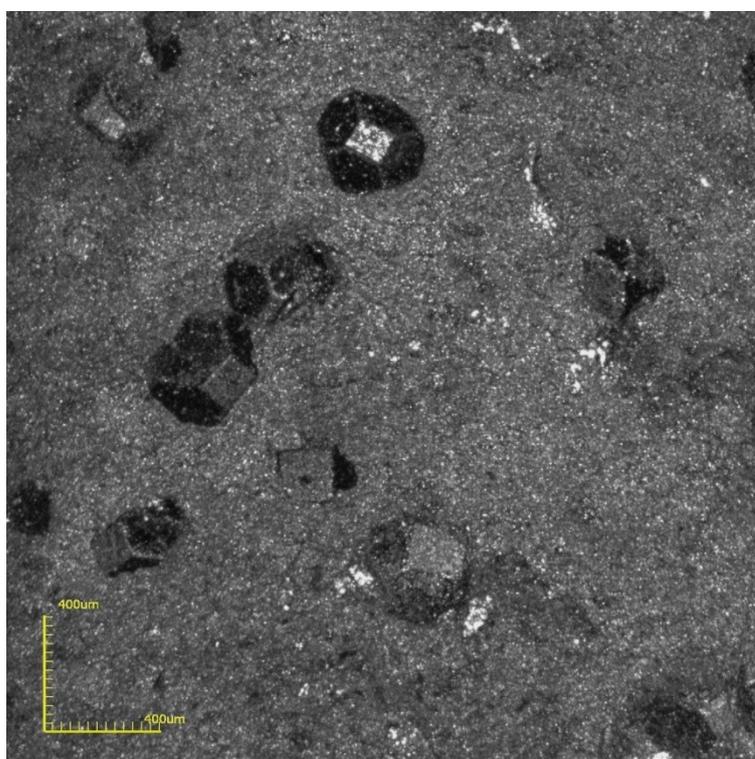


Figura 64 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M4D.

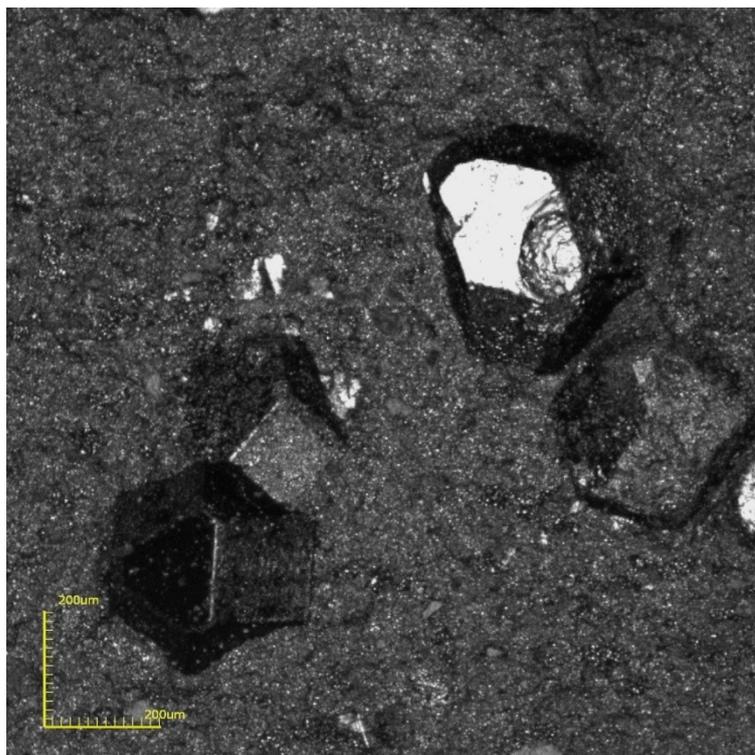


Figura 65 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M5D.

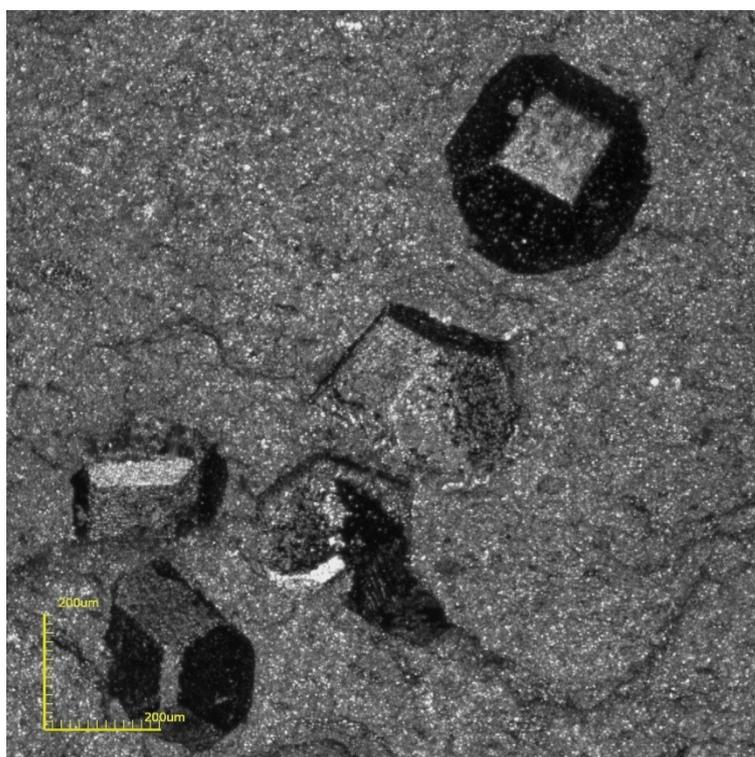


Figura 66 - Micrografia obtida por confocal mostrando cristais inteiros sobre a matriz de um segmento do tipo M6D.

Cristais de diamantes inteiros e bem facetados são os que apresentam a melhor contribuição para o corte do material. Esses cristais estiveram bastantes presentes nos segmentos do tipo M4D (Figuras 64).

(b) Cristal polido. Estas partículas exibem uma área das faces desgastada lisas ou planas. O desgaste é muito provavelmente causado por uma combinação de atrito mecânico e os efeitos térmicos locais. Neste caso, a folha de serra irá produzir aparências de envidraçamento, e capacidade de corte torna-se menos eficiente (circulo branco).

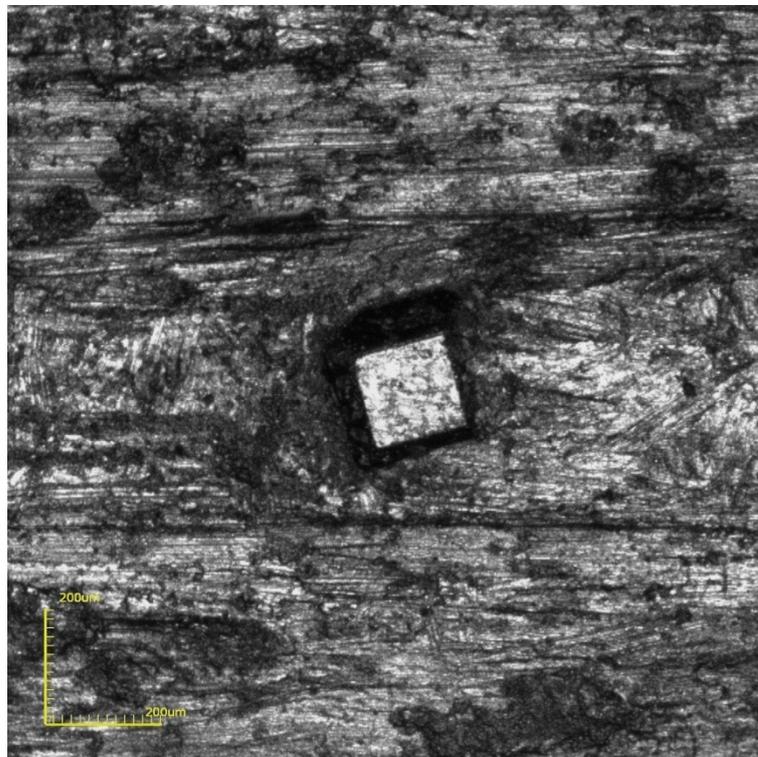


Figura 67 - Cristal de diamante polido presente na amostra MOD.

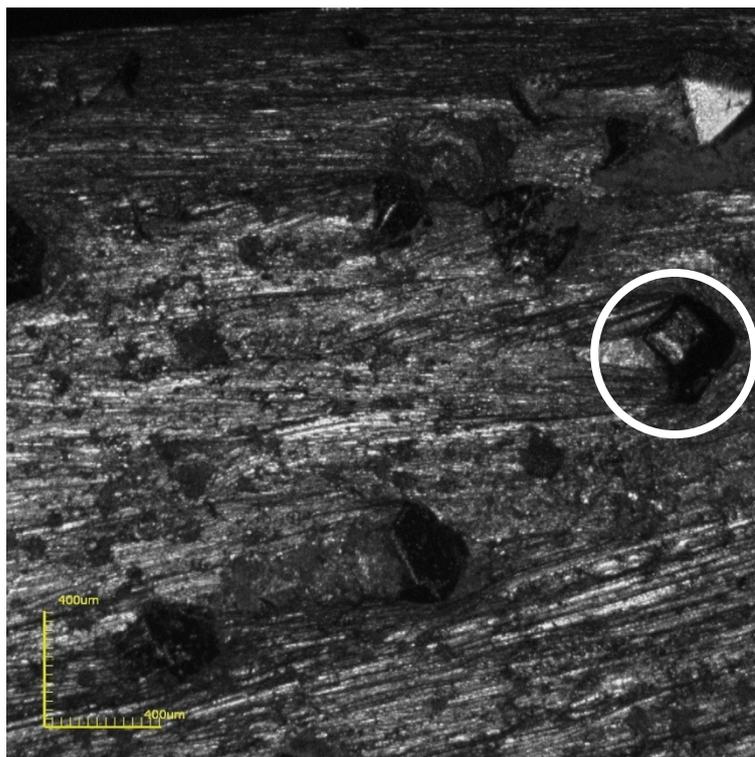


Figura 68 - Cristal de diamante polido presente na amostra M1D.

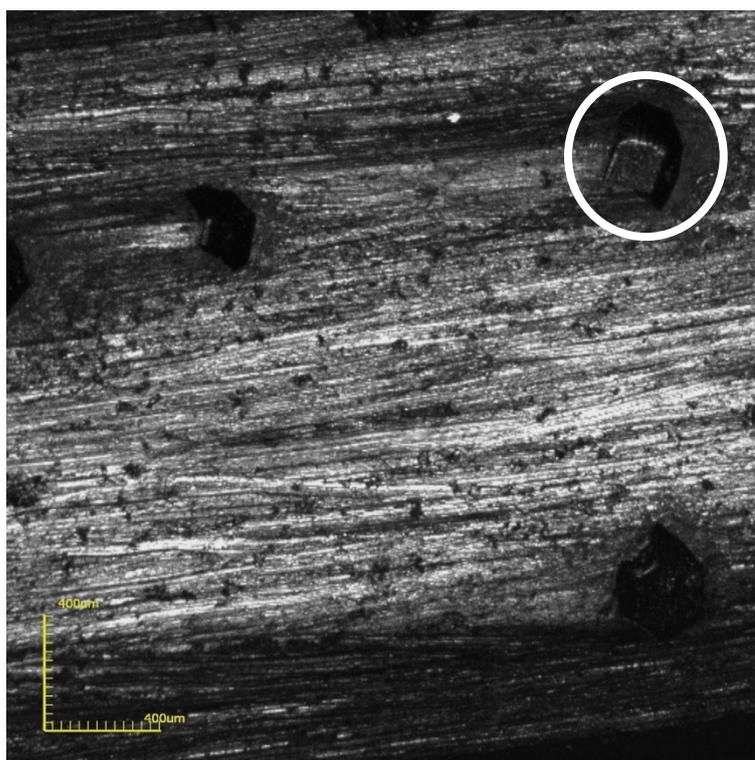


Figura 69 - Cristal de diamante polido presente na amostra M2D.

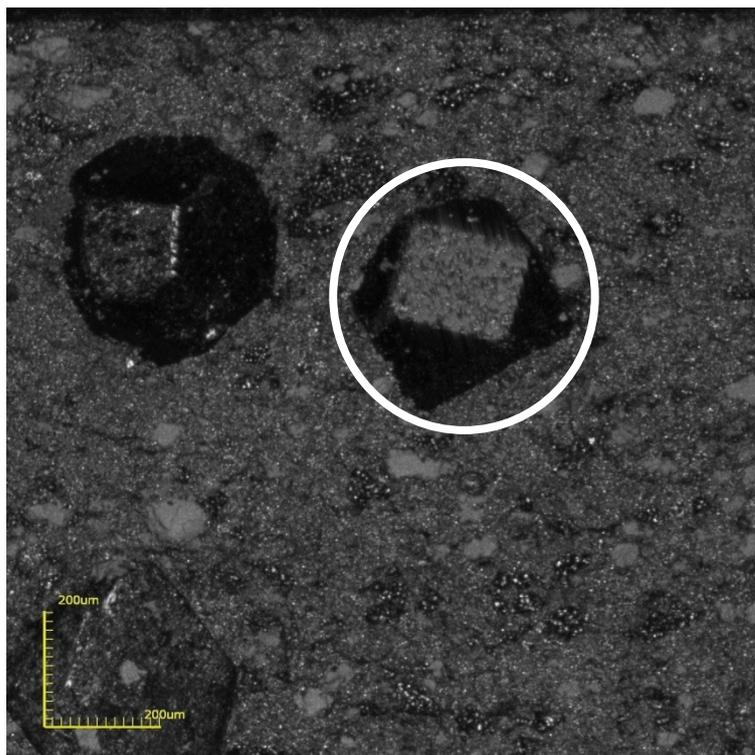


Figura 70 - Cristal de diamante polido presente na amostra M3D.

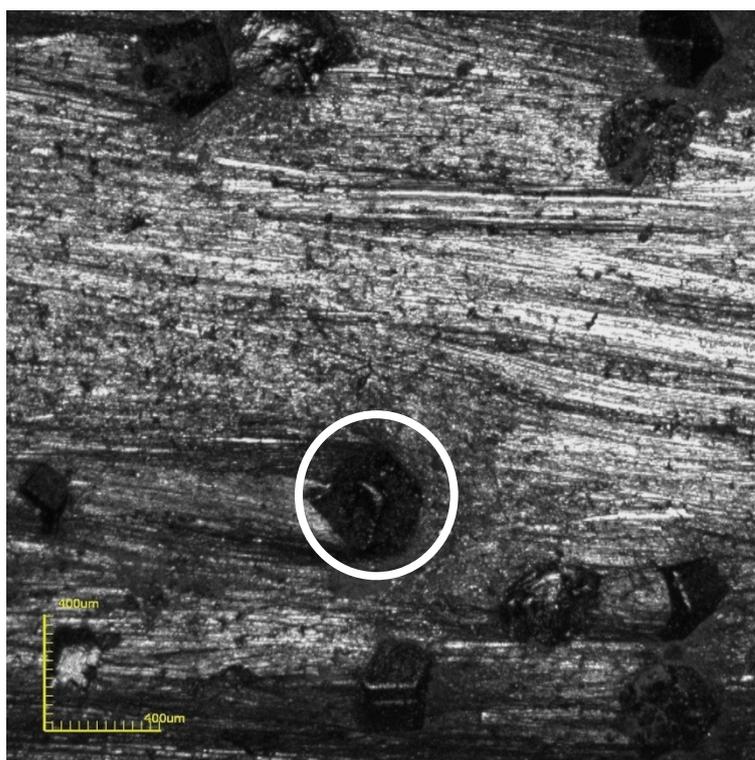


Figura 71 - Cristal de diamante polido presente na amostra M4D.

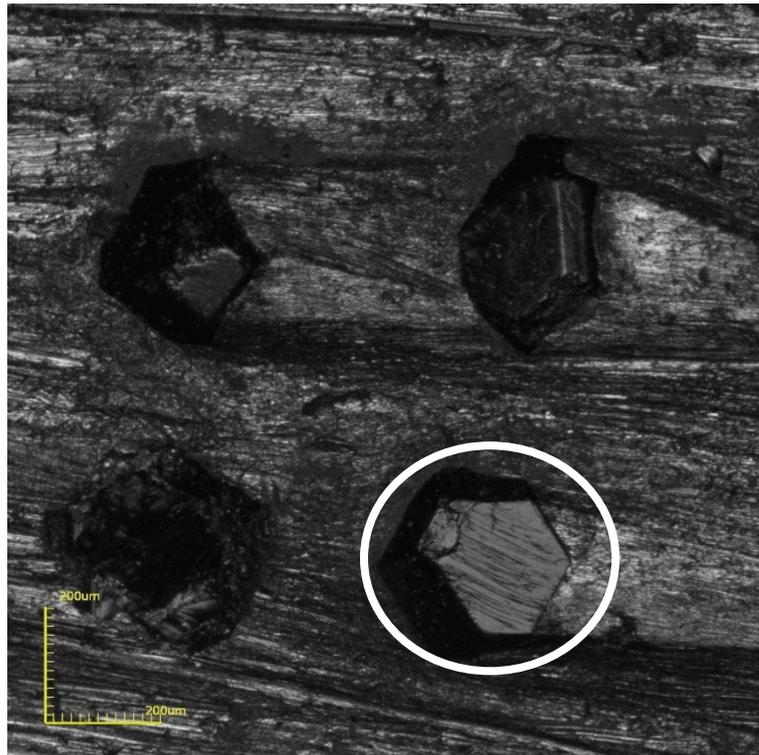


Figura 72 - Cristal de diamante polido presente na amostra M5D.

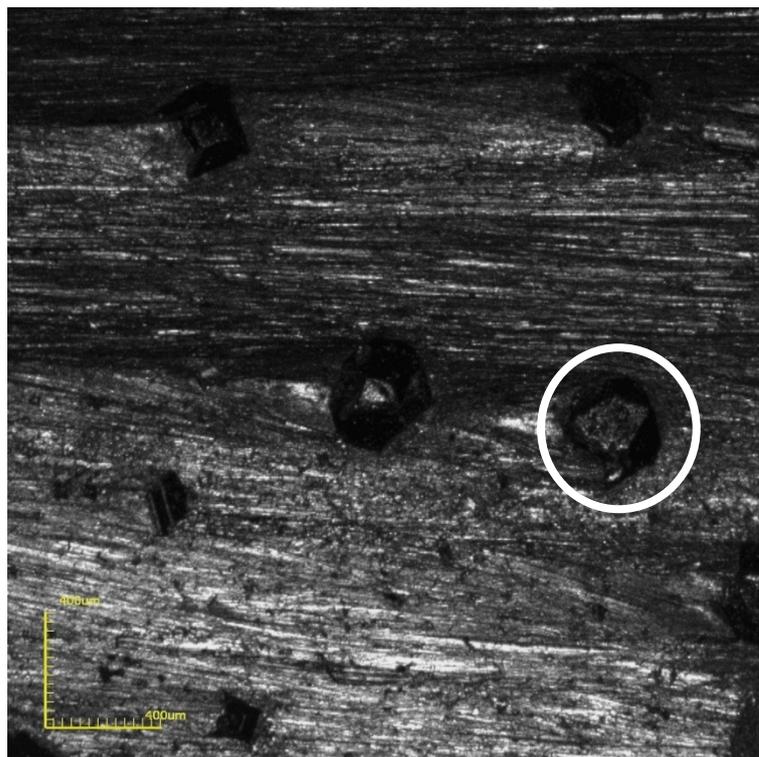


Figura 73 - Cristal de diamante polido presente na amostra M6D.

Os cristais de diamantes, que se apresentam de forma polida, apresentam suas faces lisas e planas além de arestas arredondadas (Figuras 67 a 73). Esse tipo de morfologia provoca uma diminuição na eficiência de corte da ferramenta. Cristais

polidos foram encontrados, em quantidades muito pequenas, tanto no segmento de óxidos de terras raras quanto nos de óxidos de metais de transição.

(c) Cristal Micro-fraturado. Estas partículas apresentam micro-fissuras, esmagamentos, ou fragmentos na superfície do grão. Eles podem ser um resultado de impacto repetido ou fadiga de superfície da peça de trabalho com os materiais. Tais cristais produzirão novas arestas de corte afiadas e reduzir a profundidade de penetração. No entanto, ainda podem manter uma ação de corte moderada (circulo verde).

(d) Cristal Macro-fraturado. Este é provavelmente mais danos da classificação prévia de desgaste. As arestas de corte de tais partículas são salientes por cima da superfície da matriz e afetam significativamente a capacidade de corte. Num caso extremo, tais como cristal retido, a lâmina da serra vai perder a sua capacidade de corte e pode produzir fracasso (circulo amarelo).

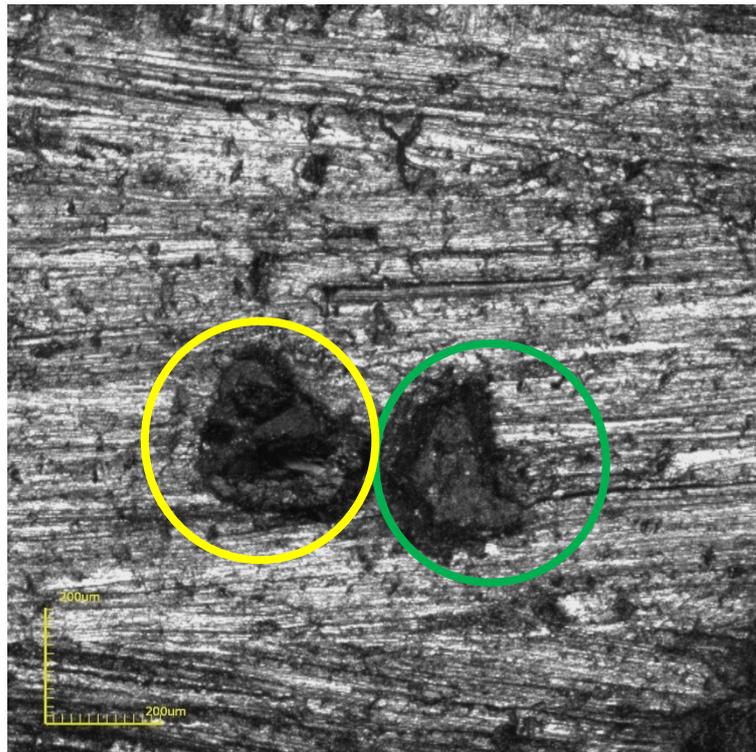


Figura 74 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura localizados no segmento M0D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.

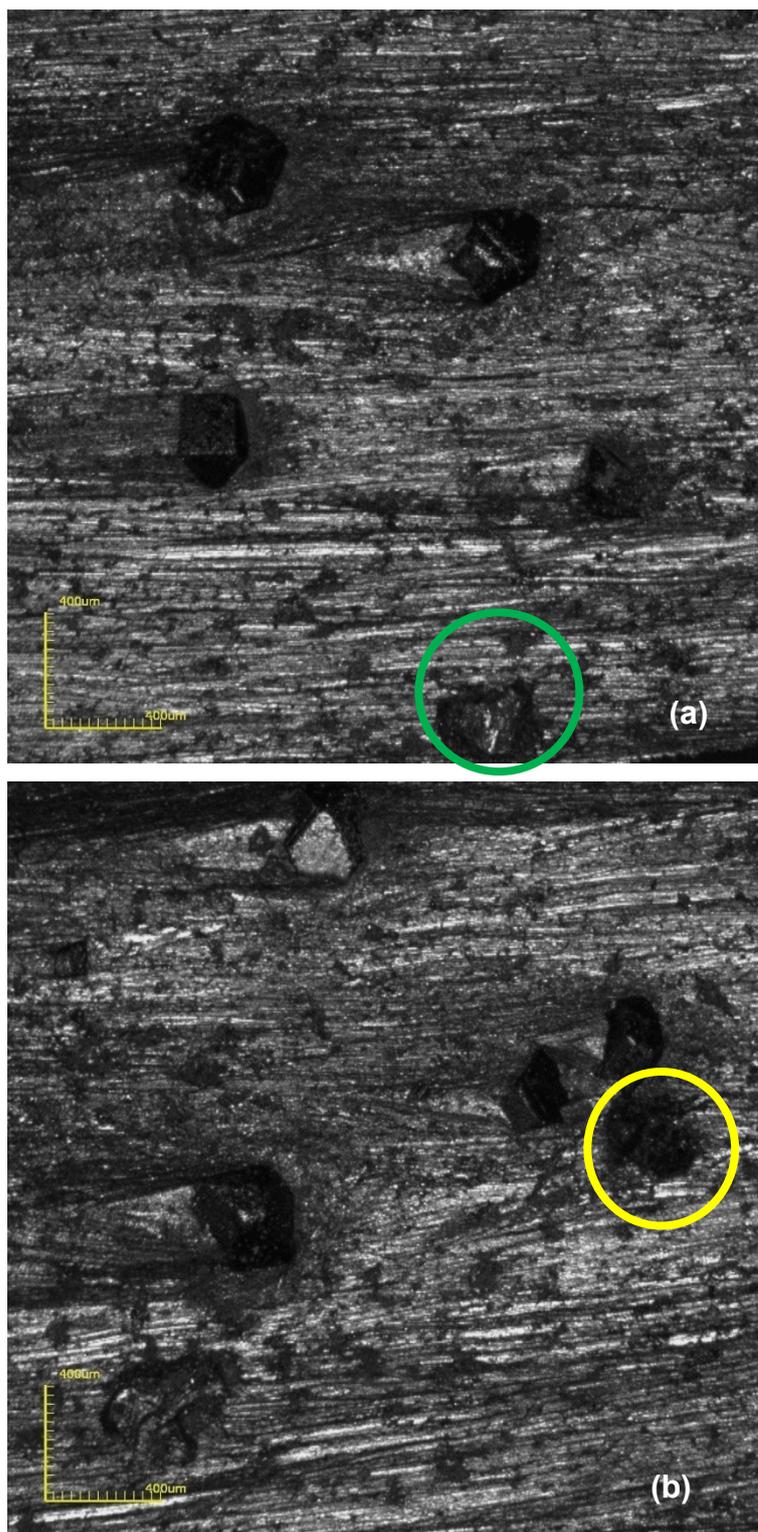


Figura 75 - Cristais de diamantes com microfratura (a) e macrofratura (b) localizados no segmento M1D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.

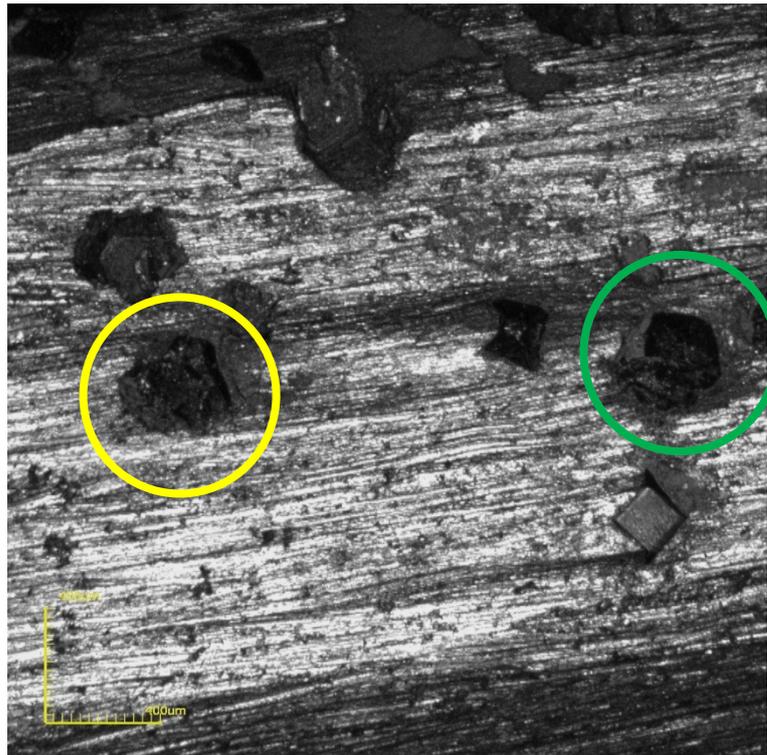
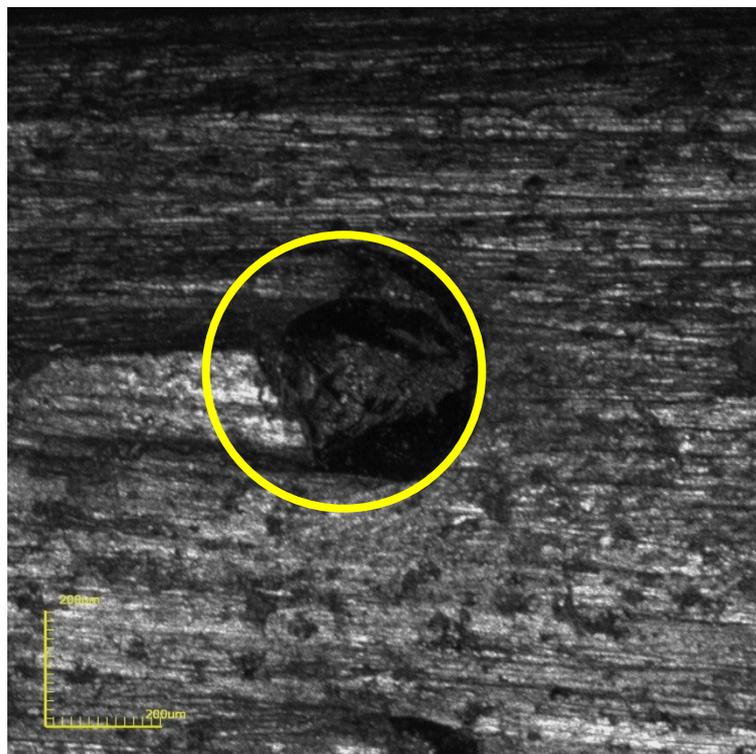


Figura 76 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura no segmento M2D, ocorridas durante no ensaio de desgaste.



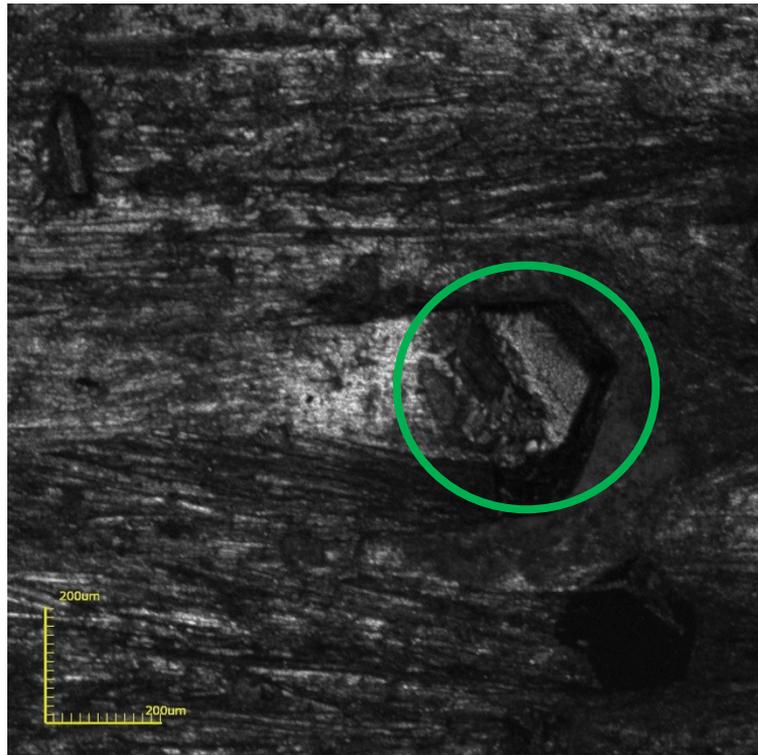


Figura 77 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura no segmento M3D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.

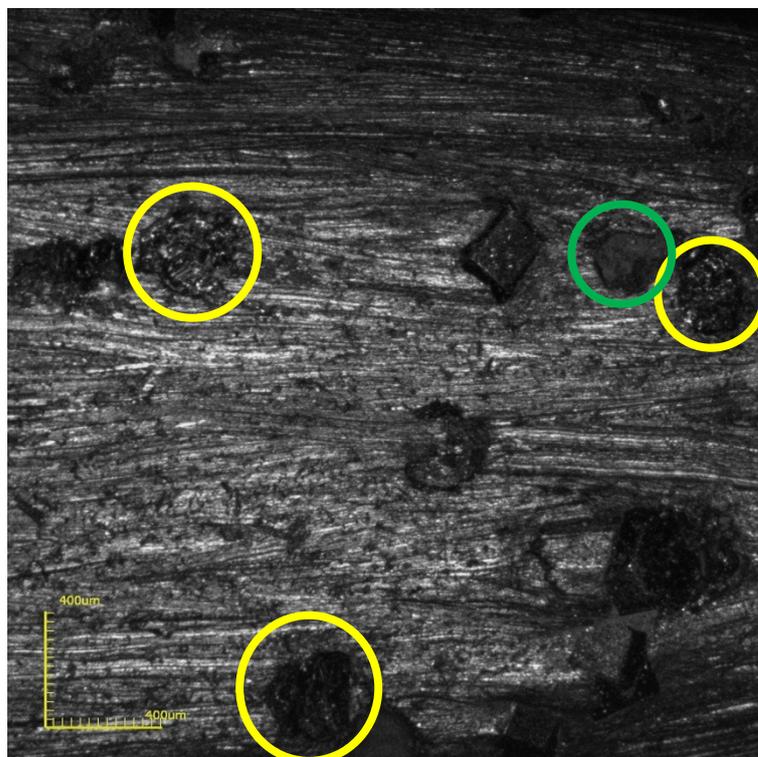


Figura 78 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura no segmento M4D, ocorridas no ensaio de desgaste.

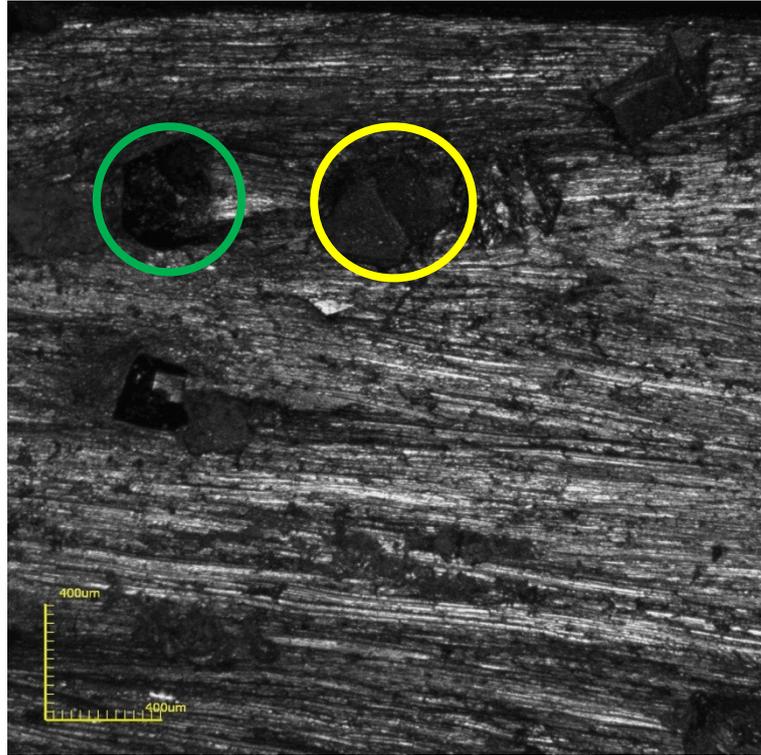


Figura 78 - Cristais de diamantes com microfratura e macrofratura localizados no segmento M5D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.

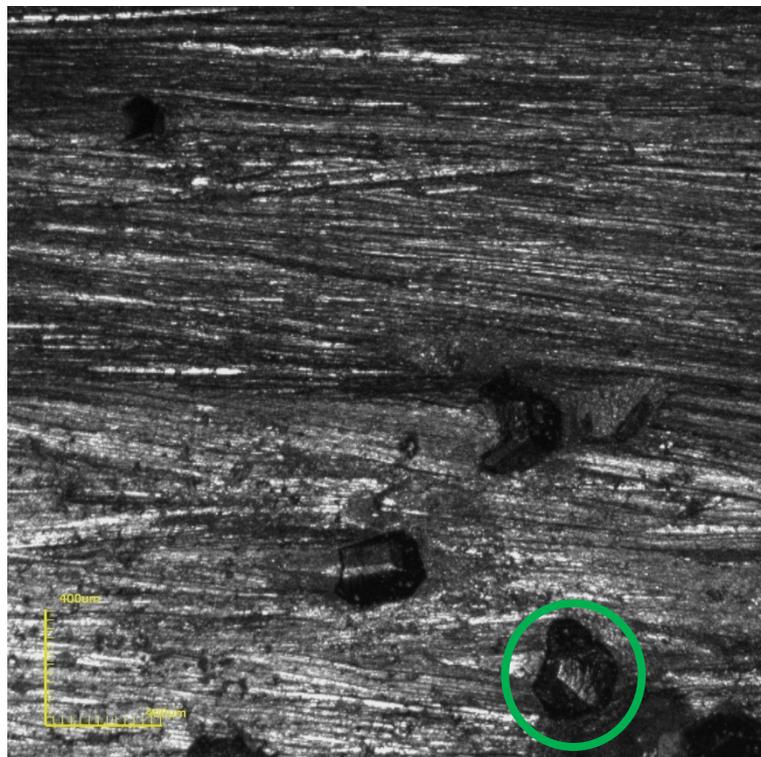


Figura 79 - Cristais de diamantes com microfratura localizados no segmento M6D, ocorridas durante o ensaio de desgaste.

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 (Sideris, 2013).

Assim, pode-se dizer que maior ocorrência de macrofraturas dos cristais de diamantes nos segmento tenha diminuído sua eficiência de corte como observado na tabela 15 e causado uma diminuição de sua vida útil.

(e) Cristal pull-out (cratera). A aparência do diamante plunked ou puxado para fora da matriz apresenta uma cratera na superfície desgastada. Se o diamante for prematuramente puxado para fora do vínculo antes de completar a sua vida de trabalho eficaz, a lâmina de serra vai usar muito rápido ou, em um caso extremo, falhar (circulo azul).

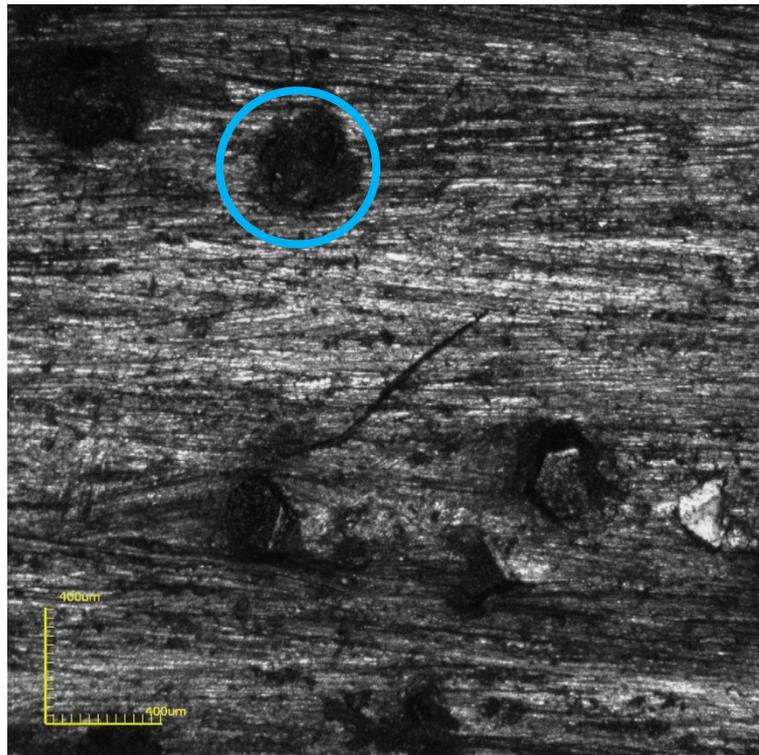


Figura 80- Ocorrência de Pull Out no segmento M0D após o ensaio de desgaste.

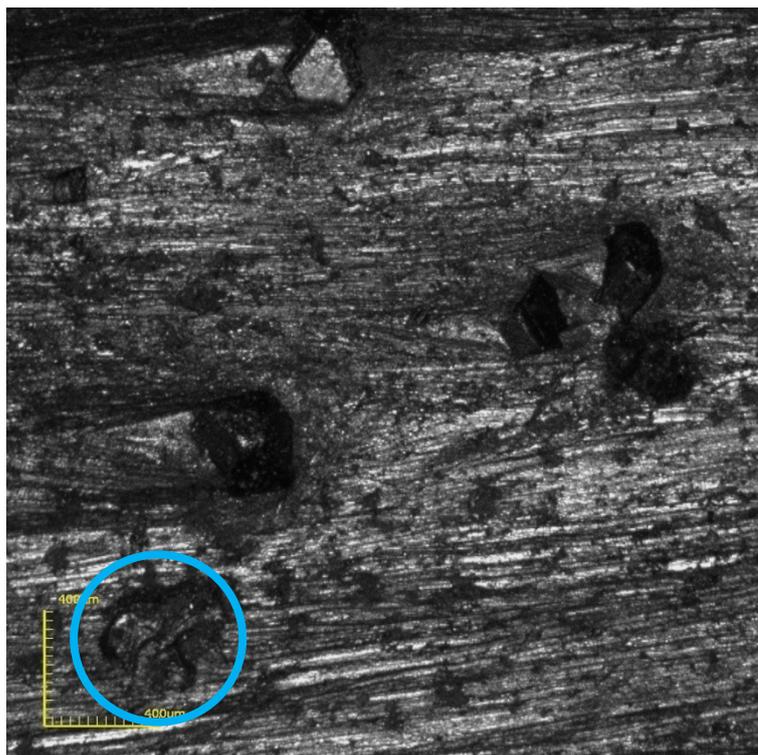


Figura 81- Ocorrência de Pull Out no segmento M1D após o ensaio de desgaste.

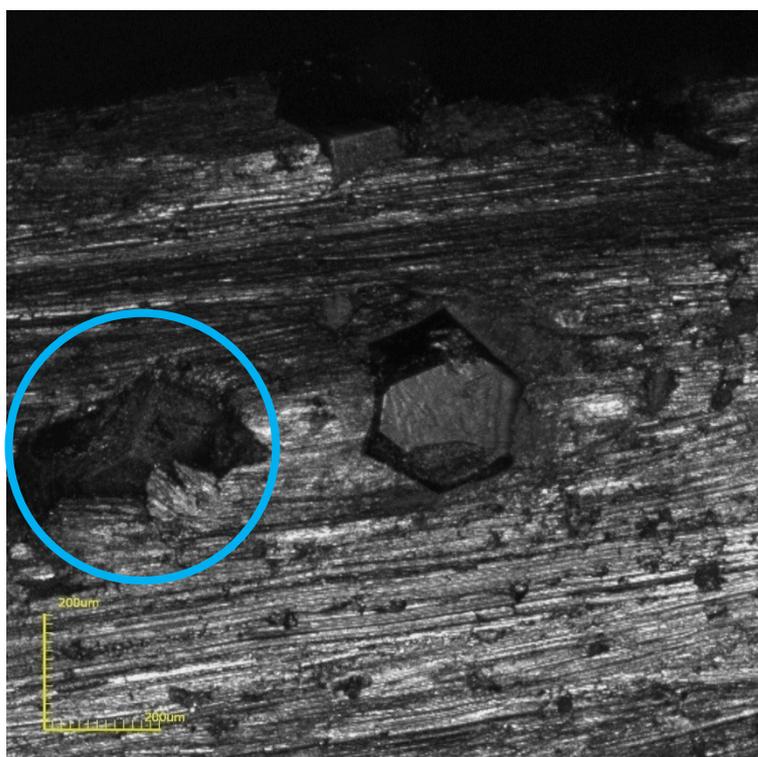


Figura 82- Ocorrência de Pull Out no segmento M2D após o ensaio de desgaste.

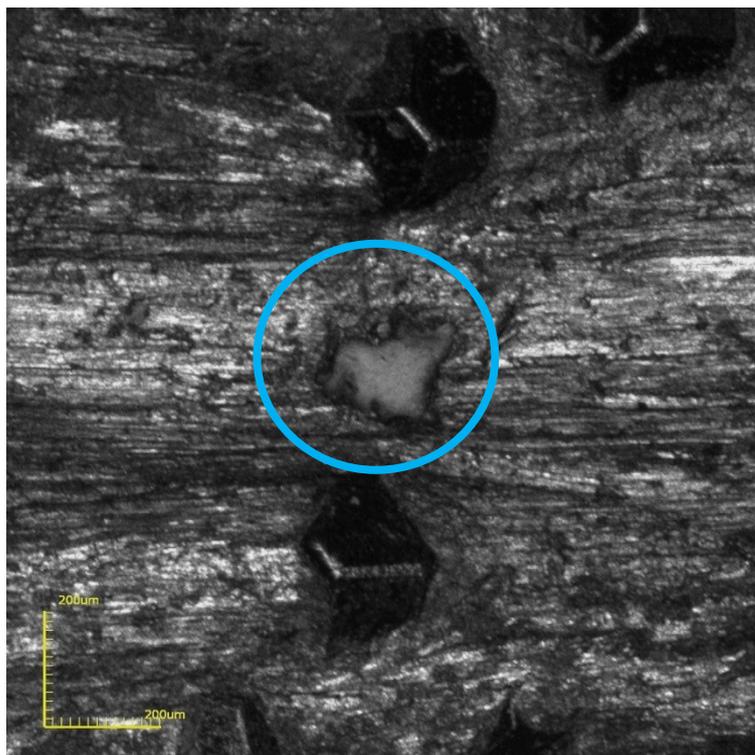


Figura 83- Ocorrência de Pull Out no segmento M3D após o ensaio de desgaste.

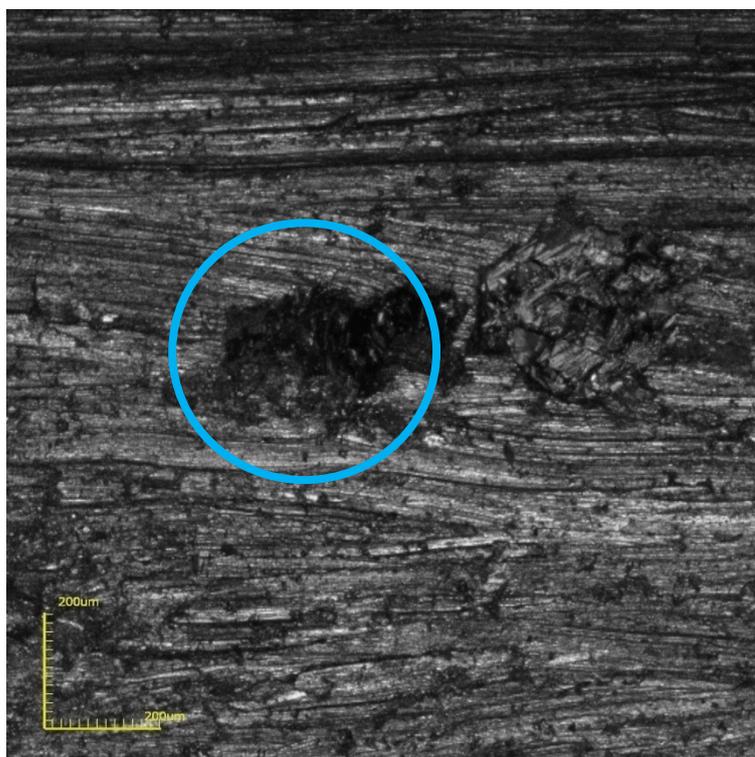


Figura 84- Ocorrência de Pull Out no segmento M4D após o ensaio de desgaste.

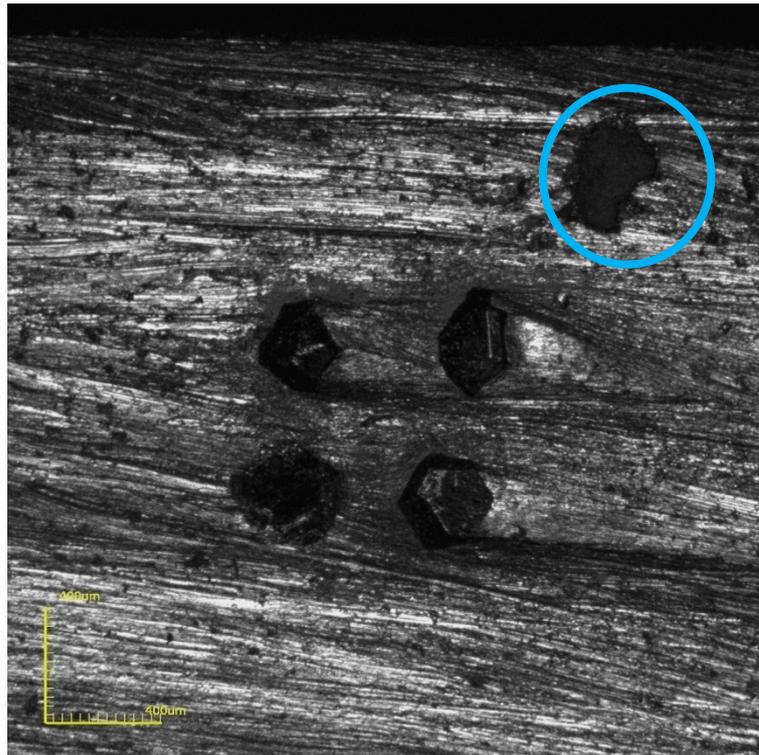


Figura 85 -Ocorrência de Pull Out no segmento M5D após o ensaio de desgaste.

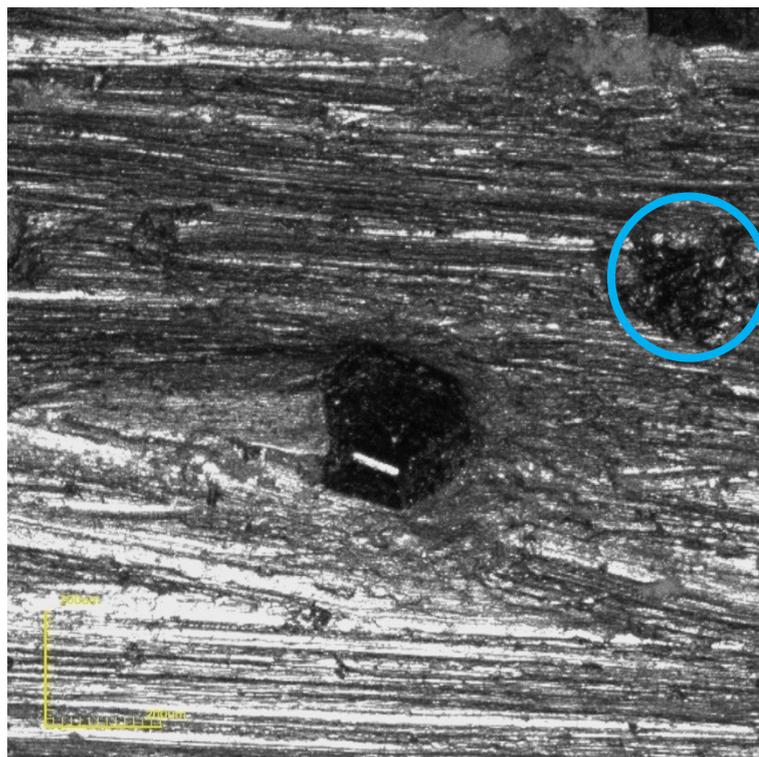


Figura 86- Ocorrência de Pull Out no segmento M6D após o ensaio de desgaste.

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).

A partir das micrografias pode-se observar que os resultados apresentados na tabela 15 foram coerentes. As amostras M1D e M4D que apresentaram melhor aderência ao diamante, pois as mesmas apresentaram cristais emergentes, inteiros e polidos. Com isso ambas obtiveram melhor resultados em relação às outras com adição de óxido, pois os defeitos encontrados nos cristais são microfraturados não afeta negativamente a vida da ferramenta.

Esta perda de massa dos compósitos é em relação aos diamantes expostos na superfície da matriz que deram continuidade à operação de corte, resultando assim em perda de matriz metálica ligante e diamantes.

A falta de uniformidade da microdureza ao longo do segmento leva a ocorrência do efeito “cometa”. O nome deste efeito é devido à observação da configuração de um núcleo e uma cauda (semelhante a um cometa) que reflete uma saliência da liga metálica não desgastada. Esse efeito é esperado para que os novos diamantes situados ao longo de toda altura do segmento venham emergir, porém a presença de um rastro pronunciado deixado na amostra não é desejado, pois além de poder provocar quebra das partículas de diamantes, pode aumentar a frequência de arrancamento dos diamantes, o que pode reduzir a vida útil da ferramenta (Figuras 87 a 93)(Almeida, 2012).

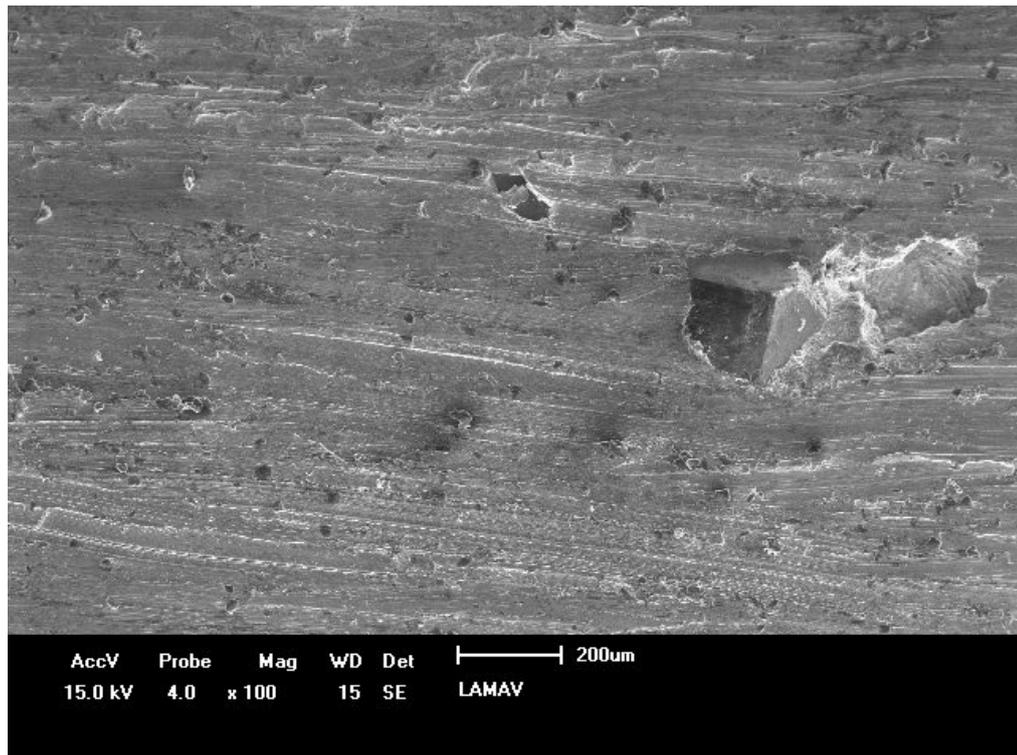


Figura 87 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M0D ocorrido após o ensaio de desgaste

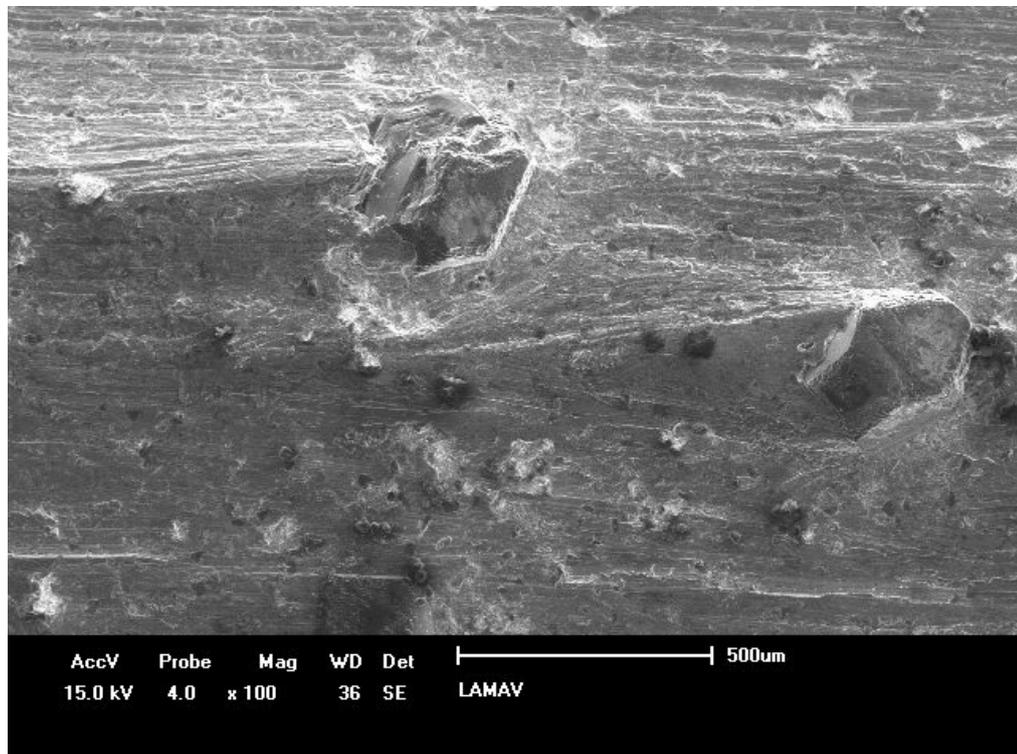


Figura 88 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M1D ocorrido após o ensaio de desgaste

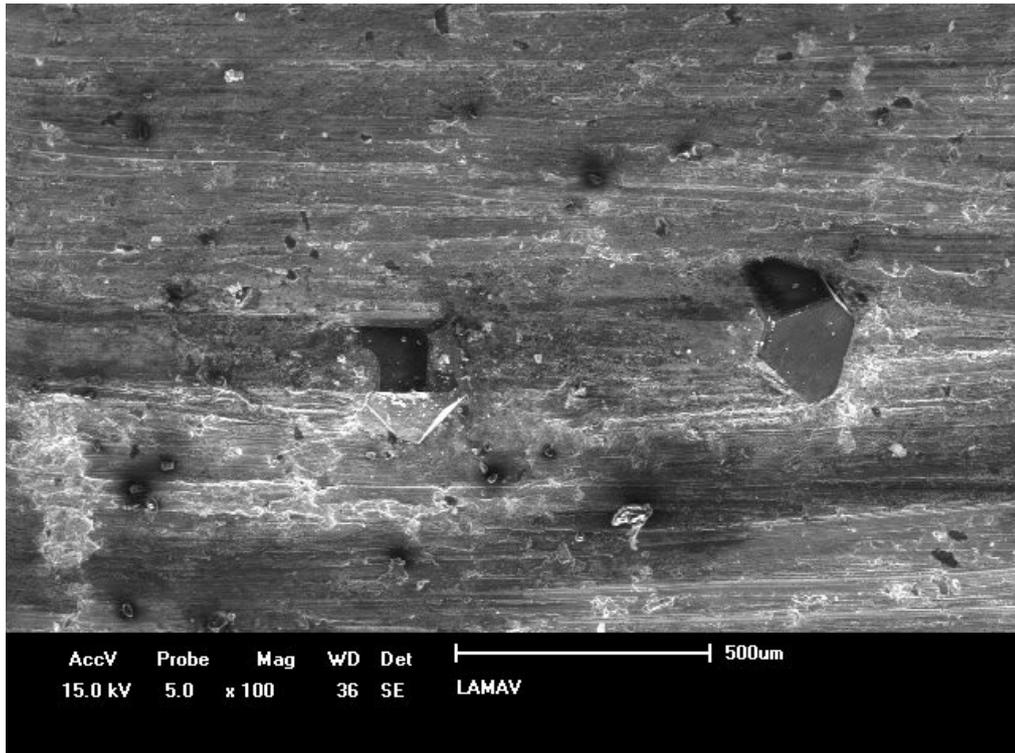


Figura 89 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M2D ocorrido após o ensaio de desgaste

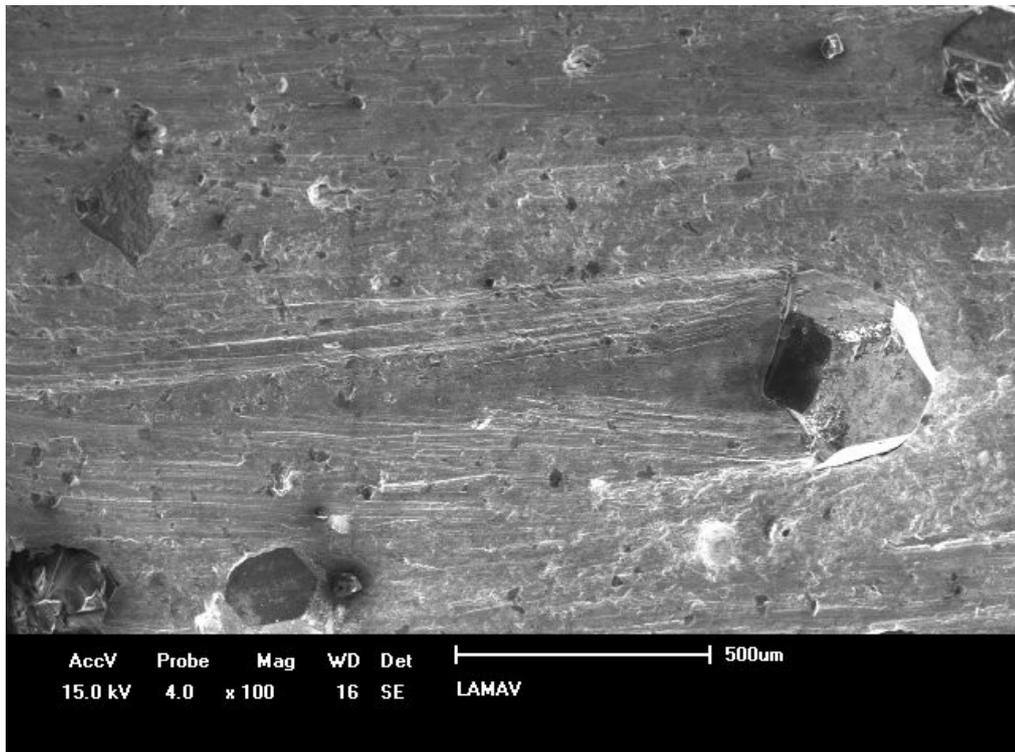


Figura 90 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M3D ocorrido após o ensaio de desgaste

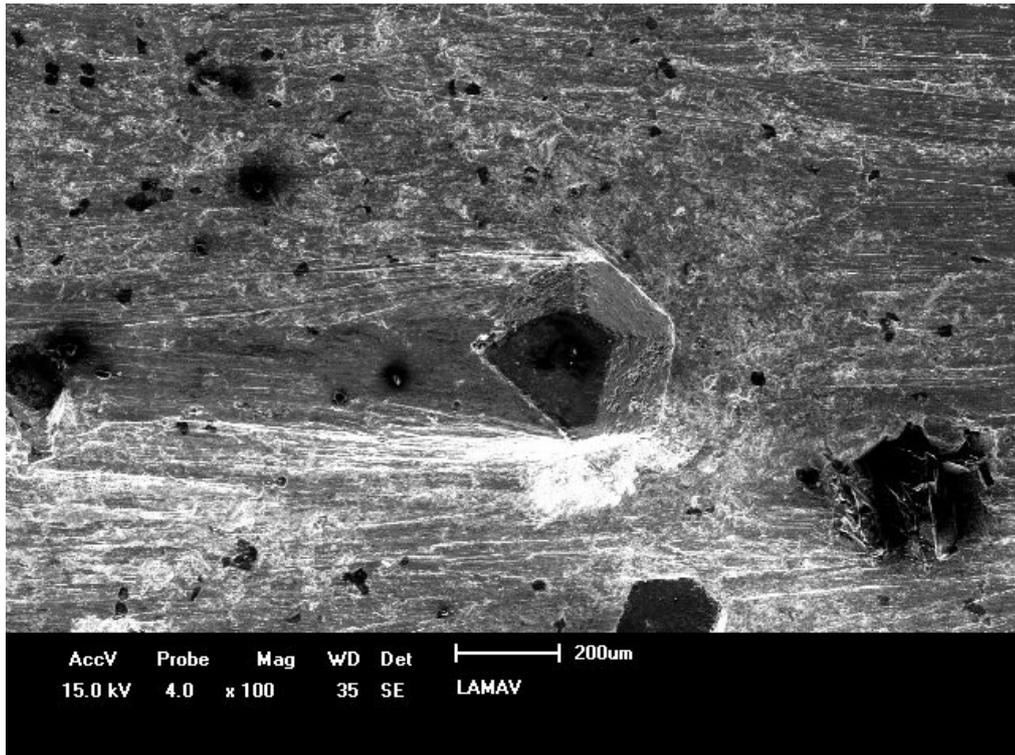


Figura 91- Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M4D ocorrido após o ensaio de desgaste

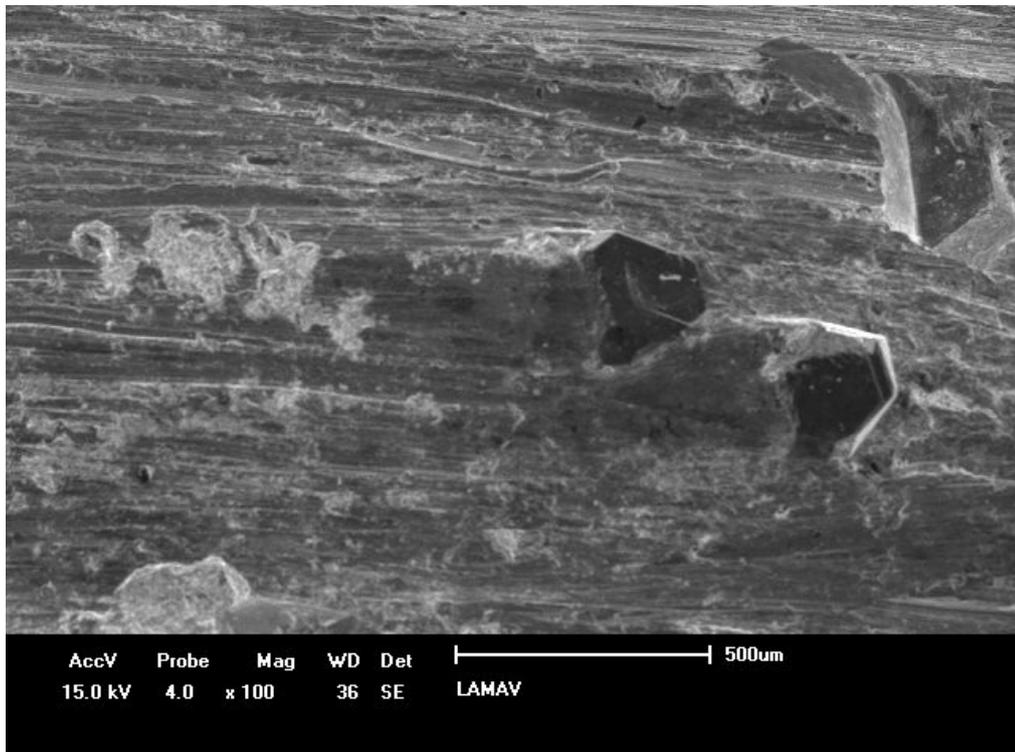


Figura 92 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M5D ocorrido após o ensaio de desgaste

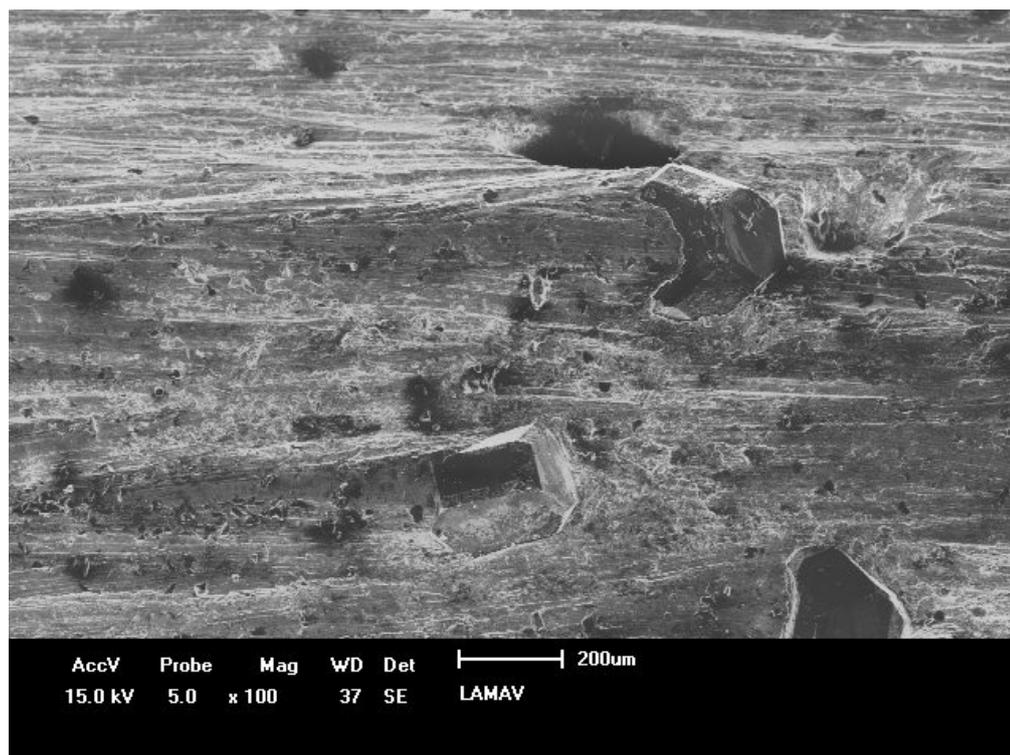


Figura 93 - Efeito cometa observado para uma amostra do tipo M6D ocorrido após o ensaio de desgaste.

CAPÍTULO 5

Conclusões

A presente tese de doutorado caracterizou o sistema Fe-Cu-Sn-Ni-WC com adição de óxidos com e sem adição de diamante, em substituição ao cobalto. Este estudo alcançou seu objetivo principal, com êxito nos seus resultados, onde pode-se constatar:

- Os compósitos diamantados à base de Fe-Cu-Ni-Sn-WC, com adição de óxidos, foram obtidos em condições de viabilidade tecnológica tanto de fabricação quanto de aplicação como segmentos de corte em serras circulares.

- As matrizes metálicas apresentaram estruturas similares, composta Fe_3Sn , Fe_4Cu_3 , Fe_3Sn_2 , Cu, WC, $Sn_{11}Cu_{40,5}$, FeNi, Fe, $Cu_{38}Ni$, independente do óxido aplicado. Evidenciando que a presença do óxido não possibilitou a formação de novas fases. Porém exibiram efeito sobre as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos estudados.

- O espectro de EDS de todas as composições possibilitou a identificação dos elementos presentes na formulação, corroborando os resultados obtidos na difração de raios x.

- As propriedades mecânicas das ligas e compósitos apresentam bons resultados de resistência à flexão comparada com a do compósito com o cobalto, variando de 1706, 460N para o óxido de alumínio com a menor tensão de flexão até o maior valor de tensão de flexão de 2026, 201 N para o óxido de lantânio, superando a matriz de cobalto com 1854,726N.

- A matriz M4 foi a que apresentou maior valor de resistência abrasão (0,40), e menor perda de massa (2,51) em relação à matriz com cobalto

- As análises micrográficas por confocal, após as fraturas dos corpos de prova, permitiram constatar a influência dos cristais de diamantes, bem como sua aderência na matriz, sobre o mecanismo de fratura do material por flexão.

- Na análise estrutural dos compósitos diamantados por Microscopia Confocal e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), as ligas mostraram-se eficiente na retenção dos cristais de diamante devido à boa interação matriz-diamante, possibilitando assim a ancoragem dos cristais na matriz;

- Em termos gerais, o mecanismo de desgaste dos compósitos diamantados seguiu o padrão clássico de desgaste de uma ferramenta de corte impregnada com desgaste equilibrado entre matriz/diamante, onde foi possível observar todos os ciclos do diamante de desgaste (emergentes, inteiros, polidos, micro e macrofatruados e, finalmente o pull-out.

- Além das propriedades físicas alcançadas, conseguiu-se substituir o cobalto nos compósitos diamantados e reduzir os riscos ao meio ambiente. Indicando a possibilidade de fabricar serras diamantadas com a liga Fe-Cu-Ni-Sn-Wc-(óxido).

- Dos óxidos estudados o que apresentou menor eficiência foi o óxido de nióbio, já o óxido com os melhores resultados nas análises realizadas foi o de lantânio.

CAPÍTULO 6

Sugestões

Diante das conclusões apresentadas, e com objetivo de aperfeiçoamento de ferramentas destinadas ao corte de rochas ornamentais, propõe-se:

- 1- A continuação deste trabalho, através da fabricação dos compósitos estudados, e realização de testes de desgaste a nível industrial, com objetivo de levantar dados de tempo de vida útil dos compósitos produzidos frente aos compósitos diamantados comerciais;
- 2- Aplicar os compósitos abrasivos a base de Fe-Cu-Ni-Sn-WC-Óxido-Diamante no corte de diferentes tipos de rochas ornamentais, além, do gnaisse;
- 3- Utilizar diamantes e outros óxidos no preparo de compósitos e testar o desempenho dos mesmos a condições similares de corte.
- 4- Realizar um estudo de viabilidade econômica, fazendo uma comparação mais eficiente entre os compósitos diamantados comerciais versus o compósito do sistema Fe-Cu-Ni-Sn-WC-Óxido-Diamante. Com finalidade de se obter mais informações sobre a aceitação destes compósitos a base de materiais abrasivos no setor de rochas ornamentais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

ABIROCHAS – Associação Brasileira da Indústria de Rochas Ornamentais. Disponível em: <http://www.abirochas.com.br>. Acessos em: Maio 2015 e Janeiro de 2016.

Aigueira, R. B., Alvarenga, S. D. (2005) Processamento e Avaliação de Compósito Diamantado para o Polimento de Rochas Abrasivas. Revista Matéria, v. 10, n. 3, pp. 419 – 428.

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.

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.

Assis, J. M. K. (2007) Estudo comparativo de compósitos alumina-zircônia tetragonal e de cerâmicas de alumina aditivada com nióbia para aplicações estruturais / João Marcos Kruszynski de Assis. - São José dos Campos: INPE,. 113 p.; (INPE-15150-TDI/1282).

ASM Handbook (1973) Metallography, Structures and Phase Diagrams. V.8. 8.ed. p.293.

Askeland, D., R., (1996). The Science and Engineering of Materials. 3 ed. Chapman and Hall.

Barquete, D.M. 1997 Estudo de interface na deposição química de diamante, a partir da fase vapor, sobre carboneto de tungstênio sinterizado por cobalto. Tese

(Mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica), São José dos Campos -- SP, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 152p.

Braga, N. A.; Ferreira, N. G.; Cairo, C. A. A. 2007 Obtenção de Titânio Metálico com Porosidade Controlada por Metalurgia do Pó. Química Nova, Vol. 30, No. 2, 450-457.

Carvalho, K. T. G. (2009) Síntese e modificação de óxidos de nióbio para uso como catalisadores em reações de oxidação: estudos por cálculos teóricos e evidências experimentais. Dissertação (Mestrado em Agroquímica). Lavras --MG, Universidade Federal de Lavras -- UFLA, 87p.

Clark, I.E., Sen, P.K.. (1998). Advances in the development of ultrahard cutting tools materials. Industrial Diamond Review, 2, 40-44.

Davies, G. J. ; Chapman, R. A.; Hedges L. K. ; Nailer S. G., Moore, M. (2007) Novel Synthetic Diamond Structures And Shapes. Industrial Diamond Review, 3, Pp. 58-62.

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.

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.

Gorni, A., Antônio Gorni Online. Disponível em: <<http://www.gorni.eng.br/protrap.html>>. Acesso em: março de 2016.

Johnson, R.E. (2005) Diagramas de fases. (Online) Metais Handbook. ASTM Internacional. Disponível em: <http://www.infomet.com.br> (capturado em 10 de março de 2016).

Jr., L. E. V., Neto, J. B. R., Hotza, D., Klein, A. N. (2009) Compósitos de matriz metálica reforçados pela dispersão de partículas cerâmicas produzidos por mecanossíntese: uma revisão. *Exacta*, vol. 7, núm. 2, pp. 195-204.

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.

Konstanty, J. *Powder Metallurgy Diamond Tools*. Krakow: ed. Elsevier, 2005.

Lima, S. P., (2007) Efeito do Alumínio nas Propriedades de Catalisadores de Níquel suportado em óxido de Lantânio. Dissertação (Mestrado em Química). Salvador - BA, Universidade Federal Da Bahia -- UFB, 117p.

Machado, D. S. (2013) Desenvolvimento De Um Compósito Diamantado Com Matriz Metálica À Base De Níquel. Dissertação (Mestrado Em Engenharia Mecânica). Florianópolis -- SC, Universidade Federal De Santa Catarina - UFSC, 132 p.

Martins, T. S., Isolani, P. C., 2005 Terras raras; aplicações industriais e biológicas. *Química Nova*, Vol. 28, No. 1, 111-117.

Martins, T. S., Hewer, T. L. R., Freire, R. S. (2007) Cério: Propriedades Catalíticas, Aplicações Tecnológicas E Ambientais. *Química Nova*, Vol. 30, No. 8, 2001-2006.

Nitkiewicz, Z., Swierzy, M., (2006). *J. Mater. Process. Technol*, vol. 1, p.306.

Nunes, E. N. (2006) Obtenção de material compósito diamantado via sinterização sob altas pressões e altas temperaturas no sistema diamante-silício. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Campos dos Goytacazes -- RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro -- UENF, 91p.

Oliveira, L. J., Filgueira M. (2007) Aplicação De Ligas Fe-Cu-SiC Como Matriz Ligante Em Ferramentas Diamantadas. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 26, n. 1, 15-20.

Oliveira, L.J. I; Filgueira, M. (2008) Pérolas diamantadas obtidas por metalurgia do pó: Nacionalização da tecnologia. Revista Matéria, v. 13, n. 1, pp. 23 – 32, 2008

Oliveira, H. C. P., Cabral, S. C., Guimarães, R. S., Filgueira, M. (2010) Propriedades Mecânicas Da Liga 25,2%Fe-49,5%Cu-24,1%Co Processada Via Prensagem A Quente. VI Congresso Nacional De Engenharia Mecânica 18 a 21 de agosto – Campina Grande – Paraíba - Brasil.

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.

Rosa, L. C., Beloto, A. F. (2013) Caracterização Morfológica e Estrutural de Diamante Micro- e Nano-cristalino do Dopado com Nitrogênio/Boro. Ministério da ciência e tecnologia, Instituto nacional de pesquisas espaciais.

Sá, A., C., Rangel, J., J., Shimoda, E., Barroso, M. F. C. M., Delvaux, A. S., Skury, A., L., D., (2012) Simulação a Eventos Discretos e Avaliação Econômica para Análise do Processo de Fabricação de Serras Diamantadas. Iberoamerican Journal of Industrial Engineering, Florianópolis, SC, Brasil, v. 4, n. 8, p. 188-206.

Sideris Junior, A. J. (2013) Obtenção e caracterização de compósitos diamantados para aplicação em serras de corte de gnaisses. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Campos dos Goytacazes -- RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro -- UENF, 170p.

Silva, J. M. V. B. S. (2011) Metalização Mecânica De ZrO₂ Com Ti Para Brasagem ZrO₂/Aço Com Ligas De Adição Sem Metal Ativo. Tese (Doutorado Em Engenharia Mecânica). Natal - RN, Universidade Federal Do Rio Grande Do Norte - UFRGN, 129p.

Scheidt, G., Silva Junior, O. P. V., Araújo, E. G., Pillis M. F. (2014) Caracterização De Filmes Finos De Óxidos De Nióbio Obtidos Por Sputtering Reativo, 21º Cbecimat

- Congresso Brasileiro De Engenharia E Ciência Dos Materiais 09 A 13 De Novembro, Cuiabá, Mt, Brasil, p: 795 - 802.

Tönshoff, H.K., Hillmann-Apmann, H., Asche J. (2002) Diamond tools in stone and civil engineering industry: cutting principles, wear and applications. *Diamond and Related Materials*, 11: 736–741

Torres, C.S; Shaeffer, L. 2010 Efeito da moagem de alta energia na morfologia e compressibilidade do compósito WC-Ni. *Revista Matéria*, v. 15, n. 1, pp. 088 – 095.

Vilarrubí, A., Pebé P., Rodríguez A. (2011) Prótesis fija convencional libre de metal: tecnología CAD CAM-Zirconia, descripción de un caso clínico. *Odontoestomatología*, Vol. XIII. Nº 18, p: 16-28.

Xipeng Xu , Xiaorui Tie, Hairong Wu (2007) The effects of a Ti coating on the performance of metal-bonded diamond composites containing rare earth. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 25: 244–249

Weber, G., Weiss, C., (2005). Diamix – A Family of Bonds Based on Diabase – V21. *Industrial Diamond Review*, n. 2, p. 28-32.