

**PROCESSAMENTO VIA METALURGIA DO PÓ E
CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS DE Fe-Cu-Co PARA USO EM
FERRAMENTAS DIAMANTADAS.**

ANDERSON DE PAULA BARBOSA

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE – UENF

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
AGOSTO – 2008**

**PROCESSAMENTO VIA METALURGIA DO PÓ E
CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS DE Fe-Cu-Co PARA USO EM
FERRAMENTAS DIAMANTADAS.**

ANDERSON DE PAULA BARBOSA

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

Orientador: Prof. Marcello Filgueira

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
AGOSTO – 2008

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

53/2008

Barbosa, Anderson de Paula

Processamento via metalurgia do pó e caracterização de ligas de Fe-Cu-Co para uso em ferramentas diamantadas / Anderson de Paula Barbosa. – Campos dos Goytacazes, 2008.

ix, 113f. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) --Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2008.

Orientador: Marcello Filgueira.

Área de concentração: Materiais de alta dureza.

Bibliografia: f. 109-113

1. Sinterização 2. Metalurgia do pó 3. Ferramentas diamantadas
4. Ligantes nacionais 5. Caracterização de ligas l. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência

**PROCESSAMENTO VIA METALURGIA DO PÓ E
CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS DE Fe-Cu-Co PARA USO EM
FERRAMENTAS DIAMANTADAS.**

ANDERSON DE PAULA BARBOSA

“Tese apresentada ao centro de Ciências e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção de título de Mestre em Engenharia e Ciências dos Materiais”.

Aprovado às 9:00 horas do dia 11 de Agosto de 2008

Comissão examinadora:

Prof. Lúcio Salgado (DSc. Tecnologia Nuclear) - IPEN/SP

Prof. João José de Assis Rangel (DSc. Engenharia de materiais) - CEFET/CAMPOS

Prof. Eduardo Atem de Carvalho (Ph.D. Engenharia Mecânica)– PPGECEM/ UENF

Prof. Guerold Sergueevitch Bobrovnichii (Ph.D. Mecânica e Física de Alta Pressão)
PPGECEM/ UENF

Prof. Marcello Filgueira (DSc. Engenharia de materiais) – PPGECEM/ UENF

Orientador

*Para Cloves de Paula Barbosa,
Sebastiana Zilda de Paula
Barbosa e Mariana de Paula
Barbosa, por compreenderem
os meus momentos ausente.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar a Deus, a razão de todas as coisas. Agradeço em especial ao Prof. Romeu Abrahão Pereira, que durante a graduação me incentivou e apoiou a seguir a vida acadêmica. Ao amigo Josemar de Souza, pelo incentivo ao meu ingresso no curso de Pós-graduação.

A meu orientador Marcello Figueira, pelo apoio, atenção e auxílio nos trabalhos de pesquisa.

Aos meus Pais Cloves e Zilda e à minha irmã Mariana, pelo apoio e compreensão sempre prestados. À Fernanda, minha namorada, pela compreensão nos momentos de ausência e pelas palavras de incentivo.

À dona Maria de Lourdes, pelo carinho, dedicação, conselhos e presença constante durante todo o mestrado.

Ao Toninho e Josemar, pelo empenho e ajuda durante os estudos.

Aos colegas Regina, Patricia Apelo, Framir Fernandes, Stênio Cavallier, Valtency Guimaraes, Elaine e Sidney pela convivência durante esta etapa da minha vida.

Aos colegas do laboratório que me ajudaram, Renan, Alex, Luciano, Ronaldo Quintanilha Pedro Ivo, Lidiane, Hellem e Pedro Mendes.

Aos professores do LAMAV/CCT/UENF que, de alguma forma, contribuíram para a conclusão deste trabalho; e a todos os funcionários, pela companhia e ambiente familiar.

À E.E. Professor Tomas Aquino Pereira, onde estudei e me tornei um cidadão capaz desta conquista. Em especial aos professores, obrigado por terem me proporcionado uma convivência tão fraterna.

Às escolas onde trabalhei, pelo incentivo em continuar meus estudos.

A todos os meus familiares, tios(as), primos(as), pela força e orações.

A todos que de alguma forma contribuíram, Muito Obrigado!!!

SUMÁRIO

| | |
|---|-----|
| ÍNDICE DE FIGURAS | I |
| ÍNDICE DE TABELAS | VII |
| RESUMO | XII |
| ABSTRACT | IX |
| | |
| CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO | 1 |
| 1.1 Aspectos Gerais | 1 |
| 1.2 Objetivos | 2 |
| 1.3 Justificativa | 3 |
| | |
| CAPITULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 4 |
| 2.1 Sinterização | 4 |
| 2.2 Sinterização por fase líquida | 5 |
| 2.2.1 Estágios da sinterização por fase líquida | 6 |
| 2.3 Efeitos da sinterização sobre as propriedades | 11 |
| 2.4 Aspectos das interações Fe-Cu-Co | 12 |
| 2.5 Aspecto da sinterização Fe-Cu | 16 |
| 2.6 Características gerais da sinterização Fe-Cu-Co | 19 |
| 2.6.1 COBALITE HDR | 24 |
| 2.6.2 DIABASE | 26 |
| 2.6.3 NEXT | 28 |
| 2.7 Proposta técnica a ser resolvida | 31 |
| | |
| CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS | 32 |
| 3.1 Caracterização dos pós | 35 |
| 3.2 Definição das misturas | 38 |
| 3.3 Mistura das composições | 38 |
| 3.4 Compactação | 38 |
| 3.5 Volatilização da cânfora e sinterização | 39 |
| 3.5.1 Sinterização | 39 |
| 3.6 Preparação Metalografia para investigação microestrutural | 39 |
| 3.7 Microscopia Ótica | 40 |
| 3.7.1 Difração de Raio-X | 40 |
| 3.7.2 Microscopia eletrônica de Varredura | 41 |
| 3.7.3 Microscopia eletrônica EDS | 41 |
| 3.8 Métodos de Caracterização das Propriedades Mecânicas | 41 |
| 3.8.1 Ensaio de dureza Rockell B | 42 |

| | |
|--|-----|
| 3.8.2 Ensaio de Desgaste por Abrasão | 42 |
| CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES | 48 |
| 4.1 Perda de massa após secagem dos sinterizados dos sistemas Fe-Cu e Fe-Cu-Co | 48 |
| 4.2 Densidades a verde | 49 |
| 4.2.1 Retração/inchaço e perda de massa após a sinterização Fe-Cu e Fe-Cu-Co | 52 |
| 4.2.2 Microestrutura dos sinterizados | 54 |
| 4.3 Avaliação da dureza Rockwell B | 62 |
| 4.4 Perda de massa após Abrasão | 64 |
| 4.4.1 Força Tangencial | 65 |
| 4.4.2 Temperatura de ensaio de desgaste por Abrasão | 72 |
| 4.5 O sistema Fe-Cu – 20% pCo | 76 |
| 4.5.1 Microestrutura | 76 |
| 4.6 Estrutura | 79 |
| 4.6.1 Difração de Raio-X | 79 |
| 4.6.2 EDS | 83 |
| 4.6.3 Alguns comentários sobre os sistemas Fe-Cu, Co-Cu, Co-Fe e Fe-Cu-Co | 98 |
| 4.7 Considerações finais | 106 |
| CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES | 107 |
| CAPÍTULO 6: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 109 |

ÍNDICES DE FIGURAS

| | | |
|-------------|---|----|
| Figura 2.1- | Esquema dos estágios clássicos da sinterização por fase líquida envolvendo uma mistura de pós (adaptando de GERMAN, 1985). | 6 |
| Figura 2.2 | Mecanismo de acomodação de forma e crescimento de pescoço durante o estágio intermediário: (a) achatamento; (b) dissolução de grãos finos; e (c) difusão no estado sólido (GERMAN, 1996). | 8 |
| Figura 2.3 | Contração linear na sinterização por fase líquida (Gomes, 1993) | 10 |
| Figura 2.4 | Relação dos tamanhos dos átomos ferro cobre cobalto. | 13 |
| Figura 2.5 | Diagrama de fases Ferro Cobalto, fonte metais Handbook, editado pela ASTM Internacional | 14 |
| Figura 2.6 | Diagrama de fases Cobre Cobalto, fonte metais Handbook, editado pela ASTM Internacional. | 15 |
| Figura 2.7 | Ilustração dos fenômenos de densificação e inchaço (Geman, 1985). SA é a solução do aditivo no metal base e S B é solubilidade do metal base no aditivo. | 17 |
| Figura 2.8 | Diagrama de fases do sistema Fe-Cu.(ASM Handbook {1999}) | 18 |
| Figura 2.9 | Diagrama ternário isoterma a 1400K, [retirado de Mauro Palumbo et al 2006 | 20 |
| Figura 2.10 | Diagrama pseudo-binário. Temperaturas de transformação: [retirado de curioto et al 2007 | 21 |
| Figura 2.11 | Sinais DSC da liga 25%Fe-50%Cu-25%Co [retirado de Curiotto et al, 2000]. | 22 |
| Figura 2.12 | Composição 50%Cu-50%Co-25%Fe em diferentes taxas de resfriamento. [retirado de Curiotto et al, 2000]. | 23 |
| Figura 2.13 | Imagem obtida por elétrons retro-espalhados da liga 25Fe-50Cu-25Co, após fusão a arco. Regiões ricas em cobalto e ferro. [retirado de Curiotto et al, 2000] | 24 |
| Figura 2.14 | Micrografia mostrando a liga 66%pFe-7%pCu-27%pCo (Cobalite HDR), [Clark e Kamphuis, 2002]. | 25 |
| Figura 2.15 | Densidade da liga 66%pFe-7%pCu-27%pCo – Cobalite HDR – | 25 |

| | | |
|-------------|--|----|
| | após prensagem a quente [Clark e Kamphuis, 2002]. | |
| Figura 2.16 | Ductilidade (resistência ao impacto) da liga 66%pFe-7%pCu-27%pCo (Cobalite HDR) após prensagem a quente [Clark e Kamphuis, 2002]. | 26 |
| Figura 2.17 | Dureza e densidade em função da temperatura de sinterização da DIABASE-V21 [Weber e Weiss, 2005]. | 27 |
| Figura 2.18 | Curvas de densificação das ligas NEXT Cu-Fe-Co processadas por prensagem a quente [Del Villar et al., 2001]. | 29 |
| Figura 2.19 | Dureza Rockwell B das ligas NEXT Cu-Fe-Co processadas por prensagem a quente [Del Villar et al., 2001]. | 29 |
| Figura 2.20 | Seção isotérmica (850°C) do diagrama de fases ternário das ligas NEXT Cu-Fe-Co [Del Villar et al., 2001]. | 30 |
| Figura 2.21 | Micrografia da liga NEXT-100 Cu-Fe-Co processada por prensagem a quente (700°C, 30MPa, 3 min), mostrando a fase dúctil rica em cobre (contraste branco), fase Fe-Co (em cinza) e óxidos de ferro (em preto) [Del Villar et al., 2001]. | 31 |
| Figura 3.1 | Gráfico do tamanho médio de aglomerados do pó de Ferro em valores acumulativos utilizando um meio com água destilada em um tempo de dispersão de 60 segundos. | 33 |
| Figura 3.2 | Gráfico do tamanho médio de aglomerados do pó de Cobre em valores acumulativos utilizando um meio com água destilada em um tempo de dispersão de 60 segundos. | 33 |
| Figura 3.3 | Gráfico do tamanho médio de aglomerados do pó de Cobalto em valores acumulativos utilizando um meio com água destilada em um tempo de dispersão de 60 segundos. | 34 |
| Figura 3.4 | Diagrama de fases do sistema Fe-Cu com as porcentagens de cada mistura [ASM Handbook 1999]. | 36 |
| Figura 3.5 | Diagrama Fe-Cu-Co com a representação das diferentes composições em porcentagem [Del Villar et al., 2001]. | 37 |
| Figura 3.6 | Desenho esquemático das amostras que serão utilizadas na caracterização microestrutural e ensaios mecânicos. | 38 |
| Figura 3.7 | Equipamento Abrasímetro microprocessador Modelo AB800-E da Contenco. | 43 |
| Figura 3.8 | Tela de ensaio dos corpos de prova. | 44 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Figura 3.9 | Suporte para ensaios dos corpos de prova | 45 |
| Figura 3.10 | Abrasímetro em operação: a) início do teste após a fixação dos corpos de prova; b) e c) funcionamento durante o ensaio; d) durante o ensaio – composição sendo desgastada Aigueira. R. B. (2006). | 46 |
| Figura 3.11 | Forças presentes no deslizamento de um corpo. | 47 |
| Figura 4.1 | Perda de massa após retirada da cânfora. | 48 |
| Figura 4.2 | Curva mostrando os três estágios da compactação [Gomes, 1995]. | 50 |
| Figura 4.3 | Retração e inchaço após sinterização, a 1150°C da liga Fe-Cu-Co. | 52 |
| Figura 4.4 | Perda de massa após a sinterização a 1150° C. | 53 |
| Figura 4.5 | (A) Micrografia do sistema Fe-15%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos; (B) Micrografia do sistema Fe-30%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos; (C) Micrografia do sistema Fe-45%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos; (D) Micrografia do sistema Fe-60%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos. | 55 |
| Figura 4.6 | (A) Micrografia do sistema Fe-15%pCu com adição de 10%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (B) Micrografia do sistema Fe-30%pCu com adição de 10%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (C) Micrografia do sistema Fe-45%pCu com adição de 10%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (D) Micrografia do sistema Fe-60%pCu com adição de 10%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos. | 56 |
| Figura 4.7 | (A) Micrografia do sistema Fe-15%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (B) Micrografia do sistema Fe-30%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (C) Micrografia do sistema Fe-45%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (D) Micrografia do sistema Fe-60%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos. | 57 |
| Figura 4.8 | (A) Micrografia do sistema Fe-15%pCu com adição de 30%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (B) Micrografia do sistema Fe-45%pCu com adição de 30%p Cobalto sinterizados | 58 |

a 1150°C/25 minutos; (C) Micrografia do sistema Fe-60%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos; (D) Micrografia do sistema Fe-60%pCu com adição de 30%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos.

| | | |
|-------------|---|----|
| Figura 4.9 | Micrografia do sistema Fe-15%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos, atacadas com H ₃ PO ₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos. | 59 |
| Figura 4.10 | Micrografia do sistema Fe-30%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos, atacadas com H ₃ PO ₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos. | 60 |
| Figura 4.11 | Micrografia do sistema Fe-45%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos, atacadas com H ₃ PO ₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos. | 61 |
| Figura 4.12 | Micrografia do sistema Fe-60%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos, atacadas com H ₃ PO ₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos. | 61 |
| Figura 4.13 | Gráfico de dureza Rockwell B | 62 |
| Figura 4.14 | Perda de massa após abrasão para misturas de Fe-Cu-Co sinterizados a 1150°C/25 minutos. | 65 |
| Figura 4.15 | Esquema do contato entre o disco de granito e o corpo de prova durante o ensaio. | 66 |
| Figura 4.16 | Força tangencial de corte para composições de Fe-Cu sem adição de cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos. | 67 |
| Figura 4.17 | Força tangencial de corte para composições de Fe-Cu com adição de 10% de cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos. | 68 |
| Figura 2.18 | Força tangencial de corte para misturas de Fe-Cu com adição de 20% de cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos. | 69 |
| Figura 2.19 | Força tangencial de corte para misturas de Fe-Cu com adição de 30% de cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos. | 71 |
| Figura 4.20 | Temperatura durante o ensaio de abrasão para misturas de Fe- | 73 |

| | | |
|-------------|---|----|
| | Cu sem adição de cobalto sinterizadas a 1150°C/25 minutos. | |
| Figura 4.21 | Temperatura durante o ensaio de abrasão para misturas de Fe-Cu com adição de 10% de cobalto sinterizadas a 1150°C/25 minutos. | 73 |
| Figura 4.22 | Temperatura durante o ensaio de abrasão para misturas de Fe-Cu com adição de 20% de cobalto sinterizadas a 1150°C/25 minutos. | 74 |
| Figura 4.23 | Temperatura durante o ensaio de abrasão para misturas de Fe-Cu com adição de 30% de cobalto sinterizadas a 1150°C/25 minutos. | 75 |
| Figura 4.24 | Aspecto Microestrutural da liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09). | 77 |
| Figura 4.25 | Aspecto Microestrutural da liga 50%pFe-30%pCu-20%pCo, (amostra M10). | 78 |
| Figura 4.26 | Aspecto Microestrutural da liga 35%pFe-45%pCu-20%pCo, (amostra M11). | 78 |
| Figura 4.27 | Aspecto Microestrutural da liga 20%pFe-60%pCu-20%pCo, (amostra M12). | 79 |
| Figura 4.28 | Espectro de difração de raio-X para liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09). | 80 |
| Figura 4.29 | Espectro de difração de raio-X para liga 50%pFe-30%pCu-20%pCo, (amostra M10). | 80 |
| Figura 4.30 | Espectro de difração de raio-X para liga 35%pFe-45%pCu-20%pCo, (amostra M11). | 81 |
| Figura 4.31 | Espectro de difração de raio-X para liga 20%pFe-60%pCu-20%pCo, (amostra M12). | 81 |
| Figura 4.32 | Espectro de difração de raio-X para liga Fe-50%pCu-25%pCo. [Dell Villar et al 2001]. | 83 |
| Figura 4.33 | Localização dos pontos de análise química A, B, C e C em amostra da liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09). | 84 |
| Figura 4.34 | Localização do ponto de análise química C em amostra da liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09). | 84 |
| Figura 4.35 | Localização dos pontos de análise química E e D em amostra da liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09). | 85 |

| | | |
|-------------|---|-----|
| Figura 4.36 | Espectro de EDS, relativo ao ponto A da figura (4.33). | 85 |
| Figura 4.37 | Espectro de EDS, relativo ao ponto B da figura (4.33). | 86 |
| Figura 4.38 | Espectro de EDS, ponto C ilustrado figura (4.33 e 4.34). | 86 |
| Figura 4.39 | Espectro de EDS, relativo ao ponto D da figura (4.33). | 87 |
| Figura 4.40 | Espectro de EDS, relativo ao ponto E da figura (4.33). | 87 |
| Figura 4.41 | Localização dos pontos de análise química A, B e C, em amostra da liga 50Fe-30Cu-20Co. | 90 |
| Figura 4.42 | Espectro de EDS, relativo ao ponto A da figura (4.41). | 90 |
| Figura 4.43 | Espectro de EDS, relativo ao ponto B da figura (4.41). | 91 |
| Figura 4.44 | Espectro de EDS, relativo ao ponto C da figura (4.41). | 91 |
| Figura 4.45 | Localização dos pontos de análise química A e B em amostra da liga 35Fe-45Cu-20Co. | 93 |
| Figura 4.46 | Espectro de EDS, relativo ao ponto A da figura (4.45). | 94 |
| Figura 4.47 | Espectro de EDS, relativo ao ponto B da figura (4.45). | 94 |
| Figura 4.48 | Localização dos pontos de análise química A, B e C em amostra da liga 20Fe-60Cu-20Co. | 96 |
| Figura 4.49 | Espectro de EDS, relativo ao ponto B da figura (4.48). | 96 |
| Figura 4.50 | Espectro de EDS, relativo ao ponto C da figura (4.48). | 97 |
| Figura 4.51 | Espectro de EDS, relativo ao ponto D da figura (4.48). | 97 |
| Figura 4.52 | Diagrama de fases Fe-Cu [ASM Handbook, 1973]. | 99 |
| Figura 4.53 | Diagrama de fases Co-Cu [ASM Handbook, 1973]. | 100 |
| Figura 4.54 | Diagrama de fases Co-Fe [ASM Handbook, 1973]. | 100 |
| Figura 4.55 | Isoterma 1127° (1400K) do sistema Fe-Cu-Co [retirado de Palumbo et al, 2006]. | 102 |
| Figura 4.56 | Isoterma Fe-Cu-Co: (a) 1000°C; (b) 977°C; (c) 937°C; (d) 907°C; (e) 900°C; (f) 855°C; (g) 800°C [retirado de Bein et al, 2000]. | 103 |
| Figura 4.57 | Sinais DSC da liga 25Fe-50Cu-25Co [retirado de Curiotto et al, 2000]. | 104 |
| Figura 4.58 | Imagem obtida por elétrons retro-espalhados da liga 25Fe-50Cu-25Co, após fusão a arco. Regiões ricas em cobalto e ferro. [retirado de Curiotto et al, 2000] | 105 |
| Figura 4.59 | Aspecto Microestrutural da liga 20%pFe-60%pCu-20%pCo, (amostra M12) aspectos típicos da formação eutetóide. | 105 |

INDICE DE TABELAS

| | | |
|------------|--|-----|
| Tabela 2.1 | Características de elementos selecionados. | 12 |
| Tabela 2.2 | Composição aproximada dos ligantes DIABASE | 27 |
| Tabela 2.3 | Composição química (% em peso) das ligas NEXT Cu-Fe-Co [Del Villar et al., 2001] | 28 |
| Tabela 3.1 | Condições experimentais utilizadas na Difração de Raios - X. | 32 |
| Tabela 3.2 | Análises químicas dos pós de ferro e cobre (ambos PAJ, fabricados via atomização – METALPÓ) – % em peso. | 34 |
| Tabela 3.3 | Tamanho médio de partícula e área superficial específica, dos pós de cobre, ferro e cobalto. | 34 |
| Tabela 3.4 | Condições experimentais utilizadas na Difração de Raios - X | 41 |
| Tabela 4.1 | Densidade cristalina e densidade dos sinterizados através da regra das misturas. | 51 |
| Tabela 4.2 | Análise química nos pontos A –E da liga 65Fe-15Cu20Co, relativo às figuras (4.33 – 4.35). | 88 |
| Tabela 4.3 | Análise química nos pontos A, B e C da liga 50Fe-30Cu20Co, relativo à figura (4.41). | 92 |
| Tabela 4.4 | Análise química nos pontos A e B da liga 35Fe-45Cu20Co, relativo à figura (4.45). | 95 |
| Tabela 4.5 | Análise química nos pontos A, B e C da liga 35Fe-45Cu20Co, relativo à figura (4.48). | 98 |
| Tabela 4.6 | Diâmetros atômicos e valências do Fe,Cu e Co. [Flinn e Trojan, 2005]. | 101 |

RESUMO:

Neste presente trabalho foram abordados aspectos microestruturais, estruturais e propriedades mecânicas de uma liga de ferro cobre com adição de cobalto, para futura utilização como ligante em ferramentas diamantadas. Foi realizado o estudo das propriedades mecânicas da liga Fe-Cu com a adição controlada de cobalto, processada via metalurgia do pó convencional, demonstrando resultados próximos aos de ligantes utilizados em ferramentas diamantadas existentes no mercado. Tendo em vista os problemas ambientais gerados pela utilização do cobalto como matéria prima industrial e seu alto valor comercial, torna-se viável a pesquisa de novas tecnologias que buscam diminuir seu teor na produção de ferramentas diamantadas. O procedimento experimental foi baseado nas composições de Fe (15 – 30 – 45 – 60) %Cu com adição de 10, 20 e 30% em peso de Co, compactados a uma pressão de 350 MPa, sinterizados em uma atmosfera de vácuo à 1150°C/25 min. Ensaio de dureza e de resistência à abrasão demonstraram um crescimento da dureza da liga e um menor desgaste nas composições com o aumento do teor de cobalto. Este resultado é discutido em termos da formação de uma solução sólida entre Fe-Co, mesmo ocorrendo o inchaço no processo de sinterização da liga.

Dentre as análises, foram feitas microscopia ótica, difração de raio-X, EDS e microscopia eletrônica de varredura nas ligas produzidas. Comparando as ligas estudadas às ligas comerciais importadas, os resultados foram satisfatórios e compatíveis com o que há no mercado, uma vez que se utilizou uma quantidade maior de pós ligantes nacionais. Isso sugere a completa absorção de tecnologia de processamento de ferramentas diamantadas e uma grande redução no custo de produção.

As composições contendo 30% em peso de cobalto apresentaram melhores resultados nas propriedades das ligas, contudo as ligas de 20% cobalto também atingiram resultados próximos às de 30% peso cobalto que, se levados em conta os aspectos econômicos e ambientais, são as mais viáveis. Uma redução de 10% cobalto em grande escala representa uma economia significativa para a indústria e um ganho para o meio ambiente.

ABSTRACT

In this work were boarded microstructural aspects, structural and mechanical properties of an alloy of iron, copper with the addition of cobalt, for future use as a binder in diamond tools. The study was conducted of the mechanical properties of the alloy Fe-Cu with the controlled addition of cobalt, processed via powder metallurgy of conventional, showing similar results to those of binders used in diamond tools on the market. In view of the environmental problems generated by the use of cobalt as a raw material industry and its high commercial value, it becomes feasible the search for new technologies that seek lower its content in the production of diamond tools. The experimental procedure was based on the compositions of Fe (15-30 - 45 - 60) wt-% Cu with the addition of 10, 20 and 30 wt-% Co, compressed at a pressure of 350 MPa, sintered in an atmosphere of vacuum to 1150 ° C / 25 min. Testing the hardness and abrasion resistance showed a growth in a tough league and less wear on compositions by the rising levels of cobalt. This result is discussed in terms of forming a solid solution between Fe-Co, even experiencing swelling in the process of sintering alloy.

The tests were done using optical microscopy, X-ray diffraction, EDS and scanning electron microscopy in alloys produced. Comparing the leagues studied with the imported business alloy, the results were satisfactory and consistent with what there are in the market since it used a larger amount of binding national post. This suggests the complete absorption of processing technology of diamond tools and a large reduction in production costs.

The compositions containing 30 wt-% cobalt had better results on the properties of alloys, however the 20 wt-% cobalt alloy also achieved similar results to 30 wt-% weight cobalt which, if taken into account the economic and environmental aspects, are the most viable. A reduction of 10 wt-% cobalt on a large scale represents a significant saving for the industry and a gain for the environment.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

1.1 Aspectos Gerais

As ferramentas de corte de pedras ornamentais são caracterizadas por apresentarem como parte principal os elementos cortantes, feitos à base de compósitos diamantados, compostos basicamente de diamantes embebidos (impregnados) em uma matriz ligante, normalmente metálica. A ligação entre a matriz e os diamantes deve ser forte o bastante para alto desempenho durante o corte.

A relação de união entre a matriz e o diamante é o que determina as características microestruturais e o rendimento da ferramenta cortante para um bom desempenho. A impregnação de diamante em metal freqüentemente revela uma reação entre a superfície do diamante e a matriz. Além da ligação mecânica, uma relação química também pode ser formada.

O uso de diamantes em ferramentas cortantes depende da capacidade da matriz para segurar os diamantes, e assim seu apoio para o processo cortante. Desta forma, a escolha de certos metais como ligantes resulta na elevada adesão para com os cristais de diamantes nas ferramentas.

Novas linhas de pesquisas direcionadas ao desenvolvimento tecnológico da produção de ferramentas de corte mais resistentes ao desgaste consistem na utilização de novos materiais, e ligas Cobre-Ferro com a adição de Cobalto vêm sendo largamente utilizados como ligante metálico, na indústria.

Assim, a investigação do processo de sinterização, ou processo de consolidação do sistema Cobre – Ferro – Cobalto para obter elevadas propriedades físicas e mecânicas é o objetivo do presente trabalho. Espera-se que uma contribuição à geração de novos ligantes para ferramentas diamantadas seja o propósito do presente trabalho, uma vez que, empresas consagradas no ramo de ferramentas diamantadas produzam ligas metálicas, como ligas Fe-Cu-Co, contudo com teor de cobalto da ordem de 20% peso, necessitando, portanto do estudo da variação do teor de cobalto nas ligas Fe-Cu, até para desvendar a razão deste teor de cobalto.

1.2 Objetivos

O presente trabalho visa o processamento de ligas Fe–Cu–Co, na metalurgia do pó para possível utilização como ligante para ferramentas diamantadas.

Estas ligas mostraram grande dureza e resistência ao desgaste, como observado nos testes de corte em granitos e no mármore [Del Villar et al, 2001]. Esta proposta fará variações dos teores de Fe, Cu e Co, para definições gerais das composições que apresentam melhores características para uso como ligante em ferramentas diamantadas.

O presente trabalho busca:

- Estudar a sinterização de ligas ferro-cobre-cobalto;
- Determinar dentre as composições Fe-Cu-Co estudadas, a melhor para possível uso em futuras ferramentas diamantadas.
- Explicar o motivo do uso de 20%pCo em ligas Fe-Cu na indústria de ferramentas diamantadas.

1.3 Justificativa

Em face da utilização das ferramentas diamantadas e da exploração de rochas ornamentais no Brasil (6º maior produtor mundial destas rochas), faz-se necessário o desenvolvimento nacional de tecnologia para produção de ferramentas diamantadas. O Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais (PPGECM) da Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF), possui equipe capacitada ao desenvolvimento tecnológico de ferramentas diamantadas, ao estudo científico nas várias etapas de processamento, caracterização e testes destas ferramentas. Por muitos anos o cobalto tem sido usado como ligante no processamento das ferramentas diamantadas, por isso, quase a totalidade das ferramentas diamantadas comerciais são feitas utilizando como ligante o cobalto (Co) e em grandes quantidades. Apesar de promover elevada aderência com o diamante, o mesmo é altamente tóxico, quando do seu beneficiamento, e pouco disponível no mercado nacional e é muito caro (R\$ 400,00/Kg) quando comparado com pós facilmente encontrados no mercado brasileiro, por exemplo, ferro (R\$ 6,00/Kg) e cobre (R\$ 15,00/Kg). Isso foi o maior incentivo para o desenvolvimento de novas ligas alternativas usando pós pré-ligados (prealloyed), os quais normalmente possuem uma concentração de cobalto 30% menor e, por conseguinte estão menos expostos à histórica flutuação de preço apresentada pelo cobalto ao longo dos anos, além de outras vantagens. Nos últimos anos iniciou-se estudos de tendência da diminuição e substituição do cobalto, por exemplo em ligas de Cu-Fe-Co, Co-Cu-Sn, Fe-Co-Cu-Sn e outras ligas alternativas. O presente trabalho busca analisar o comportamento do cobalto em menor quantidade em ligas Fe-Cu, para possível utilização na produção de ferramentas diamantadas.

CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.

2.1 Sinterização

A Sinterização é definida como um processo termodinâmico de não equilíbrio, no qual um sistema de partículas (agregado ou compactado de pó) adquire uma estrutura sólida coerente através da redução de área superficial. Isto resulta na formação e crescimento de pescoços interpartículas de grãos e que leva, normalmente, o sistema a densificação e contração volumétrica. Na técnica de Metalurgia do Pó (MP) a sinterização constitui-se como a etapa mais importante (German, 1994).

Do ponto de vista prático, a etapa de sinterização consiste basicamente no aquecimento de compactados verdes em temperaturas abaixo do ponto de fusão do metal ou do principal constituinte da liga metálica, considerada sob condições de atmosfera controlada. Assim, o compactado adquire as propriedades desejadas, tais como: massa específica, resistência mecânica e resistência ao desgaste (Chiaverini, 2001).

Não existe, até o presente momento, uma teoria de sinterização que seja de aplicação universal. O processo de sinterização geralmente é dividido em seis estágios distintos, mas não necessariamente em seqüência, conforme segue (German, 1994):

- (1) Ligação inicial entre as partículas na formação de um pescoço;
- (2) Crescimento dos pescoços interpartículas;
- (3) Fechamento dos canais que interligam os poros;
- (4) Arredondamento de poros;
- (5) Contração de poros ou densificação;
- (6) Crescimento eventual de poros.

Diversos fatores influenciam na sinterização de pós metálicos, sendo a temperatura a variável mais importante. Outras variáveis como o tratamento de partículas, o tempo de sinterização e a porosidade iniciais também afetam a sinterização (Chiaverini, 2001).

A sinterização de pós metálicos pode ser classificada quanto ao tipo em três processos distintos:

- a) Sinterização sólida;
- b) Sinterização ativada;
- c) Sinterização por fase líquida.

Neste estudo, em particular, foram abordados os processos de sinterização por fase líquida.

2.2 Sinterização por fase líquida

A sinterização por fase líquida pode ser definida como sendo um processo que envolve a coexistência de um líquido e de partículas sólidas durante uma determinada etapa do ciclo térmico de sinterização. Durante este processo de sinterização coexistem três fases (Sólido – Líquido – Vapor), que geram muitas variáveis de processamento. A fase líquida pode ser formada pela fusão do aditivo ou pela formação de um líquido eutético obtido pela reação química entre os pós do corpo conformado (German, 1985; Rahaman, 1995). A formação de fase líquida pela fusão do aditivo é comum em sistemas metálicos (ex.: Fe – Cu e W – Ni) (Rahaman, 1995).

Em temperaturas, acima do ponto de fusão do cobre (1150°C) há a presença de uma fase líquida formada pelo cobre nos primeiros minutos de sinterização. A partir daí, o cobre líquido penetra de maneira progressiva nos contornos de partículas do ferro (metal base) formando um filme, melhorando os contatos e facilitando a difusão (Oliveira, L. J. et al 2007a, 2007b).

Durante o processo de sinterização o líquido formado pode ser transiente ou persistente, dependendo da reação de solubilidade entre os pós do corpo conformado (German, 1985). Em alguns sistemas, o líquido pode ficar presente durante grande parte do ciclo térmico de sinterização e, então: i) entrar em solução sólida, ou ii) cristalizar ou iii) evaporar (Rahaman, 1995).

A teoria clássica sobre a sinterização por fase líquida divide o processo de densificação em três estágios: rearranjo, solução – precipitação e coalescência (Kingery, 1959). Entretanto, existem divergências na denominação do terceiro estágio, pois alguns o definem como “sinterização no estado sólido” (German, 1985; Barsoum, 1997). A figura 2.1 mostra o esquema dos estágios clássicos da sinterização com fase líquida envolvendo uma mistura de pós.

Mistura dos pós

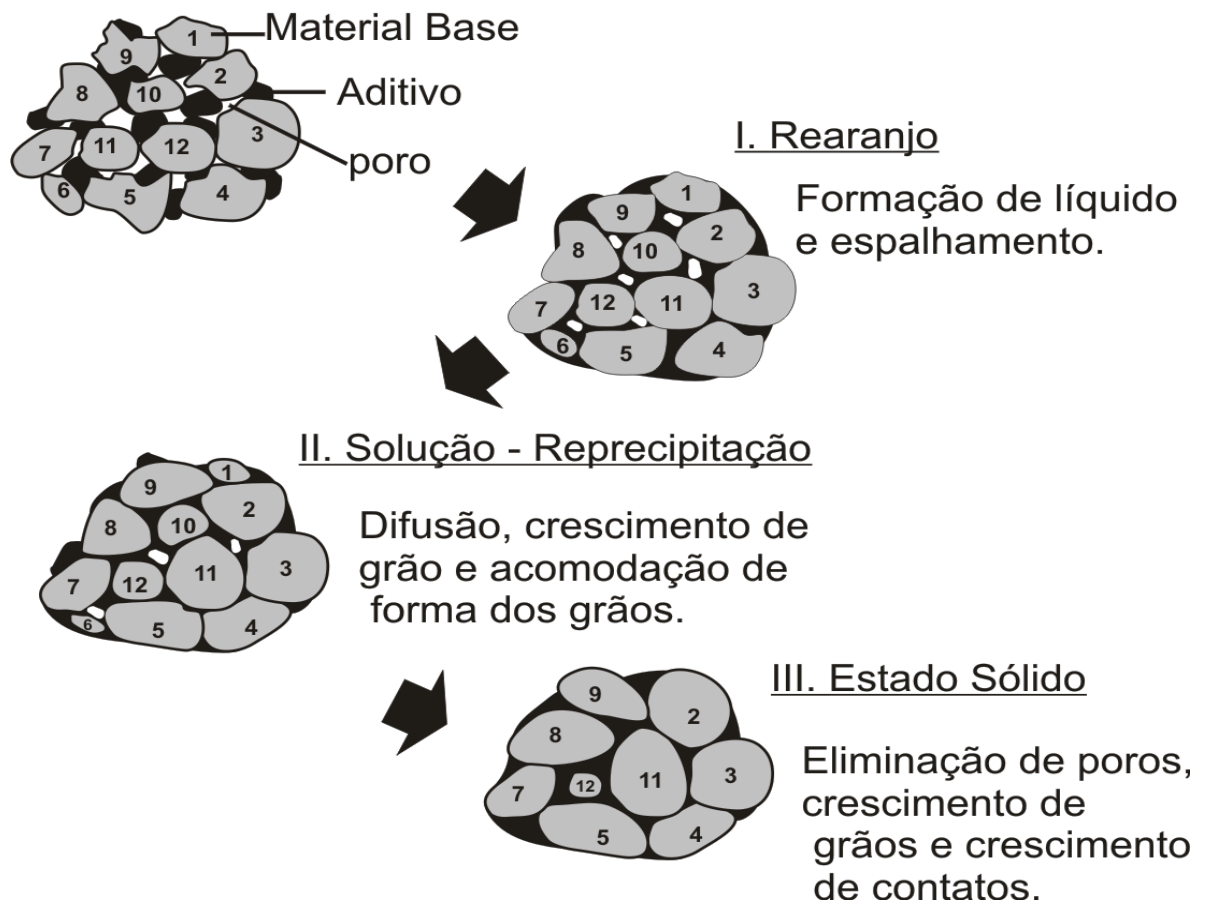


Figura 2.1 – Esquema dos estágios clássicos da sinterização por fase líquida envolvendo uma mistura de pós adaptando de German, (1985).

2.2.1 Estágios da sinterização por fase líquida

a) Rearranjo

A teoria clássica da sinterização mostra que após a formação de líquido ocorre uma rápida densificação devido às forças capilares geradas pelo molhamento do líquido sobre as partículas mostrado por (Filgueira, 2000). Esta rápida densificação inicial ocasionada pelo rearranjo das partículas sólidas do corpo conformado para uma condição de máximo empacotamento, (Kingery, 1959). No entanto, observou-se que alguns sistemas podem apresentar significativa retração e mudanças microestruturais durante o aquecimento até a temperatura de formação do líquido (German, 1985; German; Farooq, 1988; Johnson; 1996).

Durante o aquecimento pode ocorrer sinterização no estado sólido, próximo à temperatura de formação de líquido. Há sinterização ativada se os pós do corpo conformado apresentarem uma considerável solubilidade no estado sólido (German, 1985; Farooq, 1988). Sinterização ativada no estado sólido ocorre quando os pós reagem entre si baixando a energia de ativação do sistema. Isto resulta no aumento da taxa de difusão entre os pós, favorecendo o processo de sinterização, por meio da diminuição da temperatura e/ou do tempo de sinterização (Zovas *et al*, 1985; German, 1985). Neste caso, a densificação por rearranjo acontecerá se a solubilidade do sólido no líquido for elevada, pois o líquido formado penetrará entre os contatos sólidos – sólidos (pescoços) dissolvendo-se e, então, favorecendo o rearranjo das partículas (German; Farooq, 1988). Porém, em sistemas que apresentam baixa fração volumétrica de líquido ou baixa solubilidade do líquido no líquido, formação de pescoço durante o aquecimento pode afetar a densificação por rearranjo (German, 1996b). Neste caso, o estágio intermediário e final da sinterização por fase líquida são ativados para promover densificação (German, 1985).

Kingery (1959) indicou que a máxima fração de densificação atingida pelo estágio de rearranjo para partículas esféricas depende da fração volumétrica de líquido formado. Segundo suas observações, uma quantidade de 35% em volume de líquido é suficiente para se atingir completa densificação por rearranjo. Kwon e Messing; em 1990, observaram também que o aumento da fração volumétrica de líquido acelera o processo de densificação, porém, propuseram que uma quantidade de 26% de líquido seria um valor razoável para se atingir completa densificação por rearranjo para o sistema alumina – aluminossilicato de magnésio. Em geral, o líquido formado durante a sinterização pode ficar presente grande parte do ciclo térmico e, então, entrar em solução sólida, cristalizar ou evaporar, dificultando a quantificação da fração volumétrica de líquido. Assim, pode-se usar o diagrama de equilíbrio de fases para se estimar a fração volumétrica de líquido presente durante a sinterização, como Kwon e Messing (1990) fizeram para o sistema alumina – aluminossilicato de magnésio.

b) Solução – Reprecipitação

O estágio de solução – reprecipitação também conhecido como estágio intermediário depende da solubilidade do sólido no líquido, pois a taxa de densificação depende da taxa de transporte de matéria pelo líquido (German, 1985; Mortensen, 1997). Este estágio é caracterizado por densificação, rearranjo da forma dos grãos, achatamento de contatos, eliminação de poros e coalescimento de pescoços (German, 1985). A figura 2.2 mostra o esquema dos possíveis mecanismos de densificação que podem ocorrer durante o estágio intermediário da sinterização assistida por fase líquida

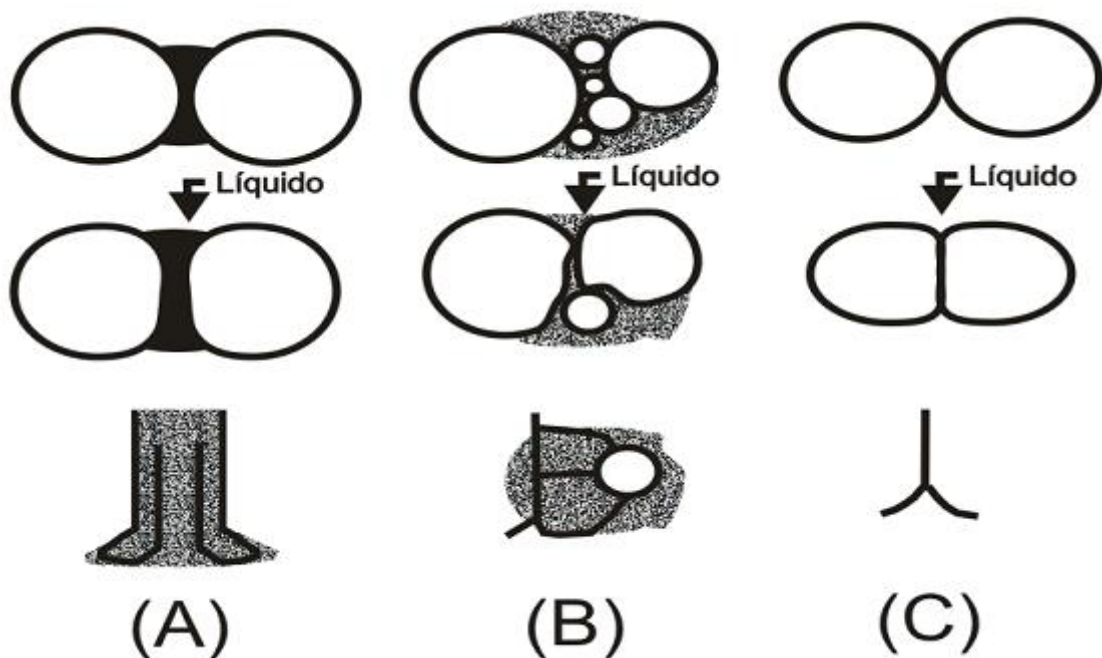


Figura 2.2 – Mecanismo de acomodação de forma, e crescimento de pescoço durante o estágio intermediário: (a) achatamento; (b) dissolução de grãos finos; e (c) difusão no estado sólido (adaptado de German, 1996).

O mecanismo de densificação por achatamento de contato Figura 2.2(a) foi descrito por Kingery (1959). Este processo persiste até que o pescoço atinja uma condição de equilíbrio definida pelo tamanho de grão e ângulo diedral (German, 1996). Os mecanismos de transporte de matéria, que podem atuar no estágio intermediário, são a difusão e a retenção na interface (Kingery, 1959; Kwon; Messing, 1990; Rahaman, 1995; German, 1996).

O segundo mecanismo envolve a dissolução de pequenos grãos e reprecipitação sobre os grãos maiores como ilustrado na Figura 2.2 b. Neste caso, ocorre um reempacotamento dos grãos, que resulta em preenchimento mais eficiente dos espaços vazios, por onde o líquido pode preencher os poros restantes (German, 1996b).

O terceiro mecanismo envolve o crescimento de pescoço (figura 2.2 c), que segue o mesmo desenvolvimento teórico apresentado anteriormente para o estágio inicial de sinterização no estado Sólido. Em geral tem grande importância em sinterizações que apresentam baixa solubilidade do sólido no líquido (German, 1996), e ocorre quando o líquido está saturado de sólido.

c) Estágio Final

O processo de solução precipitação no estágio intermediário, continua até o estágio final da sinterização assistida por fase líquida (German, 1985; Rahaman, 1995).

Através da sinterização no estado sólido, ocorre a solda das partículas sólidas, crescimento de pescoço (e contorno de grão) onde a fase líquida já foi toda consumida. Neste estágio a densificação é lenta, devido a existência do esqueleto sólido. A rigidez do esqueleto sólido inibe rearranjos adicionais, porém o “engrossamento” microestrutural continua através da difusão. Se os poros residuais contiverem gás aprisionado, estes se expandirão, resultando numa expansão do corpo (Gomes, 1993).

A literatura propõe dois mecanismos de eliminação de poros isolados, que são: i) achatamento de contato (Kingery, 1959; Mortensen, 1997), e ii) preenchimento de poros (Park et al; 1984 Kang et al; 1991). Ambos mecanismos de eliminação de poros dependem do crescimento de grão (Lee e Kang, 1998). Porém, existem relatos indicando que o mecanismo de preenchimento de poros é mais rápido do que o mecanismo de achatamento de contatos (Kang et al; Lee e Kang, 1998). Estes autores indicaram que o crescimento de grão causado apenas por achatamento de contatos é mais lento do que a cinética global de crescimento de grão da sinterização por fase líquida, que leva em consideração os mecanismos de achatamento de contatos, dissolução de grãos finos e difusão no estado sólido. De maneira geral, o mecanismo de preenchimento de poros se baseia na eliminação

dos poros em função do crescimento do grão, que promove o deslocamento do líquido para a superfície dos poros (Kang et al.; 1991). Este efeito causa o molhamento da superfície dos poros pelo líquido, fazendo com que os grãos cresçam em direção ao centro dos poros. Por outro lado, se a fração volumétrica de líquido no compactado é muito baixa, o mecanismo de acomodação de forma dos grãos por achatamento de contato, pode ser um importante mecanismo para promover densificação, durante o estágio final da sinterização assistida por fase líquida (Kang et al.; 1991).

A figura 2.3 ilustra os três estágios clássicos do processo de sinterização por fase líquida (persistente), onde no eixo vertical é dado o parâmetro de contração linear e na horizontal, o tempo de sinterização.

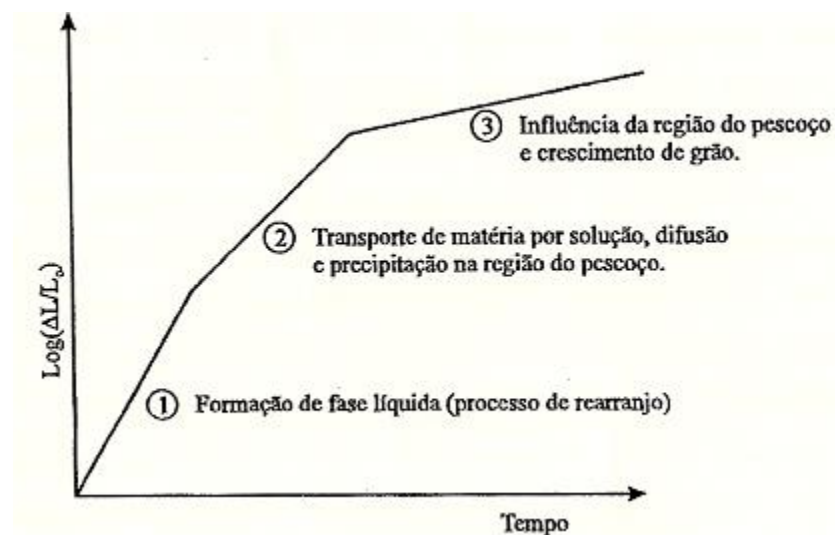


Figura 2.3 - Contração linear na sinterização por fase líquida Gomes, (1993).

1 - Aumenta o volume da fase líquida: quando a fase líquida dissolve átomos da fase sólida seu volume aumenta. Como mencionado, o volume de líquido influencia a intensidade de densificação.

2 - A mudança de forma das partículas: o processo de dissolução e precipitação muda a forma das partículas. Observa-se que as partículas em contato ficam achatadas de modo a aumentar a área de contato entre elas, aumentando também o empacotamento de partículas. Isto aumenta a densidade, significa densificação.

3 - Crescimento de grãos: o crescimento de grãos produz densificação porque partículas grandes quando não dispostas regularmente no espaço como em um cristal ocupam mais eficientemente o espaço de que partículas pequenas. Isto pode ser visto no fato de que pós de partículas grossas apresentam densidade aparente maior de que pós de partículas finas. A razão disto é que uma partícula grande pode ser dividida em certo número de partículas menores, mas só existe uma maneira de organizar estas partículas menores de modo a ocupar o mesmo volume da partícula grande original.

Torna-se mais importante quanto maior for a solubilidade do sólido no líquido. Mesmo depois que a estrutura estiver completamente densa, ele continua operando, mas somente promovendo o crescimento de grão. Na verdade, este mecanismo opera desde antes da formação da fase líquida, se um dos sólidos dissolve o outro, porém ele não é tão importante, pois a solubilidade em geral não é tão elevada. A solução e precipitação é o segundo mecanismo em ordem de importância para produzir densificação (Gomes, 1993).

2.3 Efeitos da sinterização sobre as propriedades

Se a quantidade de líquido formado durante a sinterização for baixa pode ocorrer formação de poros na microestrutura (German, 1985). Pequena quantidade de líquido ativa o estágio de rearranjo de partículas somente em algumas regiões do compacto de pós, causando o empacotamento de poucas partículas. Este empacotamento local causa a formação de espaços vazios no compactado de pós (poros grandes) que são normalmente eliminados durante os estágios intermediários e final da sinterização assistida por fase líquida. Este defeito pode ser intensificado se o corpo consolidado apresentar baixa densidade, pois favorece o rearranjo das partículas.

Se a solubilidade do líquido no sólido for maior do que a solubilidade do sólido no líquido pode ocorrer expansão do sinterizado (inchaço) (German, 1985, 1996). A formação de poros grandes durante a sinterização pode ocorrer quando o aditivo entra em solução sólida durante o aquecimento, deixando espaços vazios (poros) na microestrutura. Quanto maior o tamanho médio das partículas do aditivo, maior será o tamanho dos poros e, conseqüentemente, maior será a dificuldade para eliminá-la durante o ciclo de sinterização.

A sinterização é realizada com o objetivo de obter-se propriedades específicas de um determinado pó metálico. Na prática da MP aproximadamente 70% dos produtos são obtidos por meio de sinterização por fase líquida (German, 1994).

A sinterização tem efeito significativo sobre as propriedades dos compactados. Pois, quando o grau de sinterização aumenta verifica-se o melhoramento das propriedades: resistência mecânica, dureza, condutividade térmica, condutividade elétrica, permeabilidade magnética, resistência à corrosão, entre outros (German, 1994). Por outro lado, há situações em que é importante a presença de poros – por exemplo na refrigeração da liga metálica durante o cortar.

2.4 Aspectos das interações Fe-Cu-Co.

Analisando as variações Fe-Cu-Co levando em consideração suas propriedades físico-químicas que são discutidas detalhadamente a seguir.

Tabela 2.1 - Características de elementos selecionados [Callister, Jr.W.D. 2002].

| Elemento | Símbolo | Número atômico | Peso atômico (uma) | Densidad e do sólido, 20° C (g/cm ³) | Estrutur a cristalina, 20°C | Raio Atômico | Raio Iônico | Valênci a mais comum | Ponto de Fusão (°C) |
|----------|---------|----------------|--------------------|--|-----------------------------|--------------|-------------|----------------------|---------------------|
| Ferro | Fe | 26 | 55,85 | 7,87 | CCC | 0,124 | 0,777 | 2+ | 1538 |
| Cobre | Cu | 29 | 63,55 | 8,94 | CFC | 0,128 | 0,096 | 1+ | 1085 |
| Cobalto | Co | 27 | 58,93 | 8,9 | HC | 0,125 | 0,072 | 2+ | 1495 |

Muitas reações no processo de fabricação de ligas dependem da transferência de massa, seja no interior de um sólido específico, ou a partir de uma fase líquida, de um gás ou de duas fases sólidas. Isto é realizado obrigatoriamente através da difusão, que é um fenômeno de transporte de material através do movimento dos átomos, Callister, Jr.W.D. (2002) .

A formação da liga ferro, cobre e cobalto (Fe-Cu-Co), resulta na adição de átomos de impureza a um metal formando uma solução sólida e/ou uma nova segunda fase, dependendo dos tipos de impurezas, suas concentrações, e da temperatura da liga. Com relação às ligas, os termos soluto e solvente são

comumente empregados. “Solvente” representa o elemento ou composto que está presente em maior quantidade. “Soluto” é usado para indicar um elemento ou composto que está presente em menor concentração.

Uma solução sólida se forma quando, à medida que os átomos do soluto são adicionados ao material hospedeiro, a estrutura cristalina é mantida, e nenhuma nova estrutura é formada. Uma solução sólida também é homogênea em termos de composição; os átomos de impurezas estão distribuídos aleatoriamente e uniformemente no interior do sólido, Callister, Jr.W.D. (2002).

Defeitos pontuais devido à presença de impurezas são encontrados em soluções sólidas, e podem ser de dois tipos: substitucional e intersticial. Algumas propriedades dos sólidos cristalinos dependem da estrutura cristalina do material tabela 2.1, ou seja, da maneira segundo a qual os átomos, íons ou moléculas estão arranjados espacialmente. Ao descrever estruturas, os átomos (ou íons) são considerados como se fossem esferas sólidas que possuem diâmetros bem definidos. Isso é conhecido como o modelo da esfera rígida atômica, no qual as esferas representam átomos vizinhos que se tocam.

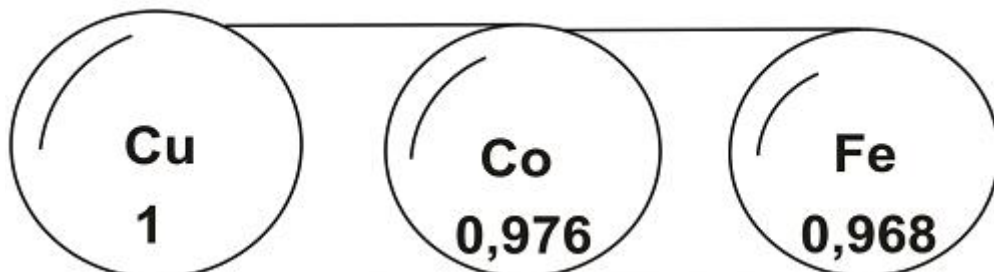
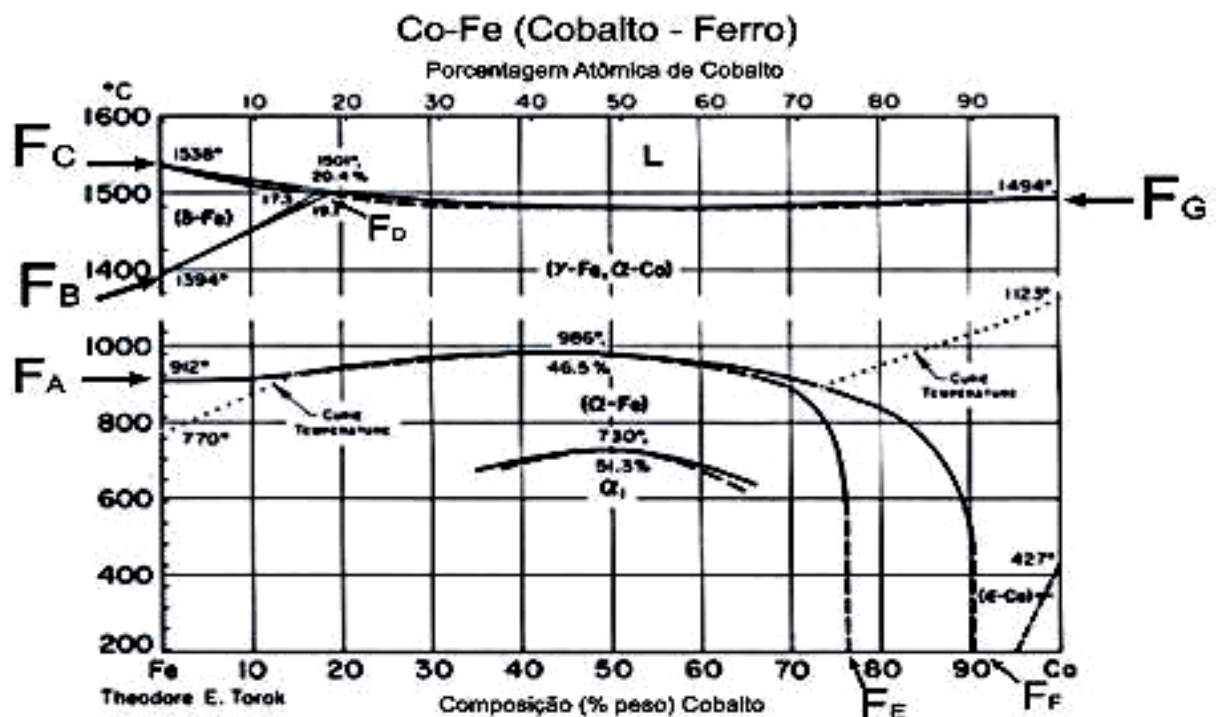


Figura 2.4 – Relação dos tamanhos dos átomos de ferro, cobre e cobalto.

O fator do tamanho atômico nas ligas Fe-Cu-Co é observado, pois quantidades apreciáveis de um soluto podem ser acomodadas neste tipo de solução sólida somente quando a diferença entre os raios atômicos dos dois tipos de átomos é menor do que aproximadamente mais ou menos 15%. De outra forma, os átomos do soluto irão criar distorções substanciais na rede cristalina e uma nova fase irá se formar. Desta forma comparando o raio atômico dos três elementos temos a seguinte relação figura 2.4, fica claro que a diferença entre os átomos Fe-Cu-Co é aproximadamente 2,5%, sendo que os átomos de ferro e cobalto apresentam raios

atômicos muito próximos, chegando a ser quase idênticos, mostrando uma possível ligação substitucional entre estes elementos.

A compreensão de diagrama de fases para sistemas de ligas é extremamente importante, pois existe uma forte correlação entre a microestrutura e as propriedades mecânicas, é o desenvolvimento da microestrutura em uma liga está relacionado às características do seu diagrama de fases. Para muitos sistemas de ligas em uma dada temperatura específica, existe uma concentração máxima de átomos de soluto que pode se dissolver no solvente para formar uma solução sólida; isto é chamado de limite de solubilidade. Muitas vezes, as propriedades físicas e, em particular, o comportamento mecânico de um material depende da microestrutura e caracterizado pelo número de fases presentes, por suas proporções, e pela maneira pela qual elas estão distribuídas ou arranjadas. Estes diagramas de equilíbrio representam as relações entre temperatura e as composições, e a quantidade de cada fase em condição de equilíbrio.

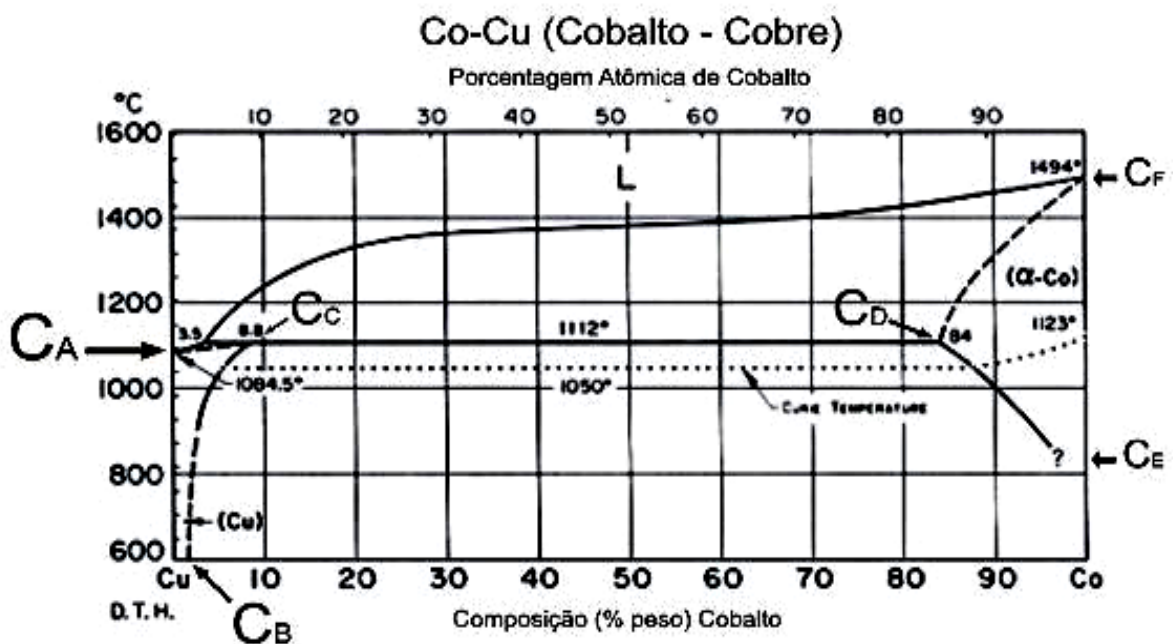


(Fonte: Metals Handbook, editado pela ASM International)

Figura 2.5 – Diagrama de fases ferro-cobalto, fonte: Handbook, editado pela ASTM Internacional.

Comparando as diversas características desses diagramas de fases, figuras 2.5 e 2.6, que são importantes e dignas de observação, pois revelam graficamente a região de estabilidade das fases, normalmente sob condições de equilíbrio. Em primeiro lugar, comparando os diagramas a solubilidade em cada uma dessas fases sólidas está limitada, no que a qualquer temperatura abaixo da curva $C_a C_b C_c$ apenas uma concentração limitada de cobalto irá dissolver no cobre (fase α), já por outro lado a curva $F_A F_E F_F$, uma grande quantidade ferro irá se dissolver dentro do cobalto (fase $\alpha - Fe$), e de maneira semelhante para o cobalto no cobre $C_F C_D C_E$ (para fase $\alpha-Co$).

Na figura 2.6 diagrama Co-Cu o limite de solubilidade para a fase α corresponde à curva de fronteira, identificada por $C_B C_C C_D C_E$, entre as regiões das (fases $\alpha + \alpha-Co$), a curva do limite de solubilidade do sólido, abaixo desta linha a uma temperatura de $1112^\circ C$, só existe fase sólida, da mesma forma para o diagrama Co-Fe, à curva de fronteira identificada por $F_A F_E$, apresentam uma fase ($\alpha - Fe$); abaixo desta linha a uma temperatura máxima de $986^\circ C$, só existe fase sólida; a baixo da curva $F_A F_E F_F$, coexistem as fases (fases $\alpha - Fe + \alpha - Co + \gamma - Fe$).



(Fonte: Metals Handbook, editado pela ASM International)

Figura 2.6 – Diagrama de fases Cobre Cobalto, fonte metais Handbook, editado pela ASTM Internacional.

No diagrama Co-Cu, a área formada pelos pontos C_A C_F C_D , acima de 1112°C coexistem as fases (α + α -Co + líquido); já no diagrama Co-Fe, existem, duas fronteiras onde, a área compreendida na fronteira F_A C_B F_D F_G F_F F , onde coexistem as fases (γ -Fe + α -Co + líquido), neste mesmo diagrama existe uma outra fronteira compreendida dentro da área F_B F_D F_C , onde existe uma nova fase (σ – Fe), acima da linha F_C F_G , por volta de uma temperatura de 1538°C, 1494°C, só está presente a fase líquida, da mesma forma no diagrama Co-Cu, acima da curva C_A C_C C_G , só existe fase líquida. Podemos então observar que a medida que adicionamos até 10, 20 e 30% cobalto no ferro a uma temperatura de 1150°C, coexistem as fases (γ -Fe + α -Co) que a temperatura ambiente ocorre a formação de apenas uma fase (α – Fe), sólida rica em ferro que tem o cobalto como soluto, Já o diagrama Co-Cu, vemos que a solubilidade do cobalto no cobre é menor existindo então as fase (α + α -Co).

Propriedades tais como dureza e resistência não podem ser interpoladas entre as das fases contribuintes, pois o comportamento de cada fase depende da natureza da adjacente.

Por exemplo, uma dispersão de partículas finas de uma fase dura, inibe o escorregamento e evita o cisalhamento de uma matriz dútil. Esta interdependência das propriedades mecânicas das fases torna possível obter-se materiais mais resistentes pela adição de reforçadores. Assim, a adição de cobalto ao ferro, aumentando a resistência mecânica destes materiais à deformação plástica.

2.5 Aspectos da sinterização Fe-Cu

A sinterização por fase líquida (SFL) é largamente utilizada para as ligas Fe-Cu em componentes estruturais para automóveis, equipamentos agrícolas, máquinas de escritório e em motores elétricos, dentre outras aplicações. Estas peças requerem altas taxas de produtividade, excelentes propriedades mecânicas, e baixo custo de produção.

O sistema Fe-Cu é caracterizado pela elevada solubilidade do cobre em ferro, e baixa solubilidade de ferro em cobre. Tais características resultam em expansão volumétrica, comumente chamado de “inchaço” figura 2.7, com a fase líquida inicial da fusão do cobre, formando fase líquida (considerando que o ponto de fusão do ferro é superior ao do cobre), isto pode ser verificado mediante análise do diagrama de fases do sistema Fe-Cu, na referência ASM Handbook (1999). O

inchaço ocorre devido à penetração de cobre líquido através dos contornos de grão do ferro (Oliveira, L. J. 2005). Há formação de porosidade nas regiões onde estavam as partículas sólidas de cobre, figura 2.7.

Isto é dependente da densidade do compacto (magnitude e eficiência da compactação dos pós), teor de cobre, tamanho de partícula, porosidade interna dos pós, homogeneização da mistura, e, obviamente, das condições de sinterização.

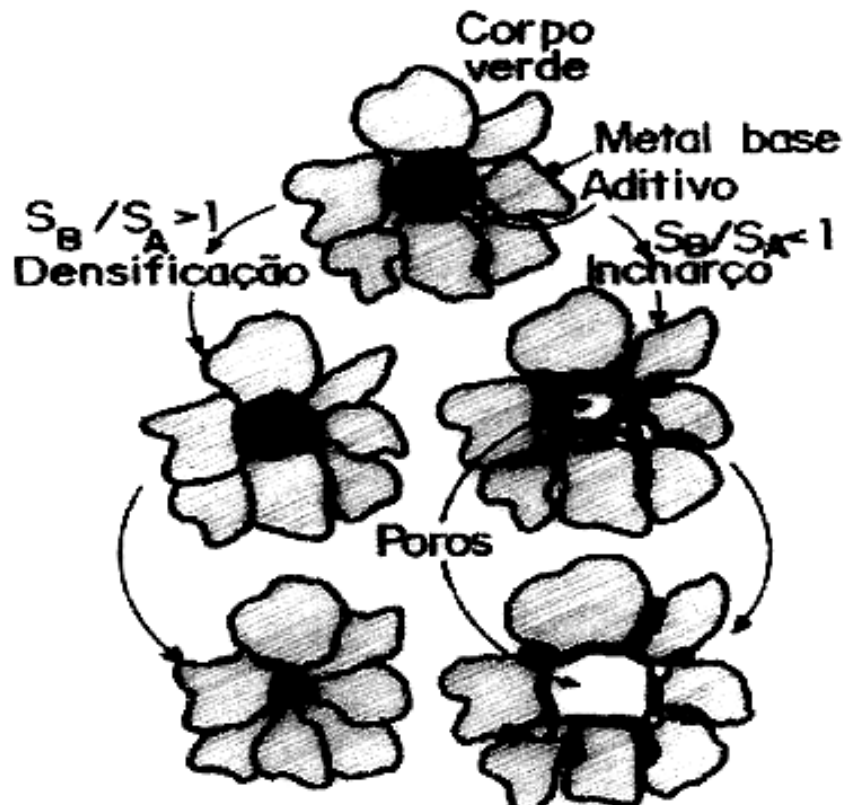


Figura 2.7– Ilustração dos fenômenos de densificação e inchaço (German, 1985). S_A é a solução do aditivo no metal base e S_B é solubilidade do metal base no aditivo.

Zhang et al. (2004), em seus estudos sobre o sistema Fe-Cu, estabeleceram um modelo para avaliar o inchaço durante a sinterização acima do ponto de fusão do cobre, baseado nas seguintes condições ou considerações para sistema:

- Os pós de ferro e cobre têm aproximadamente o mesmo tamanho de partícula, forma esférica e deformação uniforme durante a compactação;

- O mecanismo de inchaço de ligas Fe-Cu ocorre principalmente devido à penetração de cobre líquido nos contornos de grãos das partículas de ferro;
- A maior parte do cobre líquido contribui para o inchaço, exceto aquele que é consumido no preenchimento dos poros próximos às partículas de cobre e os poros na superfície das partículas de ferro;
- A quantidade do volume crescimento dos compactados é igual ao volume líquido do cobre que penetra nos contornos de grão das partículas de ferro.

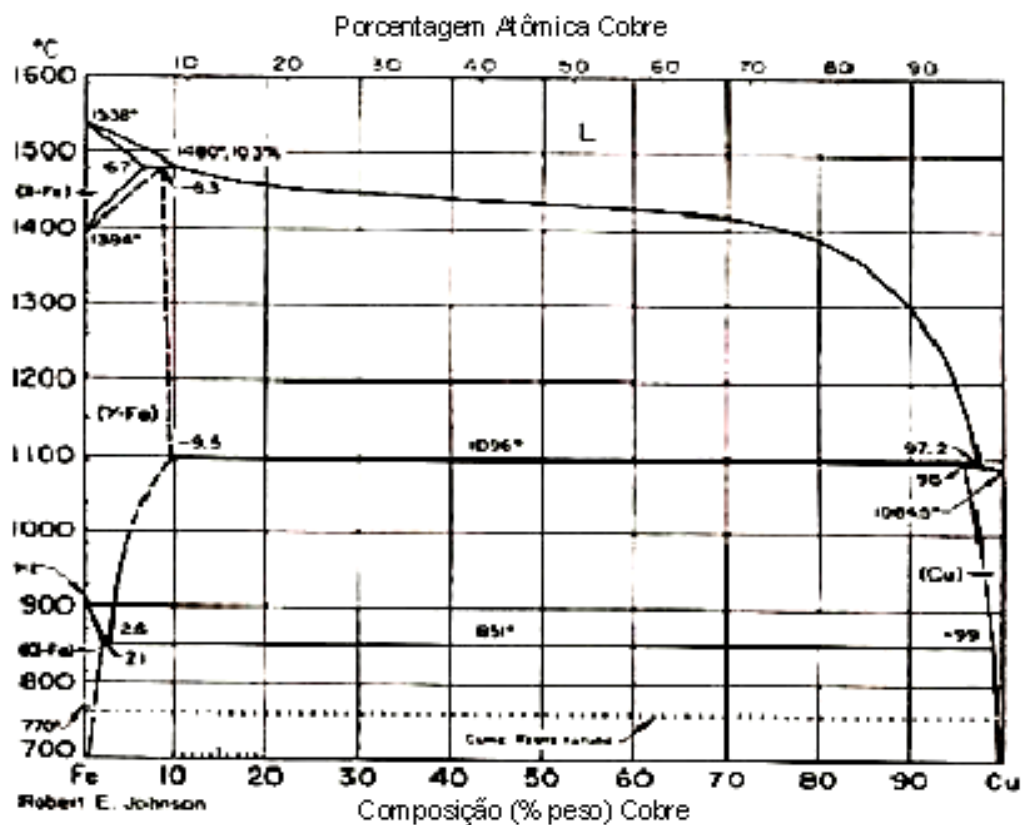


Diagrama Fe – Cu (ASM Handbook (1999))

Figura 2.8 – Diagrama de fases do sistema Fe-Cu.(ASM Handbook {1999}).

Durante o aquecimento dos compactados de Fe-Cu do ponto de vista de fusão do cobre, este funde (fase líquida) e uma pequena quantidade de cobre líquido figura 2.8 é consumido pela difusão durante o aquecimento. O cobre líquido preenche os poros próximos às partículas originais de cobre e os micro poros na

superfície das partículas de ferro, antes de ocorrer a penetração; o volume líquido de cobre que penetra nos contornos das partículas de ferro, igual ao volume de poros crescido dos compactados e é determinado por quatro fatores: i) fator de poro (fração de cobre líquido que preenche os poros próximos às partículas de cobre), ii) fator de superfície (fração do cobre líquido que preenche os micro poros na superfície das partículas de ferro), iii) fração de cobre consumida pela difusão, iiiii) probabilidade de que as partículas de cobre estejam se tocando.

O endurecimento por formação de solução sólida de cobre em ferro promove o aumento de algumas propriedades mecânicas de interesse. Dentre elas pode-se destacar a resistência à tração e a dureza, as quais podem ser acrescidas em magnitude da ordem de 50 a 60 %, em comparação ao cobre e ferro puros (Tandon and Johnson, 1998). Particularmente, as duas propriedades acima citadas estão diretamente ligadas à aderência com os diamantes (Filgueira and Pinatti, 2002, 2003), sendo um fator positivo e indicativo de sucesso do uso do sistema Fe-Cu como matriz ligante para os diamantes, e foi confirmado por (Oliveira, L. J. et al 2007a, 2007b).

2.6 Características gerais da sinterização Fe-Cu-Co

Por muitos anos o cobalto tem sido usado no processamento das ferramentas diamantadas, por isso, quase a totalidade das ferramentas diamantadas comerciais são feitas utilizando como ligante o cobalto (Co), e em grandes quantidades. Apesar de promover elevada aderência para com o diamante, o mesmo é altamente tóxico, quando do seu beneficiamento, é pouco disponível no mercado nacional, e é muito caro (R\$ 400,00/Kg) quando comparado com pós facilmente encontrados no mercado brasileiro, por exemplo, ferro (R\$ 6,00/Kg) e cobre (R\$ 15,00/Kg). Isso foi o maior incentivo para o desenvolvimento de novas ligas alternativas usando pós pré-ligados (prealloyed), os quais normalmente possuem uma concentração de cobalto 30% menor e, por conseguinte estão menos expostos à histórica flutuação de preço apresentada pelo cobalto ao longo dos anos, além de outras vantagens. Os pré-ligados consistem de uma combinação de mais de um elemento. Eles são quimicamente pré-ligados via atomização, ou num processo de manufatura onde os elementos constituintes são combinados para produzir uma liga finamente dispersa e extremamente homogênea. Isso é feito por um processo hidrometalúrgico, no qual

os íons metálicos são dissolvidos em água e, tais metais elementares, nas corretas proporções, são misturados em solução como sais metálicos. Há então precipitados e redutores para melhorar a liga metálica final, resultando num pó fino em que cada partícula tem a mesma composição na liga.

Segundo Palumbo et al (2005), existe uma relação entre a fase líquida formada durante a sinterização e uma fase Cu-Co, ele considerou parâmetros ternários em seus dados experimentais. Este trabalho mostra uma melhor descrição do sistema binário Co-Cu para formação de uma solução sólida.

A figura 2.9 mostra várias secções no diagrama de fases ternário para uma isoterma a 1400K. Existe uma discrepância relacionada com a linha sólidos, Ferro parte mais rica do binário Cu-Fe, o que não é plenamente satisfatória. Além disso, a relação Cu-Co sugere menor fase líquida formada se comparado a Fe-Cu, mostrado pelos seguimentos das linhas.

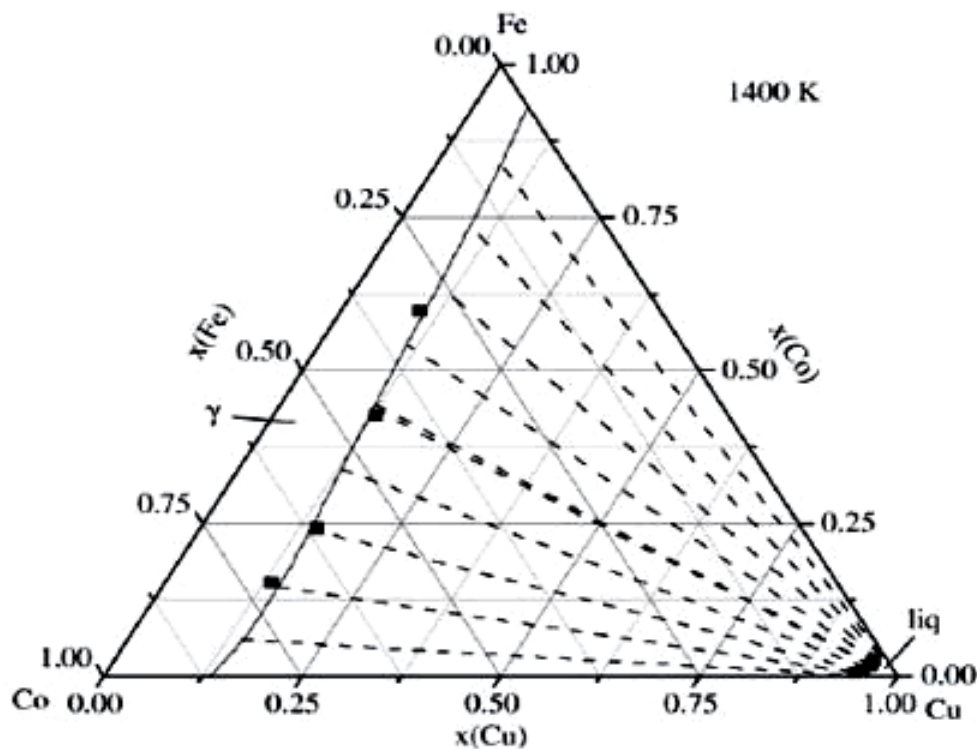


Figura 2.9 - Diagrama ternário isoterma a 1400K, [retirado de Mauro Palumbo et al 2006].

Segundo Curiotto et al (2007), que verificou experimentalmente, com base em um número limitado de dados experimentais disponíveis, um pseudo-binário na secção do sistema ternário onde Fe: Co = 1:1 é mostrado na figura 2.10. Melhorando

e analisando as composições da liga Cu-Co-Fe observam-se, quatro ligas com composição 50%Cu-25%Co-25%Fe, 90%Cu-5%Co-5%Fe, 50%Cu-12,5%Co-37,5%Fe e 50%Cu-37,5%Co-12,5%Fe processadas por DSC.

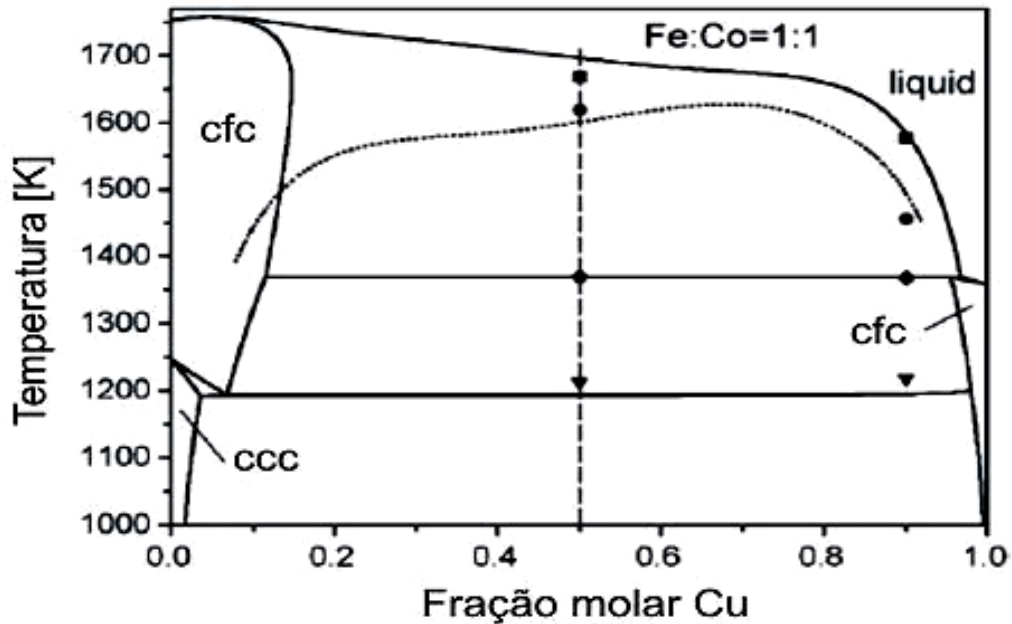


Figura 2.10 - Diagrama pseudo-binário. Temperaturas de transformação: (■) líquidos ; (●) líquido separação de fase ; (◆) peritético; (▼) eutetóide, [retirado de curioto et al 2007].

A liga Cu₅₀Co₂₅Fe₂₅ mostra transformações na composição durante o aquecimento e resfriamento ao longo das curvas a e b figura 2.11. Estas linhas correspondem a um equilíbrio de fases, ao longo da linha vertical tracejada em Cu (fração molar) = 0,5 no diagrama da figura 2.10.

O primeiro pico a 1213K (figura 2.11) gera uma transformação eutetóide. O sistema varia de um equilíbrio binário entre as fases ccc (Fe-Co) e cfc Cu a um equilíbrio ternário entre ccc (Fe-Co), cfc (Fe-Co) e cfc Cu, sendo que este pico desaparece no final.

Na temperatura de 1370K cria um lugar peritético, onde a fase Cu líquida está em equilíbrio. A última transformação endotérmica com pico em 1686K corresponde à fusão da amostra. Durante o resfriamento a curva, abaixo da linha líquidos; o

primeiro pequeno sinal exotérmico a 1614K é devido à separação entre o Fe-Co linha líquidos.

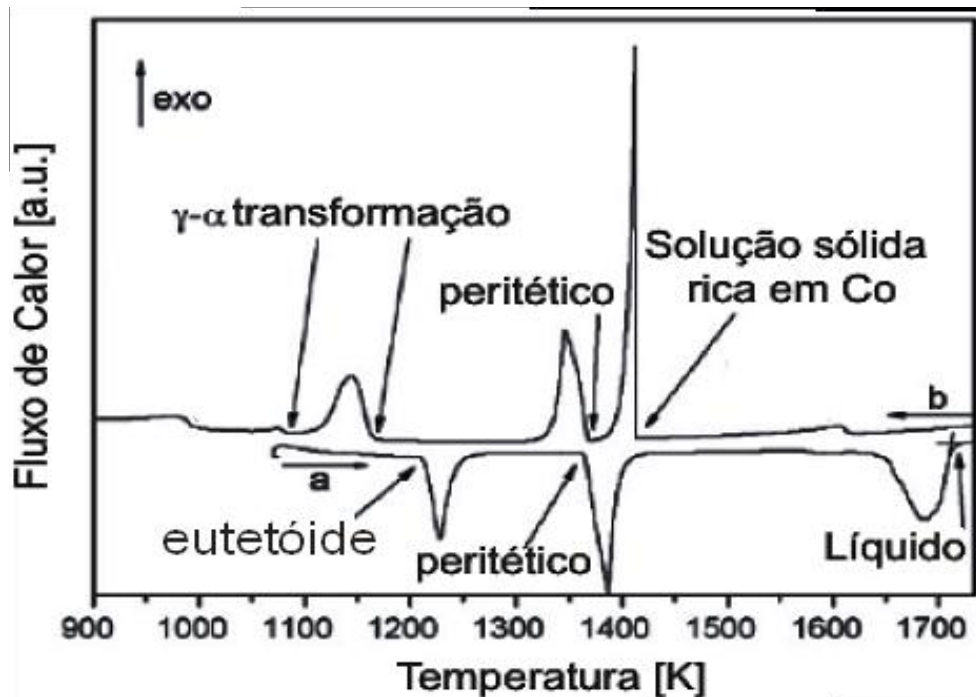


Figura 2.11 – Sinais DSC da liga 25%Fe-50%Cu-25%Co [retirado de Curiotto et al, 2000].

Após a separação da linha líquidos ocorre a solidificação Fe-Co, na temperatura de 1412 K. O ponto seguinte a 1367 K corresponde a uma transformação peritética. Em 1163 e 1081K reação exotérmica aparecem dois picos, devido à transformação Fe-Co, solução sólida rica em cobalto.

O último pequeno sinal exotérmico à 994K é devido à formação de uma solução sólida Fe-Co rica em cobalto. Em um sistema ternário, transformações envolvendo equilíbrio entre as três fases ocorrem em diferentes temperaturas para diferentes composições.

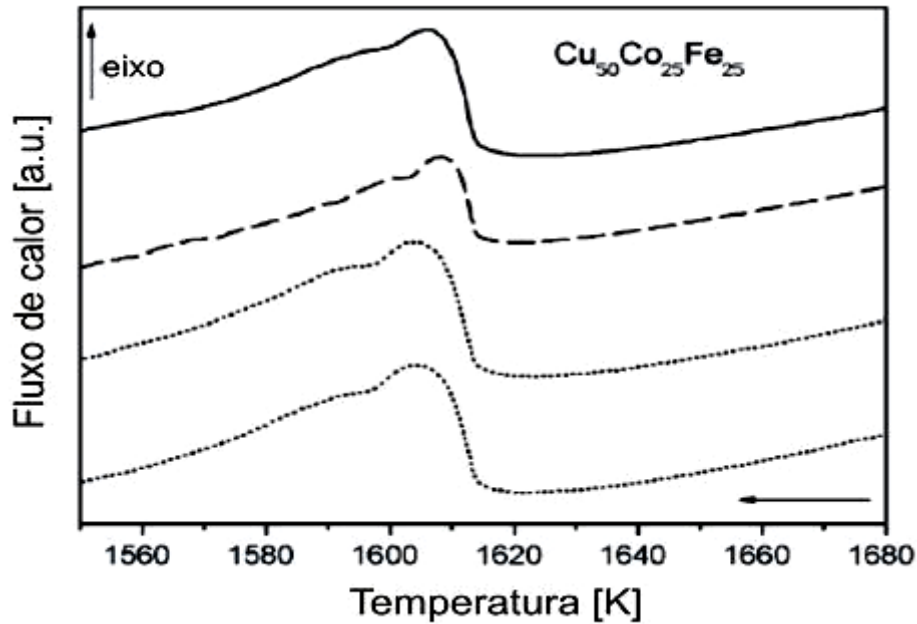


Figura – 2.12. Composição 50%Cu-50%Co-25%Fe em diferentes taxas de resfriamento. Linha completa: 30 K /min; traços: 20 K /min; pontos: dois diferentes em 40 K / min, [retirado de Curiotto et al, 2000].

A temperatura pode ser igual somente para composições situadas nas mesmas linhas. Por isso, as temperaturas eutetóide e peritética variam de acordo com a composição da liga. A separação líquido-líquido ocorre sempre à mesma temperatura durante um certo tempo na formação da liga figura 2.12.

As transformações em diferentes temperaturas para cada liga estudada é comparada com as fases do diagrama na figura 2.10 (no que diz respeito 50%pCu-50%pCo-25%pFe e 90%pCu-5%pCo-5%pFe, com as composição correspondentes a uma seção pseudo-binária). Os valores são uma média das temperaturas encontradas. Estes valores calculados no diagrama mostram resultados muito próximo aos obtidos experimentalmente. No entanto, todos os valores calculados na linha líquidos em equilíbrios são ligeiramente mais elevados do que os pontos experimentais.

Na figura 2.13, composição 50%pCu-25%pCo-25%pFe processada via fusão a arco, mostra uma solidificação da microestrutura após formação de fase líquida. A imagem foi obtida por elétrons retro-espalhados, de modo a mostrar regiões escuras (Fe-Co) solução sólida rica em Cobalto.

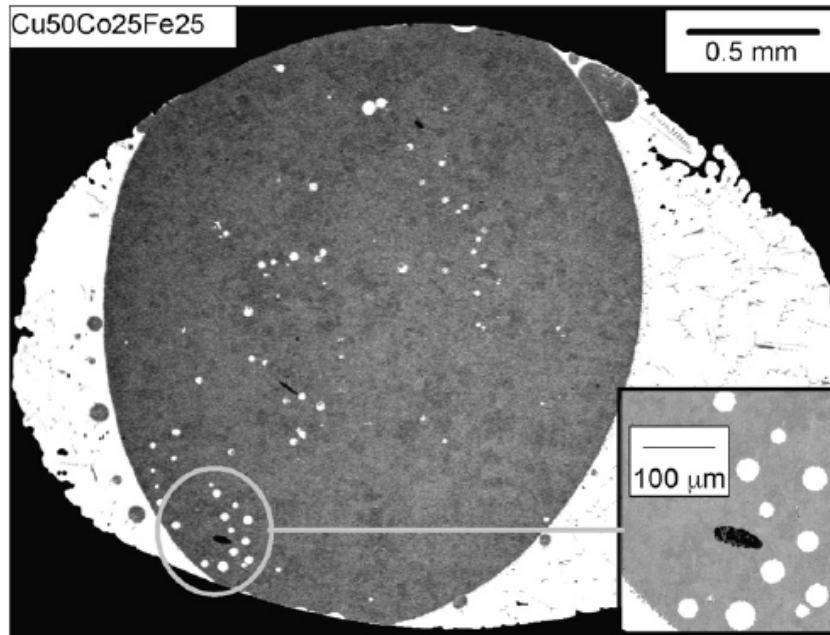


Figura 2.13 – Imagem obtida por elétrons retro-espalhados da liga 25Fe-50Cu-25Co, após fusão a arco. Regiões ricas em cobalto e ferro. [retirado de Curiotto et al, 2000]

As regiões mais claras são ricas em Cobre. Observa-se uma região dendrítica rica em Fe-Co, rodeado por uma matriz de Cobre. Alguns pontos de Cobre foram solidificados durante sua saída da região rica em solução sólida Fe-Co, como mostrado na inserção na figura 2.13. Em todas as composições a microestrutura é análoga, mas o volume relativo da fração entre as fases é diferente.

2.6.1 COBALITE HDR

O cobalite HDR por exemplo, é uma liga ferrítica com 66%pFe-7%pCu-27%pCo, dura, resistente à oxidação e, como ligante apresenta excelente resistência à abrasão e, a qual combina excelente retenção do diamante com um ótimo comportamento de sinterização. Foi desenvolvido para substituir os tradicionais ligantes de cobalto e carbeto de tungstênio (WC), em aplicações da área construção que demandam um elevado grau de qualidade e desempenho, como serragem de pisos, paredes e muros, concreto reforçado e outras aplicações. O Cobalite HDR é mostrado na figura 2.14, onde os aglomerados porosos com forma quase esférica resultam em excelentes propriedades de fluxo.

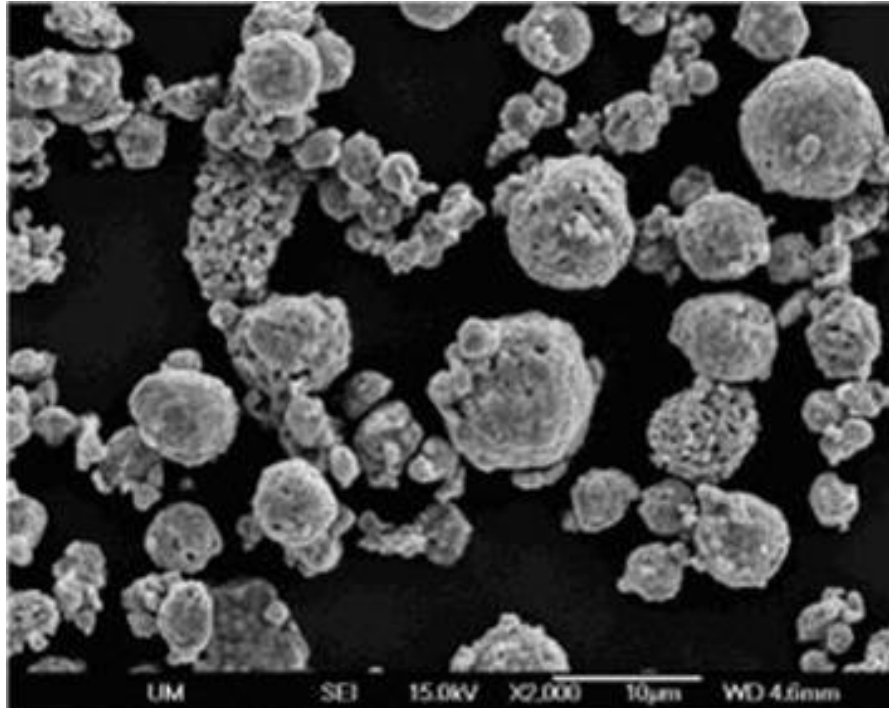


Figura 2.14 – Micrografia mostrando a liga 66%pFe-7%pCu-27%pCo (Cobalite HDR), [Clark e Kamphuis, 2002].

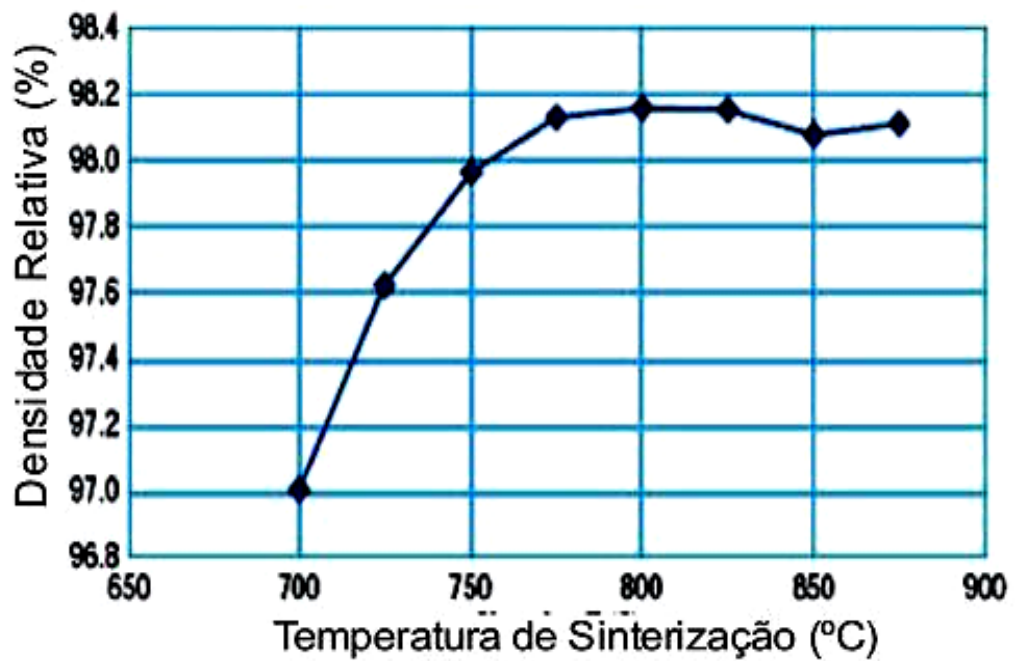


Figura 2.15 – Densidade da liga 66%pFe-7%pCu-27%pCo – Cobalite HDR – após prensagem a quente, [Clark e Kamphuis, 2002].

Todos os testes de sinterização (prensagem a quente) foram feitos a uma pressão de 350 bar para um tempo de 3 minutos, onde as curvas típicas de sinterização – vide figuras 2.15 e 2.16 – mostram que excelentes propriedades são desenvolvidas em temperaturas de sinterização entre 750 e 850 °C (98% de densidade, dureza de 108 HRB e resistência ao impacto ao redor de 150 J/cm²) [Clark e Kamphuis, 2002].

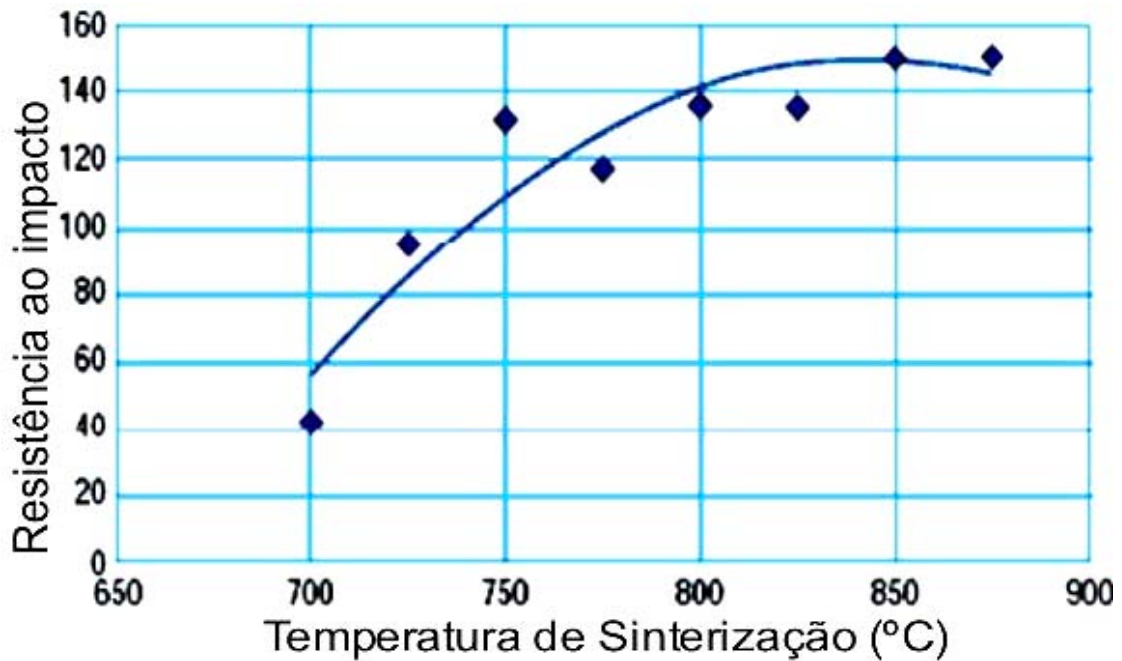


Figura 2.16 – Ductilidade (resistência ao impacto) da liga 66%pFe-7%pCu-27%pCo (COBALITE HDR) após prensagem a quente, [Clark e Kamphuis, 2002].

2.6.2 DIABASE

Weber e Weiss (2005), desenvolveram e lançaram no mercado mundial uma série de 3 novas ligas alternativas ao cobalto, chamadas DIABASE (Fe-Cu-Co-Sn), cujas composições básicas são mostradas na tabela 2.2. Os melhores produtos são o DIABASE-V07 (mostrou excelentes resultados de corte, quando utilizado com diamantes cobertos com titânio) e o DIABASE-V18 (normalmente usado para o corte de granito). A figura 2.17 mostra o gráfico de densidade relativa e dureza Rockwell B da liga DIABASE-V21, onde se observa um nível de densidade satisfatório e uniforme de cerca de 8,10 g/cm³ (aproximadamente > 98,5%) para o intervalo de temperaturas entre 780 e 900°C e, praticamente para o mesmo intervalo, dureza

entre 94 e 97 HB. Os campos de aplicação desta última são múltiplos e, em sua forma pura (vide tabela 2.2), pode ser usada para corte de granito, juntas de concreto e outras estruturas. O uso de alguns aditivos conhecidos como bronze e o carbeto de tungstênio por exemplo, podem nestas ligas, influenciar (alterar) marcadamente propriedades como densidade, dureza, resistência à abrasão e ao impacto, o que conseqüentemente aumenta o campo de aplicação.

TABELA 2.2 – Composição aproximada dos ligantes DIABASE, [Weber e Weiss, 2005].

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

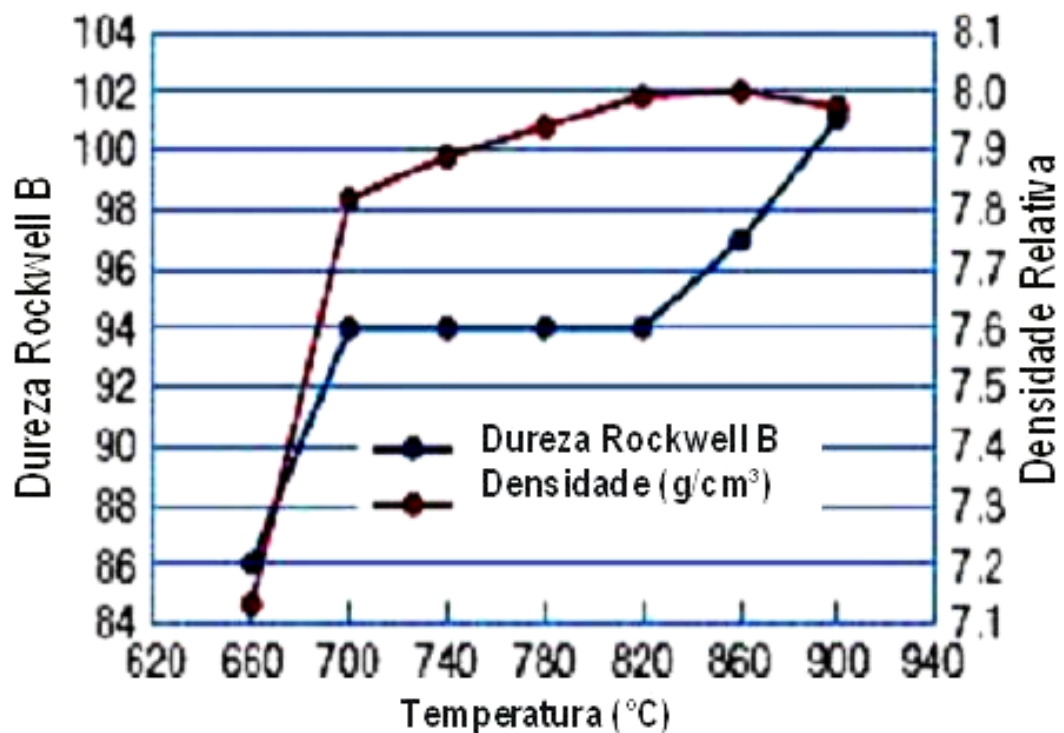


Figura 2.17 – Dureza e densidade em função da temperatura de sinterização da DIABASE-V21 [Weber e Weiss, 2005].

2.6.3 MEXT

Segundo Del Villar e colaboradores (2001), os novos ligantes metálicos alternativos apresentados no mercado, se tornam atrativos, desde que combinem boa sinterabilidade com adequados valores de dureza e resistência ao desgaste, características necessárias quando das operações de corte, especialmente rochas ornamentais, como mármore e granito por exemplo. A tabela 2.3, mostra a composição química de duas novas ligas pré-ligadas Cu-Fe-Co (NEXT), processadas pela rota de prensagem a quente (hot pressing), onde usou-se pressões de 30 a 35 MPa, temperaturas de sinterização entre 600 e 750°C, para um tempo de 3 minutos.

TABELA 2.3 – Composição química (% em peso) das ligas NEXT Cu-Fe-Co [Del Villar et al., 2001.

| Liga | O ₂ | C | Cu | Fe | Co |
|----------|----------------|-------|------|------|------|
| NEXT 100 | 1,07 | 0,039 | 49,5 | 25,2 | 24,1 |
| NEXT 200 | 1,04 | 0,039 | 61,7 | 14,7 | 22,6 |

As curvas de densificação figura 2.18 correspondentes à prensagem a quente, mostram que foi encontrado 97% da densidade teórica usando temperaturas tão baixas quanto 720 e 650°C, respectivamente. Maiores teores de cobre, exigem temperaturas menores para se alcançar uma densidade satisfatória nestes materiais. Pode-se observar na figura 2.19, que a dureza está entre 86 e 109 HRB e, o NEXT 200 tem dureza maior que o NEXT 100 para temperaturas de sinterização na faixa de 600-650°C, o que é meramente um efeito atribuído à diferença de densidade. Comparando as figuras, nota-se que a dureza final das ligas é inicialmente controlada pela porosidade até um certo nível de densidade encontrada (95%), pois acima desta, a propriedade é fortemente dependente da proporção Fe-Cu, ou seja, maior proporção Fe-Cu, maior a formação da fase dura (solução sólida Fe-Co), portanto, maior a dureza da liga. Isso pode ser reforçado analisando a seção isotérmica em 850° figura 2.20, do diagrama de fases ternário Cu-Fe-Co. Pode-se observar que ambas as ligas são vistas na região pseudobinária Cu (cfc) + Fe- α (ccc).

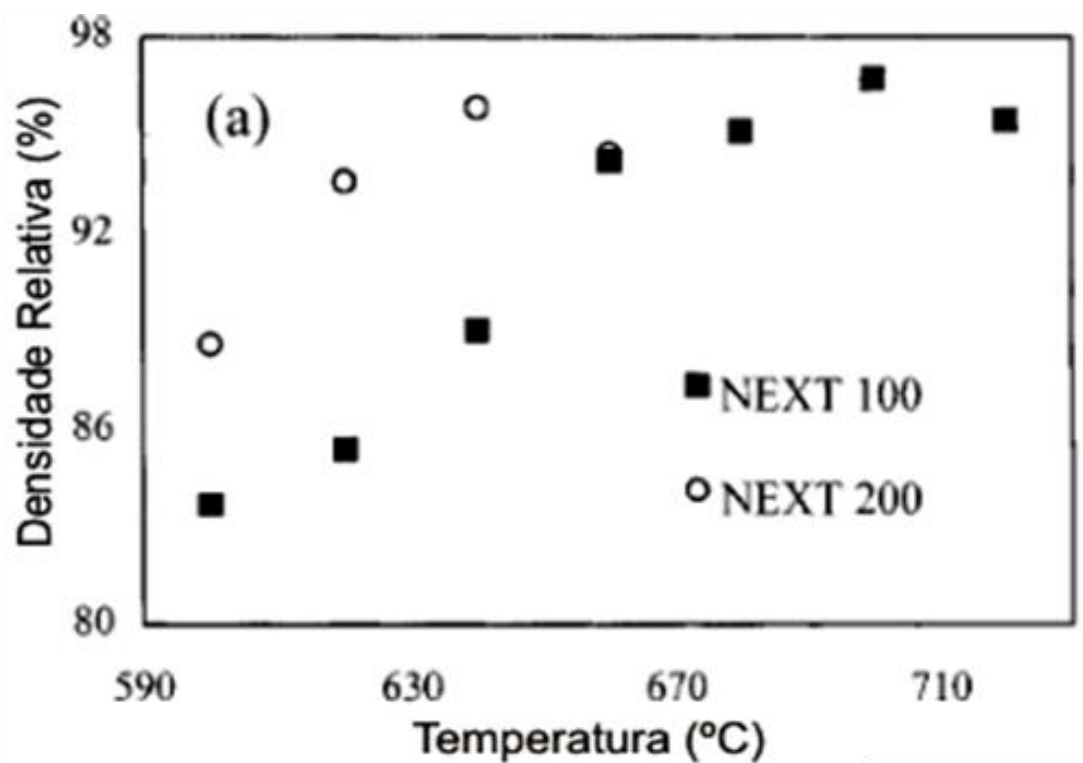


Figura 2.18 – Curvas de densificação das ligas NEXT Cu-Fe-Co processadas por prensagem a quente [Del Villar et al., 2001].

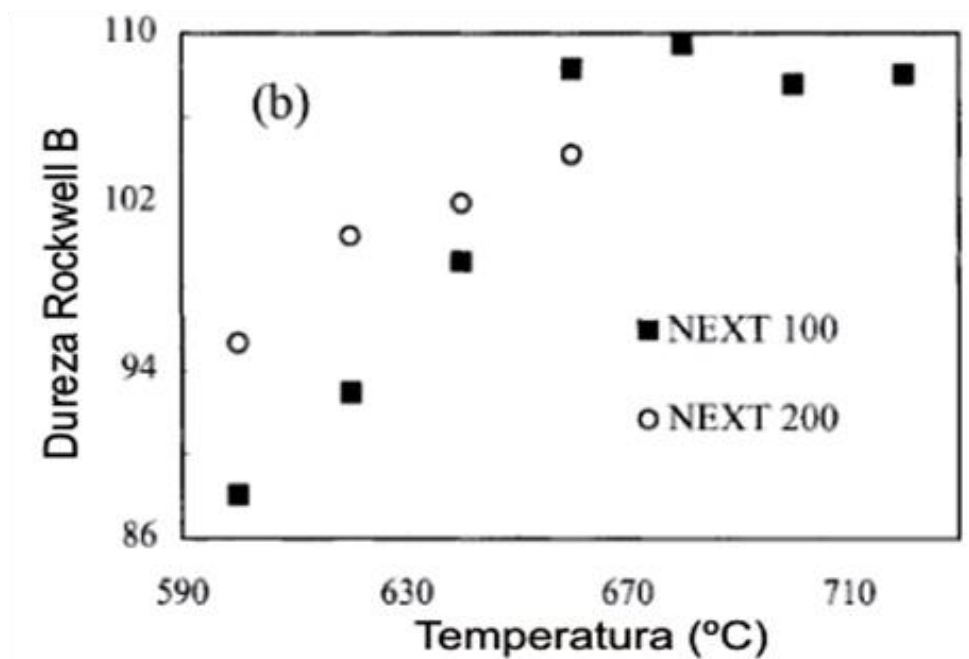


Figura 2.19 – Dureza Rockwell B das ligas NEXT Cu-Fe-Co processadas por prensagem a quente [Del Villar et al., 2001].

Adicionalmente, este diagrama mostra também que, devido à solubilidade limitada do Cu na solução sólida Fe-Co (ccc) nesta temperatura (cerca de 2% em peso), a microestrutura final do material é necessariamente aquela de um material bifásico com cobre como uma fase contínua. Essa microestrutura pode ser vista na figura 2.21, onde a fase rica em cobre (branco) exhibe uma banda extensa na direção perpendicular ao eixo vertical de aplicação da pressão, como resultado da deformação plástica causada pela pressão aplicada em temperaturas elevadas. É também identificada, presença de alguns poucos óxidos também alinhados na direção perpendicular ao eixo da pressão, onde esta disposição anisotrópica da microestrutura prova o papel crítico do fluxo plástico como principal mecanismo de densificação durante a prensagem a quente.

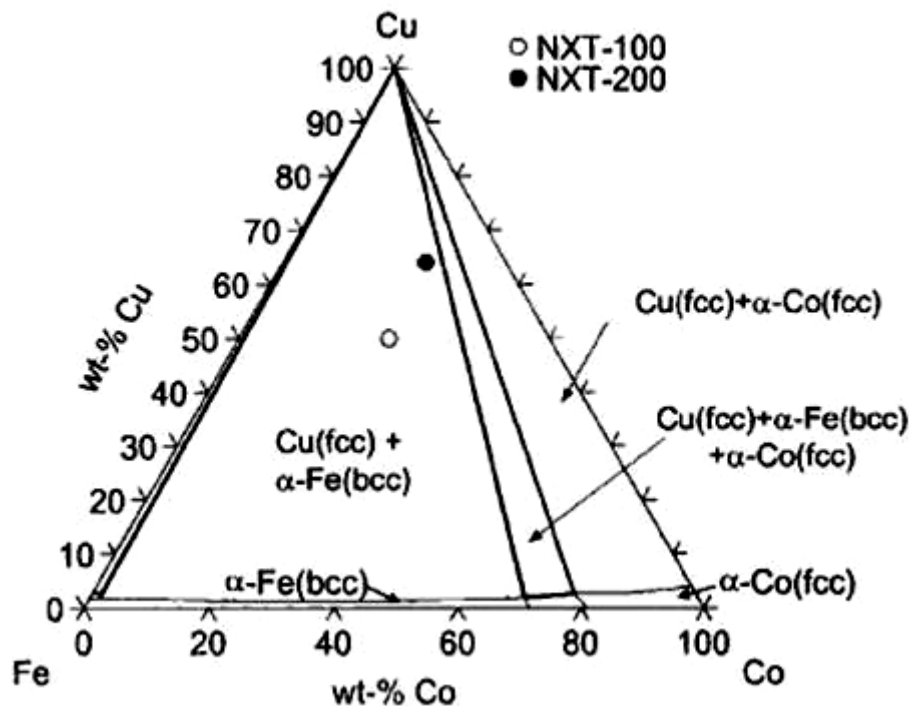


Figura 2.20 – Seção isotérmica (850°C) do diagrama de fases ternário das ligas NEXT Cu-Fe-Co [Del Villar et al., 2001].

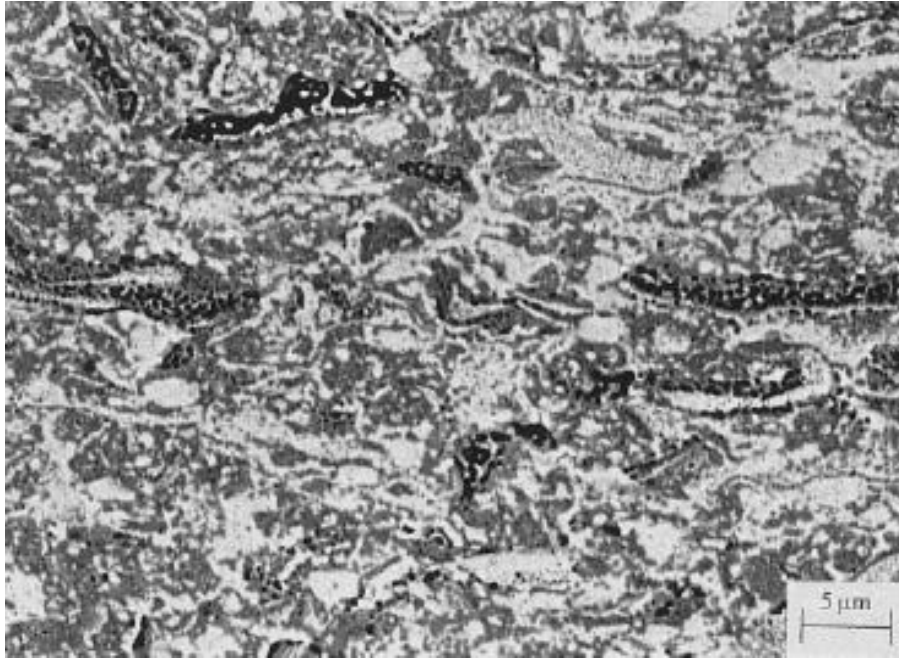


Figura 2.21– Micrografia da liga NEXT-100 Cu-Fe-Co processada por prensagem a quente (700°C, 30MPa, 3 min), mostrando a fase dúctil rica em cobre (contraste branco), fase Fe-Co (em cinza) e óxidos de ferro (em preto) [Del Villar et al., 2001].

2.7 Proposta técnica a ser resolvida.

Diante da fundamentação apresentada, o presente trabalho busca avaliar a influência da variação de teores de cobalto, ferro e cobre nas ligas Fe-Cu-Co, o que se justifica pelo fato de não haver estudos publicados, focados neste importante assunto. Vale informar que a redução no teor de cobalto nas ligas para uso em ferramentas diamantadas é de fundamental importância, conforme já explanado.

Diante análise da revisão bibliográfica foi constatada a influência do cobalto como também a importância das variações de cobre e ferro no processamento destas ligas Fe-Cu-Co. Tais variações implicam dureza, desgaste por abrasão, enfim as propriedades mecânicas.

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Características dos pós

Foram utilizados pós comerciais atomizados de ferro (Fe), cobre (Cu) e Cobalto (Co), adquiridos da METALPÓ. As análises químicas de ambos os pós, são mostradas na tabela 3.1 dados do fabricante.

As análises granulométricas mostram na tabela 3.2 os diâmetros a 10, 50 e 90% através dos tamanhos das partículas CILAS modelo 920L. Utilizando um meio com água destilada em um tempo de dispersão de 60 segundos, figuras 3.1, 3.2 e 3.3, obtêm-se histogramas das partículas de ferro, cobre e cobalto, definindo o diâmetro das partículas.

Tabela 3.1 – Análise química dos pós de ferro, cobre (fabricados via atomização – METALPÓ) – % em peso.

| | Fe | Cu | Co |
|----|------|------|------|
| Mn | 0,15 | - | 0,02 |
| Si | 0,02 | - | 0,09 |
| C | 0,05 | 0,03 | 0,08 |
| O | 0,25 | 0,52 | 0,41 |
| Al | 0,06 | - | - |
| Sn | - | 0,02 | - |
| Fe | - | 0,04 | 0,19 |
| Pb | - | 0,03 | - |
| Cr | 0,03 | - | - |
| Mg | 0,01 | - | - |
| Zn | - | 0,09 | - |
| S | - | 0,12 | 0,01 |
| Ca | - | - | 0,18 |
| Ni | - | - | 0,20 |

Os dados de área de superfície específica, tamanho médio de partícula, volume e distribuição de tamanho de partícula dos pós de Fe, Cu e Co, foram obtidos pelo método BET e sedigrafia e BJH respectivamente e, também são detalhadamente mostrados na tabela 3.3.

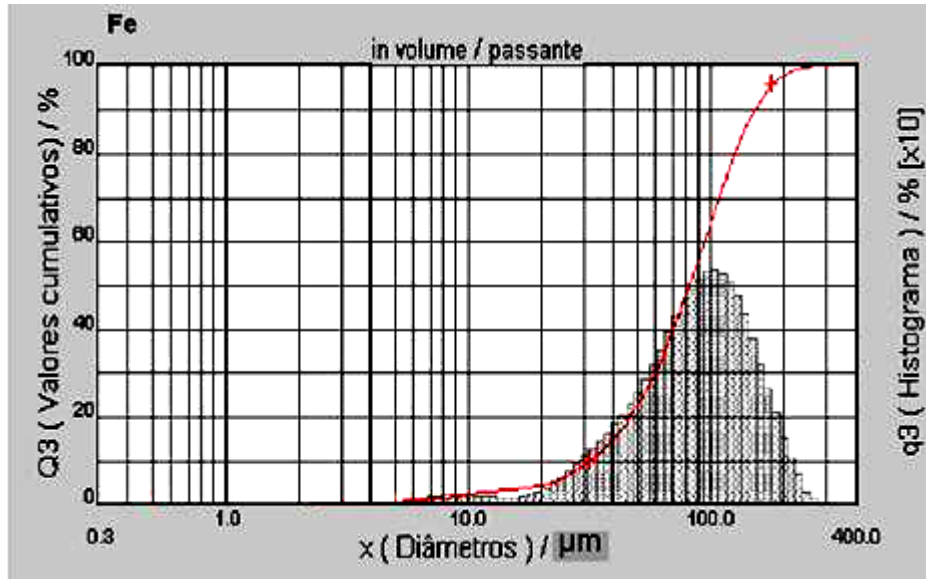


Figura 3.1 – Gráfico do tamanho médio de aglomerados do pó de Ferro em valores acumulativos utilizando um meio com água destilada em um tempo de dispersão de 60 segundos.

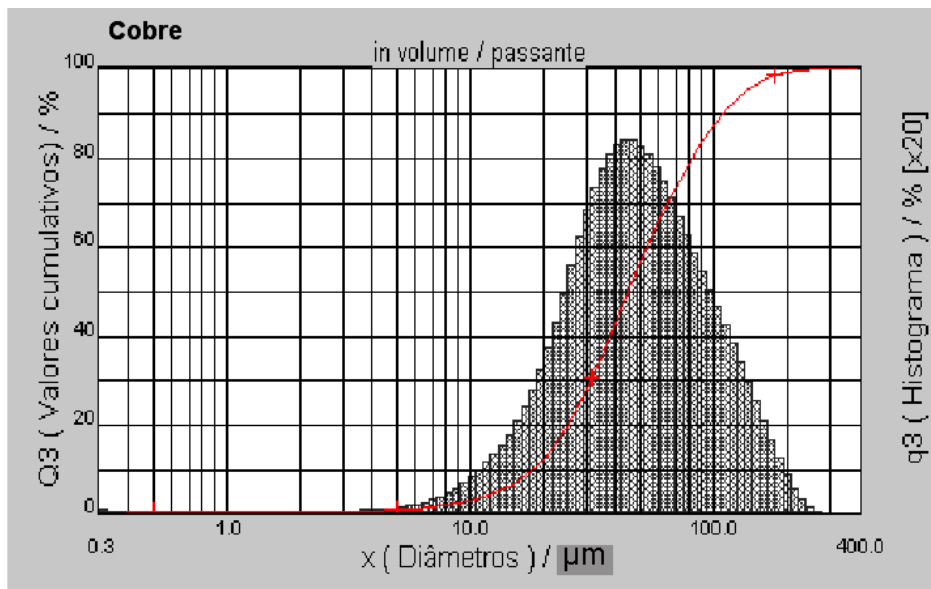


Figura 3.2 – Gráfico do tamanho médio de aglomerados do pó de Cobre em valores acumulativos utilizando um meio com água destilada em um tempo de dispersão de 60 segundos.

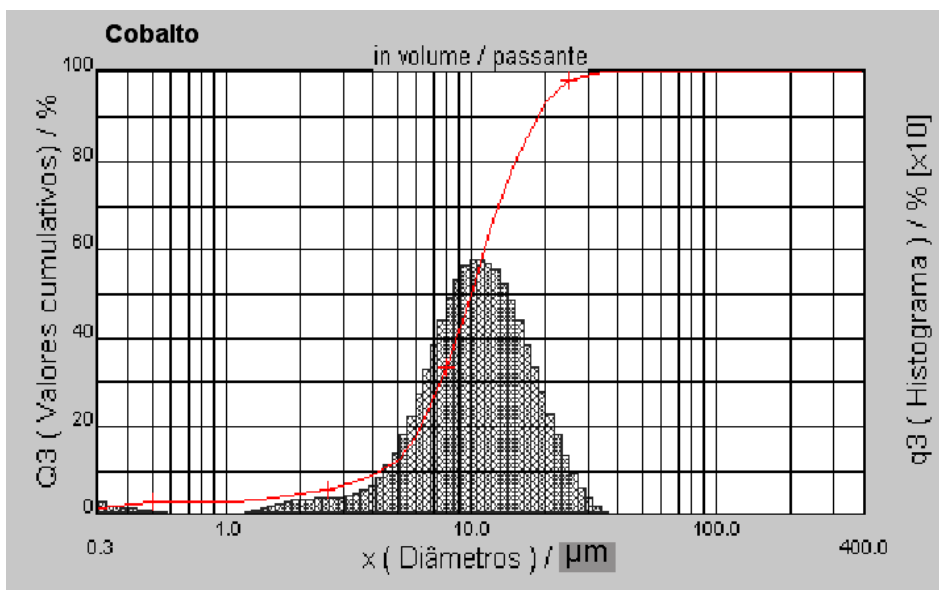


Figura 3.3 – Gráfico do tamanho médio de aglomerados do pó de Cobalto em valores acumulativos utilizando um meio com água destilada em um tempo de dispersão de 60 segundos.

Tabela 3.2 – Análise granulométrica dos diâmetros a (10, 50 e 90)% e diâmetro médio, feito através dos tamanhos das partículas CILAS modelo 920L, utilizando um meio com água destilada em um tempo de dispersão de 60 segundos.

| | Fe | Cu | Co |
|----------------|----------------------|----------------------|---------------------|
| Diâmetro a 10% | 32,28 μm | 17,67 μm | 4,32 μm |
| Diâmetro a 50% | 82,41 μm | 44,93 μm | 10,00 μm |
| Diâmetro a 90% | 154,72 μm | 109,64 μm | 18,65 μm |
| Diâmetro médio | 89,02 μm | 56,07 μm | 10,86 μm |

Tabela 3.3 – Tamanho médio de partícula e área superficial específica, dos pós de cobre, ferro e cobalto.

| | Tamanho médio de partícula (μm) | Área Especifica (m^2/g) |
|----|--|---|
| Fe | 67,06 | 0,1 |
| Cu | 19,93 | 0,3 |
| Co | 10,00 | 0,5 |

3.2 Definição das composições.

Aqui são definidas as composições Fe-Cu-Co, variando o teor de todos os elementos. As figuras 3.4 e 3.5 representam as composições e suas respectivas quantidades, em seus diagramas de fases. A justificativa é que assim se estuda uma larga faixa de composições das ligas Fe-Cu-Co a serem utilizadas como matriz ligante para ferramentas impregnadas diamantadas, englobando as ligas industriais por exemplo a série Next:

Mistura # 1: Fe – 15% peso Cu

Mistura # 2: Fe – 30% peso Cu

Mistura # 3: Fe – 45% peso Cu

Mistura # 4: Fe – 60% peso Cu

Mistura # 5: Fe – 15%Cu-10% peso Co

Mistura # 6: Fe – 30%Cu-10% peso Co

Mistura # 7: Fe – 45%Cu -10% peso Co

Mistura # 8: Fe – 60%Cu-10% peso Co

Mistura # 9: Fe – 15%Cu-20% peso Co

Mistura # 10: Fe – 30%Cu-20% peso Co

Mistura # 11: Fe – 45%Cu-20% peso Co

Mistura # 12: Fe – 60%Cu-20% peso Co

Mistura # 13: Fe–15%Cu-30% peso Co

Mistura # 14: Fe–30%Cu-30% peso Co

Mistura # 15: Fe–45%Cu-30% peso Co

Mistura # 16: Fe–60%Cu-30% peso Co

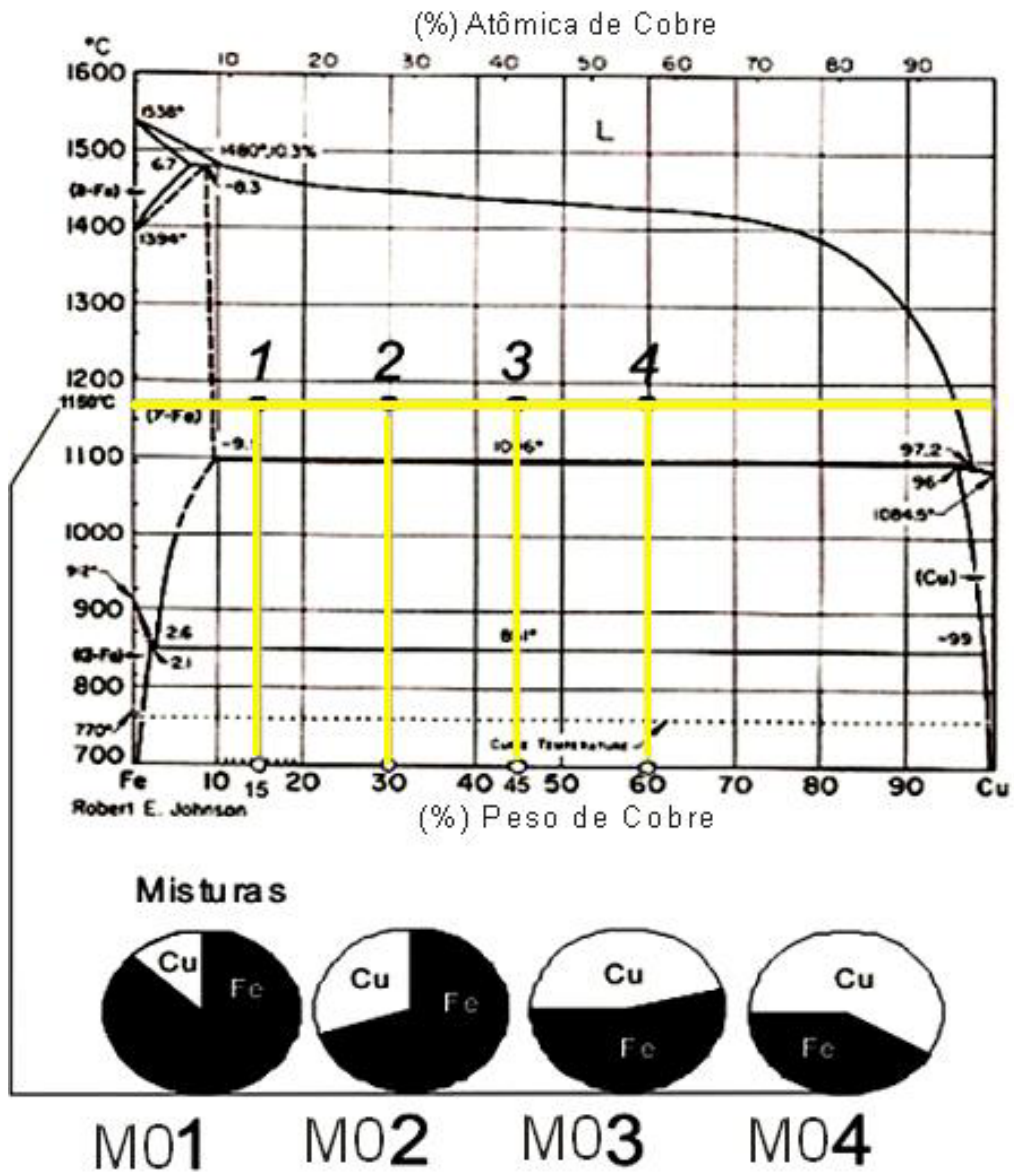


Figura 3.4 – Diagrama de fases do sistema Fe-Cu com as porcentagens de cada mistura [ASM Handbook 1999].

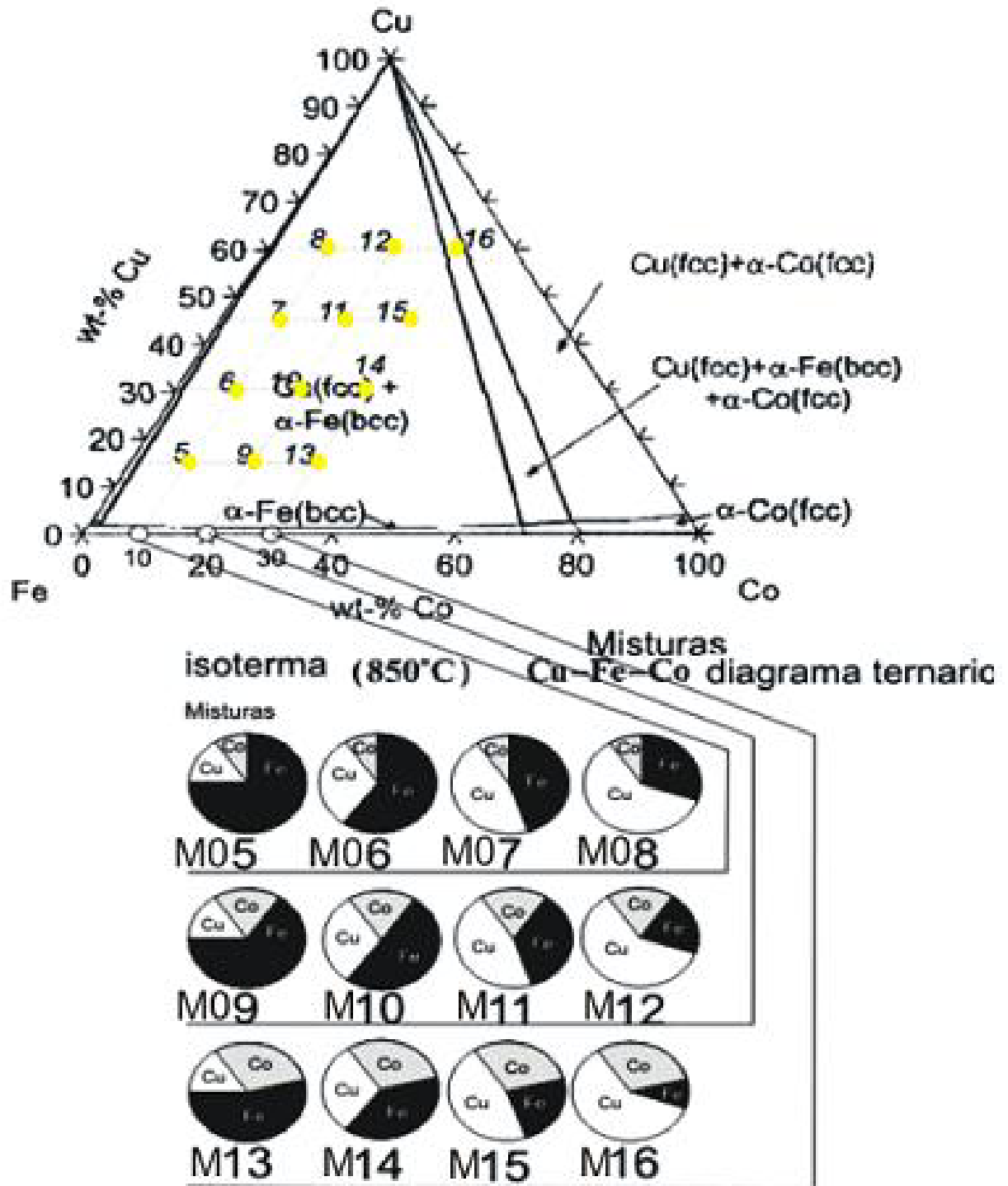


Figura 3.5 Diagrama Fe-Cu-Co com a representação das diferentes composições em porcentagem [Del Villar et al., 2001].

3.3 Mistura das composições

Os pós foram pesados segundo suas respectivas composições, com adição de cânfora como aglomerante orgânico (1% em volume), misturados durante 30 minutos em moinho industrial Pyramid em um recipiente cilíndrico com diâmetro de $\Phi 3 \times 5$ cm onde cada composição ocupou cerca de 15 a 20% do volume total de $35,34 \text{ cm}^3$ do recipiente.

Após a mistura, as composições foram pesadas gerando, 16 diferentes teores de ferro, cobre e cobalto, foram processadas 8 amostras para cada uma diferente composição para um total de 128 unidades.

3.4 Compactação

Todas as amostras foram compactadas a 350 MPa, pois segundo estudo anterior Freitas, et al, (2005) esta é a pressão ideal para a compactação de compósitos diamantados via metalurgia do pó convencional. Para tal foi utilizada uma matriz uniaxial de aço temperado de diâmetro interno de 8mm, acoplada a prensa DANPRESSE produzindo compactados com dimensões e geometrias como esquematizado na figura 3.6.

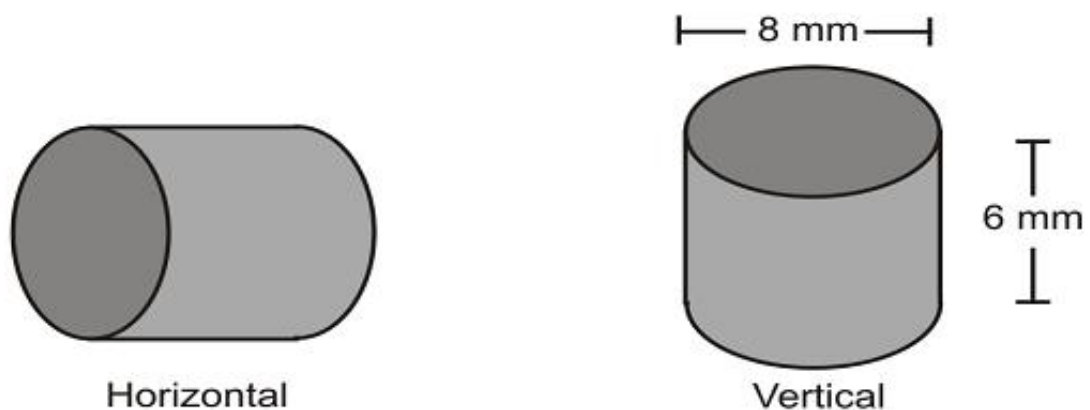


Figura 3.6 – Desenho esquemático das amostras que serão utilizadas na caracterização microestrutural e ensaios mecânicos.

3.5 Volatilização da cânfora e sinterização.

Para cada uma das 16 variações na composição Fe-Cu-Co foram feitas 8 amostras, no total de 128, utilizadas nos experimentos deste trabalho. Após a compactação em cada uma das amostras foi feita a medida do diâmetro e a altura em três diferentes regiões, para obter a média de volume, usando Paquímetro digital eletrônico DIGIMESS – leitura 0,01mm.

A massa foi conferida em balança de precisão modelo: AL 500c, nº de série 285024, ano 2005, Marte balanças e aparelhos de precisão LTDA.

A etapa de secagem dos compactados foi realizada em forno tubular resistivo a vácuo 10^{-2} mmHg – BP Engenharia – à temperatura de 300°C por um tempo de 30 minutos a fim de remover a cânfora (aglomerante orgânico usado na mistura), já que em tal temperatura ocorre a volatilização completa do referido aglomerante.

Após este processo todas as amostras foram retiradas do forno, à temperatura ambiente, para obter gráficos com a média da densidade $\rho = m/v$, média da perda de massa e da retração dos sinterizados.

3.5.1 Sinterização.

As amostras após secagem (remoção da cânfora), foram levadas ao forno verticalmente como mostra a figura 3.6 novamente e sinterizadas a uma atmosfera de vácuo de 10^{-2} mbar, durante 25 minutos a uma temperatura de 1150°C. Este tempo e esta temperatura fornecem uma melhor sinterização Fe-Cu, fundamentado em Oliveira L. J. et al (2005). Após este processo, em todas as amostras foram feitas três medidas de diâmetro em diferentes regiões, para obter gráficos com a densidade, perda de massa e da retração dos sinterizados.

3.6 Preparação Metalográfica para Investigação Microestrutural.

Para análises microestruturais, as amostras foram submetidas à preparação metalográfica, que abrangeu as seguintes etapas:

a) Montagem

A montagem foi realizada pelo processo de embutimento a quente, tendo como principal objetivo, facilitar as operações de lixamento e polimento de amostras, protegendo suas bordas.

No embutimento a quente foi utilizada uma prensa hidráulica Terrmopress- 2 do fabricante Struers e resina baquelítica. Foi aplicada uma carga de 20 KN à temperatura de 150°C, pelo tempo de 8 minutos, tomando-se cuidado de manter a carga constante durante todo o processo de aquecimento.

b) Lixamento

O lixamento das amostras foi realizado na lixadeira manual LUNN – MINOR fabricado por PANAMBRA indústria e técnica S.A. O lixamento foi feito com lixas de granulometrias 220, 320, 400, 600, 1200 mesh

c) Polimento

O polimento mecânico foi realizado através de politriz semi-automática do fabricante Struers, modelo DP-10, utilizando pasta de alumina com granulometria de 1 µm em pano DP-DUR.

3.7 Microscopia Ótica

A microscopia ótica foi utilizada para caracterizar estruturas dos materiais que permite obter as imagens ampliadas (micrografias) de um objeto e distinguir detalhes da sua estrutura através do microscópio NEOPHOT, utilizando-se (100, 350 e 500)x de aumento pelo método de observação por campo claro.

3.7.1 - Difração de Raios-X

Foram realizados ensaios de Difração de Raio-X das amostras com 20% em peso cobalto utilizando as condições experimentais mostradas na tabela 3.4, como veremos a seguir:

TABELA 3.4 – Condições experimentais utilizadas na Difração de Raios - X.

| | |
|--------------------------|-------------|
| 2θ inicial | 40° |
| 2θ final | 100° |
| Passo ($\Delta\theta$) | 0,01° |
| Tempo de cada passo (t) | 0,5 segundo |

O equipamento utilizado foi um difratômetro marca LAX da ShimadZu, utilizando a radiação Cu-K α , operado a 40Kv e 30mA.

A determinação das características dos espectros de difração e a identificação das fases presentes nas amostras foram realizadas com o auxílio do programa JCPDS.

3.7.2 - Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise da microestrutura das amostras foi realizada no microscópio eletrônico ShimadZu, SSX-550 Superscan. Aumentos de 100, 400, 800, 1200 e 1500 vezes utilizados para fazer a análise, mediante voltagem de 20 KV.

3.7.3 - Microscopia Eletrônica de Varredura EDS

Foram realizadas análises químicas pontuais via EDS em microscópio eletrônico de varredura (MEV) que tem por objetivo determinar quais elementos químicos e suas respectivas quantidades se encontram em um determinado ponto específico nas composições analisadas.

3.8 Métodos de Caracterização das Propriedades Mecânicas.

Para determinar as propriedades mecânicas das ligas em estudo, são realizados ensaios de dureza e de abrasão.

3.8.1 Ensaio de Dureza Rockwell B

O ensaio de Dureza Rockwell B foi realizado em um durômetro PANTEC, modelo RBSM, utilizando uma esfera de aço tratado com diâmetro de 2,5 mm. Foi utilizada uma carga principal de 62,5Kgf e uma pré-carga de 3Kgf. As leituras de dureza foram realizadas diretamente no aparelho em um tempo de 6 a 10s. Foram realizadas 5 impressões em cada amostra, em forma de cruz cuja superfície se encontrava lisa e plana.

3.8.2 Ensaio de Desgaste por Abrasão

Todas as 16 composições produzidas neste trabalho serão submetidas a ensaios de abrasão tomando como resultado a média de 03 amostras por composição.

O material de desgaste usado nos ensaios foi um granito cinza, com estrutura orientada, de granulometria grossa, variando de 4 a 20mm. Petrograficamente classificado como Biotita Monzogranito. Contém 32% de quartzo, 31% de microclina micropertico, 24% de plagioclásio, 11% de biotita, e 2% de acessórios. Apresenta massa específica de 2,67 g/cm³, absorção d'água de 0,35%, e porosidade total de 0,93%. Foi então produzido um disco deste granito com diâmetro externo de 70 e 40 cm, respectivamente, e de altura 5cm. Este disco foi instalado horizontalmente na mesa do Simulador Físico Tipo AMSLER Modificado – Microprocessador Modelo AB800-E da Contenco, figura 3.7 (este equipamento possui interface com um computador, e utiliza o software Pavitest Abrasímetro para obtenção dos dados figura 3.8. As amostras foram acopladas verticalmente ao disco de granito, em suporte com fixador, figura 3.9. O suporte também possui um termopar tipo K acoplado, o qual fica em contato direto a lateral da amostra, próximo à zona de corte que foi definida uma linha de corte para todos os ensaios, e a cada ensaio realizado foi feita uma limpeza com escova de aço e aspirador de pó e sendo que medidas da rugosidade antes e depois de cada ensaio foram realizadas, para assim garantir as mesmas condições de ensaios para todas as amostras.

Foi utilizada rotação de 20 RPM do disco de granito e empregadas as cargas verticais (peso solto) sobre as amostras de 2 Kgf. Uma vez posicionada sobre o disco a amostra se manteve fixa em uma linha de corte.

Todas as amostras foram pesadas antes e após cada ensaio em balança digital Scaltec de precisão 0,0001g, para medir a perda de massa (Δm) de cada amostra e averiguar a resistência ao desgaste (RA), que é igual a:

$$\Delta M = \frac{m_i - m_f}{m_i} \quad \text{Equação 1}$$

Equação da variação de massa. Onde m_i é a massa inicial, e m_f a massa final.



Figura 3.7 – Equipamento Abrasímetro microprocessador Modelo AB800-E da Contenco.

O software Pavitest Abrasímetro foi desenvolvido com o intuito de servir como suporte na realização de ensaios de corpos de prova. Este programa permite desde o cadastro e edição de corpos de prova a se ensaiar, até a impressão de relatórios

com os dados cadastrais ou com os gráficos que são obtidos através dos dados gerados e armazenados durante o ensaio.

Este programa permite fazer configurações dos parâmetros a serem realizados no ensaio. Pode-se variar a velocidade de deslocamento da amostra, a rotação da mesa de granito, o tempo de duração do ensaio, a rotação da amostra e a força vertical que a amostra é submetida, a figura 3.02 mostra a tela de ensaios.

Assim com a interação do software com o equipamento Abrasímetro, os parâmetros do processo (força tangencial, desgaste da mesa e temperatura gerada no processo) que foram fornecidos e armazenados, possibilitou a realização de análises posteriores relativas a cada ensaio de corte.

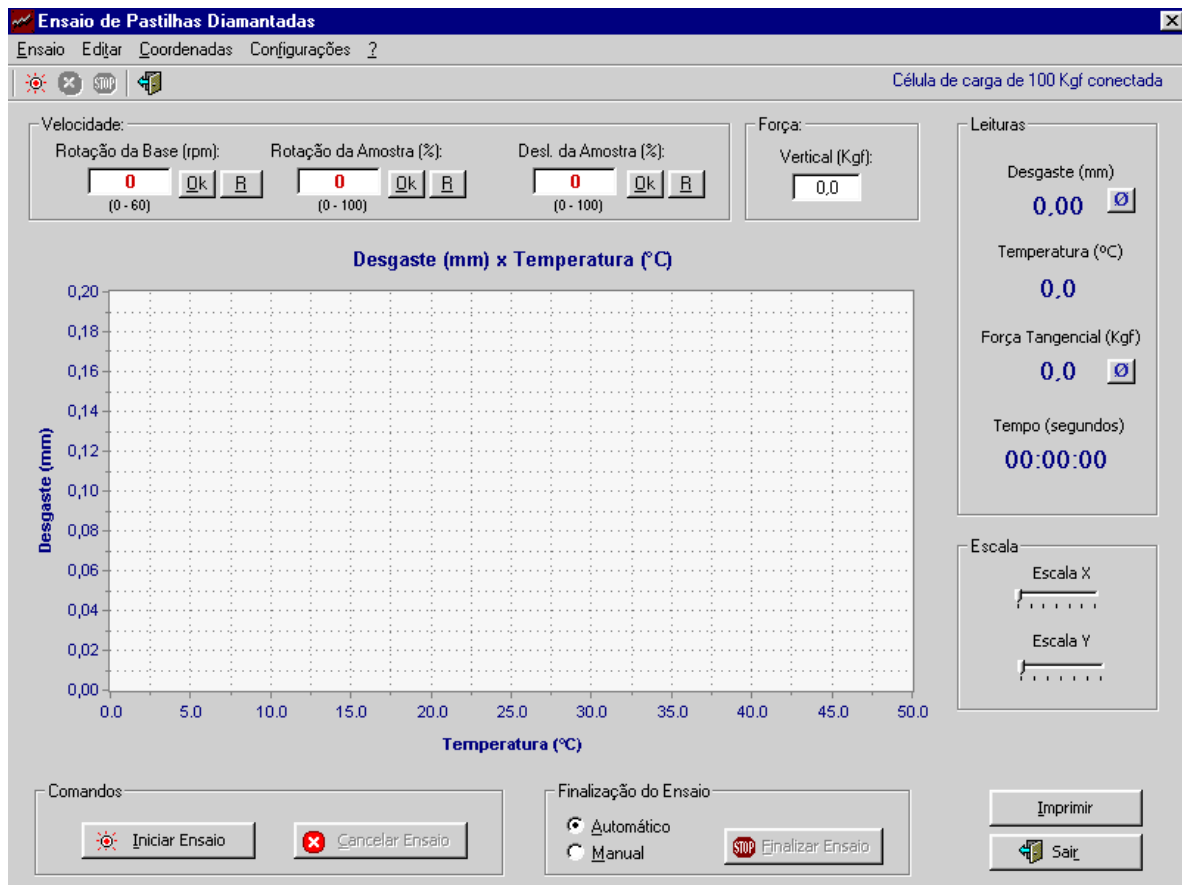


Figura 3.8 – Tela de ensaio dos corpos de prova.

O equipamento possui um suporte onde os corpos de prova foram fixados. Este suporte permite fixar os corpos de prova podendo alterar o ângulo de contato entre os corpos de prova e a mesa de granito. Tal suporte também possui um

termopar tipo J acoplado para medir a temperatura que é gerada no corpo de prova ao longo do ensaio figura 3.9.

O suporte dos corpos de prova se movimenta no sentido radial da mesa de granito do raio externo para o interno, desta forma pode-se controlar a distância e fixar o suporte através de sensores que ficam localizados na parte superior do equipamento. Nos testes realizados, o suporte percorreu todo o trajeto radial da mesa de granito.

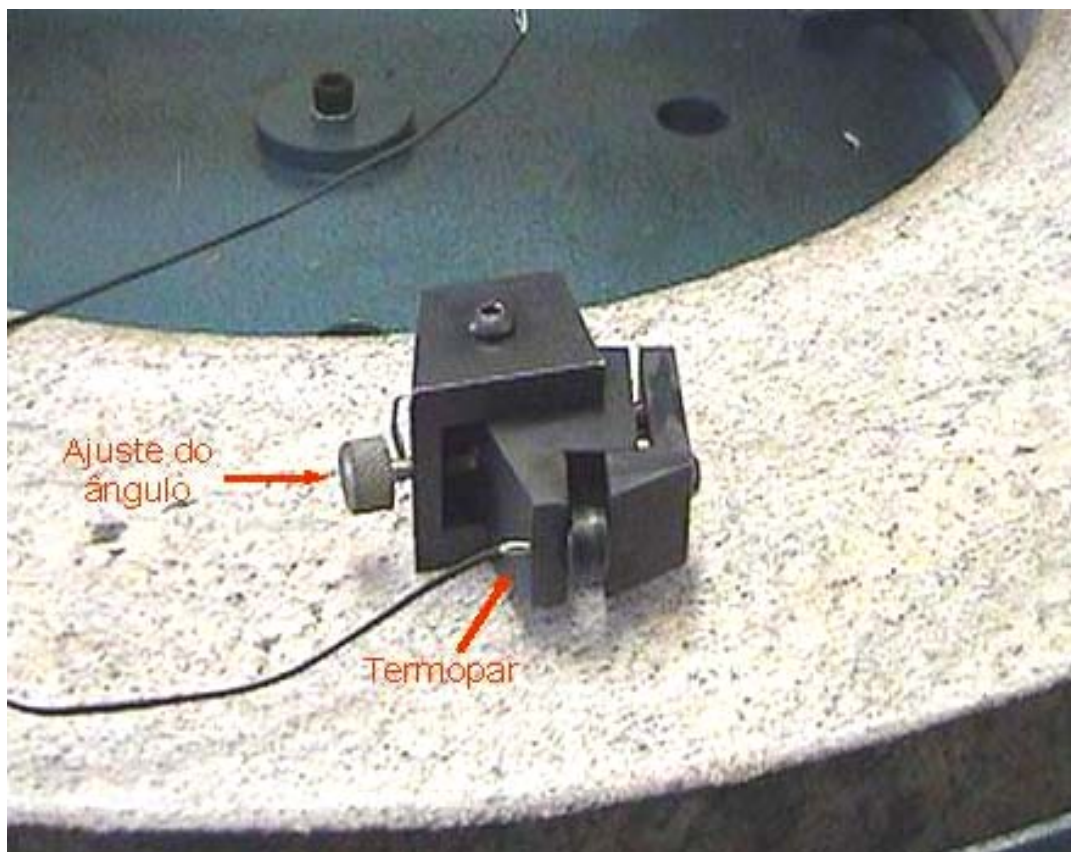


Figura 3.9 – Suporte para ensaio dos corpos de prova.

Durante um tempo de ensaio de 120 s, com o disco girando a 20 RPM as amostras permaneceram fixas no suporte. As amostras foram fixadas num raio de 30 cm (0,30 m), gerando uma volta completa do disco de granito de 1,88 m. Sabendo-se que o disco girou a 20 rotações por minuto, o espaço percorrido em um minuto é de $20 \times 1,88 = 37,5$ m, determinando uma distância de 75,6 m durante a rotação do disco.

Os corpos de prova tocam o disco de granito verticalmente figura 3.6 (tópico 3.4)..

A mesa de granito faz parte do equipamento. A figura 3.10 mostra o abrasímetro em funcionamento durante um ensaio, o suporte utilizado nesta figura não é o mesmo utilizado no ensaio. A figura 3.9 mostra o suporte utilizado, ideal para as dimensões dos corpos de prova.

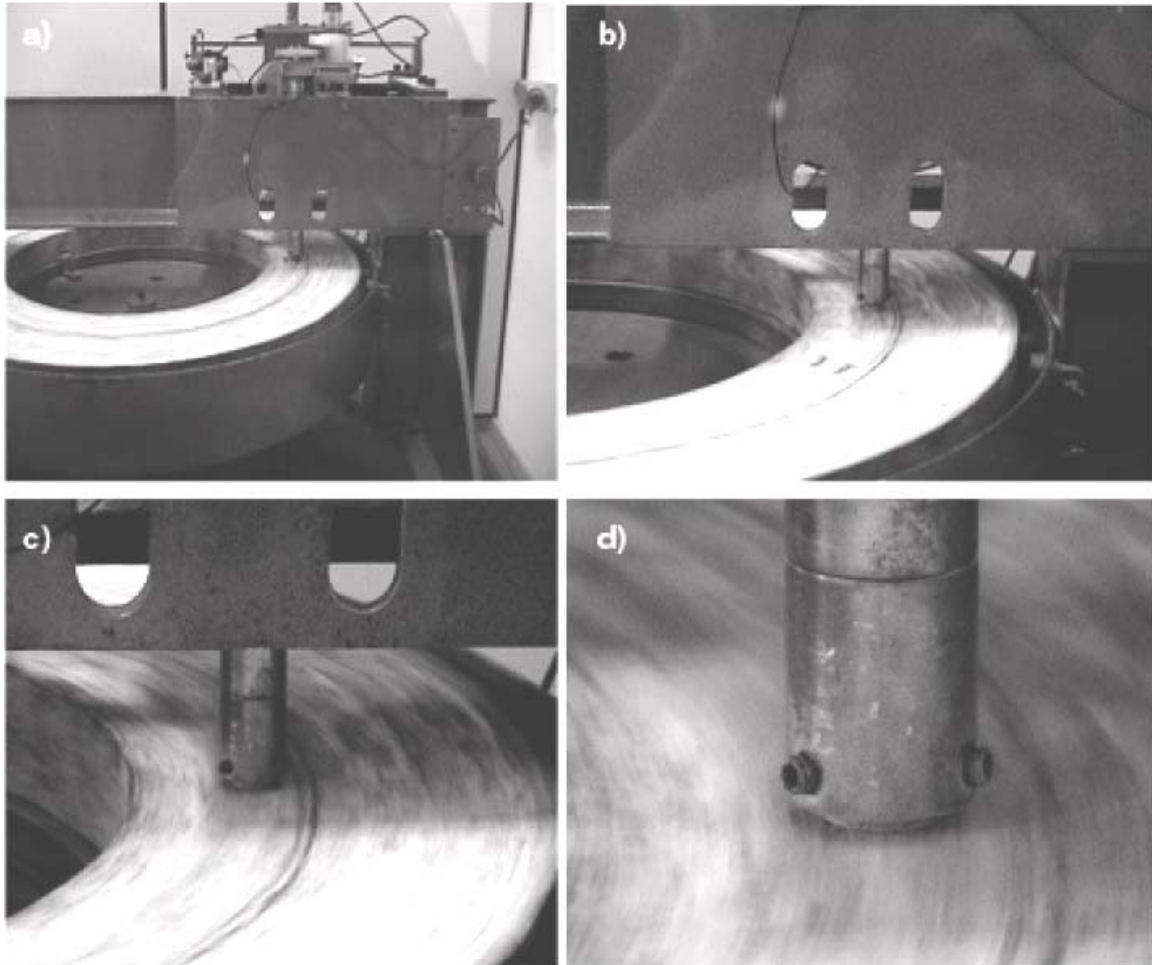


Figura 3.10 – Abrasímetro em operação: a) início do teste após a fixação dos corpos de prova; b) e c) funcionamento durante o ensaio; d) durante o ensaio – composição sendo desgastada [Aigueira. R. B. 2006].

Através dos ensaios de desgaste por Abrasão, realizados durante 120 segundos foi possível extrair dados de força tangencial e temperatura. Esta relação é estabelecida ao aplicar-se uma força H , paralela ao plano de contato, sobre o corpo B, este não se movera, admite-se a existência de uma força F atuando sobre

o corpo, chamada força de atrito, que se desenvolve no plano de contato entre os corpos. Elevando-se o valor de H , o deslizamento do corpo B sobre o corpo A, poderá iniciar.

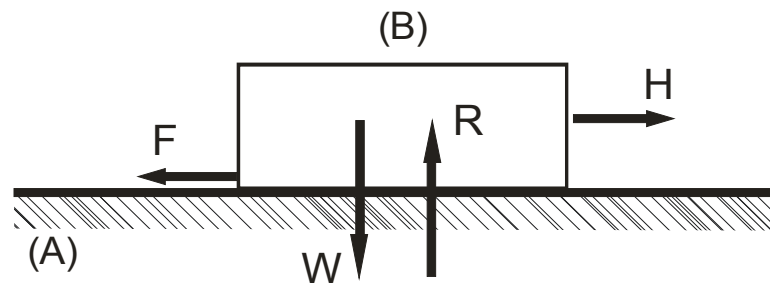


Figura 3.11 – Forças presentes no deslizamento de um corpo.

O valor de F tem sempre uma relação fixa com a força de contato, normal ao plano R , é que esta relação depende dos materiais e da aspereza das superfícies em contato.

CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Perda de massa após secagem dos sinterizados dos sistemas Fe-Cu e Fe-Cu-Co.

A perda de massa após a retirada canfora, conforme mostrado na figura 4.1, está relacionada com o tratamento térmico de 30 minutos a uma temperatura de 300°C (aglomerante e lubrificante orgânico).

Entre os valores apresentados das composições não notamos uma mudança significativa em variação de massa, porém ao a medida que adicionarmos cobalto notamos uma maior variação de massa.

A uma temperatura de 300°C durante 30 minutos, temos perda de massa com valores entre 0,05 e 0,10. Esta variação não oferece qualquer informação de grande relevância visto que esta temperatura não exerce influência na sinterização das composições, sendo assim não interferem nos resultados que veremos a seguir.

Esta faixa de valores que giram em torno de (0,05 para 0,10)% são valores que indicam a volatilização do aglomerante, orgânico usado na mistura e mostra, que a cânfora não tem qualquer influência ou interação com a mistura nos diferentes teores das liga Fe-Cu e Fe-Cu-Co.

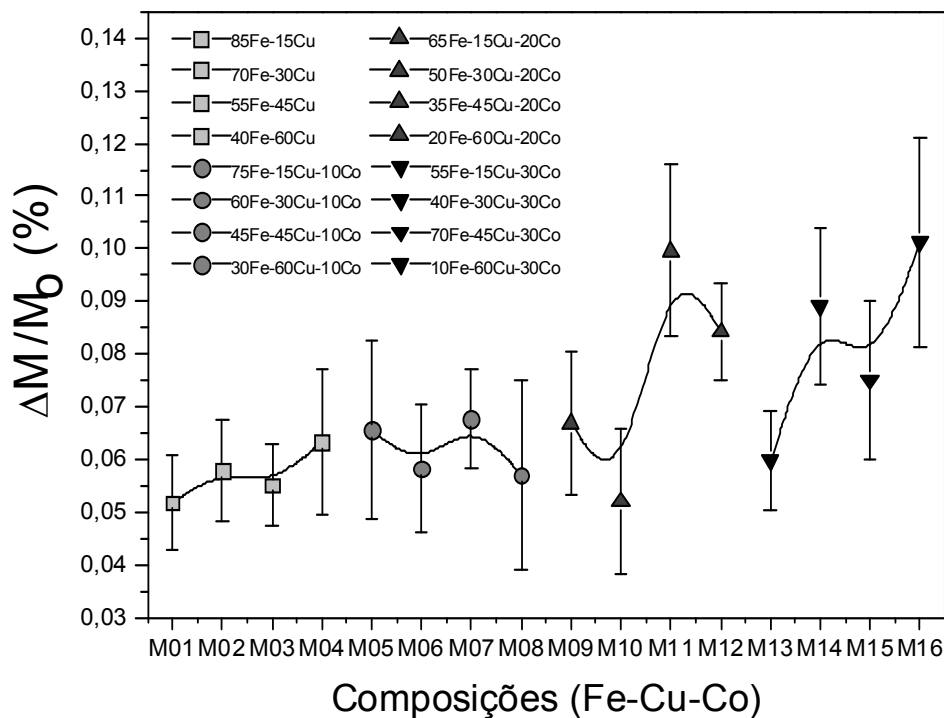


Figura 4.1 – A perda de massa após a retirada canfora.

4.2 Densidades a verde.

O controle na etapa de compactação é importante para aniquilação e/ou refinamento dos poros ou espaços entre partículas de um pó no processo da tecnologia do pó.

A compactação ocorre progressivamente à medida em que se torna maior o contato com as partículas vizinhas dos pó com o aumento da pressão, desta forma o processo, tem como objetivos principais:

(1) Consolidar o pó no formato pré-determinado, para estabelecer tanto quanto possível as dimensões finais para diminuir defeitos de variação dimensional na posterior sinterização; (2) atingir um nível de porosidade desejado, para promover uma resistência mecânica para o compactado, para assegurar que ele possa ser manuseado – resistência a verde.

A utilização de fórmulas, como as utilizadas por Gomes et al (2005), prevê o comportamento do pó durante o processo de compactação, extremamente importante para a Metalurgia do pó. Entretanto, existem outros estudos confiáveis. Gomes et al (2005) neste trabalho demonstra que através de curvas de pressão x densidade ($\log P \times \rho_R$) uma série de informações podem ser obtidas. Através da interpretação dos gráficos $\log P \times \rho_R$ (P – pressão, ρ_R – densidade relativa, definida, como sendo a densidade verde dividida pela densidade cristalina) pode identificar-se as regiões de pressões correspondentes aos vários estágios da compactação. A interpretação das curvas de compactação, considera os pontos de inflexão como o início de um tipo de mecanismo que ocorre nas partículas.

O início do processo de compactação Figura 4.2 é caracterizado pela acomodação das partículas sem deformação plástica, região (I) em seguida tem-se o início da deformação plástica e fratura das partículas nos pontos de contato (II) ficando por último, através de uma elevada pressão de compactação, o surgimento da compressão elástica dos pó como um todo, acompanhada de rearranjo região (III) região (Gomes 2005).

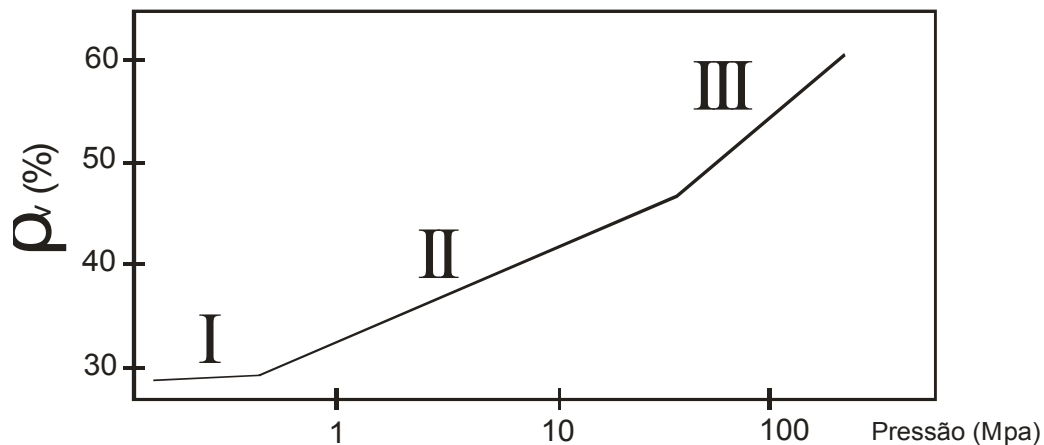


Figura 4.2 Curva mostrando os três estágios da compactação para pó de Ta ATR [Gomes, (1995)].

Baseado em estudo anterior Da Silva V. F. (2005), pode ser definido o nível ideal de compactação para o sistema Fe-Cu, sendo a escala de pressão ideal entre 250 e 350 MPa, onde foi encontrado uma densificação de aproximadamente 45,90% para os compactados. Além disso, Filgueira (2002) afirmou que para esta escala de pressão, não há clivagem ou quebra dos cristais de diamante.

Desta forma a compactação feita a 350MPa, de pós de Fe-Cu e Fe-Cu-Co oferece uma densificação estudada para uso em ferramentas diamantadas. Os compactados nas dezesseis diferentes composições, foram misturadas em moinho industrial durante 25 minutos. Após a etapa da mistura, os pós foram compactados a frio em matriz uniaxial sob pressão já definida e justificada pelo estudo acima citado de 350MPa,. Analisando a densificação do compactado, e comparando com a densidade teórica para cada mistura, e utilizando a regra das misturas para sistemas pulverulentos (German, 1998) mostrado na equação 2 para o sistema Fe-Cu e a equação 3 para o sistema Fe-Cu-Co.

$$\rho_{C_{Fe-Cu}} = \frac{m_{Fe} + m_{Cu}}{\frac{m_{Fe}}{\rho_{Fe}} + \frac{m_{Cu}}{\rho_{Cu}}} \quad \text{Equação 2}$$

$$\rho_{C_{Fe-Cu-Co}} = \frac{m_{Fe} + m_{Cu} + m_{Co}}{\frac{m_{Fe}}{\rho_{Fe}} + \frac{m_{Cu}}{\rho_{Cu}} + \frac{m_{Co}}{\rho_{Co}}} \quad \text{Equação 3}$$

Estes são os valores médios da densidade teórica de cada composição, confrontados, com as densidades dos compactados após a sinterização Tabela 4.1 obtendo uma densificação em % peso.

Valores de correlação Calliste , Jr.W.D. (2002) :

$$\rho_{Fe} = 7,87 \text{ g cm}^3$$

$$\rho_{Cu} = 8,96 \text{ g cm}^3$$

$$\rho_{Co} = 8,91 \text{ g cm}^3$$

Tabela 4.1 - Densidade teórica e densidade dos sinterizados através da regra das misturas.

| Amostras | Composição | Densidade Teórica (g/cm ³) | Densidade sinterizado (g/cm ³) | Densificação (%) |
|----------|----------------|--|--|------------------|
| M 01 | Fe-15%Cu | 8,11 | 5,65 | 69,7 |
| M 02 | Fe-30%Cu | 8,26 | 5,88 | 71,2 |
| M 03 | Fe-45%Cu | 8,42 | 6,11 | 72,5 |
| M 04 | Fe-60%Cu | 8,58 | 6,51 | 75,9 |
| M 05 | Fe-15%Cu-10%Co | 8,21 | 5,81 | 70,9 |
| M 06 | Fe-30%Cu-10%Co | 8,36 | 5,85 | 69,9 |
| M 07 | Fe-45%Cu-10%Co | 8,52 | 5,88 | 68,9 |
| M 08 | Fe-60%Cu-10%Co | 8,69 | 6,31 | 72,5 |
| M 09 | Fe-15%Cu-20%Co | 8,31 | 5,81 | 69,9 |
| M 10 | Fe-30%Cu-20%Co | 8,46 | 5,81 | 68,5 |
| M 11 | Fe-45%Cu-20%Co | 8,63 | 6,39 | 74,1 |
| M 12 | Fe-60%Cu-20%Co | 8,81 | 6,95 | 78,9 |
| M 13 | Fe-15%Cu-30%Co | 7,92 | 5,75 | 72,7 |
| M 14 | Fe-30%Cu-30%Co | 7,96 | 5,61 | 70,4 |
| M 15 | Fe-45%Cu-30%Co | 8,01 | 6,05 | 75,5 |
| M 16 | Fe-60%Cu-30%Co | 8,06 | 6,41 | 79,6 |

A densidade ou massa específica é uma característica própria de cada material, por isso pode-se observar que há uma diferença considerável entre os

valores de densidade obtidos nas diferentes composições, com uma variação de 13,4%. Obtivemos um nível de densificação satisfatório para as misturas, uma vez que a densidade ficou por volta de 68,5 a 79,6% da teórica Callister, Jr. W. D. (2002).

4.2.1 Retração/inchaço e perda de massa após a sinterização: Fe-Cu e Fe-Cu-Co.

A figura 4.3 mostra os resultados de retração linear para todas as composições estudadas. Independente do sistema, observa-se elevação da retração, mediante o aumento do teor de cobre. Isto deve-se ao fato de que este elemento é o agente promotor da fase líquida, a qual facilita a densificação, de forma geral.

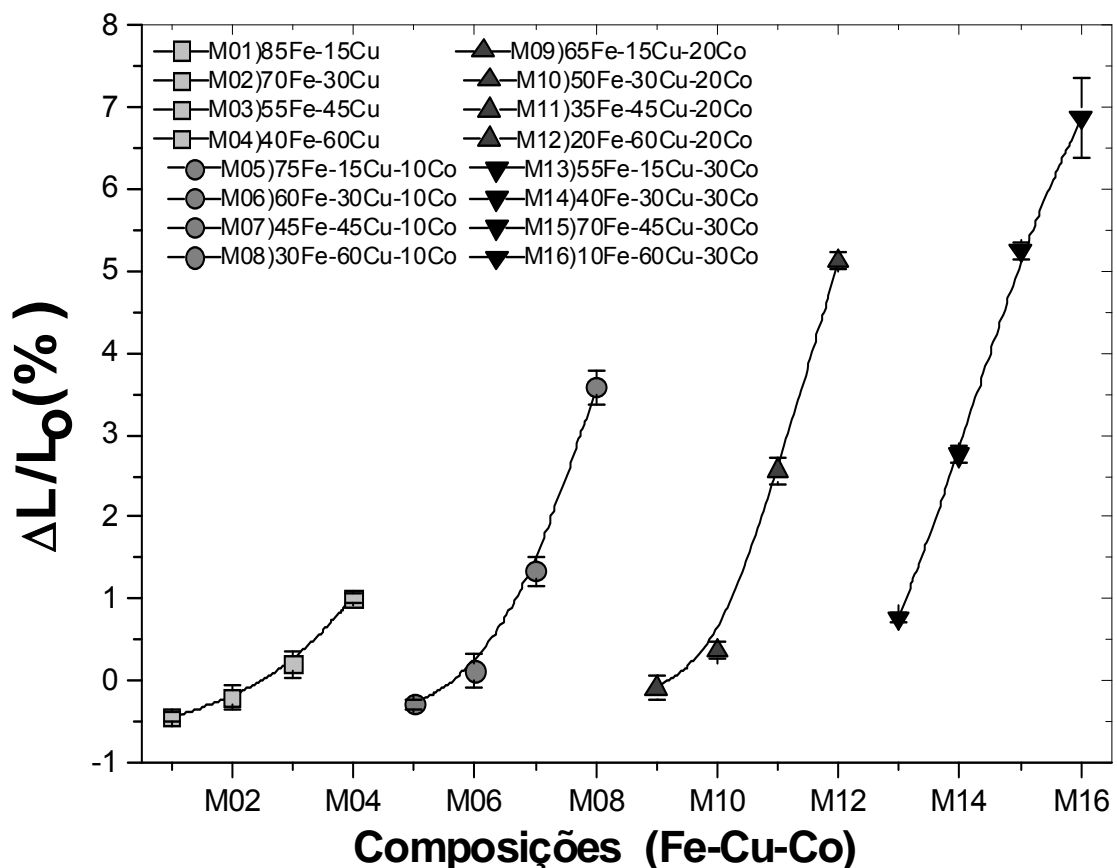


Figura 4.3 Retração e inchaço após sinterização, a 1150°C da liga Fe-Cu-Co.

Apesar de já ter sido extensivamente discutido o inchaço verificado no sistema Fe-Cu, o mesmo ocorre para o sistema Fe-Cu-Co, sobretudo quando do uso de menores teores de cobalto (até 20% pCo). É observável que este inchaço ocorre para teor de cobre de até 30% em peso, a partir daí, tem-se sempre retração.

Neste panorama, atribui-se este comportamento ao fato de que quando maior o teor de cobre, mais extensiva a fase líquida. Embora haja uma condição desfavorável de retração para sistemas Fe-Cu e Fe-Cu-Co, a fase líquida parece favorecer a formação de uma possível solução sólida Fe-Co, conforme veremos a seguir, promovendo forte retração.

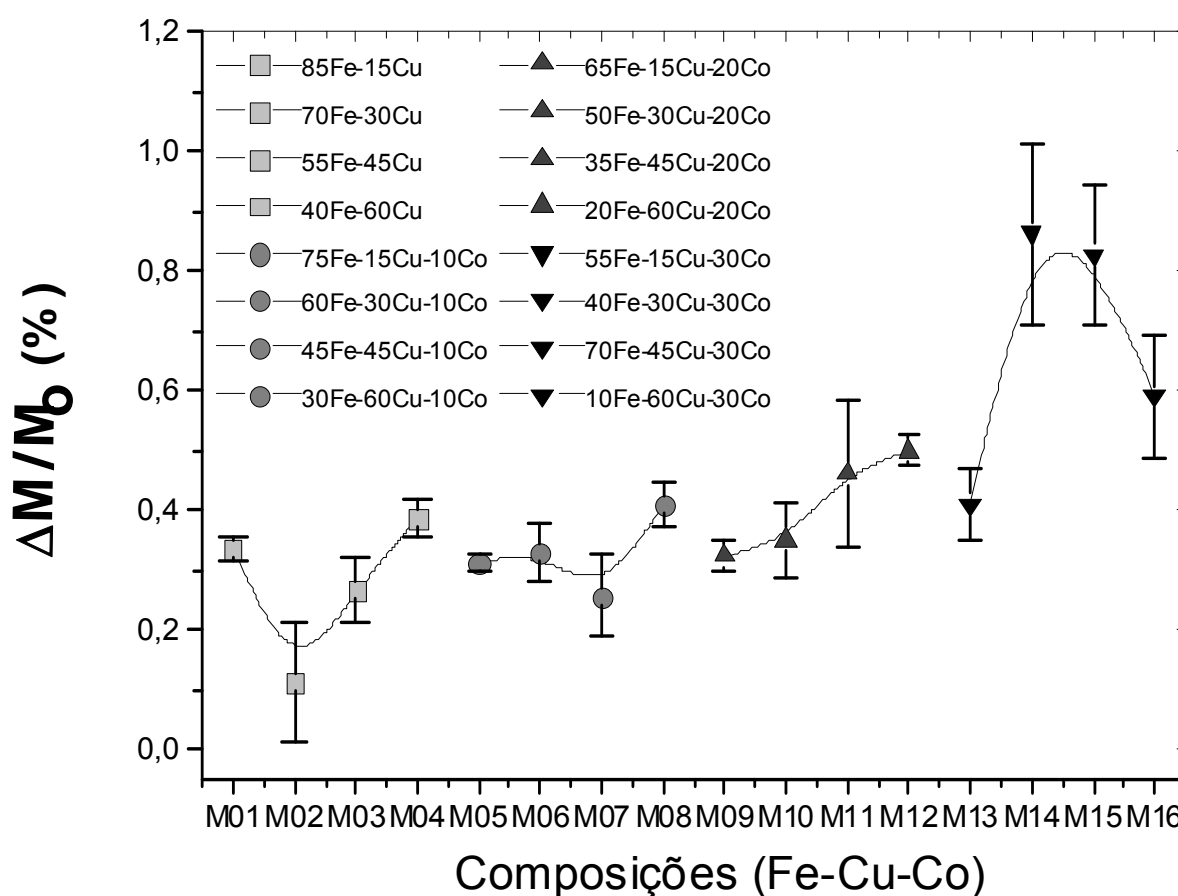


Figura 4.4 Perda de massa após a sinterização a 1150° C.

De acordo com a figura 4.4 as maiores perdas de massa se verificaram para os teores mais elevados de cobalto, e isto se deve à remoção de uma camada fina de óxido superficial, especialmente das partículas remoção de cobalto e cobre, uma vez que estes pós apresentaram elevado teor de oxigênio, em sua análise química –

vide tabela 3.1. Como a sinterização foi feita à vácuo de 2.10^{-2} mbar, por consequência a pressão de vapor dos óxidos é menor sendo assim na sinterização, estes óxidos sublimam.

4.2.2 Microestrutura dos Sinterizados

As figuras a seguir mostram os aspectos microestruturais das amostras de Fe-Cu-Co nas dezesseis diferentes composições apresentadas, após sinterização a 1150°C , para um tempo de 25 minutos. Pode-se claramente observar o contraste entre as partículas de ferro e uma possível solução sólida Ferro-Cobalto, com o cobre formando regiões “lagos” regiões “claras avermelhadas”. Observa-se que existe sinterização no estado líquido, já comentado anteriormente, pois é sabido que o cobre apresenta ponto de fusão de 1084°C , sendo assim acontecendo a sinterização a 1150° o cobre se tornara líquido. O ferro e Cobalto tem os seus respectivos pontos de fusão superiores a esta temperatura de sinterização, porém a afinidade dos elementos e a solubilidades de um para com o outro, vista no diagrama de fases, faz com que os mesmos sintetizem por meio de uma solução sólida como será visto mais adiante. Também é verificada a presença de porosidade, com alguns poros maiores, devido ao fluxo de cobre líquido por entre as partículas de Ferro e Ferro-Cobalto e pequenos poros de geometria esférica indicando estágio final e efetividade da sinterização. Observa-se também uma distribuição heterogênea da porosidade, devido à distribuição insatisfatória de cobre no ferro e cobalto, advinda da mistura destes metais.

Fica claro na liga Fe-Cu (M01, M02, M03 e M04) a presença do inchaço, comprovado por Oliveira et al (2005) comparando este trabalho com a figura 4.5 (A), (B), (C) e (D). A presença do inchaço é observada, pois quanto menor a quantidade de cobre, menos líquido é formado durante a sinterização desta forma o ferro dissolve uma menor quantidade de cobre em sua rede cristalina, criando assim uma grande quantidade de porosidade ao longo de toda amostra sendo que, à medida que a concentração de cobre aumenta gerando um maior nível de retração figura 4.5, que já era de se esperar devido análise do diagrama de fases Fe-Cu.

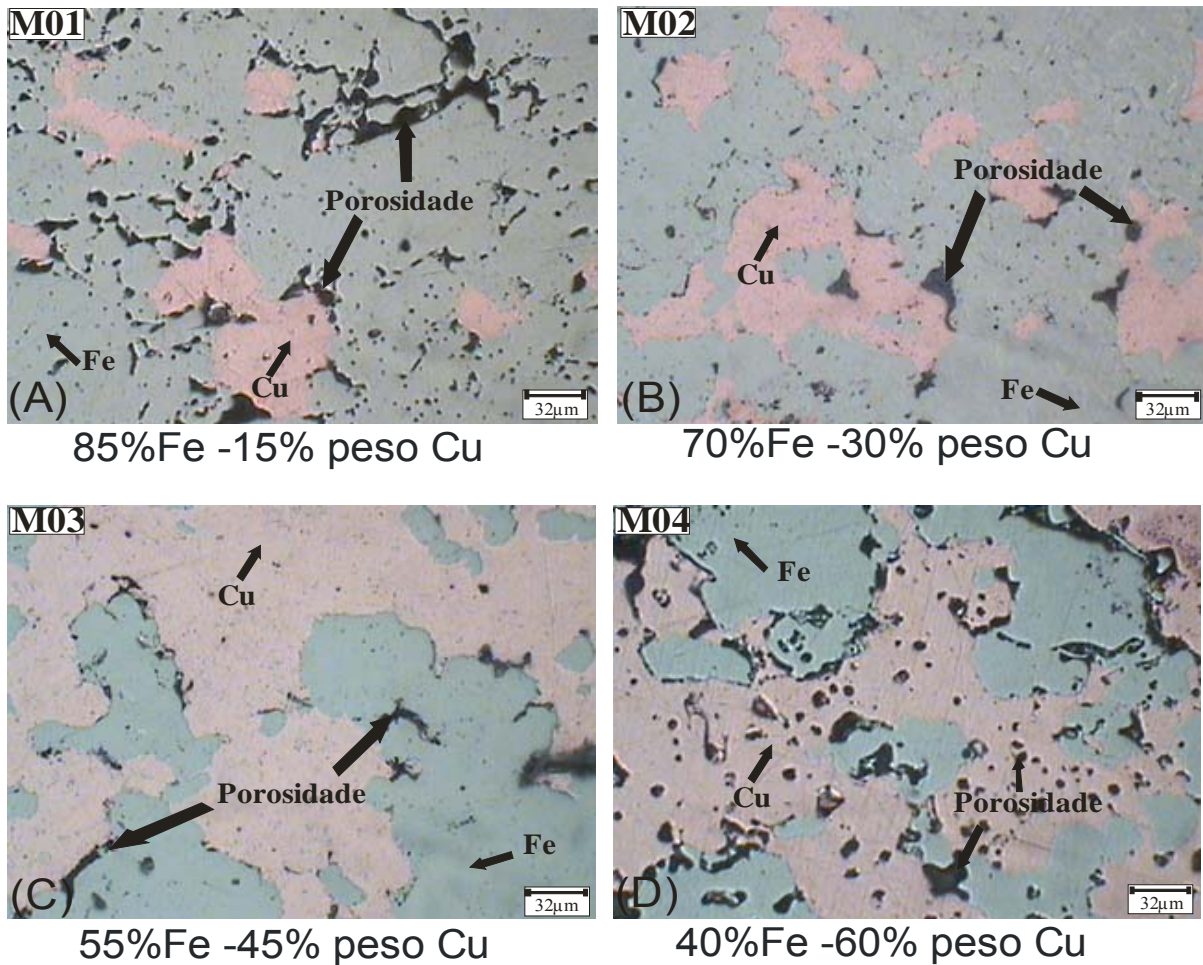


Figura 4.5 – (A) Micrografia do sistema Fe-15%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos; (B) Micrografia do sistema Fe-30%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos; (C) Micrografia do sistema Fe-45%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos; (D) Micrografia do sistema Fe-60%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos.

A figura 4.6 (A), (B), (C) e (D) representa o aspecto microestrutural do sistema Fe-Cu com adição de 10% de cobalto. Pode ser notado facilmente que as composições Fe-Cu-Co, tem o mesmo grau de porosidade observado nas figuras sem a adição de cobalto. A ocorrência do inchaço é evidente para estas composições, porém o cobalto faz com que ocorra um aumento da retração. É importante citar a possível presença de uma fase sólida entre o ferro e o cobalto distribuída, de maneira não uniforme na interface das partículas ferro como pode ser mostrado de maneira evidente nas composições (M05, M06, M07 e M08). O comportamento do cobre é o mesmo para amostras sem cobalto.

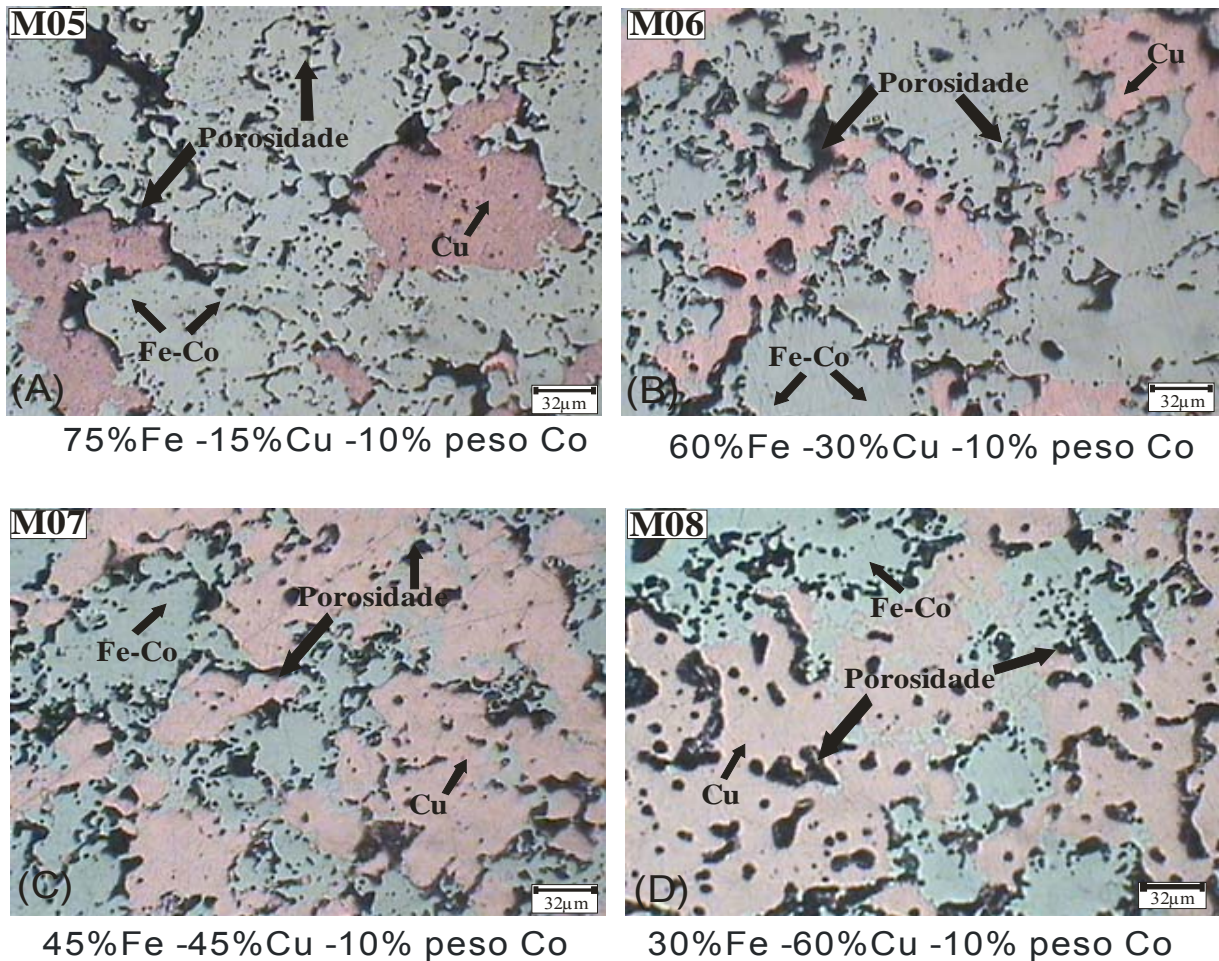


Figura 4.6 – (A) Micrografia do sistema Fe-15%pCu com adição de 10%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (B) Micrografia do sistema Fe-30%pCu com adição de 10%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (C) Micrografia do sistema Fe-45%pCu com adição de 10%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (D) Micrografia do sistema Fe-60%pCu com adição de 10%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos

Na figura 4.7 (A), (B), (C) e (D) das amostras M09, M10, M11 e M12 pode-se claramente notar um grau de porosidade igual em todas as amostras. Essa porosidade remanescente pode ser atribuída ao inchaço, que por sua vez se torna cada vez menor à medida que adicionamos cobalto a liga Fe-Cu, o cobalto provavelmente faz uma solução sólida como será visto nos ensaios de difração de raio-x das amostra citadas. É novamente importante ressaltar que o cobre funde a 1084°C e forma uma fase líquida nos primeiros minutos de sinterização. Após esta etapa, onde havia cobre sólido, se torna região de porosidade como consequência da penetração do cobre líquido nos contornos de grão do ferro com a adição de

cobalto a solução sólida formada sintetiza efetivamente a fase líquida diminuindo o inchaço do sinterizado. O inchaço é um comportamento normal durante sinterização por fase líquida no sistema Fe-Cu e Fe-Cu-Co, porem a solubilidade do Cobalto no ferro é maior do que a do cobre no ferro, como já explanado. Esse comportamento é perfeitamente observado na revisão bibliográfica, e visto na referência (ASM HANDBOOK, 1973) para esta temperatura de sinterização. Cabe ainda ressaltar que estes resultados estão de acordo com os estudos de Del Villar, et al (2001), aprestado no capítulo 2.6.3 deste trabalho.

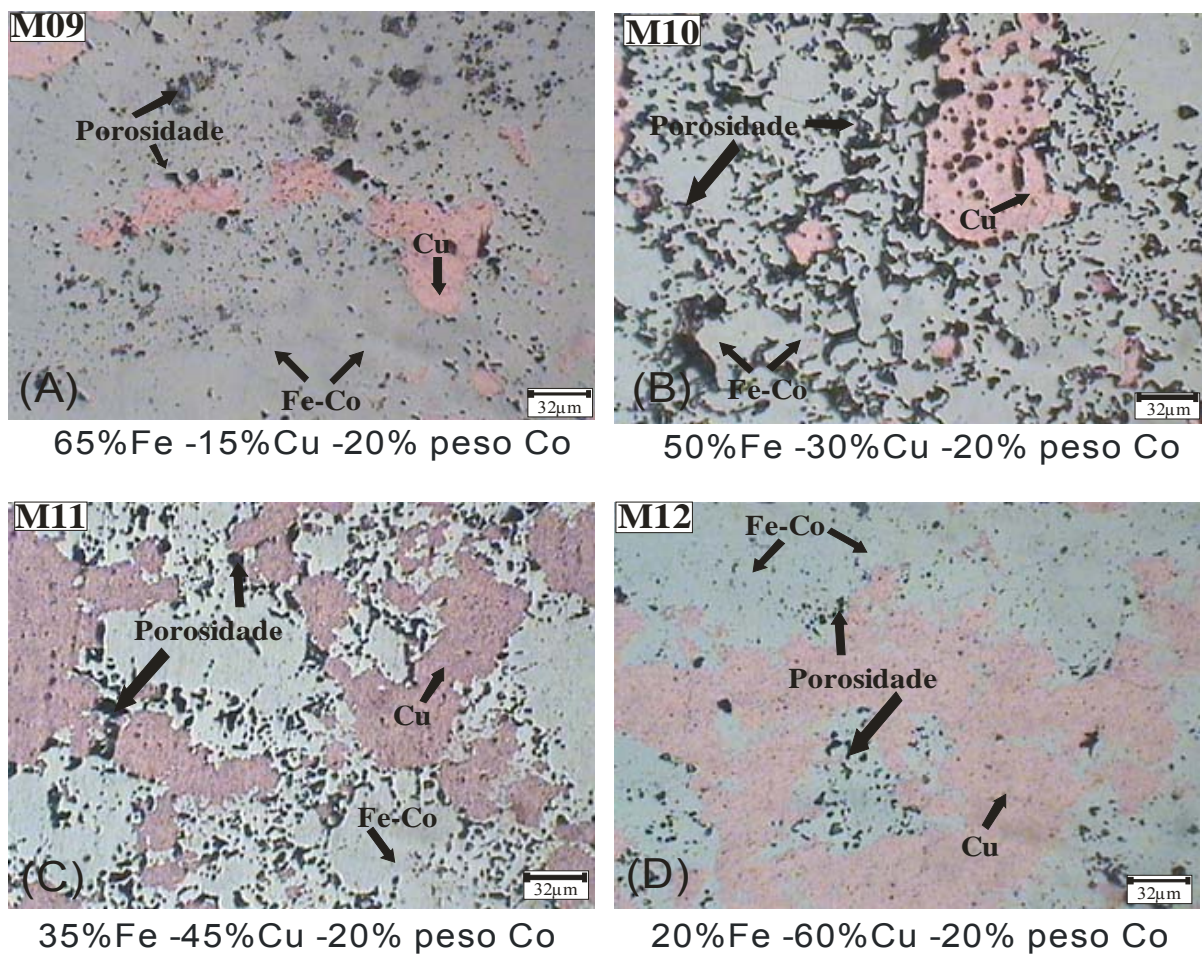


Figura 4.7 – (A) Micrografia do sistema Fe-15%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (B) Micrografia do sistema Fe-30%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (C) Micrografia do sistema Fe-45%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (D) Micrografia do sistema Fe-60%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos.

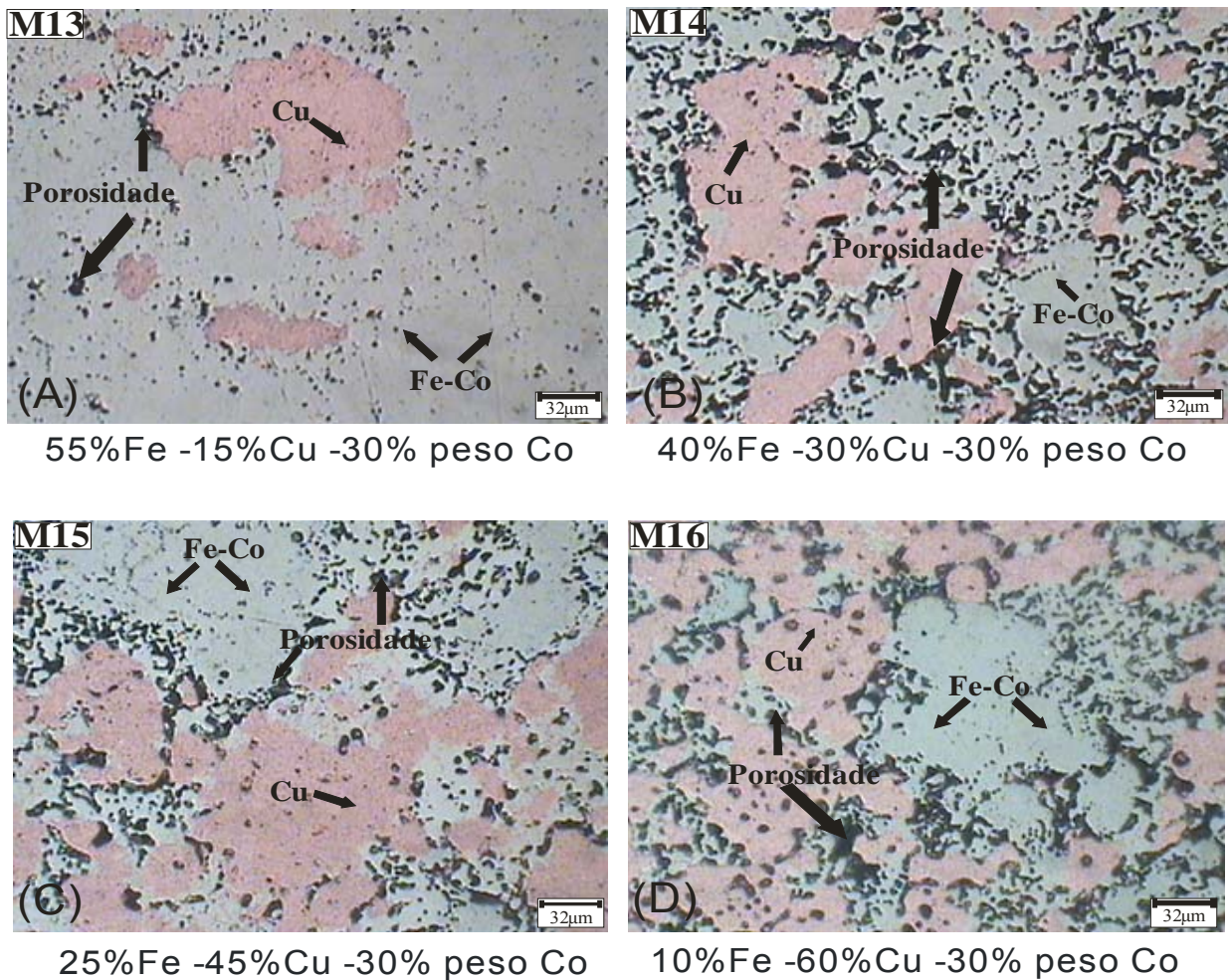


Figura 4.8 – (A) Micrografia do sistema Fe-15%pCu com adição de 30%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (B) Micrografia do sistema Fe-45%pCu com adição de 30%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos; (C) Micrografia do sistema Fe-60%pCu sinterizados a 1150°C/25 minutos; (D) Micrografia do sistema Fe-60%pCu com adição de 30%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos

Na figura 4.8 (A), (B), (C) e (D) amostras M13, M14, M15 e M16 pode ser observado o aspecto microestrutural para o sistema Fe-Cu-Co, após a sinterização a 1150°C durante 25 minutos, o comportamento da liga Fe-Cu-Co anteriormente explanado pode ser usado para este grupo de ligas.

As seguintes micrografias foram selecionadas e atacadas com H₃PO₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos, revelando contornos de grão, como mostrado na figura 4.9, amostra M09, estes contornos mostram a

influência da fase líquida na sinterização, a qual favorece e também promove grandes áreas de contato entre o aditivo cobre e o ferro. Nesta mesma microestrutura algumas partículas de cobre podem ser identificadas como pequenos “lagos” entre as partículas de ferro, mostrando as regiões de contato.

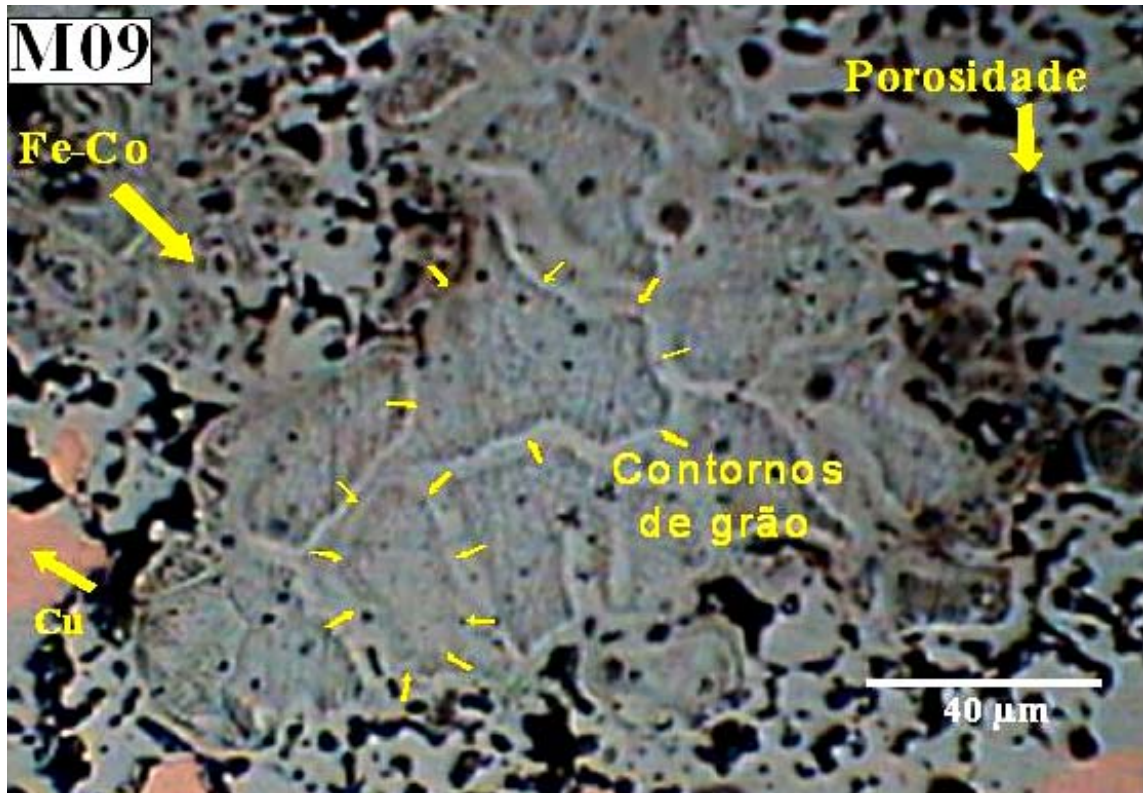


Figura 4.9 – Micrografia do sistema Fe-15%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos, atacadas com H₃PO₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos.

De maneira geral, o cobre líquido é absorvido pelo ferro, porém à medida que o cobre penetra entre os contornos de grão do ferro, região destacada com setas, os contornos ficam bem definidos. Assim a cor mais escura nas figuras atacadas com ácido fosfórico mostra uma maior concentração de ferro, já os contornos de grão Fe-Cu que são os mesmos para amostras com ou sem cobalto, são mais claros. Essas micrografias apresentam certo grau de porosidade remanescente, o que é um comportamento normal e esperado, já que se verificou a ocorrência de inchaço para essas amostras em sua totalidade. Neste tocante, Przklenk (1993) afirmou que teores residuais de porosidade pós-sinterização favorecem a remoção de calor de

ferramentas diamantadas impregnadas, via refrigeração em meio líquido – normalmente água, assim sendo, porosidade residual, até certo teor (nunca determinado), é benéfico, para esta aplicação.

Mais uma vez é oportuno ressaltar que resultados supracitados estão em concordância com estudos de German (1998), Kaysser e Petzow (1984) e Lenel (1980) para o sistema Fe-Cu, e a ocorrência de inchaço é um comportamento clássico para tal sistema.

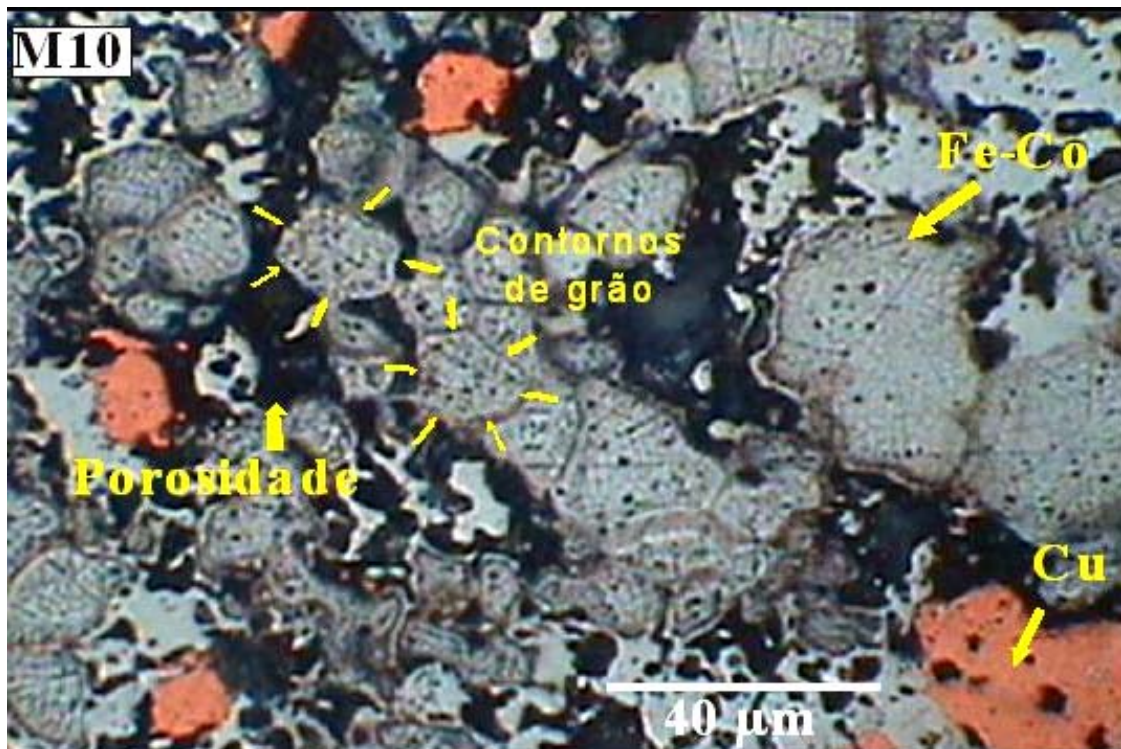


Figura 4.10 – Micrografia do sistema Fe-30%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos, atacadas com H₃PO₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos.

Nas figuras 4.9, 4.10, 4.11 e 4.12 nota-se que é formado um filme de cobre entre os contornos de grão como já explanado anteriormente durante a sinterização, locais onde anteriormente existia cobre líquido agora existe “vazios” porosidade ao longo de toda liga em questão. A adição de cobalto tem uma maior influência para uma menor ocorrência do inchaço e desgaste por abrasão, maior dureza como será visto mais adiante, sendo assim o comportamento da porosidade é o mesmo para uma liga Fe-Cu sem adições de cobalto e com adições de cobalto.

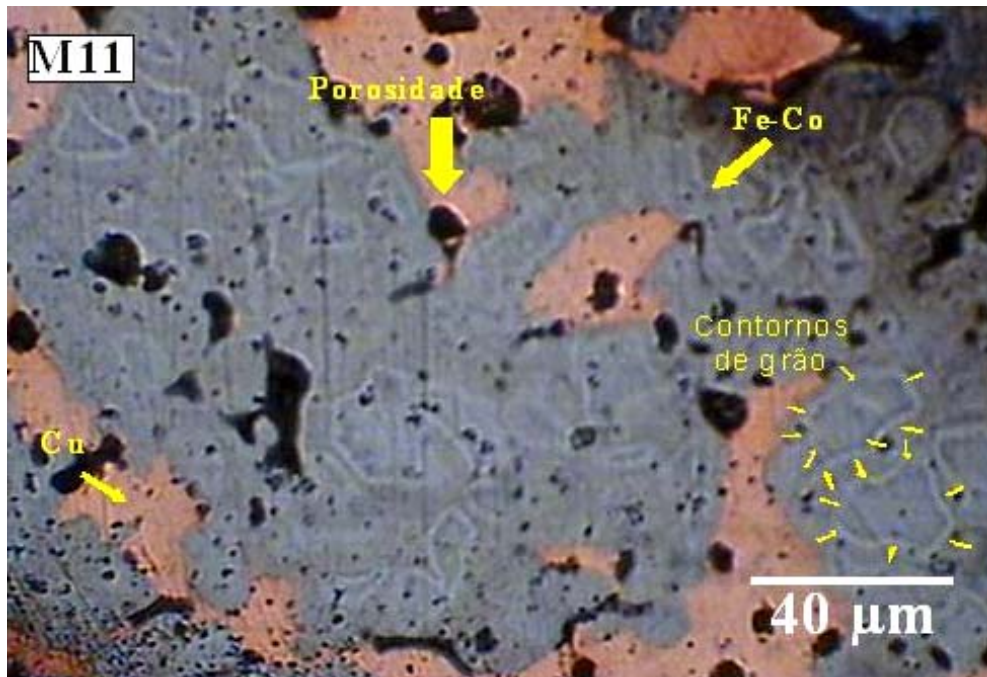


Figura 4.11 – Micrografia do sistema Fe-45%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos, atacadas com H₃PO₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos.

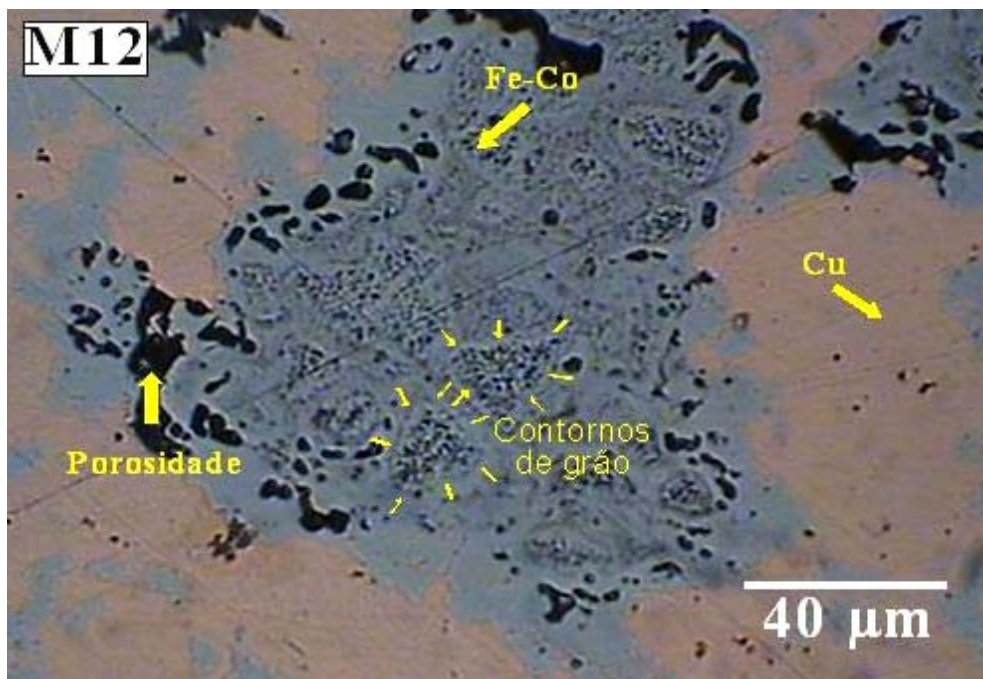


Figura 4.12 – Micrografia do sistema Fe-60%pCu com adição de 20%p Cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos, atacadas com H₃PO₄ a 50% “ácido fosfórico” em água destilada durante 3 segundos.

4.3 Avaliação da dureza Rockwell B

A figura 4.13, mostra valores de dureza para o sistema Fe-Cu sem e com adição de cobalto. Identificamos maiores valores de dureza quando aumentamos o percentual do cobre e cobalto. As amostras M09, M10, M11 e M12 apresentam valores próximos de dureza, na faixa entre 100 a 125 Rockwell B. Segundo Curiotto et al (2007), as respectivas composições sofrem uma reação peritética e outra eutetóide, a respectivamente, 1097°C e 940°C, formando solução sólida Fe-Cu, promovendo um aumento na dureza HBR.

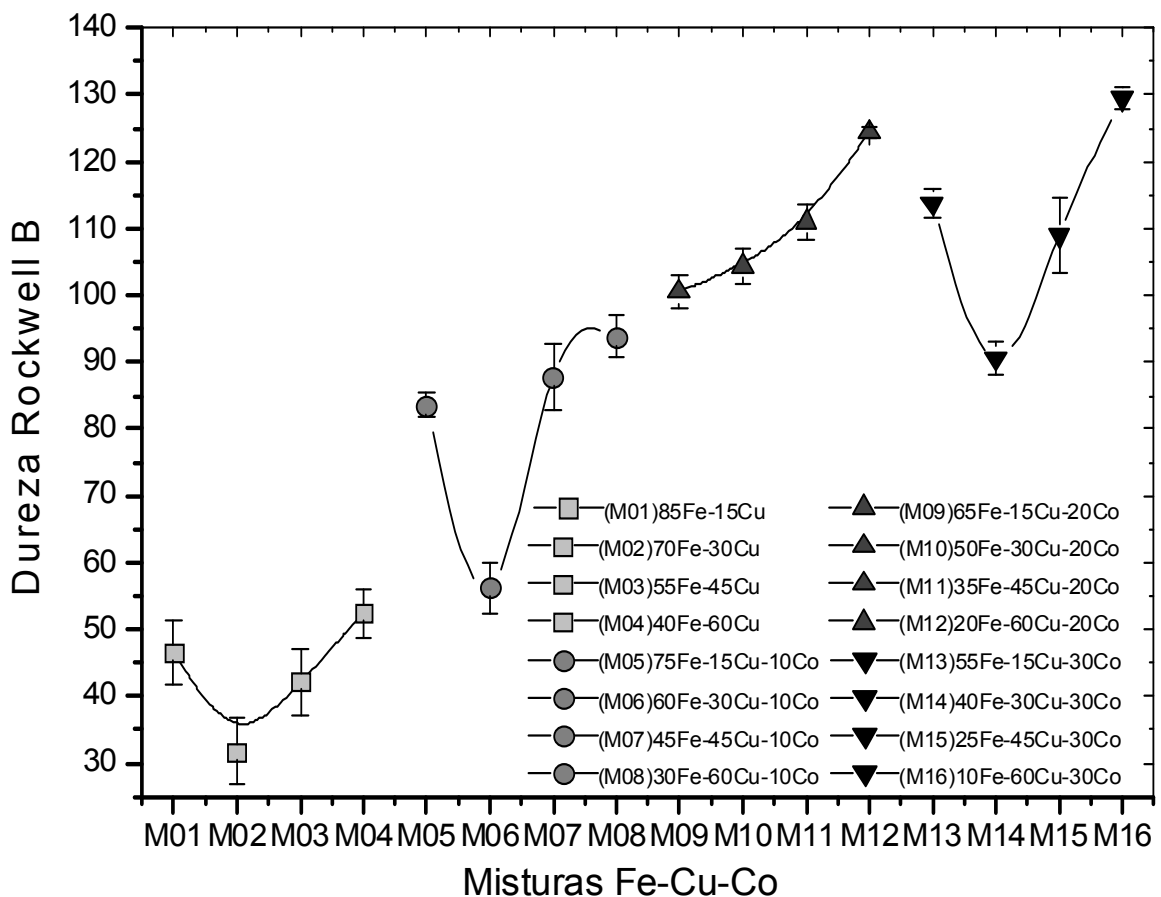


Figura 4.13 Gráfico de dureza Rockwell B.

Comparando as curvas vemos um ganho considerável de dureza para maiores valores de cobalto, este aumento é atribuído à formação de uma solução sólida entre o ferro e o cobalto. Quanto maior a quantidade de cobalto mais solução

sólida será formada, pois o cobalto apresenta maiores valores de dureza, segundo Del Vilar et al (2001).

O maior valor de dureza 129 HBR foi alcançado pela amostra M16 composição 10%Fe-60%Cu-30%Co, onde o cobre em maior quantidade 60% em peso forma uma maior quantidade de fase líquida, aumentando a difusão entre os componentes da liga surgindo uma solução sólida entre ferro e cobalto, formando até mesmo uma solução sólida entre o Fe-Cu e Co-Cu.

O segundo maior valor 125 HBR foi obtido pela amostra M12, composição 20%Fe-60%Cu-20%Co. Mantidos os 60% de Cobre e diminuindo o cobalto 10% a dureza da liga diminui, mas a formação de fase líquida no processo de sinterização é a mesma. Estes dois maiores valores na dureza M16 e M12 estão acima dos obtidos por Del Villar et al (2001) em sua liga NEXT 100 para uma composição de 25,2%Fe-49,5%Cu-24,1%Co que está entre 100 e 110 HBR.

Cinco composições M09, M10, M11 e M15, apresentam dureza na faixa dos valores obtidos por Del Villar et al (2001) em sua liga NEXT 100, sendo que as composições com 20% peso cobalto sofrem pequenas alterações em sua dureza. À medida que aumentam as concentrações de cobre aumenta a dureza. O mesmo é observado na amostra M15, com a composição 25%Fe-45%Cu-30%Co. A fase líquida formada é de aproximadamente a metade da composição da liga M15 o que facilita a difusão dos átomos.

A composição M13 apresenta um comportamento diferente na dureza, se comparado com as ligas com 30% peso cobalto. Segundo diagrama de fases Fe-Co, existe uma afinidade atômica entre os átomos de Ferro e Cobalto, que podem se dissolver formando uma solução sólida mesmo a uma menor fase líquida proporcionada pelo cobre de 15%.

As composições M05, M07 e M08 com 10% em peso cobalto estão entre a faixa de dureza encontra por Weber e Weisse (2005) na liga comercial DIABASE, esta dureza está entre 84 a 100 HBR, sendo que as mesmas sofrem pequenas variações em suas respectivas durezas, comportamento este explicado anteriormente devido a uma maior formação de fase líquida por conta do aumento do Cobre.

A composição M14 com 40%Fe-30%Cu-30%Co apresenta dureza de aproximadamente 90 HRB, devido a uma menor densificação gerando grande

quantidade de poros que, por sua vez, diminui significativamente a dureza desta composição em questão.

As demais composições M01, M02, M03 M04 sem adição de cobalto apresentaram valores baixos de dureza, se comparadas às ligas comerciais, ficando evidente que a adição de cobalto implica o aumento de dureza das ligas Fe-Cu.

4.4 A perda de massa após Abrasão

A figura 4.14 mostra a perda de massa no ensaio de abrasão, para as diferentes composições apresentadas, sendo que cada curva da esquerda para direita, representam Fe-Co sem adição de cobalto e adições de 10, 20 e 30 % em peso de cobalto.

À medida que adicionamos cobalto na liga Fe-Cu, ocorre um menor desgaste nos corpos de prova como pode ser observado. Este fato se deve a possível formação de fase sólida entre o Ferro e Cobalto.

Ocorre um desgaste menor na amostra M01, se comparado com os valores das composições das ligas Fe-Cu, devido a maior concentração de ferro na composição em questão, visto que uma das características importantes do cobre é sua consistência mais maleável em relação ao ferro.

Podemos também observar nas composições M04, M08 e M12 uma tendência igual devido a uma maior concentração de cobre.

Há uma perda de massa elevada nas amostras em adição de cobalto, que pode ser atribuída ao fato de ter ocorrido maiores inchaços Fe-Cu – elevando o teor de porosidade, o que reduz a resistência ao desgaste da composição.

Na segunda da curva da esquerda para direita o intervalo menor no valor do desgaste que fica entre (4 e 9,5)% e evidente que 10% em peso cobalto gera uma possível formação de fase sólida entre Fe-Co, como será visto mais adiante no difratograma de raio-x. Este comportamento se estende às duas próximas curvas com 20%, pCo entre (0,5 e 4)% e na ultima curva com 30% em peso cobalto (0,5 e 2)% notamos que este intervalo diminui à medida que adicionamos cobalto, evidente também nos gráficos de dureza que, à medida que aumenta o cobalto aumenta a dureza.

Vendo e comparando as curvas da figura 4.14, conclui-se que no sistema Fe-Cu a adição de maiores quantidades de cobalto diminui o desgaste do corpo de

prova. Tal fato é atribuído à possível presença da formação de uma fase sólida entre o ferro e o cobalto.

Diante dos resultados até o momento obtidos, verifica-se que: 1) o emprego de teores mais elevados de cobre influenciam na dureza do sistema; 2) o uso de cobalto aumenta a dureza e a resistência à abrasão. Entretanto, para definir o teor ideal de cobalto na ferramenta, deve-se estudar o aspecto econômico no valor da adição de cobalto, sendo o comportamento com adição de 30% em peso cobalto muito próximo de 20%, desta forma 20% em peso Co seria mais viável.

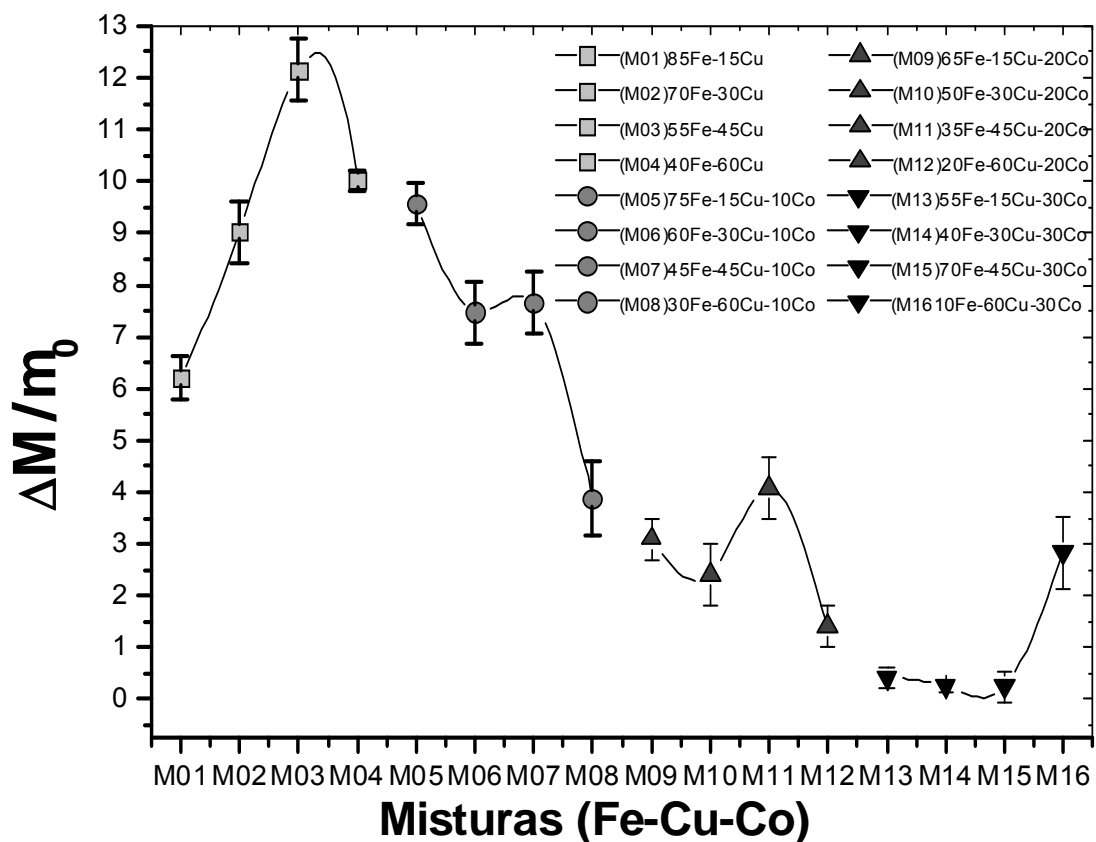


Figura 4.14 – Perda de massa após abrasão para misturas de Fe-Cu-Co sinterizados a 1150°C/25 minutos.

4.4.1 Força Tangencial

A força tangencial desenvolvida durante o ensaio de abrasão na superfície de contato entre o disco de granito figura 4.15 e responsável pela variação de direção da velocidade e a força normal (B) atuante sobre o corpo de prova, é independente

da área desta superfície, sendo μ denominado “coeficiente de atrito estático”. Evidente, o coeficiente de atrito é um número adimensional Helman, H., Cetlin, P.R. (1983).

Devido à complexidade dos processos Físico-químicos envolvidos no fenômeno denominado atrito, é praticamente impossível a determinação, “apriori”, de valores do coeficiente de atrito, em cada processo específico de conformação mecânica. Desta forma temos uma aproximação do valor da força tangencial, este estando em constante oscilação.

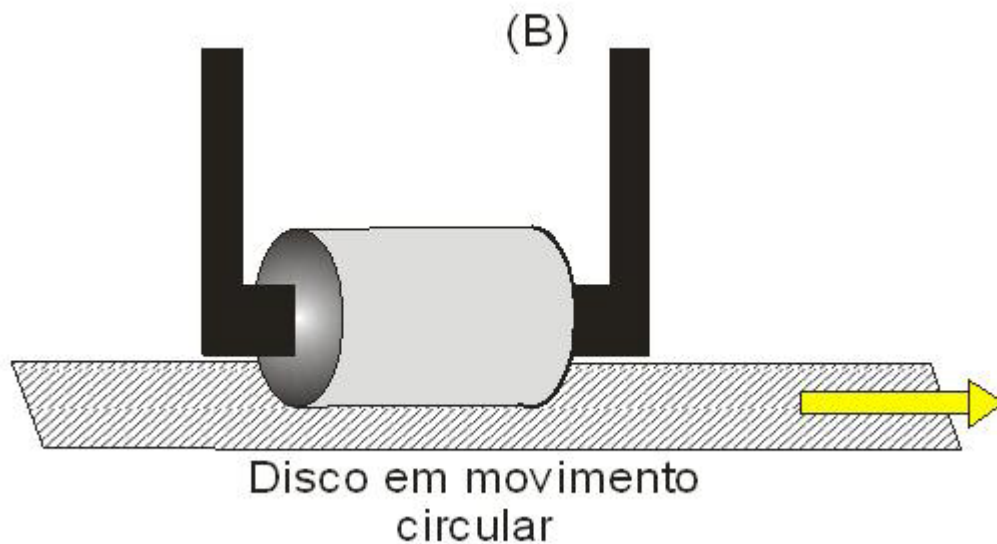


Figura 4.15 – Esquema do contato entre o disco de granito e o corpo de prova durante o ensaio.

Nas curvas de variação de força tangencial x tempo das figuras (4.16, 4.17, 4.18 e 4.19), são observadas, uma alta freqüência na oscilação da força tangencial durante o ensaio de 120s. Essa oscilação é, provavelmente, devida à instabilidade do contato, quando o corpo de prova apóia o disco de granito. Esse comportamento observado em todas as composições foi associado a um mecanismo de alternância, em que o corpo de prova adere o disco de granito e em seguida, escorrega sobre o mesmo e essa variação se repete durante todo tempo.

A figura 4.16, compara as amostras M01,M02,M03 e M04, a força tangencial de corte varia entre (9 a 17) Kgf sendo esta a maior faixa de força corte entre todas

as outras figuras 4.16, 4.17 e 4.18, sendo que a medida em que adicionamos cobalto diminui considerável a força tangencial de corte .

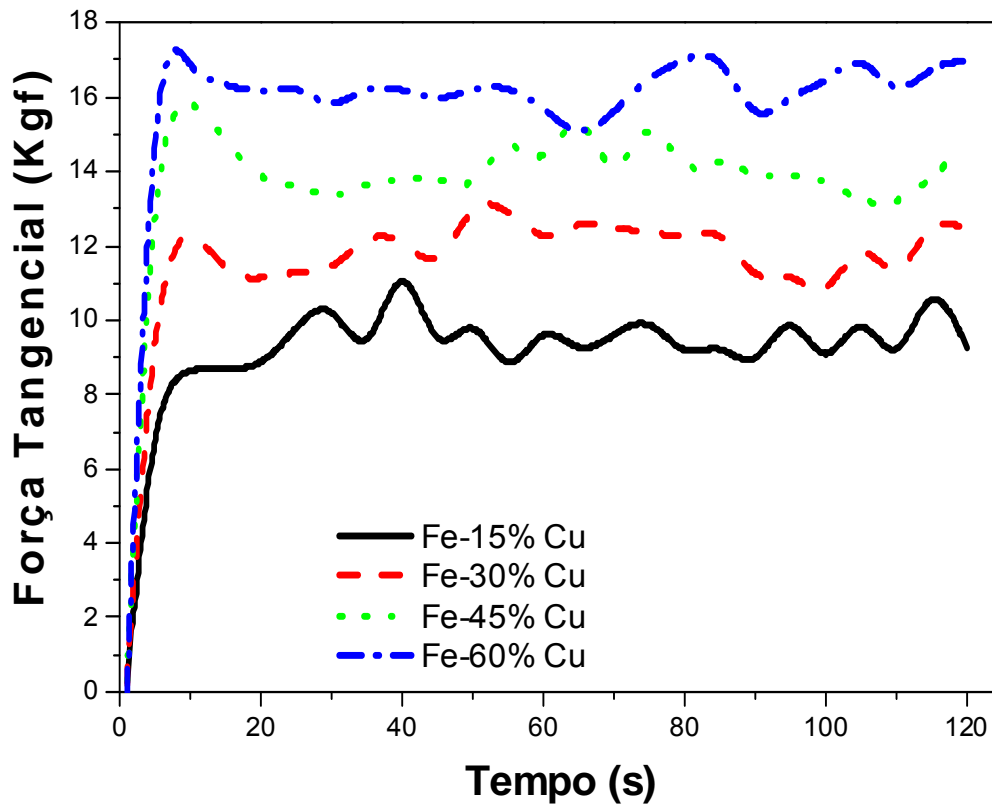


Figura 4.16 – Força tangencial de corte para composições de Fe-Cu sem adição de cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos.

A amostra M03 apresenta a maior força tangencial de corte dentre todas as composições com um valor aproximado de 15,68Kgf e esta mesma amostra apresenta um maior desgaste abrasão, esta perda de massa está relacionada a um baixo valor de dureza de aproximadamente 40 Rockwell B. Esta composição contendo 55%Fe-45-Cu, se torna mais macia, como já foi visto anteriormente e a formação de porosidade se torna evidente ao longo de toda a amostra. O cobre sólido quando passa para o estado líquido migra para outras regiões dentro da amostra surgindo assim um maior volume de porosidade, tornando a liga mais macia. Todas as composições sem adição de cobalto tiveram um baixo coeficiente de atrito como mostrado na tabela 4.10, o mais baixo valor da força tangencial de corte entre as amostras sem adição de cobalto foi observado para a amostra M01 85%Fe-15%Cu, sendo que o coeficiente de atrito foi o maior dentre as outras esta composição.

Mesmo a amostra, M01 apresentando o maior valor de inchaço que por outro lado amplia a quantidade de poros aumenta o valor da dureza da composição pois o cobre, ao ser absorvido na malha de ferro forma uma solução sólida, altera as propriedades da liga aumentando assim sua dureza, o qual se mostrou mais resistente ao desgaste por abrasão.

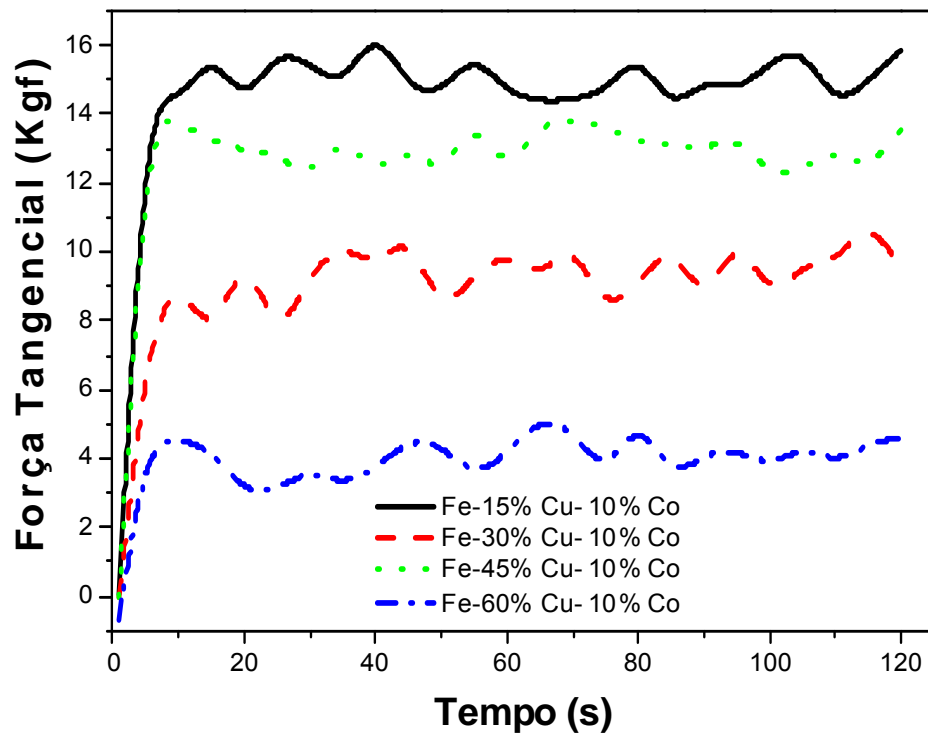


Figura 4.17 – Força tangencial de corte para composições de Fe-Cu com adição de 10% de cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos.

Através da figura 4.17, pode-se verificar um desempenho melhor com adições de 10% em peso cobalto, se comparado a ligas Fe-Cu, o cobalto alterou a dureza da amostra aumentando para todas as composições, e a força tangencial de corte também diminuiu consideravelmente chegando a valores entre de $\approx 3,89$ Kgf, assim tendo um alto valor de perda de massa, para a amostra M05, com o maior desgaste entre todas as composições com adição de 10% em peso cobalto, em contra partida à mostra M08, apresentou uma maior dureza. O cobre líquido por ter maior quantidade 60% Cu ficou mais denso, já o ferro e o cobalto estando com quantidades muito próximas 30%Fe10%Co, formaram uma possível solução sólida com maior êxito, pois o cobre líquido em maior quantidade ajudou no processo da

difusão dos mesmos. As amostras M06 e M07 tiveram grande desgaste, o caráter decisivo para esta perda de massa foi a concentração de cobre, tendo em vista que o cobalto se manteve o mesmo. Então quanto maior a concentração de cobre para liga de Fe-Cu com 10% em peso cobalto melhor será a difusão. O volume de cobre líquido torna a composição mais densa como visto nos gráficos de retração e agora comprovado com a força tangencial de corte.

A adição de cobalto 20% em peso, figura 4.18, proporcionou certa estabilização da força tangencial de corte comprovada pela perda de massa. Isso demonstra que a liga se tornou mais abrasiva, acarretando uma diminuição da força tangencial de corte. Outro fato ocorrido foi a obtenção de valores de força tangencial de corte inferiores na composição M12, 60% de cobre. Como já foi dito, o cobre quando líquido auxilia na difusão entre o ferro e o cobalto que por sua vez aumenta a densificação da composição.

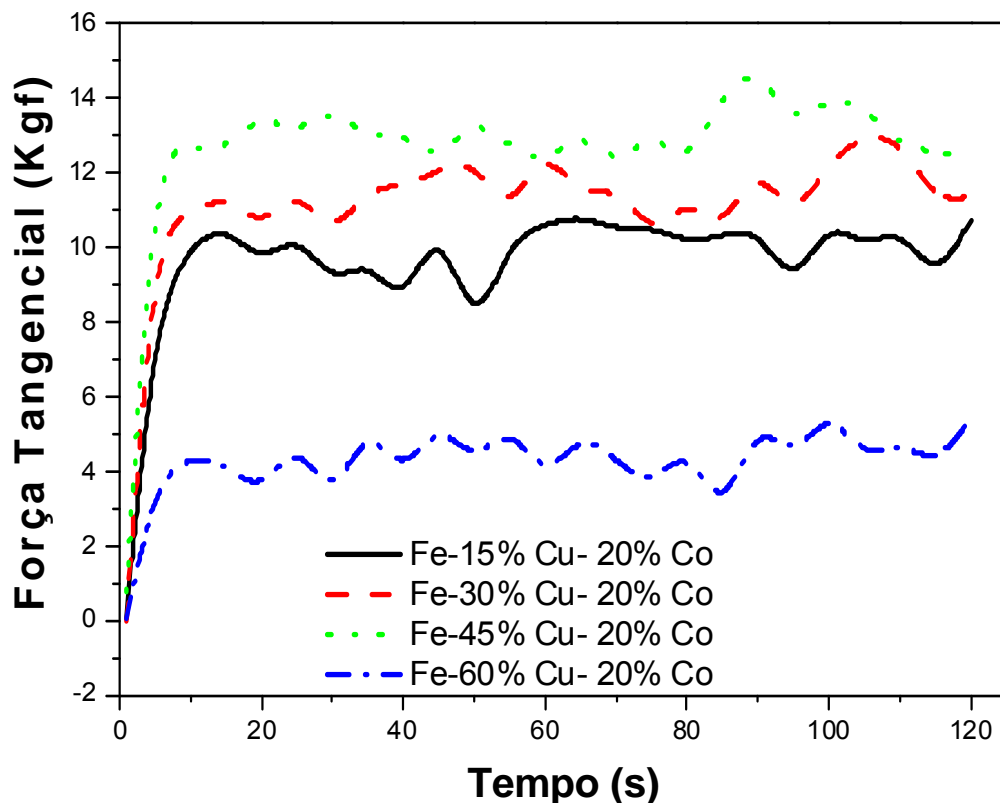


Figura 2.18 – Força tangencial de corte para misturas de Fe-Cu com adição de 20% de cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos.

As composições com 20% em peso cobalto mostram que quanto menor a quantidade de cobre, temos mais uniforme é a força tangencial de corte, pois o cobre é material anti-flicção, permitindo uma melhor lubrificação da área de contato. Fazendo com que a mistura formada entre Fe-Cu com maiores valores de cobre permaneça por mais tempo próxima à zona de contato, ocasionando a diminuição na oscilação da força tangencial de corte.

Outro ponto, também de grande importância, é que quanto maior for a quantidade de cobalto, maior possibilidades de formação de solução sólida, a qual tem dureza superior à dos elementos de partida, reduzindo o desgaste, por tanto, reduzindo o F_t , sendo o maior responsável pelo desgaste.

Enfatizo o papel das partículas de cobre na formação de uma possível solução sólida entre o Ferro e o Cobalto esta fase líquida do cobre como visto por Del Villar et al (2001), promove um maior fluxo do Fe-Co e aumentando a eficiência desta ligação diminuiu a taxa do desgaste, comprovado nas amostras (M13, M14, M15 e M16) figura 4.19 . O maior valor de dureza Rockwell B foi obtido em composições, com partículas dispersas de Fe-Co em matriz de cobre composição M16. A influência do cobalto na resistência ao desgaste depende de sua quantidade em relação à composição de cobre na matriz. Para composição M13 que teve o maior coeficiente de atrito entre todas as composições, mesmo não apresentando um maior valor de dureza, teve um menor desgaste. Este comportamento será explicado mais adiante quando comparado com mais um elemento, a temperatura durante o ensaio.

Desta forma não podemos garantir que, uma composição que apresente uma maior dureza terá, necessariamente um menor desgaste, pois fatores como o aumento da concentração de cobre tornam a composição mais macia durante o trabalho desta possível ferramenta, mesmo isto sendo amenizado com a adição de Fe-Co que formam uma possível solução sólida.

De todas as composições com adição de 30% em peso cobalto, a que apresenta maior perda de massa é a com maior quantidade de cobre, tendência esta que contradiz as outras relações anteriores, agora mais do que nunca fica evidente que o cobre é mais macio se compararmos ao cobre e cobalto oferecendo uma baixa resistência ao desgaste. Dentre as composições com 30% em peso cobalto, mesmo obtendo o maior valor de dureza entre todas as composições aqui

apresentadas o cobre melhora a densificação por formar uma maior quantidade de fase líquida na composição.

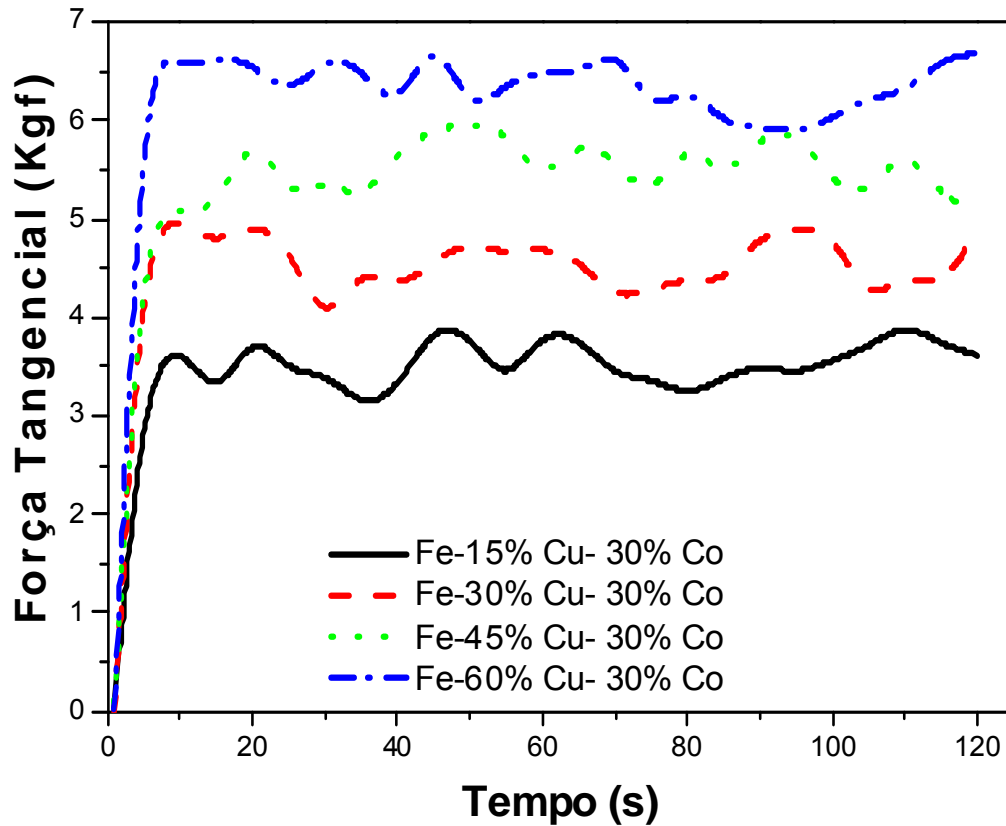


Figura 2.19 – Força tangencial de corte para misturas de Fe-Cu com adição de 30% de cobalto sinterizados a 1150°C/25 minutos.

A figura 4.18, mostra o comportamento obtido, quando da utilização de uma maior quantidade de cobalto 20% pCo. Observou-se uma diferença considerável entre os resultados da força tangencial de corte, que se comparado as amostras sem cobalto ficam menores e mais estáveis. Esta diferença é considerável, pois os valores com 20%pCo ficam entre (4,25 e 10,64)Kgf, para (8,32 e 115,86)Kgf sem cobalto.

Os resultados mostrados na figura 4.19 sugerem considerável comportamento anti-flicção com 30% de cobalto pois, a formação de uma fase sólida em maior quantidade e baixo teor de porosidade proporcionaram tais características.

Em geral pôde-se observar que ligas com 20% em peso de cobalto obtiveram um comportamento estável ao longo do processo. Pelos motivos citados

anteriormente, ao contrário da liga Fe-Cu sem adição de cobalto ficou nítida maior perda de massa, ocorrendo assim uma tendência de aumento da força tangencial de corte. É oportuno observar que a liga Fe-60%pCu-20%pCo, gerou F_t da ordem de 4Kgf (muito estável vide figura 4.18), estando este valor na média dos valores mostrados na figura 4.19, para ligas Fe-Cu com 30% peso cobalto.

4.4.2 Temperatura durante o ensaio de desgaste por abrasão

A temperatura durante o ensaio está relacionada diretamente com o atrito da liga e o disco de granito. Os ensaios foram feitos sem a utilização de qualquer tipo de refrigeração.

Devemos observar que, o fator básico num material de fricção é o coeficiente de atrito. O seu valor deverá manter-se aproximadamente constante dentro de uma faixa de temperatura. Sabemos que todo atrito gera calor, portanto, quanto maior o atrito mais resistente é a composição e menor seu desgaste, ocorre uma ascensão recíproca de temperatura podendo alcançar escala elevadíssima de calor. Outro dado importante, é a oscilação da força tangencial, pois a fricção se torna instável, refrigerando portanto o corpo de prova durante o ensaio. Esta oscilação não traz grandes problemas como mostrado nas figuras (4.20, 4.21, 4.22 e 4.23), sua existência então se torna desprezível.

Na figura 4.20, nota-se que o atrito é fator primordial em função da temperatura, para uma menor perda de massa em ensaio por abrasão. A amostra M01 obteve menor temperatura durante o ensaio dentre as composições sem adição de cobalto. Isto significa que, quando submetida à fricção menor força de atrito gera temperatura mais baixa até $\approx 50^\circ\text{C}$, desta forma para valores das amostras (M03, $\approx 60^\circ\text{C}$), (M04 $\approx 70^\circ\text{C}$) e (M04 $\approx 78^\circ\text{C}$). Os menores valores de força tangencial mostram um maior desgaste, desta forma as amostras M03 com 55%Fe-45%Co, como foi visto anteriormente, apresentam o maior valor para temperatura durante o ensaio e conseqüentemente a maior perda de massa de todas as composições aqui apresentadas.

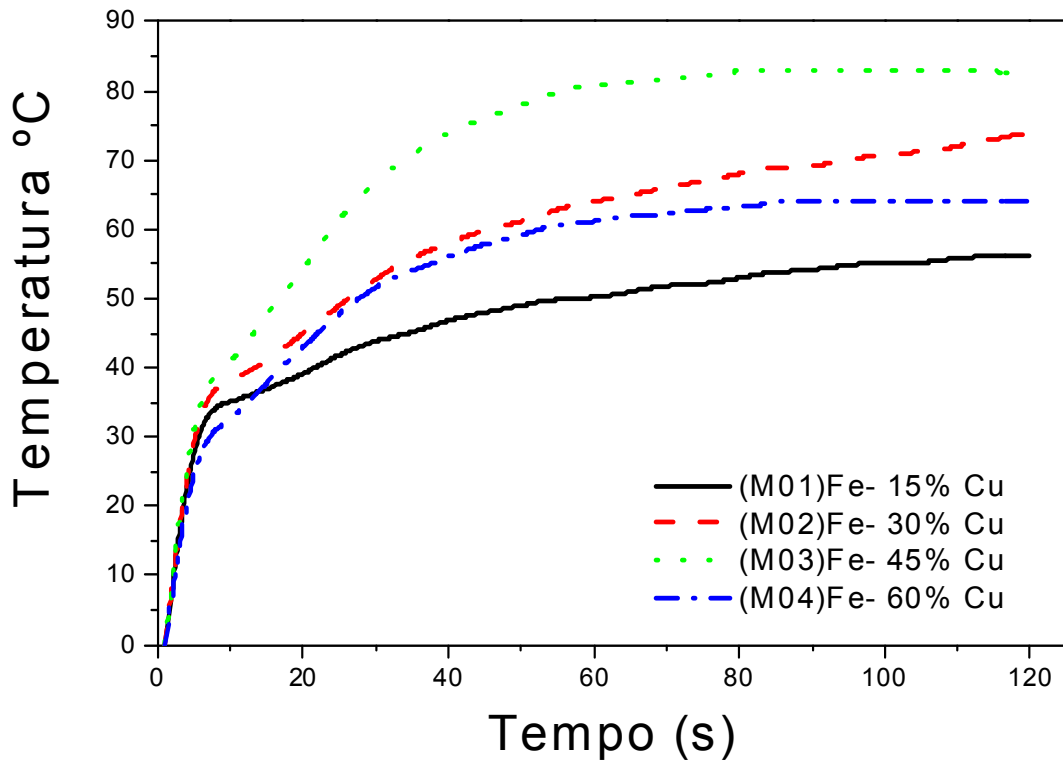


Figura 4.20 – Temperatura durante o ensaio de abrasão para misturas de Fe-Cu sem adição de cobalto sinterizadas a 1150°C/25 minutos.

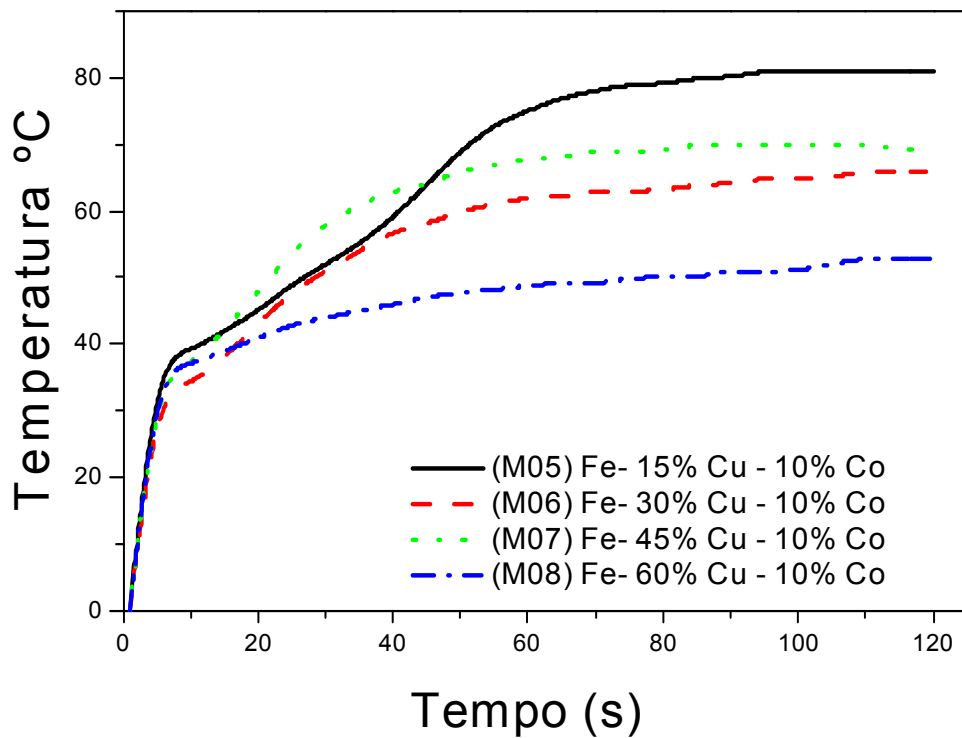


Figura 4.21 – Temperatura durante o ensaio de abrasão para misturas de Fe-Cu com adição de 10% de cobalto sinterizadas a 1150°C/25 minutos.

Os principais fatores que podem influenciar na variação da temperatura durante o desgaste abrasivo das composições aqui citadas, são: dureza, força tangencial, porosidade e estruturas das partículas por exemplo a formação de uma solução sólida. Visto que a velocidade do ensaio foi a mesma para todas as composições.

A amostra M08, apresenta uma maior concentração de cobre e uma menor temperatura durante o ensaio e menor perda de massa por abrasão, deixando claro que, mesmo o cobre sendo um metal mais macio em relação ao ferro e o cobalto a eficiência da sinterização e a possível formação sólida entre o ferro e o cobalto agirão de forma a melhorar substancialmente as propriedades aqui estudadas.

O deslizar da ferramenta abrasiva, com maior dureza, simplesmente gera menos calor, desta forma o atrito gera menor valor de temperatura, como pode ser observado nas figuras (4.20, 4.21, 4.22 e 4.23), juntamente com um menor desgaste das composições.

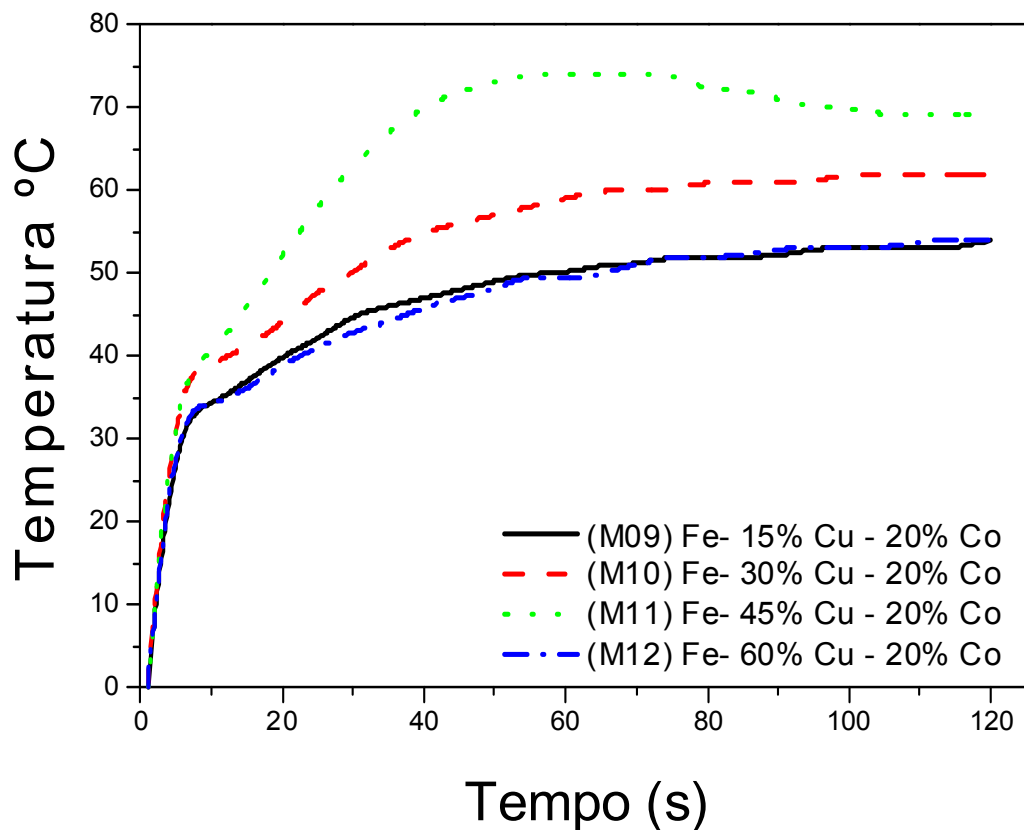


Figura 4.22 – Temperatura durante o ensaio de abrasão para misturas de Fe-Cu com adição de 20% de cobalto sinterizadas a 1150°C/25 minutos.

Este comportamento observado nas amostras com a adição de 10% em peso cobalto, pode também ser visto em composições com 20% em peso cobalto, figura 4.22, porém estes compostos são mais resistentes ao desgaste e apresentam uma maior dureza. Sendo que a amostra M12 apresenta um menor desgaste por abrasão e maior dureza como visto anteriormente, esta maior quantidade de cobre fornece uma maior retração e melhor sinterização melhorando assim, a difusão entre o ferro e o Cobalto.

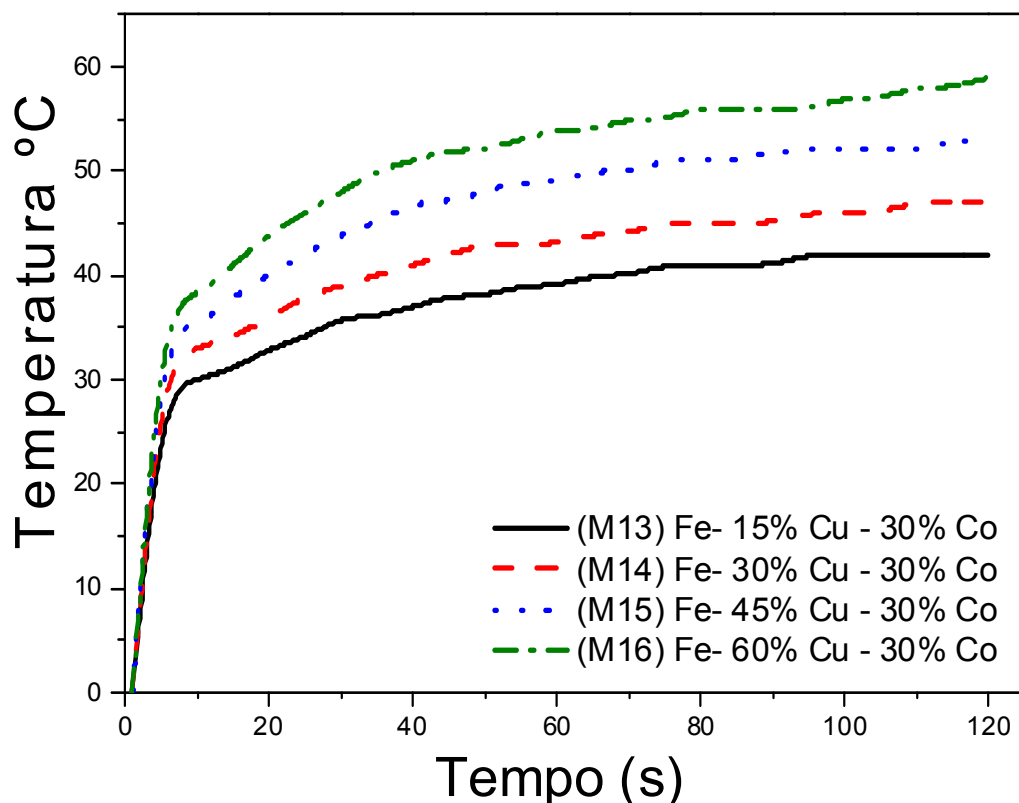


Figura 4.23 – Temperatura durante o ensaio de abrasão para misturas de Fe-Cu com adição de 30% de cobalto sinterizadas a 1150°C/25 minutos.

Na figura 4.23, composições com 30% em peso cobalto apresentaram os menores valores de força tangencial e menores valores de temperatura, ficando este entre (40 e 56)°C. Este comportamento comprova que estas composições tem os menores valores de desgaste e apresentam elevados valores de dureza, sendo que a composição M16 apresenta um maior desgaste fugindo de uma tendência das amostras M08 e M12. Isto se deve à concentração de cobre e ferro, pois 30% de

cobalto e 10% de ferro faz com que ocorra uma menor formação de fase sólida, se esta for possível acontecer.

Fica claro que, mesmo obtendo em algumas composições maiores valores de dureza, a temperatura durante o ensaio dos corpos de prova influenciam no desempenho da liga, sendo assim, os maiores valores de temperatura também revelam um maior desgaste da liga, revelando uma maior perda de massa.

O fator mais importante que atua diretamente na durabilidade é a temperatura. Sabemos que os materiais alteram suas propriedades quando expostos a altas temperaturas. O desgaste de uma liga Fe-Cu-Co é feito de forma a garantir a renovação da superfície de atrito das mesmas, e assim assegurar uma maior durabilidade da mesma.

4.5 O sistema Fe-Cu – 20% pCo.

Como visto até o momento, e bem explanado nos itens anteriores, dentre os teores estudados, de 20% em peso de cobalto foi o que proporcionou os melhores resultados globais de densificação x dureza x resistência à abrasão. Este estudo, por si só já se justifica, em muito, esta dissertação, pois explica o porquê da adição média de 20% pCo nas ligas comerciais Fe-Cu-Co (“pré-alloyed”) – segredo industrial desvendado.

E interessante ressaltar que a dureza excessiva na matriz ligante pode influenciar de forma negativa na adesão dos cristais de diamante, pois os mesmos são substituídos por outros das camadas inferiores, a medida que perdem suas faces durante o cortar.

Assim sendo, este item dá ênfase aos aspectos microestruturais das ligas 65Fe-15Cu, 50Fe-30Cu, 35Fe-45Cu e 20Fe-60Cu, com adição de 20%Co.

4.5.1 Microestrutura

As figuras (4.24, 4.25, 4.26 e 4.27) mostram os aspectos microestruturais das ligas 65Fe-15%Cu-20%Co, 50Fe-30%Cu-20%Co, 35Fe-45%Cu-20%Co, e 20Fe-60%Cu-20%Co, respectivamente. As micrografias foram obtidas via microscopia

eletrônica de varredura – modo elétrons retro-espalhados, para evidenciar as fases formadas, para aumento de 100x.

Conforme já explanado anteriormente, sobretudo nas análises das figuras (a e b), e da microscopia ótica, observa-se aqui nas figuras 4.24, 4.25, 4.26 e 4.27 considerável evolução microestrutural, redução, esferoidização da porosidade e refinamento da microestrutura, com melhora da distribuição das fases.

Nestas figuras, a fase escura é rica em Fe, a clara em Cu, e a porosidade é destacada em preto. Conforme já discutido, aqui fica ainda mais evidente a redução de densidade das ligas até o teor de 30%Cu, a figura 4.25 apresenta um teor um pouco mais elevado de porosidade que o observado na figura 4.26, entretanto os poros da figura 4.24 são bem menores e melhores distribuídos na microestrutura. Este se reflete ao menos parcialmente, nas propriedades mecânicas – vide figura (C) – onde o refinamento da porosidade e distribuição homogênea, a despeito do maior teor de poros, promove ganho em dureza (compactação para as amostras M09 e M10).

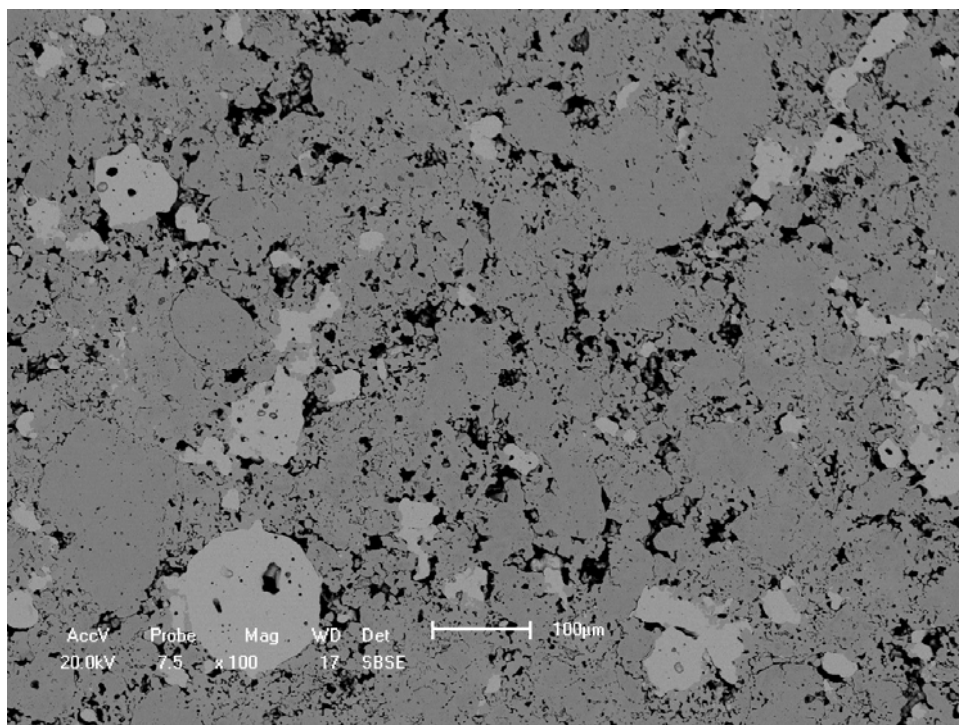


Figura 4.24 – (MEV) Aspecto Microestrutural da liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09).

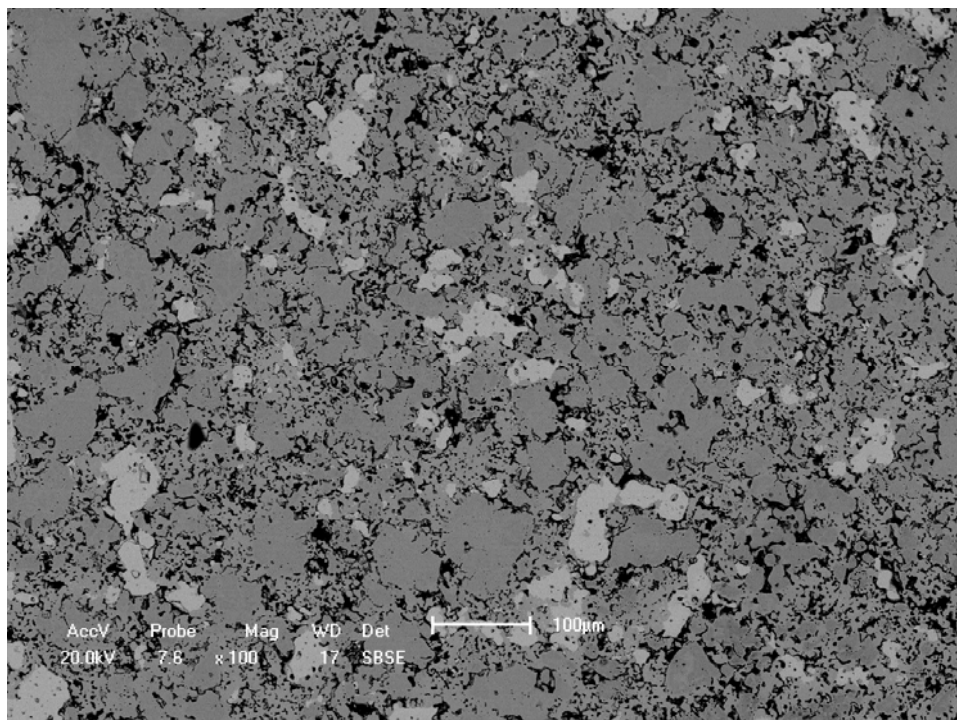


Figura 4.25 – (MEV) Aspecto Microestrutural da liga 50%pFe-30%pCu-20%pCo, (amostra M10).

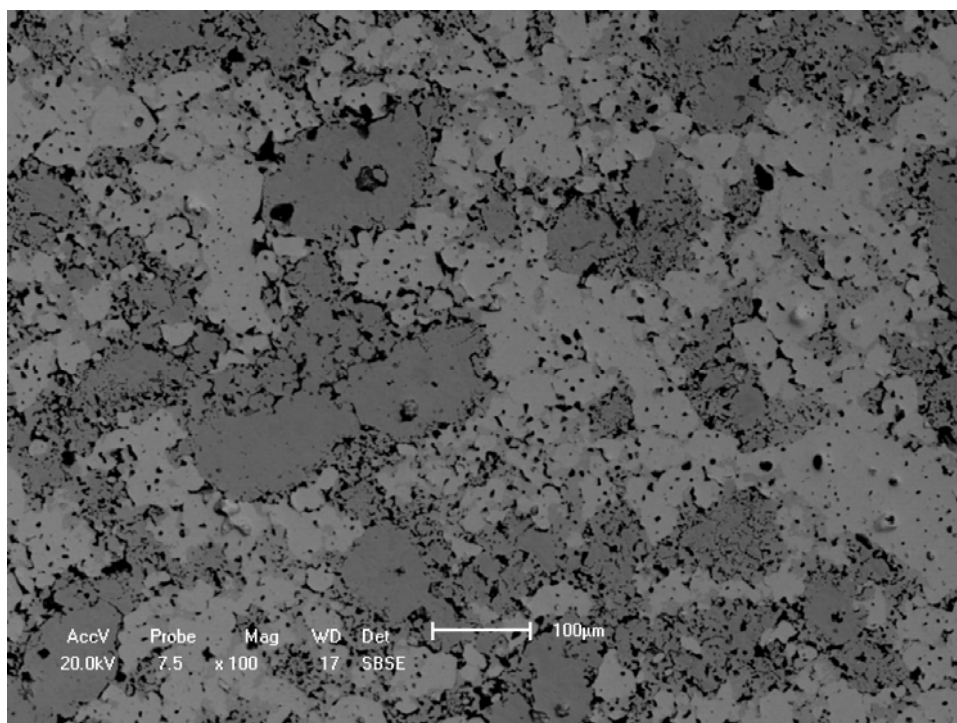


Figura 4.26 – (MEV) Aspecto Microestrutural da liga 35%pFe-45%pCu-20%pCo, (amostra M11).

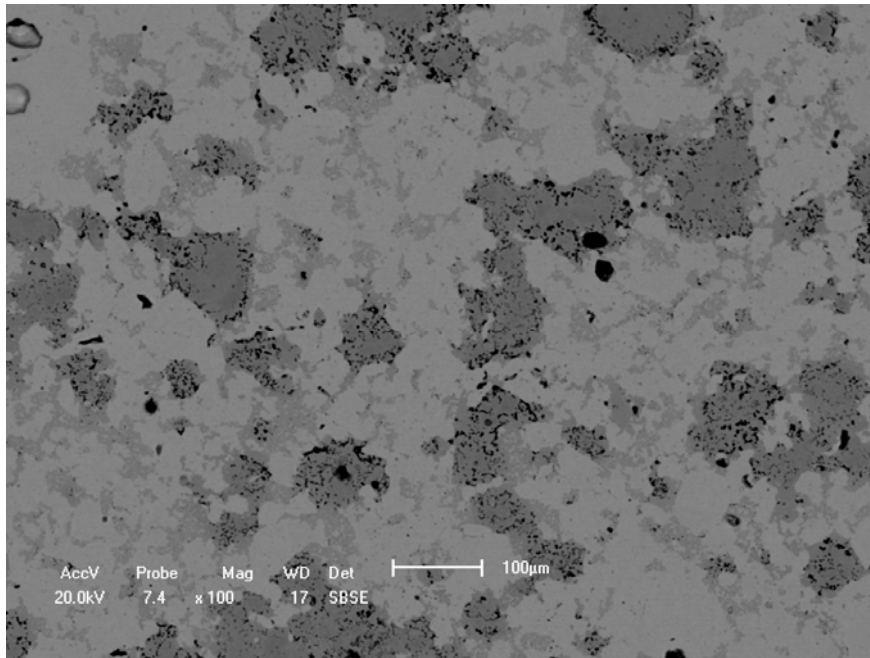


Figura 4.27 – (MEV) Aspecto Microestrutural da liga 20%pFe-60%pCu-20%pCo, (amostra M12).

Um outro aspecto que merece atenção é que, com o aumento do teor de Cu, a fase escura – rica em ferro se torna mais bem distribuída, de forma homogênea e refinada, em matriz rica em Cu. Observa, na figura 4.27 a formação de “ilhas” de aproximadamente 100µm, e “ilhotas” de 10 a 50µm de fase rica em ferro. Este refinamento microestrutural reflete, claramente, o elevado valor de dureza, da ordem de 125 RB (Resistência Abrasão), para a liga 20 Fe-60Cu-20Co, mostrada na figura 4.27.

4.6 Estrutura

Avaliação estrutural será abordada sob o ponto de vista da difração de raio-x, e EDS.

4.6.1 Difração de Raio-X

As figuras (4.28, 4.29, 4.30 e 4.31) fornecem os espectros de DR-X das ligas Fe-Cu-Co aqui analisadas. Observa-se a forte presença das soluções sólidas Co_3Fe_7 e Co-Fe, nas ligas com 15 e 30% pCu. Fácil de compreender, uma vez que nestas ligas, a matriz é rica em Fe, formando, supostamente, quantias consideráveis das citadas soluções sólidas.

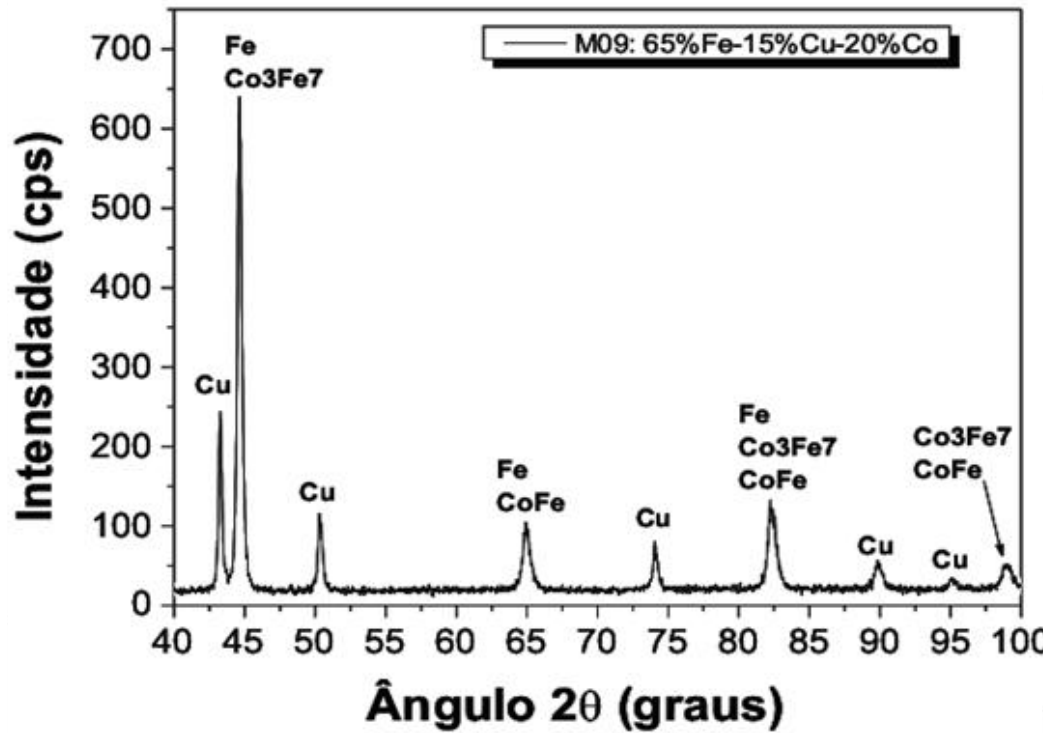


Figura 4.28 – Espectro de difração de raio-X para liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09).

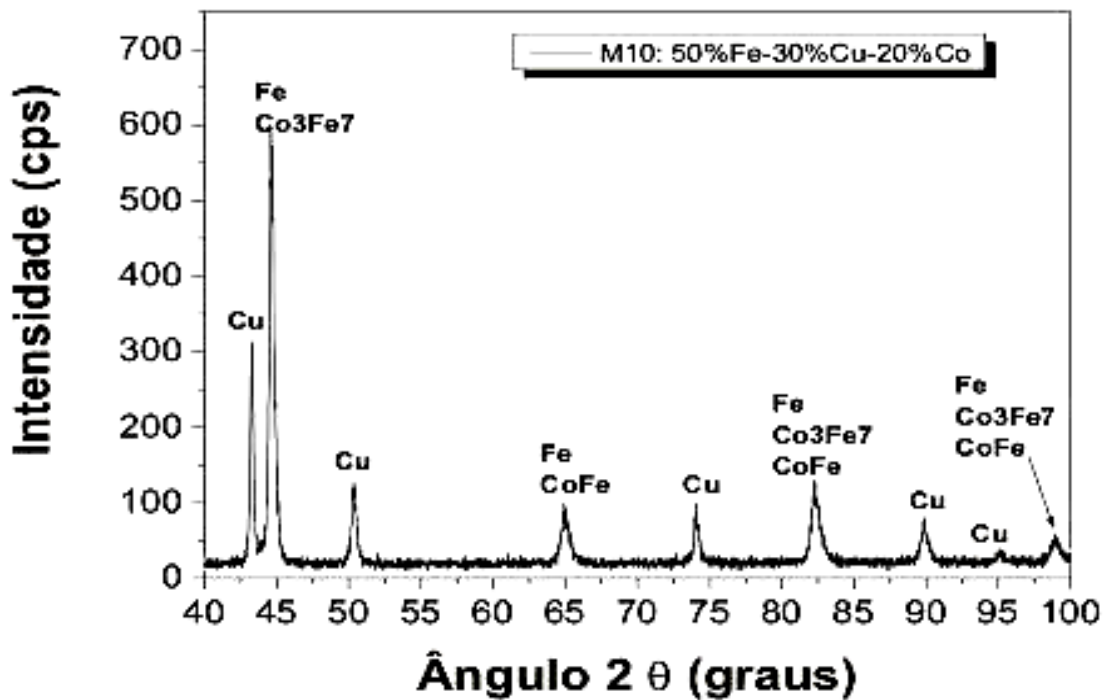


Figura 4.29 – Espectro de difração de raio-X para liga 50%pFe-30%pCu-20%pCo, (amostra M10).

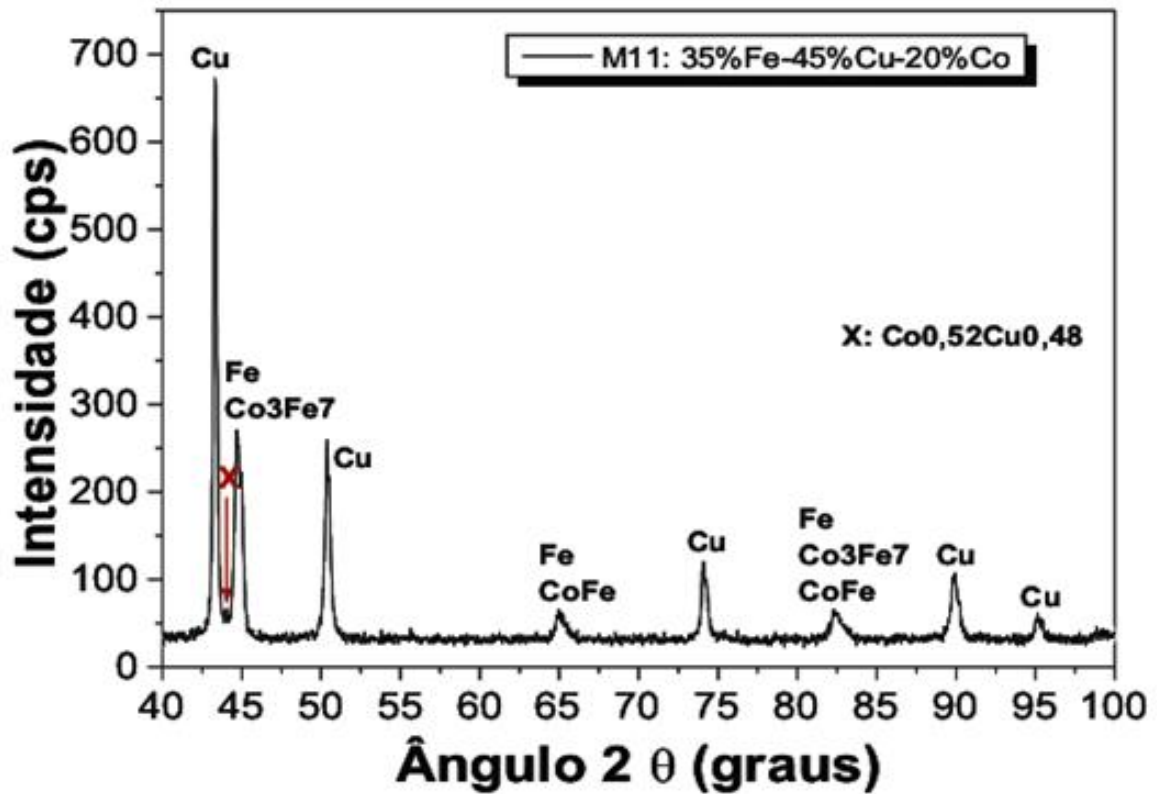


Figura 4.30 – Espectro de difração de raio-X para liga 35%pFe-45%pCu-20%pCo, (amostra M11).

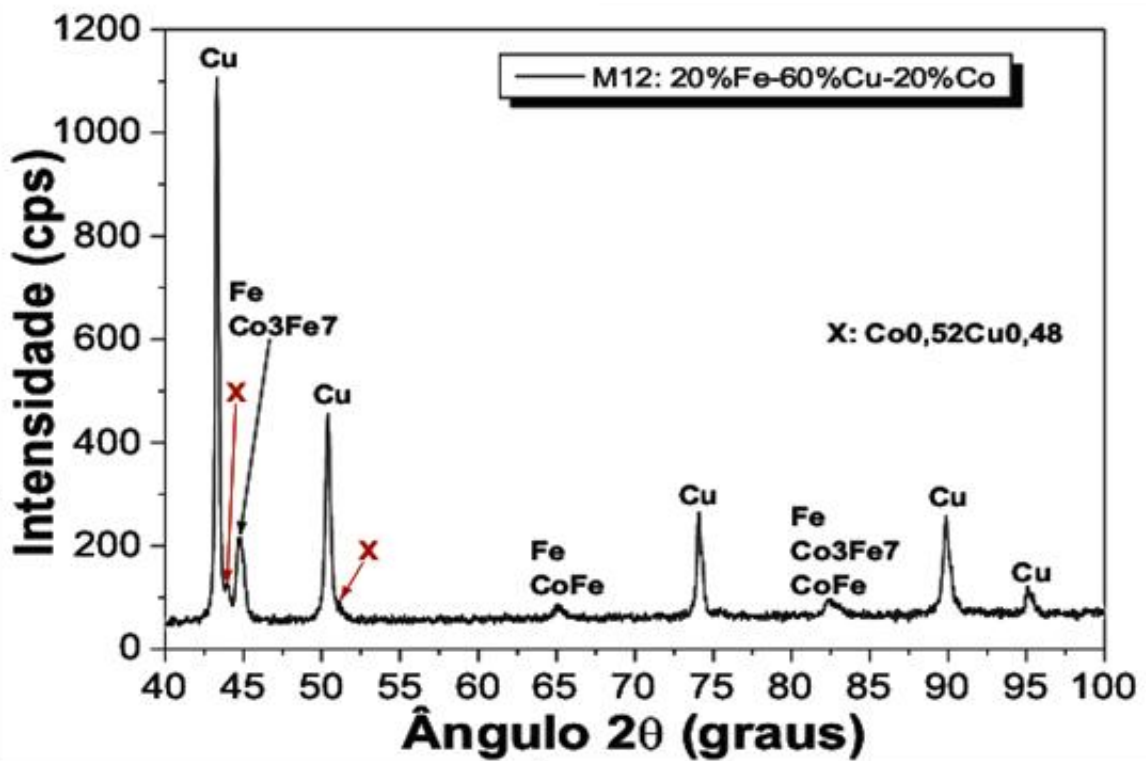


Figura 4.31 – Espectro de difração de raio-X para liga 20%pFe-60%pCu-20%pCo, (amostra M12).

Obviamente, com maiores quantidades de Cu, menor teor de Fe, portanto, relativamente, menores quantidades de soluções sólidas Fe-Co. Isto é observado mediante a redução gradativa da intensidade dos picos característicos, relativos a $\text{Cu}(\text{cfc}) + \alpha \text{Co}(\text{cfc})$ e Co-Fe. É oportuno observar o desaparecimento dos picos destas soluções sólidas a $2\theta = 98,84^\circ$ - confirmando este raciocínio.

Alternativamente, observa-se o surgimento da solução sólida $\text{Cu}(\text{cfc}) + \alpha \text{Co}(\text{cfc})$ (designada por raio-x) nas figuras (4.30 e 4.31). Isto é de se esperar, face à redução do teor de ferro nesta liga.

É muito interessante fazer o paralelo destes difratogramas com as figuras (4.24, 4.25, 4.26 e 4.27), onde inicialmente observa-se uma matriz rica em Fe, com partículas esferoidais ricas em Cu figura (4.24 e 4.25), e em seguida a recíproca, matriz rica em Cu com uma homogênea solução sólida dispersa figura (4.27).

A última microestrutura figura 4.27, proporciona os melhores resultados globais de densidade x dureza x resistência à abrasão. Apesar de menor quantidade de Co-Fe e $\text{Cu}(\text{cfc}) + \alpha \text{Co}(\text{cfc})$ soluções sólidas, supostamente responsáveis pela elevada dureza e resistência à abrasão das ligas Fe-Cu-Co de acordo com Castro et al (2003), deve-se considerar que nesta liga, 20Fe-60Cu-20Co, ocorreu o melhor refinamento microestrutural e mínima porosidade, poros pequenos e arredondados (estágio final de sinterização), excelente distribuição da fase clara, escura que é rica em Fe, e nas soluções sólidas Fe-Co apresentadas, e por fim, uma matriz contínua rica em Cu, com a presença da solução sólida $\text{Cu}(\text{cfc}) + \alpha \text{Co}(\text{cfc})$, a qual também promove ganho em dureza, numa matriz metálica. É possível que exista Co livre, embora este não tenha sido captado pelo difratômetro de raio-x.

Diante do discutido, a elevada dureza da citada liga ocorre pela relação otimizada entre a formação das soluções sólidas, sua homogênea dispersão na microestrutura e um teor baixo de poros pequenos e bem distribuídos.

Resultados extremamente similares foram encontrados por Del Villar et al (2001), quando do estudo da sinterização da liga NEXT100 comercial (pré-alloyed) Fe-50%Cu-25%Co. Foram identificadas as mesmas fases vide figura 4.32, porém não identificado a solução sólida Co-Cu ($\text{Cu}(\text{CFC}) + \alpha \text{Co}(\text{CFC})$).

O valor Máximo de dureza encontrado nesta referência foi 110HRB, ou seja, levemente inferior ao desta pesquisa para a liga Fe-60%Cu-20%Co, (125 HBR) a qual apresenta no espectro de raio-X a solução sólida Cu-Co, além de Fe-Co. É importante destacar que na figura 4.24 $\blacktriangledown \text{Cu}$ O Fe-Cu (α), há uma maior intensidade

de picos relativos à solução sólida Fe-Co, pois trata-se de um pré-allyed, quando comparado com os DRX desta dissertação. Este é mais um indicativo de que os processos mencionados não são dominados apenas pela solução sólida, mas sim também pelos aspectos microestruturais.

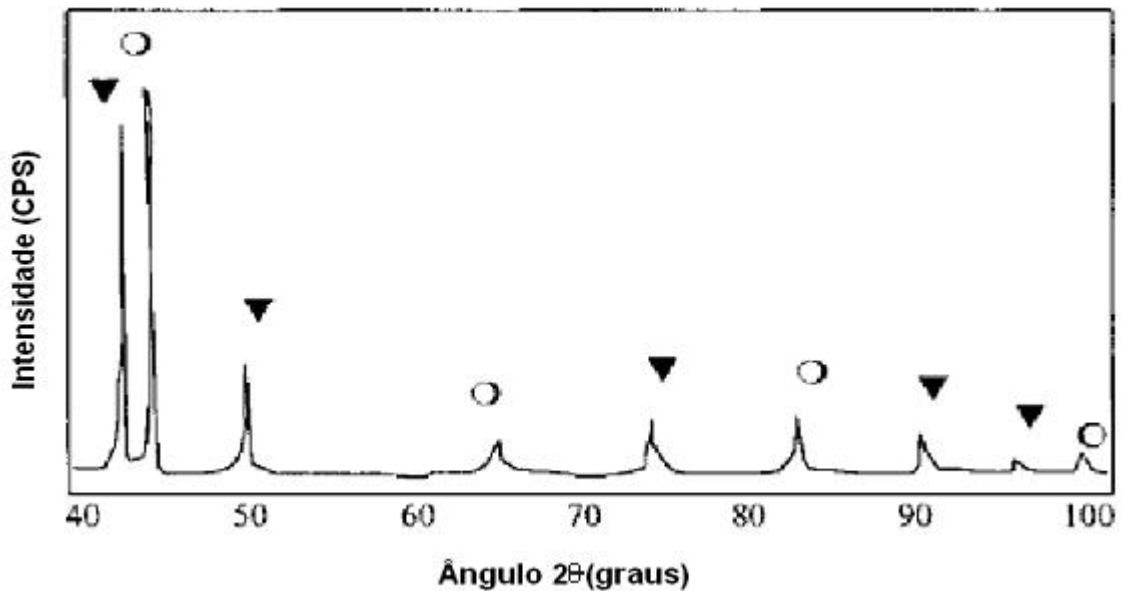


Figura 4.32 – Espectro de difração de raio-X onde ▼Cu O Fe (α) (para liga Fe-50%pCu-25%pCo. [Dell Villar et al 2001].

4.6.2 EDS (Espectroscopia de energia dispersiva de Raio-X)

Para garantir base às afirmações feitas com relação aos aspectos microestruturais e, sobretudo às discussões feitas sobre os resultados de difração de raio-x, análises químicas pontuais via EDS acoplado a um microscópio eletrônico de varredura foram realizadas.

As figuras (4.45, 4.46 e 4.47) ilustram a microestrutura típica da liga 65Fe-15Cu-20Co, e nestas estão mostradas os pontos escolhidos para análise química pontual. Os espectros relativos a estes pontos mostrados na figura (4.48, 4.49 e 4.50) e os resultados semi-quantitativos sinalizados na tabela (4.3).

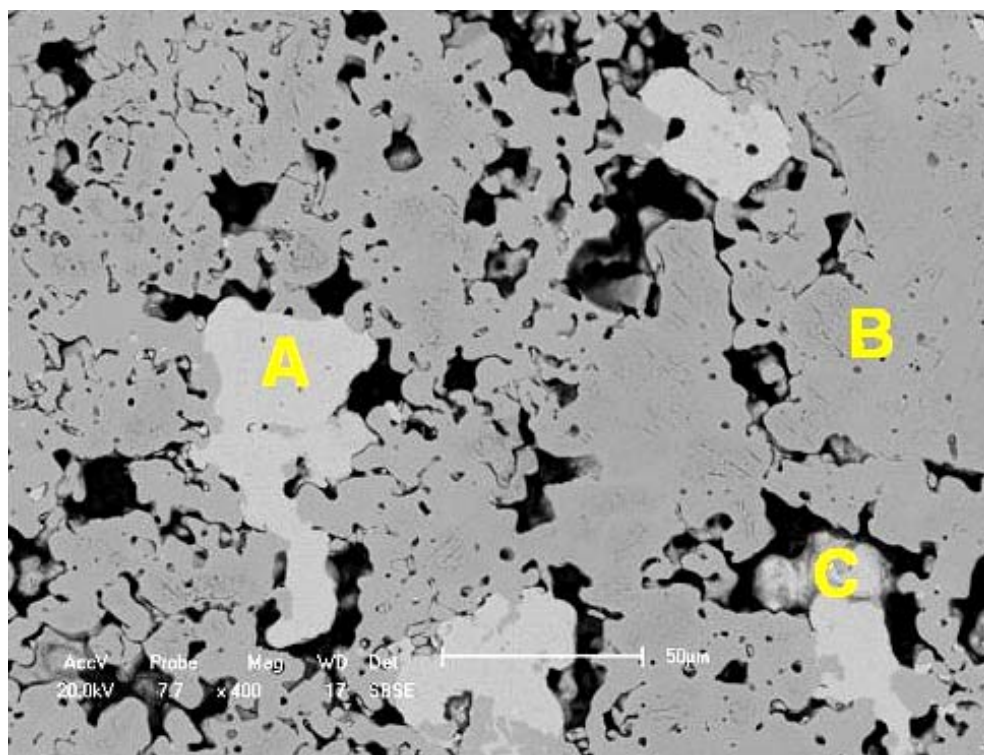


Figura 4.33 – Localização dos pontos de análise química A, B, C em amostra da liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09).

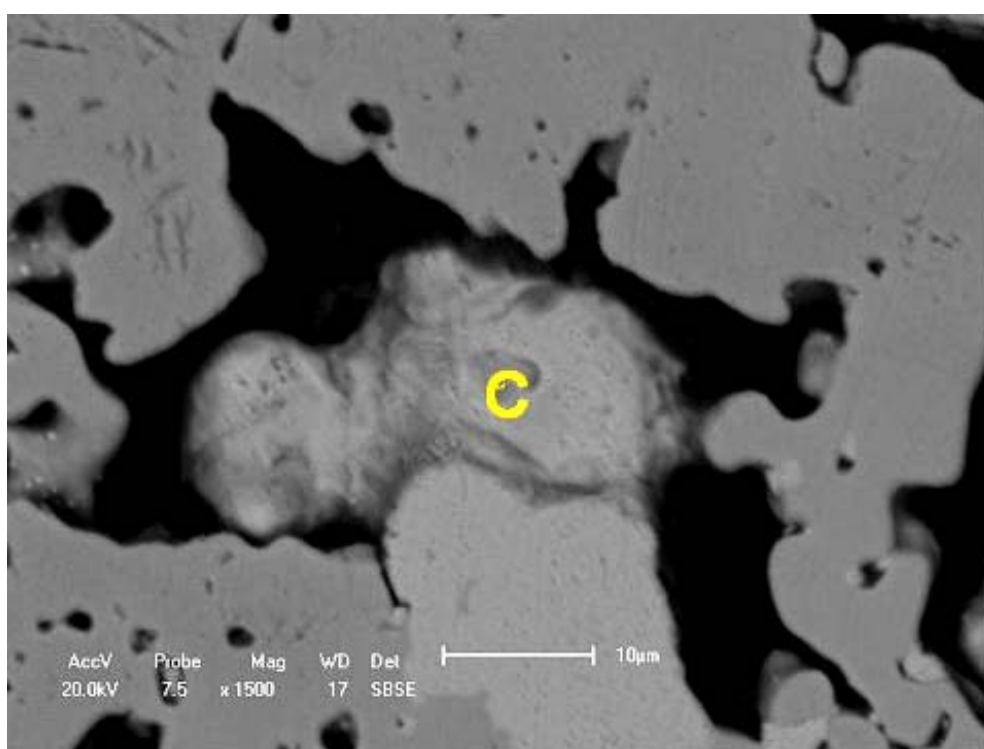


Figura 4.34 – Localização do ponto de análise química C em amostra da liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09).

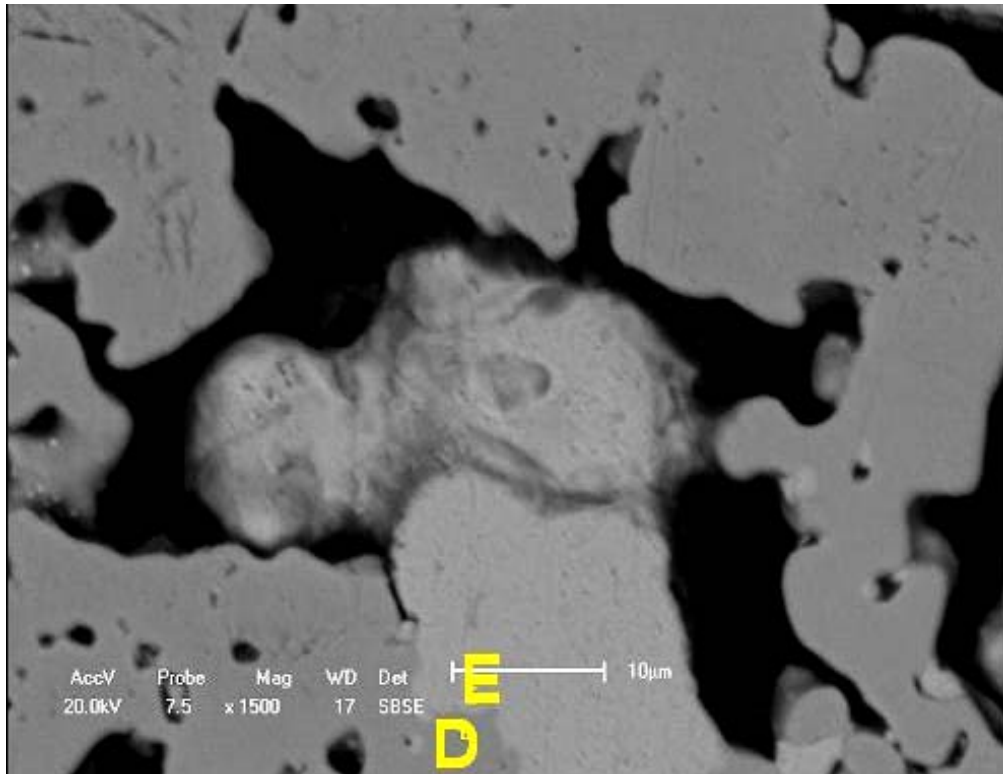


Figura 4.35 – Localização dos pontos de análise química E e D em amostra da liga 65%pFe-15%pCu-20%pCo, (amostra M09).

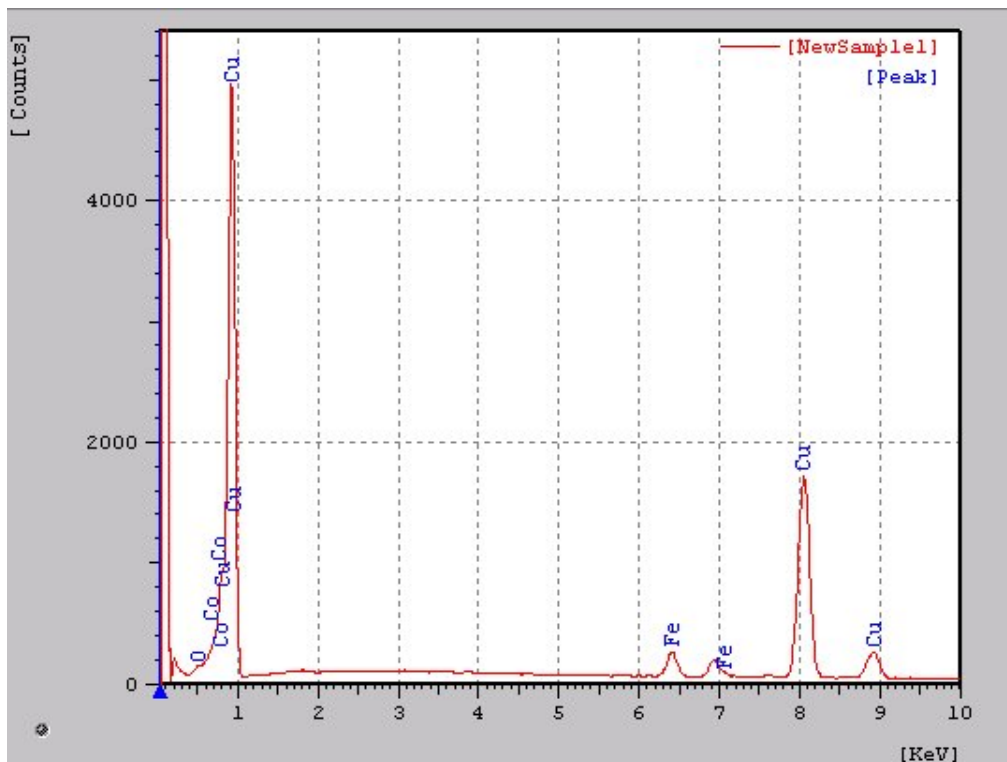


Figura 4.36 – Espectro de EDS, relativo ao ponto A da figura (4.33).

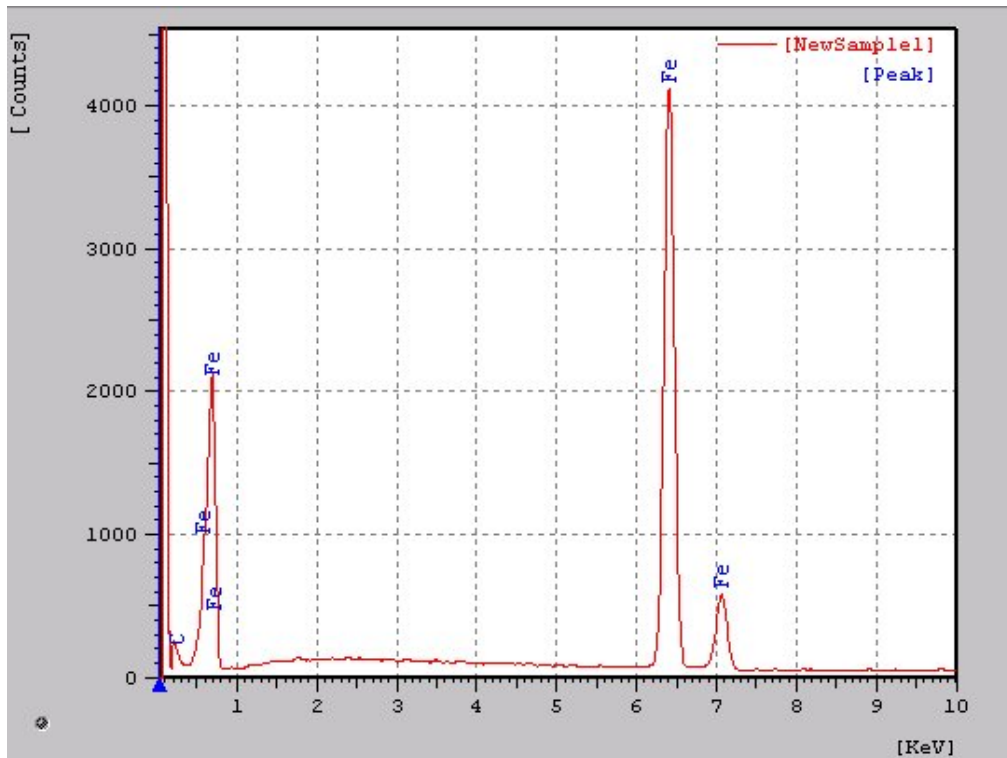


Figura 4.37 – Espectro de EDS, relativo ao ponto B da figura (4.33).

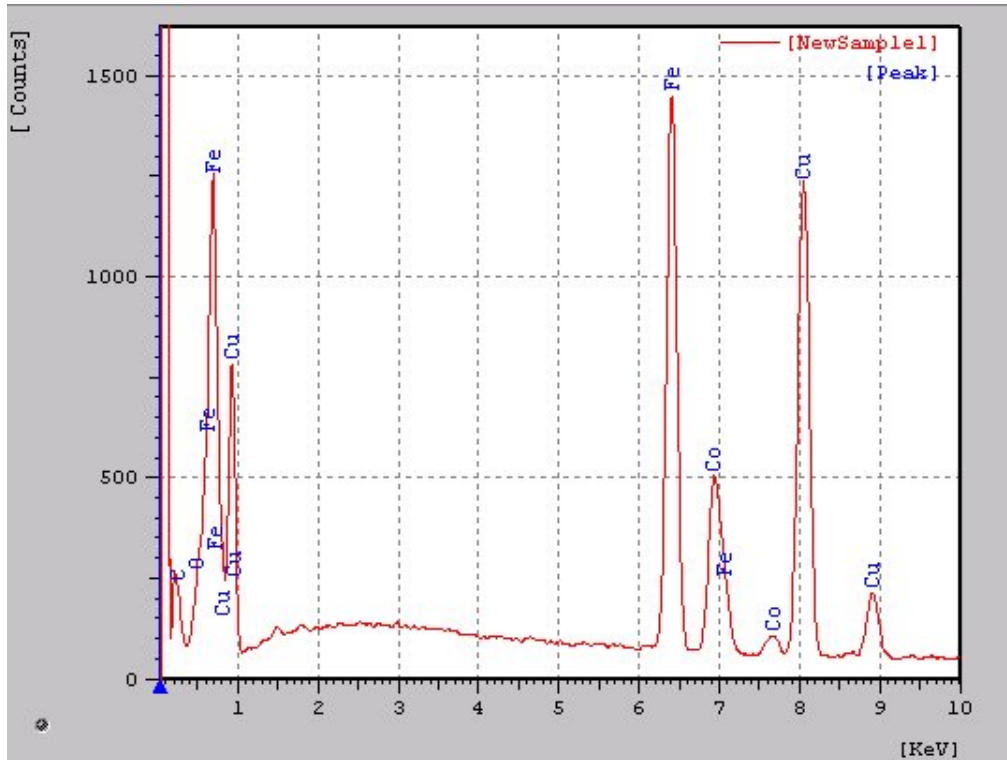


Figura 4.38 – Espectro de EDS, relativo ao ponto C ilustrado na figura (4.33 e 4.34).

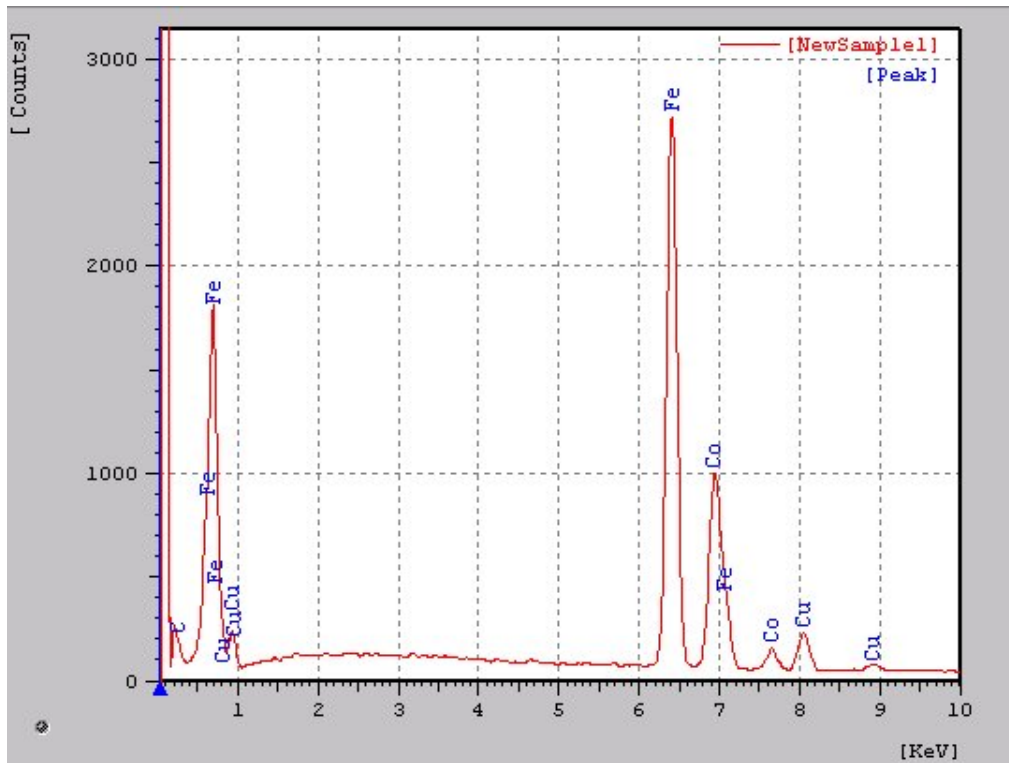


Figura 4.39 – Espectro de EDS, relativo ao ponto D da figura (4.33).

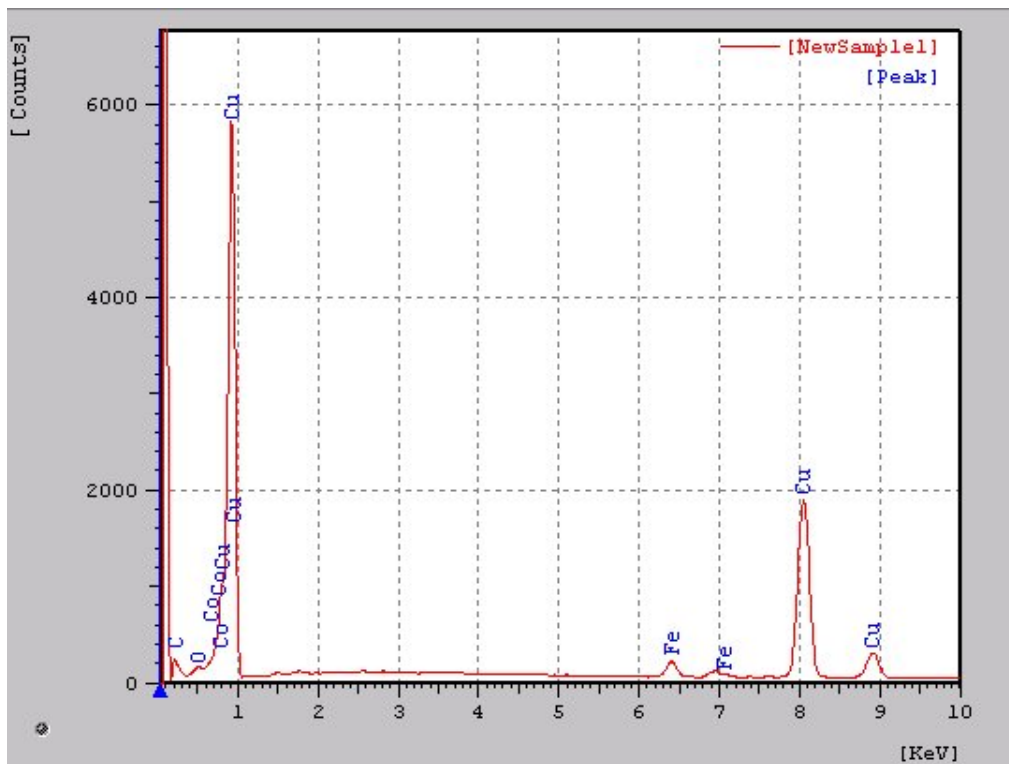


Figura 4.40 – Espectro de EDS, relativo ao ponto E da figura (4.33).

Tabela 4.2 – Análise química nos pontos A–E da liga 65Fe-15Cu20Co, relativo às figuras (4.33 – 4.35).

| PONTO A: | | | | | | | |
|-----------------|-----------|---------|--------|---------|---------|---------|---------|
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| O | 4.075 | 11.548 | 33.546 | 0.11908 | 0.91836 | 2.40189 | 1.00000 |
| Fe | 6.120 | 3.249 | 2.704 | 0.07976 | 1.00786 | 1.00610 | 0.91362 |
| Co | 23.349 | 25.076 | 19.775 | 0.38115 | 1.01632 | 1.47242 | 1.00000 |
| Cu | 51.084 | 60.127 | 43.975 | 1.27858 | 1.03733 | 1.03113 | 1.00000 |
| Total | 100.000 | 100.000 | | 1.85857 | | | |
| PONTO B: | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| C | 5.589 | 7.305 | 26.817 | 0.03279 | 0.92056 | 4.35582 | 1.00000 |
| Fe | 126.078 | 92.695 | 73.183 | 1.63706 | 1.02103 | 0.99799 | 1.00000 |
| Total | 100.000 | 100.000 | | 1.66985 | | | |
| PONTO C: | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| C | 6.884 | 5.456 | 12.518 | 0.04038 | 0.94103 | 4.38030 | 1.00000 |
| O | 7.569 | 35.051 | 60.375 | 0.51881 | 0.95096 | 2.16759 | 1.00000 |
| Fe | 42.050 | 18.122 | 8.943 | 0.54600 | 1.08531 | 0.99580 | 0.93699 |
| Co | 12.645 | 6.544 | 3.060 | 0.19853 | 1.10814 | 0.99378 | 0.91324 |
| Cu | 36.962 | 34.827 | 15.104 | 0.92512 | 1.12468 | 1.02124 | 1.00000 |
| Total | 100.000 | 100.000 | | 2.22884 | | | |
| PONTO D: | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| C | 6.145 | 8.293 | 30.137 | 0.03605 | 0.91790 | 4.65413 | 1.00000 |
| Fe | 83.039 | 58.651 | 45.842 | 1.07822 | 1.01748 | 0.99972 | 0.99302 |
| Co | 28.169 | 24.473 | 18.126 | 0.44401 | 1.03688 | 0.99690 | 0.99017 |
| Cu | 5.564 | 8.583 | 5.895 | 0.13927 | 1.04814 | 1.09180 | 1.00000 |
| Total | 100.000 | 100.000 | | 1.69755 | | | |
| PONTO E: | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| ===== | | | | | | | |
| == | | | | | | | |
| C | 5.852 | 6.309 | 20.252 | 0.03433 | 0.92099 | 5.41955 | 1.00000 |
| O | 4.564 | 12.047 | 29.033 | 0.13334 | 0.92717 | 2.64646 | 1.00000 |
| Fe | 4.875 | 2.177 | 1.503 | 0.06330 | 1.02823 | 1.00396 | 0.90484 |
| Co | 22.559 | 20.928 | 13.692 | 0.36950 | 1.02712 | 1.49763 | 1.00000 |
| Cu | 58.516 | 58.539 | 35.520 | 1.46458 | 1.06012 | 1.02398 | 1.00000 |
| Total | 100.000 | 100.000 | | 2.06505 | | | |

A tabela (4.2) significa que o ponto (A), região clara rica em cobre na figura (4.45), apresenta tão pouco Fe, que este deve supostamente estar todo ele ligado a cobalto formando solução sólida. O ponto (B) região escura na figura (4.33), é composto basicamente por ferro, o que é de se esperar, posto que trata-se de uma liga com 65% em peso de Ferro.

O ponto (C) partícula mostra nas figuras (4.33, 4.34 e 4.35) sugere, claramente, a formação de Co_3Fe_7 , em matriz de cobre (região clara).

Os pontos D e E são mostrados na figura (4.35), e se localizam logo abaixo da partícula que contém o ponto C. O ponto D, região escura (rica em ferro), sugere a formação de Fe_3Fe_7 e/ou CoFe . Já o ponto E revela a matriz rica em Cu, com dissolução de Fe e Co.

Cabe informar que a presença de oxigênio deve-se à formação superficial de óxidos de Fe, Cu e Co, e que os grãos não foram captados nos difratogramas de raio-x, portanto, o teor destes óxidos é baixo, e apenas superficial. O carbono encontrado é oriundo do embutimento a quente, em baquelite (etapa de Metalografia).

A figura (4.41) mostra os pontos A, B e C de microanálise química, em ligas 50Fe-30Cu-20Co, as figuras (18 e 20) dão os aspectos de EDS destes pontos, cujos resultados semi-qualitativos são discutidos da tabela (4.3).

A região do ponto A mais escura, é praticamente Ferro puro. O ponto B – região pouco mais clara que a do ponto A, também é muito rica em Ferro, mas apresenta uma pequena penetração de cobre por entre os contornos de grão/partículas – vide setas na região central da micrografia da figura (4.41), indicando o fluxo do cobre líquido e o fechamento da porosidade. A porosidade “aberta” e irregular é devida à difusão do cobre, como já bem discutido para as figuras A e B, e microscopia ótica.

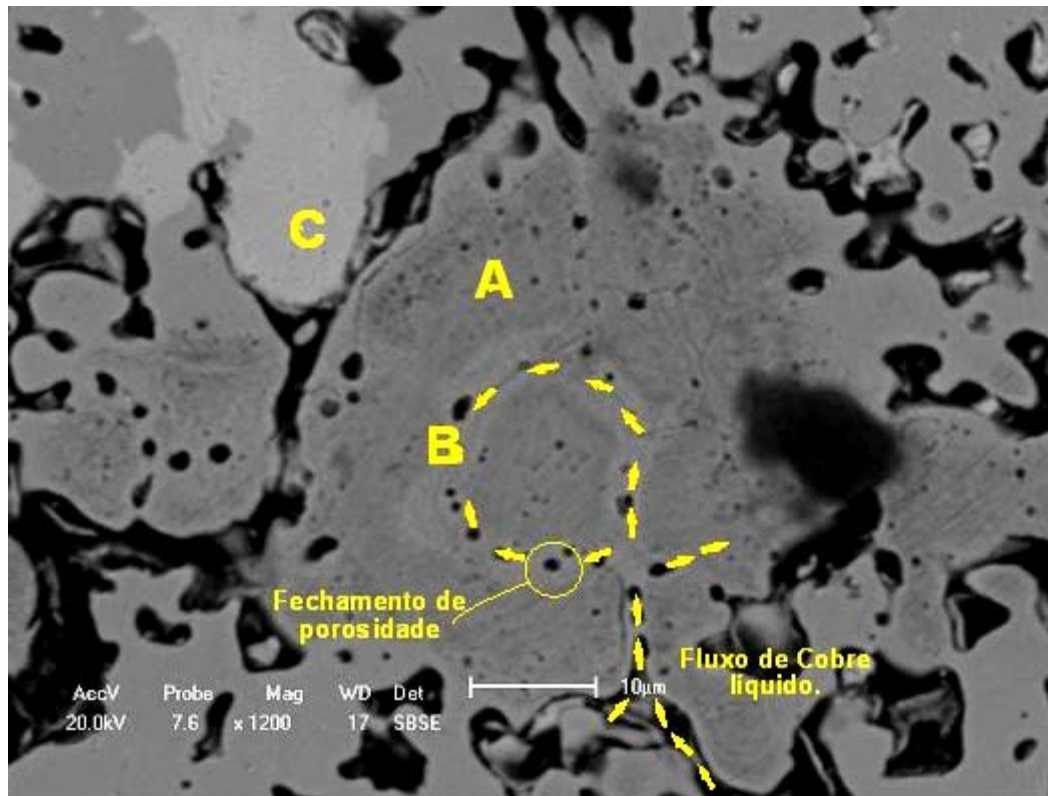


Figura 4.41 – Localização dos pontos de análise química A, B e C, em amostra da liga 50Fe-30Cu-20Co.

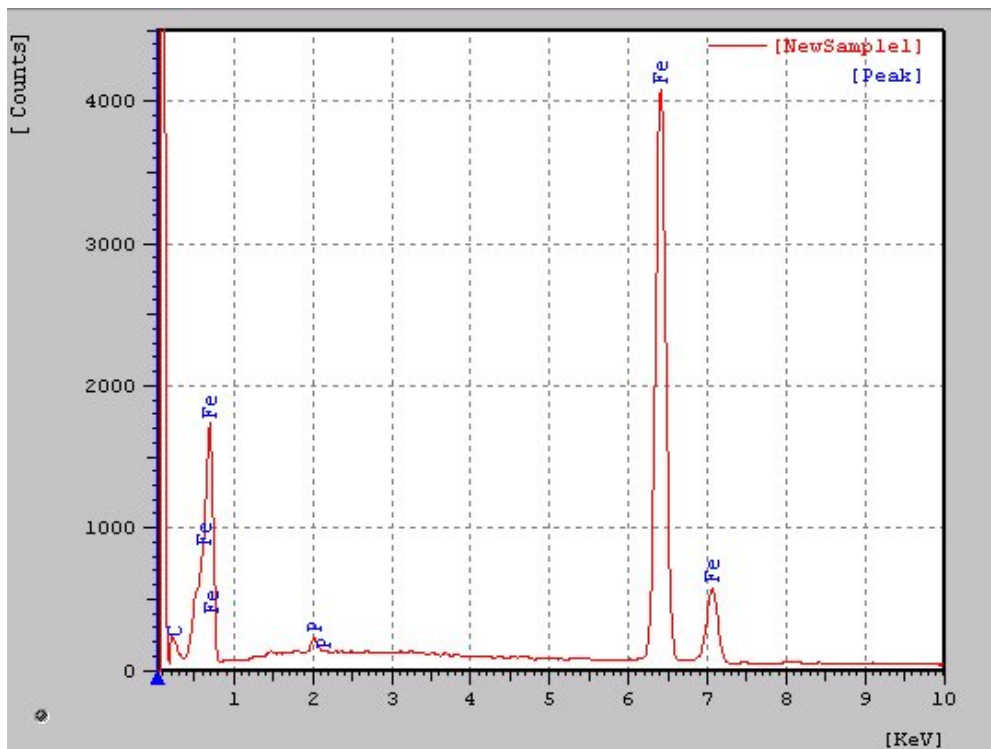


Figura 4.42 – Espectro de EDS, relativo ao ponto A da figura (4.41).

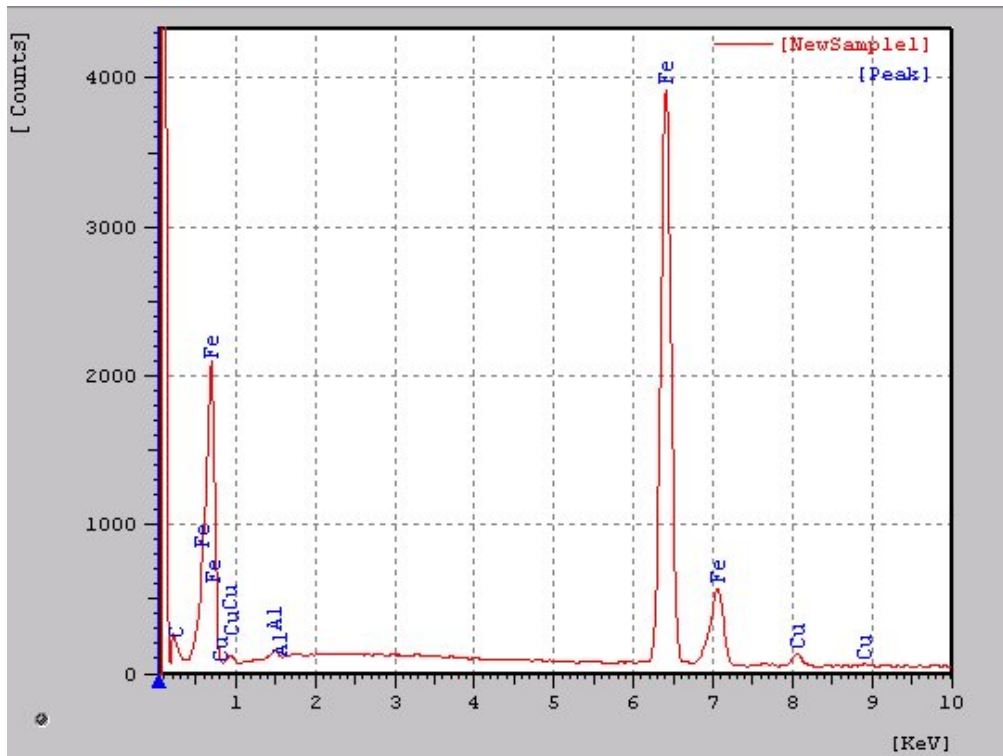


Figura 4.43 – Espectro de EDS, relativo ao ponto B da figura (4.41).

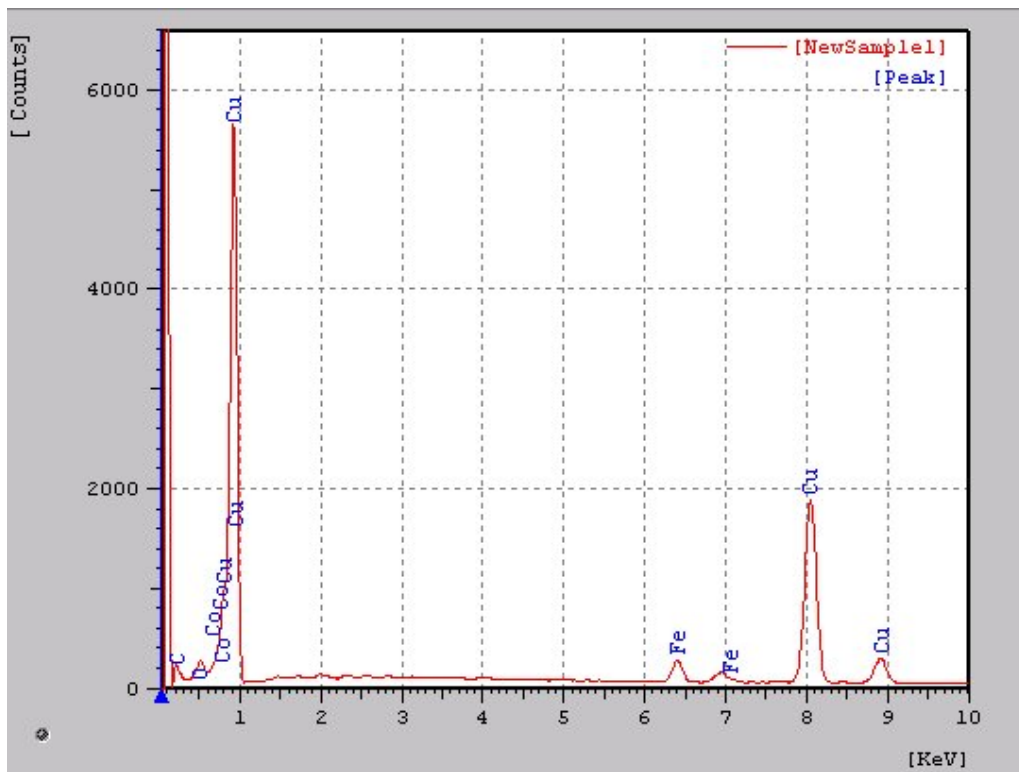


Figura 4.44 – Espectro de EDS, relativo ao ponto C da figura (4.41).

Tabela 4.3 – Análise química nos pontos A, B e C da liga 50Fe-30Cu20Co, relativo à figura (4.45).

| PONTO A: | | | | | | | |
|-----------------|-----------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| C | 5.971 | 7.957 | 28.425 | 0.03503 | 0.92147 | 4.50627 | 1.00000 |
| P | 3.844 | 1.396 | 1.934 | 0.01602 | 0.96764 | 1.66295 | 0.98948 |
| Fe | 124.804 | 90.647 | 69.641 | 1.62052 | 1.02416 | 0.99832 | 1.00000 |
| Total | | 100.000 | 100.000 | 1.67157 | | | |
| PONTO B: | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| C | 6.178 | 8.148 | 29.087 | 0.03624 | 0.92117 | 4.47696 | 1.00000 |
| Al | 2.619 | 0.928 | 1.475 | 0.00667 | 0.97014 | 2.64097 | 0.99645 |
| Fe | 120.576 | 86.923 | 66.738 | 1.56562 | 1.02343 | 0.99840 | 0.99677 |
| Cu | 2.533 | 4.001 | 2.700 | 0.06363 | 1.05470 | 1.09365 | 1.00000 |
| Total | | 100.000 | 100.000 | 1.67216 | | | |
| PONTO C: | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| C | 5.612 | 5.328 | 15.773 | 0.03292 | 0.92522 | 5.19448 | 1.00000 |
| O | 7.929 | 18.123 | 40.278 | 0.23167 | 0.93225 | 2.49198 | 1.00000 |
| Fe | 6.603 | 2.746 | 1.748 | 0.08574 | 1.04069 | 1.00225 | 0.91177 |
| Co | 21.866 | 20.662 | 12.466 | 0.35814 | 1.03339 | 1.65795 | 1.00000 |
| Cu | 57.562 | 53.141 | 29.735 | 1.43551 | 1.07421 | 1.02340 | 1.00000 |
| Total | | 100.000 | 100.000 | 2.14398 | | | |

O ponto C região clara, evidencia uma matriz rica em cobre, com solução sólida Fe-Co, os resultados previamente mostrados e discutidos de DRX indicam a formação de Co_3Fe_7 e ou CoFe . Assim restou algum cobalto livre, não captado pelo difratômetro de raios-x.

O alumínio é oriundo da operação de polimento em pasta de Al_2O_3 (alumina) e o C (carbono) vem da composição da baquelite embutimento a quente.

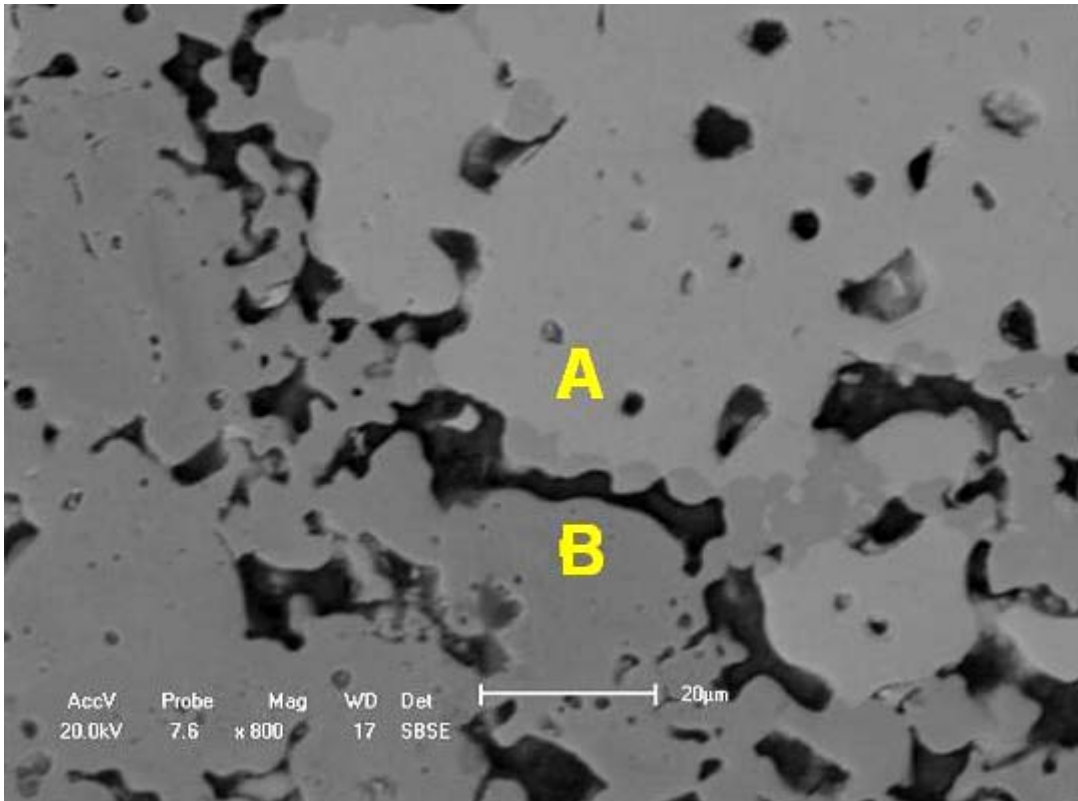


Figura 4.45 – Localização dos pontos de análise química A e B em amostra da liga 35Fe-45Cu-20Co.

A figura 4.45 mostra os pontos A e B nos quais foram realizados micro-análises. O ponto A (região clara), região B (região escura). As figuras 4.46 e 4.47 são espectros característicos a estes pontos. A tabela (3) fornece o semi-quantitativo das análises de EDS nos pontos A e B.

Da tabela (4.4), observa-se que no ponto A tem-se uma matriz rica em cobre. É de se esperar que elementos reaja, formando Co_3Fe_7 e CoFe e, face à elevada quantidade de cobre, sugere-se a formação da solução sólida $\text{Co}_{0,52}\text{Cu}_{0,48}$ também o que foi confirmado pelo difratograma de raio-x desta amostra – vide figura (4.43).

O ponto B contém basicamente ferro puro.

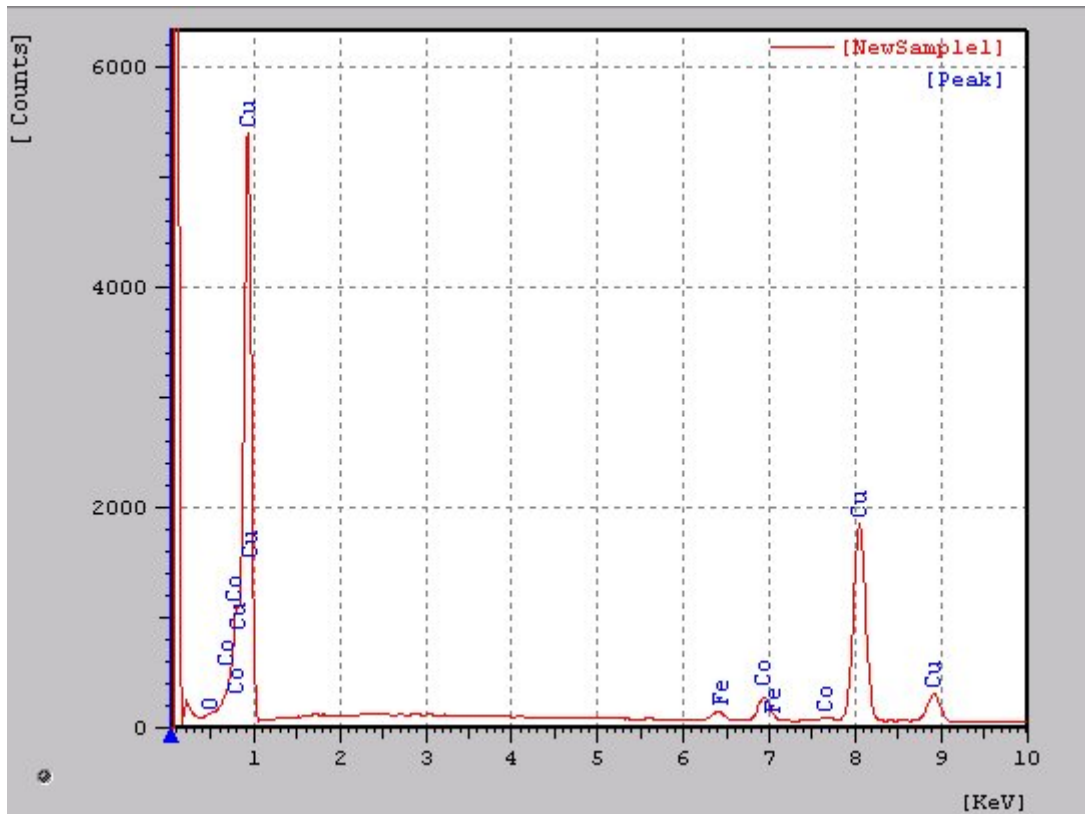


Figura 4.46 – Espectro de EDS, relativo ao ponto A da figura (4.45).

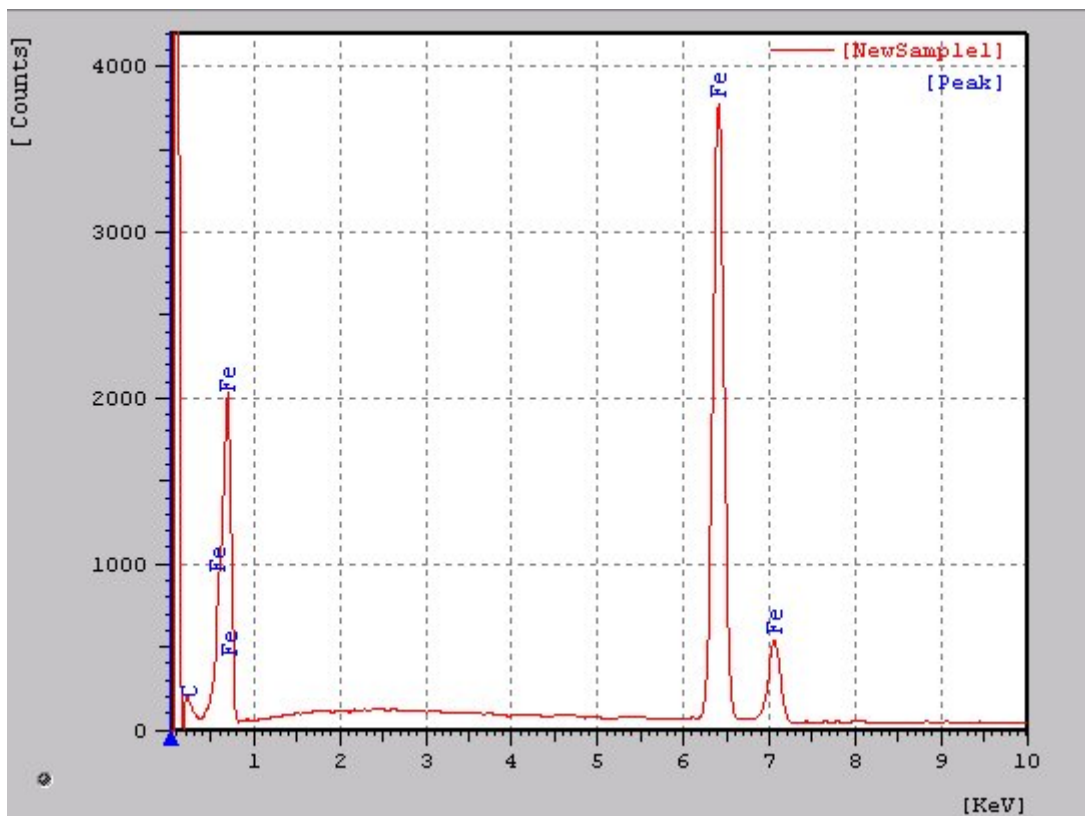


Figura 4.47 – Espectro de EDS, relativo ao ponto B da figura (4.45).

Tabela 4.4 – Análise química nos pontos A e B da liga 35Fe-45Cu20Co, relativo à figura (4.45).

| PONTO A : | | | | | | | |
|------------------|-----------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| O | 3.319 | 23.632 | 54.985 | 0.22751 | 0.93112 | 2.32857 | 1.00000 |
| Fe | 2.262 | 1.198 | 0.799 | 0.02959 | 1.03685 | 1.00418 | 0.81186 |
| Co | 6.598 | 3.970 | 2.507 | 0.10400 | 1.05717 | 1.00040 | 0.75337 |
| Cu | 55.590 | 71.200 | 41.709 | 1.38632 | 1.06979 | 1.00212 | 1.00000 |
| Total | | 100.000 | 100.000 | 1.74742 | | | |
| PONTO B : | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| C | 4.789 | 6.952 | 25.783 | 0.02809 | 0.92021 | 4.33010 | 1.00000 |
| Fe | 113.326 | 93.048 | 74.217 | 1.47149 | 1.02002 | 0.99813 | 1.00000 |
| Total | | 100.000 | 100.000 | 1.49958 | | | |

A figura 4.48 mostra de análise de EDS em amostra de liga 20Fe-60Cu-20Co. O ponto A está numa matriz rica em cobre, já os pontos B e C estão sobre “ilhas e ilhotas”, de coloração escura e intermediária, respectivamente – referente a região central da figura 4.37 – vide análise da mesma.

As figuras 4.62 e 4.63 dão os espectros de EDS relativos aos pontos A, B e C. A tabela (4.5) fornece os resultados da análise de EDS.

Observa-se que A contém uma matriz de cobre, com baixo teor de ferro, explicado o desaparecimento das soluções sólidas Co_3Fe_7 e CoFe , relativos ao pico em $2\theta = 98,84$ vide figura (4.44). Assim sendo, espera-se que todo este ferro, ou sua maior quantidade, esteja formando tais soluções sólidas com o cobalto. Assim, nesta considerável quantia de cobalto, o qual, segundo o difratograma da figura (4.44), formou $\text{Co}_{0,52}\text{Cu}_{0,48}$ solução sólida.

O ponto B corresponde a ferro puro. Já o ponto C, com pequeno teor de ferro, sugere a formação de $\text{Co}_{0,52}\text{Fe}_{0,48}$ vide também a figura (4.44).

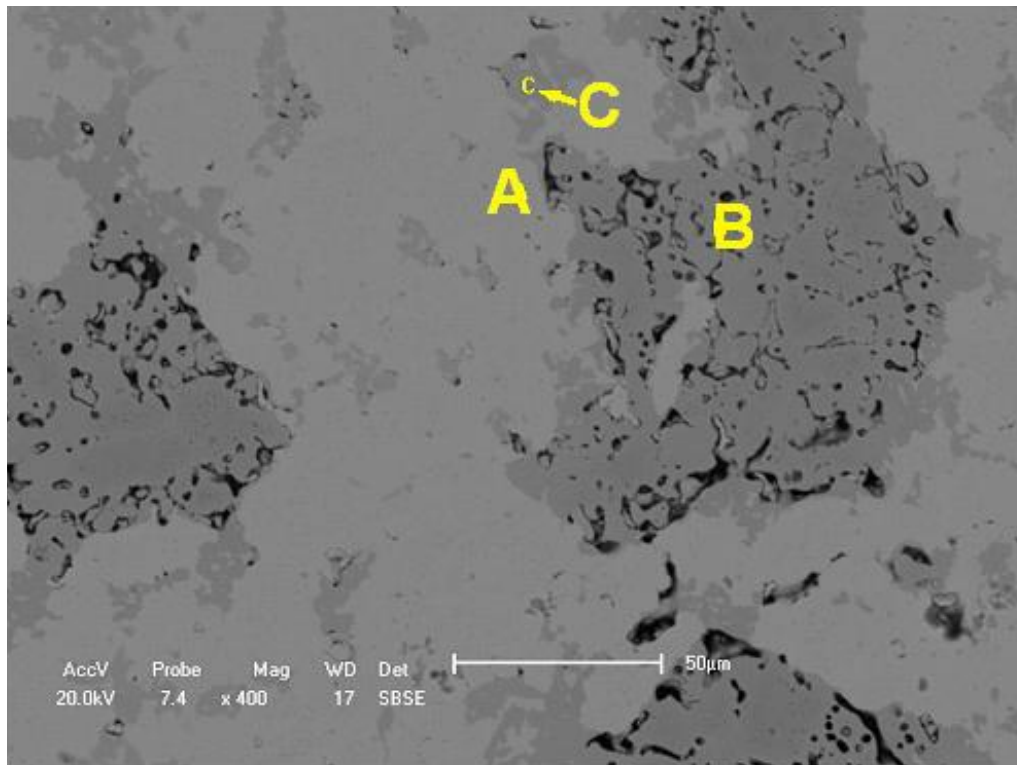


Figura 4.48 – Localização dos pontos de análise química A, B e C em amostra da liga 20Fe-60Cu-20Co.

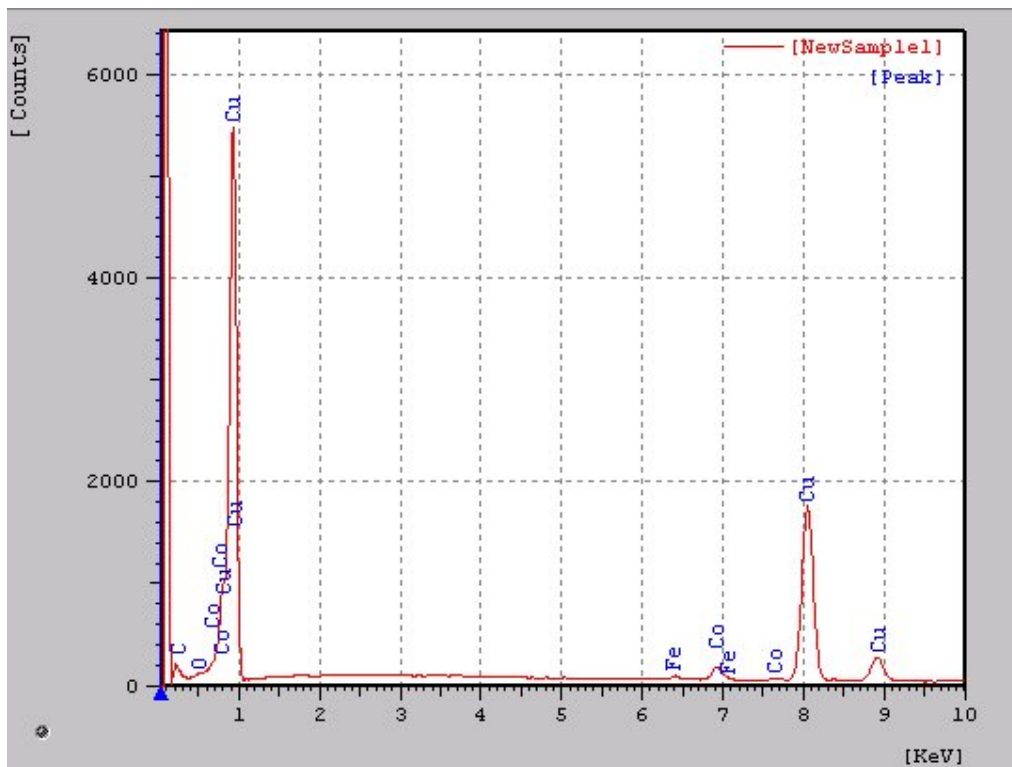


Figura 4.49 – Espectro de EDS, relativo ao ponto B da figura (4.48).

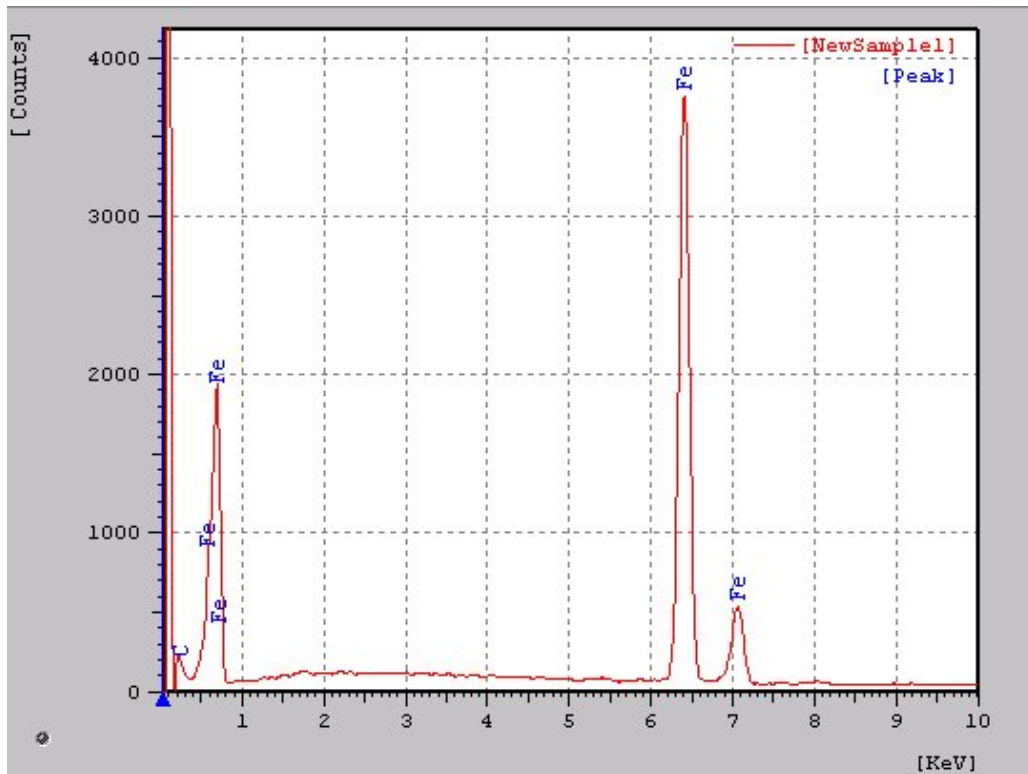


Figura 4.50 – Espectro de EDS, relativo ao ponto C da figura (4.48).

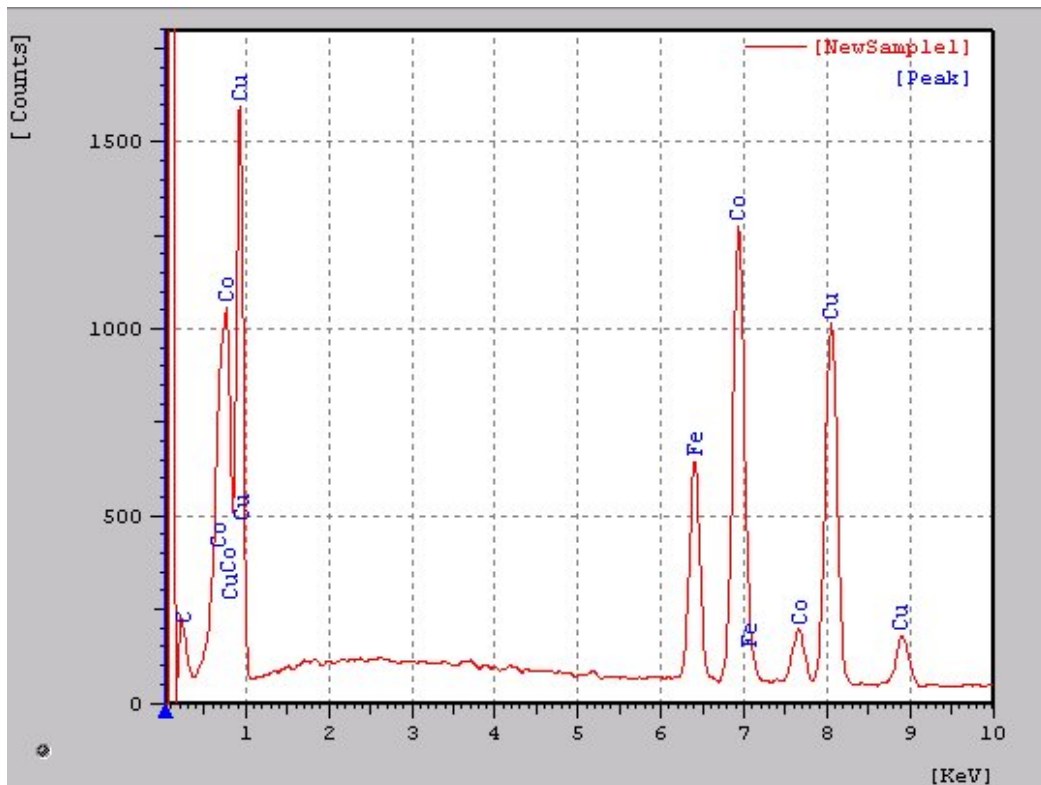


Figura 4.51 – Espectro de EDS, relativo ao ponto D da figura (4.48).

Tabela (4.5) – Análise química nos pontos A, B e C da liga 35Fe-45Cu20Co, relativo à figura (4.48).

| PONTO A: | | | | | | | |
|-----------------|-----------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| ===== | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| ===== | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| C | 4.613 | 5.791 | 19.559 | 0.02706 | 0.91844 | 5.48483 | 1.00000 |
| O | 3.315 | 10.040 | 25.459 | 0.09685 | 0.92417 | 2.64038 | 1.00000 |
| Fe | 1.037 | 0.530 | 0.385 | 0.01341 | 1.02132 | 1.00470 | 0.90669 |
| Co | 24.705 | 24.026 | 16.540 | 0.40328 | 1.02345 | 1.37024 | 1.00000 |
| Cu | 51.930 | 59.613 | 38.057 | 1.29975 | 1.05236 | 1.02587 | 1.00000 |
| Total | | 100.000 | 100.000 | | 1.84035 | | |
| | | | | | | | |
| PONTO B: | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| ===== | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| C | 6.011 | 8.550 | 30.300 | 0.03526 | 0.92181 | 4.31024 | 1.00000 |
| Fe | 112.910 | 91.450 | 69.700 | 1.46608 | 1.02458 | 0.99765 | 1.00000 |
| Total | | 100.000 | 100.000 | | 1.50134 | | |
| | | | | | | | |
| PONTO C: | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| Element | Intensity | Weight% | AT% | K-Value | Z | A | F |
| ===== | | | | | | | |
| ===== | | | | | | | |
| C | 5.806 | 9.528 | 34.743 | 0.03406 | 0.91470 | 5.35040 | 1.00000 |
| Fe | 17.656 | 12.588 | 9.872 | 0.22925 | 1.01060 | 1.00437 | 0.94646 |
| Co | 36.794 | 31.625 | 23.503 | 0.57996 | 1.02963 | 1.00060 | 0.92600 |
| Cu | 29.644 | 46.259 | 31.882 | 0.74196 | 1.04032 | 1.04848 | 1.00000 |
| Total | | 100.000 | 100.000 | | 1.58523 | | |

4.6.3 Alguns comentários sobre os sistemas Fe-Cu, Co-Cu, Co-Fe e Fe-Cu-Co.

Do ponto de vista binário Fe-Cu, Fe-Co e Co-Cu, há alguma similaridade nos três sistemas, uma vez que há formação extensiva de solução sólida, em todas as situações – vide figuras (4.52 e 4.55).

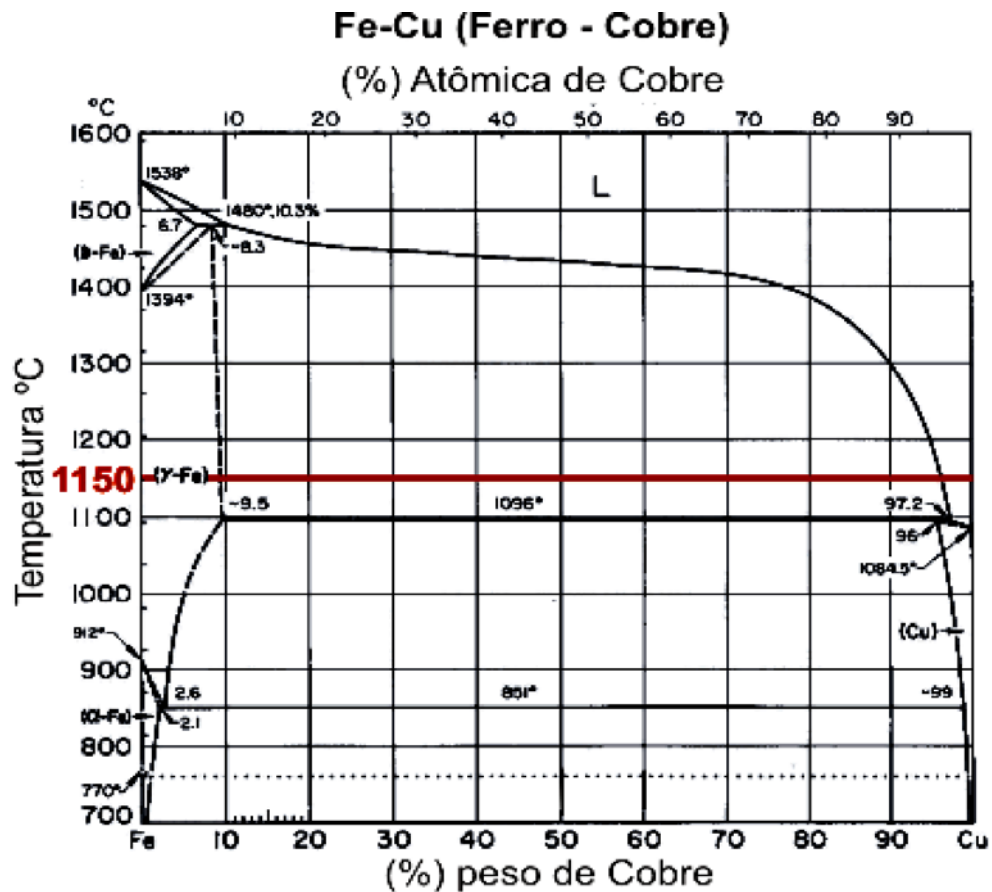


Figura 4.52 – Diagrama de fases Fe-Cu [ASM Handbook, 1973].

A figura 4.52, já bem explicada por Oliveira(2005) em sua dissertação de mestrado, ajuda a compreender o “inchaço” observado nas microestruturas (porosidade residual), uma vez que a 1150°C – temperatura de sinterização, a solubilidade do cobre em ferro é da ordem do dobro da solubilidade do ferro em cobre. Observa-se a presença de líquido, formado pelo cobre, e a formação de solução sólida.

O diagrama de fases da figura 4.53 – sistema Co-Cu é bastante similar ao Fe-Cu. Isto é de se esperar, uma vez que os diâmetros atômicos de Fe e Co são muito próximos. Neste diagrama, observa-se uma situação ainda mais favorável ao observado “inchaço”; a solubilidade do cobre em cobalto é três vezes maior que a recíproca. A extensiva formação de solução sólida $\text{Co}_{0,52}\text{Cu}_{0,48}$ foi observada nas difrações de raio-x, para ligas com 45 e 60 em peso cobre.

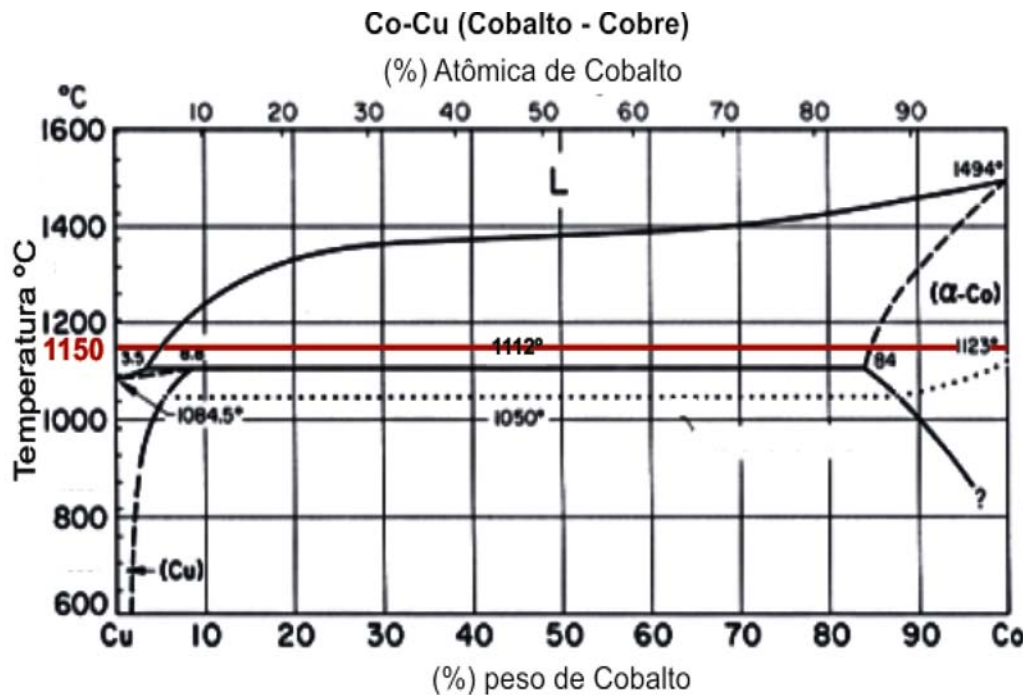


Figura 4.53 – Diagrama de fases Co-Cu [ASM Handbook, 1973].

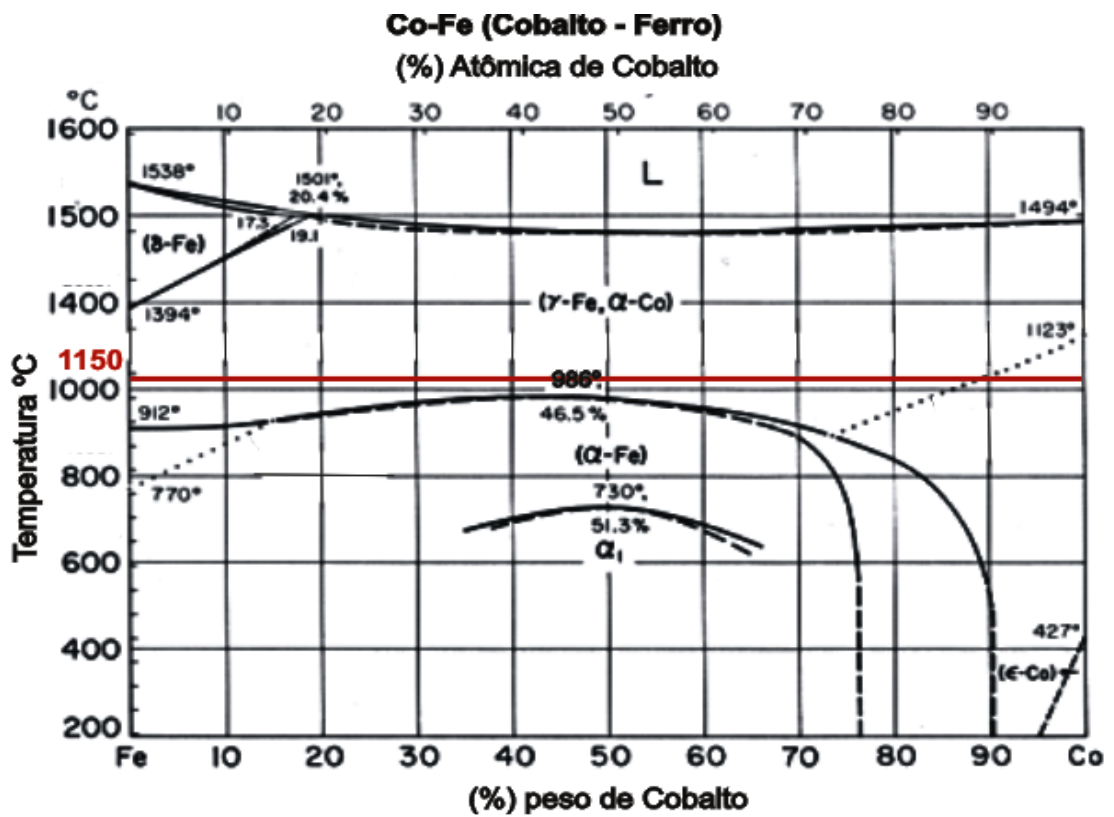


Figura 4.54 – Diagrama de fases Co-Fe [ASM Handbook, 1973].

A figura 4.54 diagrama de fases Fe-Co, nos mostra que há total formação de solução sólida. O sistema apresenta solubilidade total entre Ferro e cobalto. Os resultados de DRX indicam a formação de Co_3Fe_7 e CoFe .

É fácil entender a total solubilidade Fe-Co, o que não ocorre completamente nos sistemas Fe-Cu e Co-Cu. É suficiente observar as diferenças nos diâmetros atômicos e valências para concluir esta questão (vide tabela 4.7).

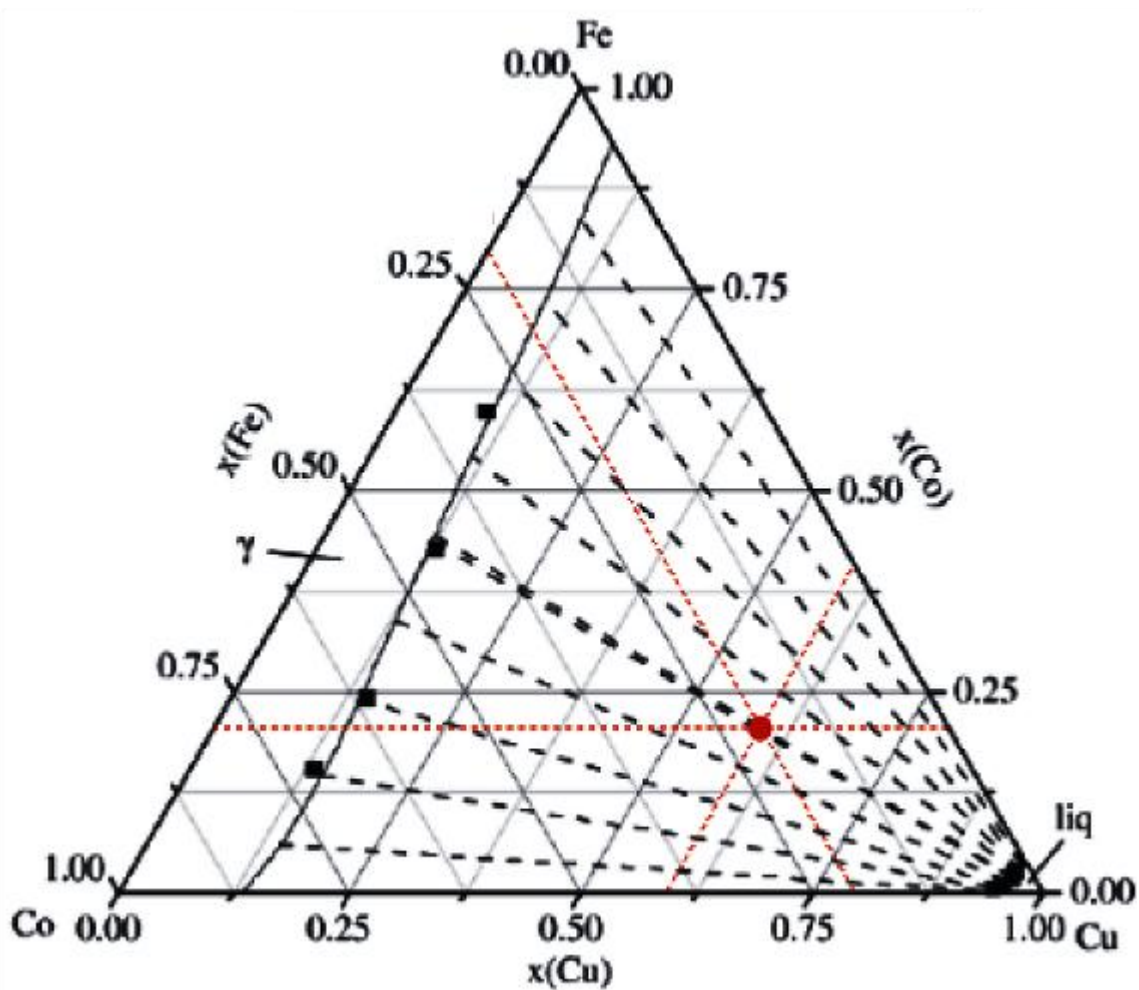
Assim sendo, é de se esperar que a formação das soluções sólidas Fe-Co seja mais provável de ocorrer, em maior quantidade nas ligas Fe-Cu-Co, conforme observado via DRX e EDS.

Tabela 4.6 Diâmetros atômicos e valências do Fe, Cu e Co. [Flinn e Trojan, 2005].

| | Fe | Cu | Co |
|----------|------|------|------|
| D(Å) | 1,24 | 1,28 | 1,25 |
| Valência | +2 | +1 | +2 |

Para uma análise sumária, por exemplo, considerando a liga 50Fe-30Cu-20Co vide ponto no diagrama da figura 4.65. Nesta isoterma, traçando uma “tie-line”, do ponto de 100% Cu, traçando este ponto até o ponto correspondente à citada liga, até atingir a aresta Co-Fe, constatamos que aproximadamente 30% do líquido foi formado, o que favorece a formação das soluções sólidas Co_3Fe_7 , CoFe e $\text{Co}_{0,52}\text{Cu}_{0,48}$.

Entretanto, esta formação de líquido difusão do cobre também deixa a porosidade residual observada previamente.



A figura 4.55 representa o diagrama de fases ternário Fe-Cu-Co, na isoterma a 1127°C (1400K), muito próximo à temperatura de sinterização utilizada neste estudo, 1150°C [retirado de Palumbo et al, 2006].

O resfriamento e formação das soluções sólidas podem ser avaliadas via isotermas Fe-Cu-Co, mostradas na figura (4.56 a-g).

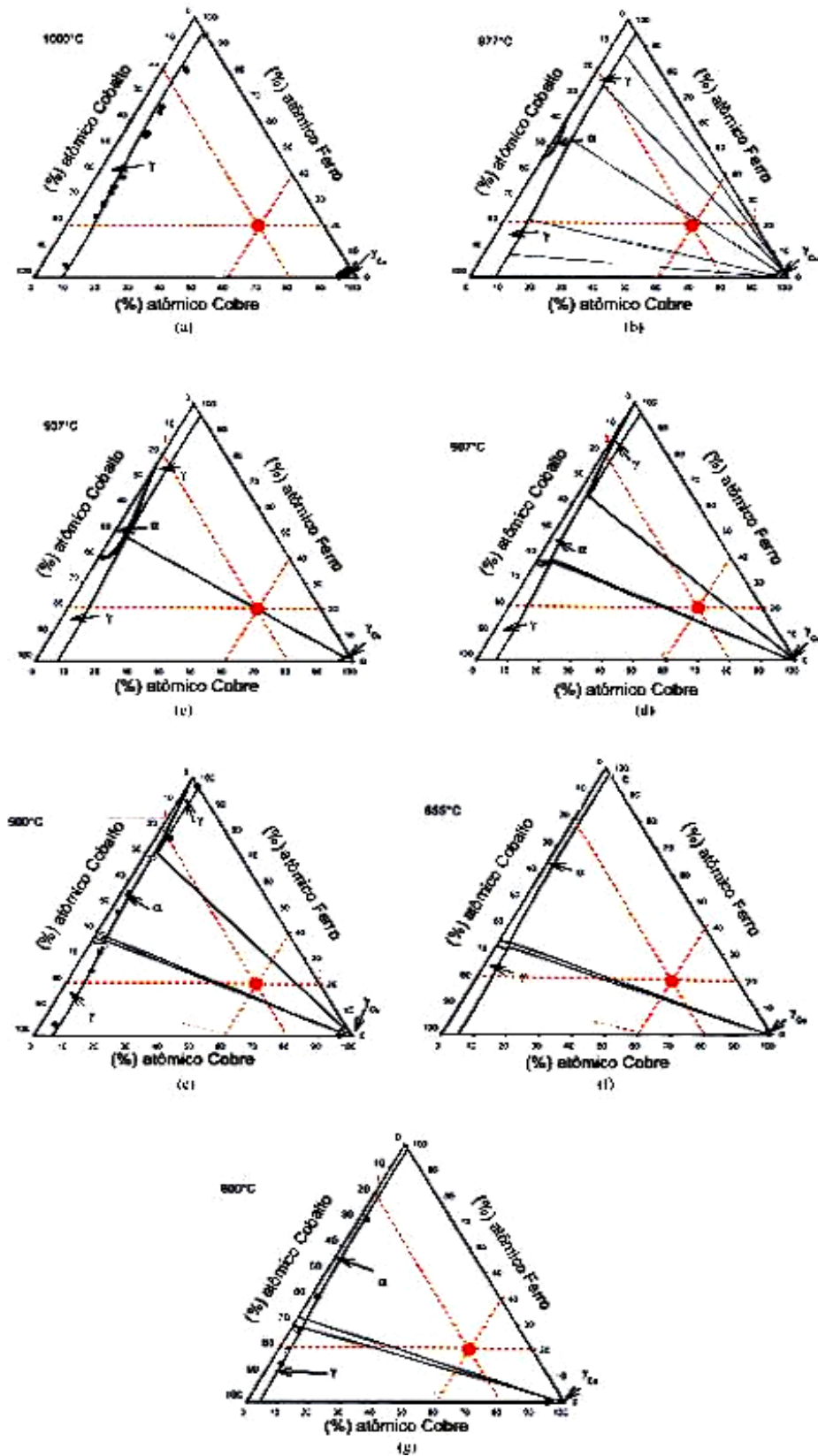


Figura 4.56 isoterma Fe-Cu-Co: (a) 1000°C; (b) 977°C; (c) 937°C; (d) 907°C; (e) 900°C; (f) 855°C; (g) 800°C [retirado de Bein et al, 2000].

Curiotto et al (2007), estudando ligas Fe-Cu-Co fundidas a arco, em especial a liga 25Fe-50Cu-25Co, afirmaram que a formação das soluções sólidas ocorrem a partir de dois líquidos, um peritético, a 1097°C, e outro eutetóide, a 940°C – conforme ilustra a curva de calorimetria diferencial de varredura (DSC) – figura (4.69). O sistema mostra a transformação eutética onde a transformação resulta em α -FeCo (CCC) e γ -Cu(CFC) e um equilíbrio análogo formando também α -FeCo (CCC) e γ -Fe-Co(CFC) e γ -Cu(CFC).

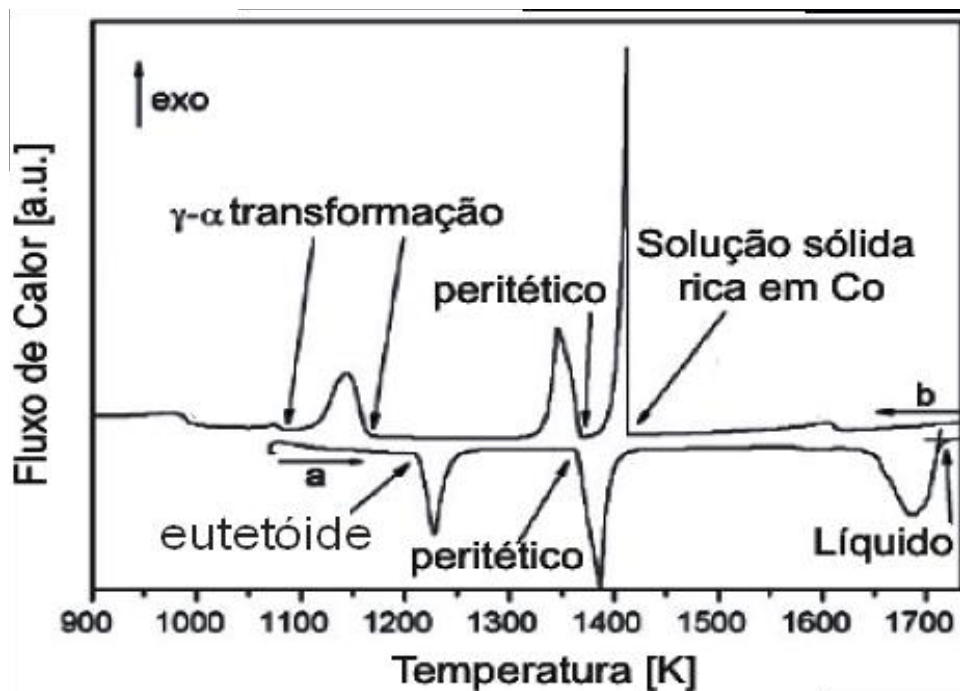


Figura 4.57 – Sinais DSC da liga 25Fe-50Cu-25Co [retirado de Curiotto et al, 2000].

Neste mesmo trabalho, Curiotto et al (2007) mostra a microestrutura obtida na amostra citada-figura 4.54.

Interessante ressaltar a grande similaridade com a microestrutura obtida para a liga 50Fe-30Cu-20Co deste trabalho de mestrado figura 4.57, a qual mostra claramente o aspecto típico da reação eutetóide (líquido + sólido \leftrightarrow sólido), que gera as soluções sólidas.

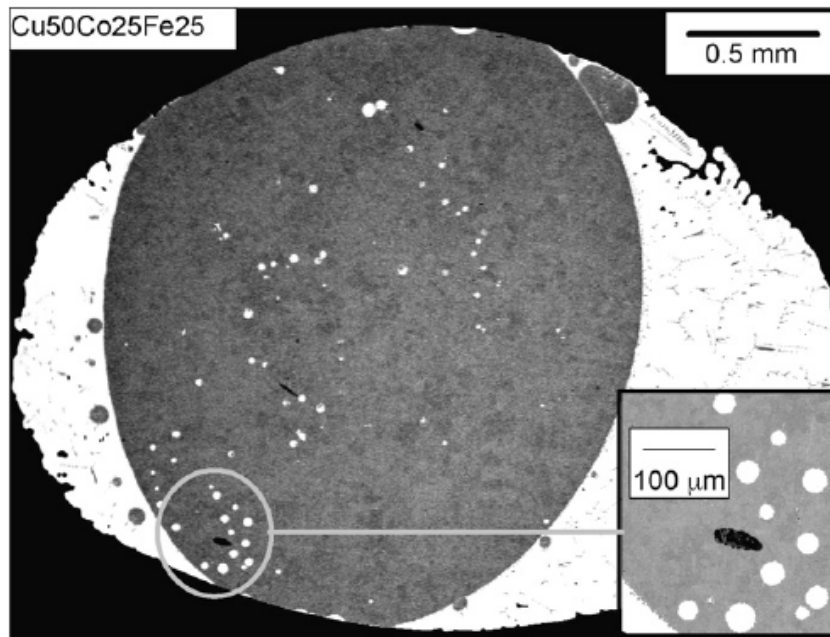


Figura 4.58 – Imagem obtida por elétrons retro-espalhados da liga 25Fe-50Cu-25Co, após fusão a arco. Regiões ricas em cobalto e ferro. [retirado de Curiotto et al, 2000]

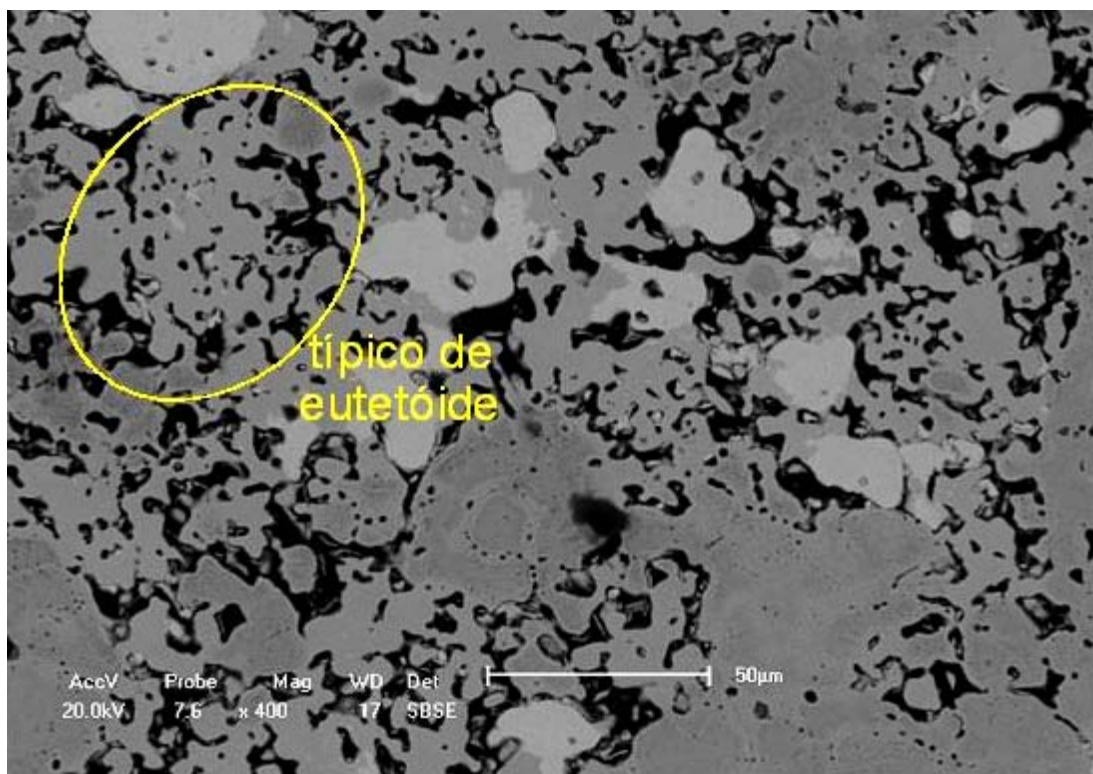


Figura 4.59 – Aspecto Microestrutural da liga 20%pFe-60%pCu-20%pCo, (amostra M12) aspectos típicos da formação eutetóide.

4.7 Considerações finais

Tendo em vista o objetivo deste trabalho, avaliar o comportamento via metalurgia do pó e caracterização de ligas de Fe-Cu-Co para uso em ferramentas diamantadas, com a finalidade de obter valores que atendam às exigências de propriedades das ligas já existentes no mercado e correlacionar as mesmas com as microestruturas presentes, foram feitos vários ensaios comprovando os resultados já estudados e desta forma afirmando o que já existe na literatura.

A variação da dureza para diferentes ligas de Ferro, Cobre e Cobalto influi diretamente no desgaste abrasivo; quanto maior a dureza menor o desgaste abrasivo. Analisando-se a variação da força tangencial aplicada e a temperatura no desgaste abrasivo da liga Fe-Cu-Co, verifica-se que o desgaste abrasivo do material é proporcional ao aumento da temperatura e à força tangencial de corte.

As microestruturas revelaram um alto grau de porosidade, o que gera inchaço e diminui consideravelmente a dureza e resistência ao desgaste. À medida que adiciona-se cobalto 30%pCo, em ligas Fe-Cu a dureza que estava entre 30 e 50 sobe para o intervalo de 90 e 120 Rockwell B, gerando uma melhoria considerável na resistência ao desgaste.

Com o auxílio da microscopia eletrônica de transmissão, raio-x e EDS foi possível observar a presença de uma solução sólida entre Fe-Co. Análises químicas pontuais nas amostras revelaram a formação de fases e o comportamento da sinterização nas ligas.

CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

Conclusões

A presente dissertação de mestrado analisa o comportamento da liga Fe-Cu-Co durante a sinterização através da metalurgia do pó convencional. Esta tentativa exploratória absorve o conhecimento de tecnologia de produção de ferramentas diamantadas, a qual é de grande importância científica e tecnológica para o setor de rochas ornamentais no Brasil. Pode-se chegar às seguintes conclusões:

- O inchaço verificado durante a sinterização é muito comum para sistemas como Fe-Cu, onde o Cobre é extremamente mais solúvel no ferro do que o recíproco. Este fenômeno está em concordância com o diagrama de fases, porém a adição de cobalto ao sistema limita a ocorrência do inchaço, por formar um solução sólida entre o ferro e o cobalto.

- A adição de cobalto nas ligas Fe-Cu promove um aumento na dureza. Os intervalos que estavam entre 30 e 50 subiram para 90 e 120 Rockwell B. Este aumento ocorre devido à formação de uma solução sólida entre o ferro e o cobalto.

- Composições de Fe-Cu-Co com 10, 20 e 30% em peso cobalto promovem uma melhor resistência à abrasão. O desgaste destas ligas é menor se comparadas com ligas Fe-Cu.

- A composição M12 Fe-60%Cu-20%Co, atingiu níveis de dureza satisfatórios em relação à adição de 30% peso cobalto. Uma dureza muito elevada diminui a taxa de desgaste da liga, fazendo com que não ocorra a substituição das faces cortantes dos diamantes das camadas inferiores.

- Os testes de desgaste mostram que, mesmo não trabalhando com equipamentos de tecnologia industrial, conseguiu-se com este estudo exploratório, através de metalurgia do pó convencional, obter boa qualidade atingindo as propriedades próximas às das ligas comerciais. Cabe ressaltar que o ligante Fe-Cu (elementos majoritários da liga) são materiais amplamente disponíveis no mercado

nacional. Isso mostra que foi possível desenvolver esta tecnologia, independente do valor comercial da rocha em questão.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABC - Associação Brasileira de Cerâmica, (2008) www.abceram.org.br/asp/abc_54f.htm em 14/03/08.
- Aigueira, R.B., Paranhos R., and Filgueira M. (2006). *Characterisation of composites based on the system polyester-SiC for use in the polishing of ornamental rocks*. Int. J. Machining and Machinability of Materials, vol. 1, No. 1, 2006.
- ASM Handbook, (1979). *Alloy Phase Diagrams*. Terceira edição;3:168.
- Barbosa, A. P. et al (2008). *Processing and mechanical properties of PM processed Fe-Cu-Co alloys*. Materials Science Forum Vols. 591-593 (2008) pp 247-251.
- Barbosa, A. P.; Gomes, P. M.; Oliveira H. C. P. and Filgueira, M. (2008) *Compósito Ferro-Cobre-Cobalto processados via metalurgia do pó*. 63º CONGRESSO ANUAL DA ABM, Santos, SP, 2008 p 780-715.
- Barsoum, M.W. (1997). *Fundamentals of Ceramics*. McGraw-Hill International. New York. p. 331-390.
- Bein, S., Colinet, C., Durand-Charre, M. (2000). *CVM calculation of the ternary system Co-Cu-Fe*. Journal of alloys and compounds 313 (2000) 133-143.
- Callister, Jr.W.D. (2002). *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. Editora LTC. Quinta Edição, p 359.
- Chiaverini, V. (2001). *Metalurgia do pó: técnica e produtos*, Ed., Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais. São Paulo.
- Clark, I.E., Kamphuis, B.J. (2002). *Cobalite HDR – a new prealloyed matrix powder for diamond construction tools*. Industrial Diamond Review. n.3. p. 177-182.

- Coble, R.L. (1961a). *Sintering Crystalline Solids I. International and Final Stage Diffusion Models*. Journal of Applied Physics, v.32, n.5. PP. 787-792.
- Coble, R.L. (1961b). *Sintering Crystalline Solids. II. Experimental Test of Diffusion Models in Powder Compacts*. Journal of Applied Physics, v.32, n.5. PP. 793-799.
- Curiotto, S., et al (2007). *The liquid metastable miscibility gap in Cu-Basead systems*. Science Direct, Fluid phase Equilibri 256 (2007) 132-136.
- Da Silva, V. F. et al (2005). *On the compacting of powders of the systems Fe-Cu and Fe-Cu-Co-Diamond*. Materials Science Forum Vols. 498-499 (2005) pp16-22.
- Davis, P.R. (2000). *The Future of Diamond Abrasives in Stone Processing*. Proc. of the Intertech, Vancouver/Canada, 17-21 july.
- Del Villar, et al (2001). *Consolidation of Diamond tools Cu-Co-Fe basead alloys as metallic binders*. Powder Metallurgy, Vol 44, N° 1, p 82-90.
- Eurotungstene, (2005). *Keen® – a new concept in prealloyed powders*. Industrial Diamond Review. n.3. p. 45-47.
- Filgueira, M. (2000). *Doctoral Thesis. Produção de fios Diamantados “In Situ”*. Universidade Estadual Do Norte Fluminense – UENF/ PPGECM. 2000. P 157.
- Filgueira, M., Pinatti D.G. (2003). *“In Situ” Diamond Wires – Part II: The Bronze 4% weight Cutting Rope*. J. Master Poces Technol 2003; p 132:132-7.
- Filgueira, M., Pinatti, D.G. (2002). *Processing of Diamond composites by powder metallurgy and rotaly forging*. Master Science Forum 2003; 416-418:228-34.
- German, R.M. (1985). *Liquid Phase Sintering*, Plenum Press, New York.
- German, R.M. (1994). *An Powder Metallurgy Science*. Metal Powder Industries Federation, 2º ed., Princeton, New Jersey.

- German, R.M. (1996). *Liquid Phase Sintering*. John Wiley & Sons, New York. p.67-137.
- German, R.M. (1998). *Powder Metallurgy of Iron and Steel*. John Wiley & Sons, inc. USA. p. 225-226.
- German, R.M., Farooq, S (1988). *An update on the theory of liquid phase sintering*. In: Proceeding, Tokio, 1987. Sintering '87. Elsevier Science Publishers LTD. New York. V.1. p. 459-464.
- Gomes, U.U. (1993). *Tecnologia dos pós: Fundamentos e aplicações*, 1º ed., UFRN. Editora Universitária da UFRN.
- Helman, H., Cetlin, P.R. (1983). *Ciência Fundamentos da conformação mecânica dos materiais: Rio de Janeiro*. Editora Guanabara Dois.
- Hirsch, P.B.and Humphreys, F.J., (1969). *Chapter 15 - Plastic Deformation of Two-Phase Alloys*, Argon A. S. Physics of Strength and Plasticity. P 189-195.
- Huppmann, W.J. (1979). The Elementary Mechanisms of Liquid Phase Sintering:II- Solution – Re-precipitation. *Zeitschrift für Metallkunde*. N.70.v. pp. 792-797.
- Izhevskiy, V.A., Genova, J.A., Bressiani, J.C., Bressiani, A.H.A. (2000). *Review article: Silicon Carbide. Structure, Properties and Processing*. *Cerâmica*. v. 46, n 297, p 4-13.
- Izhevskiy, V.A., Genova, J.A., Bressiani, J.C., Bressiani, A.H.A. (2004). *Liquid phase sintered SiC ceramics from starting materials of different grade*. *Cerâmica*. Vol 50, Nº 315, p 261-267.
- Johnson, J.L.; German, R.M. (1996). *Solid-state contributions to densification during liquid-phase sintering*. *Metalurgical and Materials Transactions*, v.27B,n.6.

- Kamphuis, B., Serneels, B. (2004). *Cobalt and nickel free bond powder for diamond tools: Cobalite CNF*. Industrial Diamond Review. n.1. p. 26-32.
- Kang, S.J.L., Greeil, P., Mitomo, M., Moon, J.H. (1998). Elimination of large pores during gas-pressure sintering of β' -Sialon. Journal of the American Ceramic Society. v. 72, n. 7, p. 1166-1169.
- Kingery, W.D. (1959). Densification during sintering in the presence of a liquid phase 1. Theory. Journal of Applied Physics, v.30, n.3 p.301-306.
- Kingery, W.D; Narasimhan, M.D. (1959). Densification during sintering in the presence of a liquid phase 2. Theory. Journal of Applied Physics, v.30, n.3 p.307-310.
- Know, O-H, Messing, G.L. (1990). Kinetic analysis of solution-precipitation during liquid-phase sintering of alumina. Journal of the American Ceramics Society, v.73. p. 257-281.
- Konstanty, J. (1991). *The Materials Science of Stonesawing*. Industrial Diamond Review. Nº1, p. 28-31.
- Lee, S.M.; Kang, S.J.L. (1998). *Theoretical analysis of liquid-phase sintering: Pore filling theory*. Acta Materialia, v.46, n.9 pp. 3191-3202.
- Marchi, J., Bressiani, J.C., Bressiani, A.H.A. (2005). *Dilatometric Studies of (SiO₂-RE₂O₃-Al₂O₃) Silicon Carbide Ceramics*. Materials Research. v. 08, n 02, 201-205.
- Mészáros, M., Vadasdi, K. (1994). *Process and Equipment for Electrochemical Etching of Diamond – Containing Co-WC Tools and Recovery of Diamond from Used Steel Tools*. Hungarian Patent.
- Mortense, A. (1997). Kinetics of densification by solution-represitation. Acta Materiliana, v.45. p. 749-758.

- Oliveira L. J. *et al* (2007b). *Processing and Characterization of Impregnated Diamond Cutting Tools Using a Ferrous Metal Matrix*. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, v. 25, p. 328-335.
- Oliveira L.J. *et al* (2007a). *Use of PM Fe-Cu-SiC Composites as Bonding Matrix for Diamond Tools*. Powder Metallurgy, v. 50, p. 148-152.
- Oliveira, L.J. (2005). *Master Thesis. Processamento e Caracterização do Sistema Fe-Cu-Diamante para Uso em Pérolas de Fios Diamantados. "In Situ"*. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF/PPGECM. 2005. 119 f.
- Oliveira, L.J., Filgueira, M. (2007c). *Aplicação de ligas Fe-Cu-SiC como matriz ligante em ferramentas diamantadas*. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 26, n. 1, 15-20.
- Padilha, A. F. (2000), *Materiais de Engenharia – Microestrutura e Propriedades*. Hemus Livraria, Distribuidora e Editora S.A., Curitiba.
- Palumbo M. Curiotto S. and Battezzati, L. (2006). *A Thermodynamic analysis of the stable and metastable Co-Cu and Co-Cu-Fe phase diagrams*. Science Direct 30 (2006) 171-178.
- Park, H.H., Cho, S.J., Yoon, D.N. (1984). *Pore filling process in liquid phase sintering*. Metallurgical Transactions, v.15A. p.1075-1080.
- Rahaman, M.N. (1995). *Ceramic processing and sintering*. Marcel Dekker. New York. p. 515-580.
- Shibuta, D. *et al* (1983). *Recovery of Diamond from Diamond Tool Scrap*. Mitsubishi Metal Corporation. Japanese Patent.
- Weber, G., Weiss, C. (2005). *Diamix – A Family of Bonds Based on Diabase – V21*. Industrial Diamond Review. n.2. p. 28-32.
- Zovas, P.E., German, R.M; Hwang, L.I., C.J. (1983). *Activated and liquid phase sintering. Progress and problems*. Journal of Metals. v. 35, n.1 p.28-33.