# "DESENVOLVIMENTO DE MATRIZES METÁLICAS NO SISTEMA NI-FE-CU-SN COM Aditivos para Aplicação em Serras de Corte de Rochas Ornamentais"

LUCIANA LEZIRA PEREIRA DE ALMEIDA

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ JUNHO - 2012

# "DESENVOLVIMENTO DE MATRIZES METÁLICAS NO SISTEMA NI-FE-CU-SN COM Aditivos para Aplicação em Serras de Corte de Rochas Ornamentais"

# LUCIANA LEZIRA PEREIRA DE ALMEIDA

"Tese apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais".

ORIENTADOR: PROF(A) ANA LÚCIA DIEGUES SKURY

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ JUNHO - 2012

## **FICHA CATALOGRÁFICA**

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

58/2012

Almeida, Luciana Lezira Pereira de Desenvolvimento de matrizes metálicas no sistema Ni-Fe-Cu-Sn com aditivos para aplicação em serras de corte de rohas ornamentais / Luciana Lezira Pereira de Almeida. - Campos dos Goytacazes, 2012. x, 151 f. : il. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2012. Orientador: Ana Lúcia Diegues Skury. Área de concentração: Materiais de alta dureza. Bibliografia: f. 143-150. 1. SINTERIZAÇÃO 2. COMPÓSITOS DIAMANTADOS 3. CARACTERIZAÇÃO I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados II. Título CDD 671.373

# "DESENVOLVIMENTO DE MATRIZES METÁLICAS NO SISTEMA NI-FE-CU-SN COM Aditivos para Aplicação em Serras de Corte de Rochas Ornamentais"

# LUCIANA LEZIRA PEREIRA DE ALMEIDA

Aprovada em 29 de Junho de 2012

Comissão Examinadora:

Prof<sup>o</sup> Humberto Naoyuki Yoshimura (DSc., Engenharia Metalúrgica) – UFABC

Prof<sup>a</sup>. Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova (PhD, Engenharia de Materiais) – LAMAV/CCT/UENF

Prof<sup>o</sup> Eduardo Atem de Carvalho (PhD, Engenharia de Materiais) – LAMAV/CCT/UENF

Prof<sup>a</sup>. Ana Lúcia Diegues Skury (DSc., Engenharia de Materiais) – LAMAV/CCT/UENF (Orientadora)

Ao meu esposo Adílson e Filhos Letícia e João Pedro Dedico

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, por estar presente a todo tempo em minha vida e por sempre dispor sua palavra, sabedoria, paz, amor, esperança e alegria.

Aos meus pais, Assis e Maria da Conceição, pelo exemplo de vida, conselhos, orações e apoio ao longo desta caminhada.

Ao meu esposo que sempre me incentivou na realização desta etapa e pela paciência e compreensão durante este trabalho. "Amor Te amo".

Aos meus filhos que chegaram a minha vida para trazer uma alegria sem fim.

A minha irmã, por sempre me apoiar em todos os momentos em minha vida e proporcionar bons momentos proporcionados nas horas de lazer junto com minhas sobrinhas.

A minha sogra Elizabeth agradeço de coração por ter ajudado com as crianças e por sempre estar ao meu lado.

A professora Ana Lucia pela oportunidade oferecida, companheirismo inquestionável e incentivo. Há você um MUITO OBRIGADO por ser não só orientadora e sim uma grande amiga.

Ao técnico do Laboratório de Materiais de Alta Dureza, Renan Guimarães, pela dedicação, bom humor, boa vontade e disponibilidade para a realização dos experimentos.

Ao Professor Angelus e Ronaldo Paranhos por ter me convidado para a realização de cursos para a operação dos equipamentos de MEV e DRX, favorecendo para o meu crescimento profissional.

Aos amigos e colegas da UENF, Dilhermando, Isaías, Elaine Carvalho, Djalma, Myrian, Camila Amaral, pela amizade, pelo carinho, cooperação e apoio.

A Zélia e Elaine Cristina pela amizade que conquistei e está em meu coração. Obrigada pelas conversas, alegrias, tristezas, incentivo, conselhos e orações. Eu sei que posso contar com vocês.

Aos Professores do LAMAV/UENF, em especial à professora Lioudmila Matlakhova, que compartilharam comigo experiências profissionais e de vida e por serem fontes extrema de conhecimento, pelo profissionalismo e amizade.

A todos aqueles que de alguma maneira contribuíram para a realização desta Tese.

# SUMÁRIO

Capítulo I	INTRODUÇÃO	01
l.1	Objetivos	03
I.2	Justificativa	03
l.3	Ineditismo	04
l.4	Organização do Trabalho	04
Capítulo II	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	05
ll.1	Manufatura Industrial das Ferramentas Diamantadas Impregnadas	05
II.1.1	Seleção de Ligantes	07
II.1.1.1	Ligas Fe-Cu	08
ll.1.1.2	Cobalite HDR	09
II.1.1.3	Cobalite CNF	10
ll.1.1.4	Diabase	12
II.1.1.5	Sistema Fe-Cu-SiC	13
II.1.1.6	NEXT	15
II.1.1.7	Ligas a base de Cu (não comerciais)	17
II.1.1.8	Matriz a base de Ni – Cr	19
II.1.1.9	Sistema Binário Fe – Cu	19
II.2	Seleção dos diamantes	21
II.2.1	Granulometria	23
II.2.2	Concentração	24
II.3	Design do segmento	24
II.3.1	Geometria do segmento	25
II.4	Prensagem	26
II.4.1	Prensagem a Frio	26
II.4.2	Prensagem a Quente	27
II.5	Sinterização	28
II.5.1	Sinterização no Estado Sólido	29
II.5.1.1	Mecanismos de transporte de matéria propostos para atuar na sinterização no estado sólido	29
II.5.1.2	Estágios da sinterização no estado sólido	30
II.5.2	Sinterização por Fase Líquida	32
II.5.2.1	Estágios da Sinterização por Fase Líquida	34
II.5.3	Efeitos da Sinterização Sobre as Propriedades	39

II.6	A Retenção Dos Cristais De Diamante	39
II.7	Mecanismo de Corte	43
II.8	Propriedades Mecânicas da Matriz do Compósito Diamantado	46
II.8.1	Dureza	47
II.8.2	Desgaste	49
II.9	Rota de produção industrial das serras diamantadas	52
Capítulo III	METODOLOGIA	57
III.1	Composição das matrizes	57
III.2	Preparação das misturas para sinterização	58
III.3	Compactação e montagem do molde para sinterização	59
111.4	Execução do processo de sinterização à quente	61
III.5	Caracterização dos segmentos	62
III.5.1	Difração de Raios X	63
III.5.2	Densidade	63
III.5.3	Porosidade	64
<i>III</i> .5.4	Análise Termogravimétrica	65
III.5.5	Microscopia Confocal a Laser	65
III.5.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	66
III.5.7	Análise Química (EDS)	66
III.6	Ensaios Mecânicos	66
III.6.1	Ensaio de Flexão	66
III.6.2	Ensaio de microdureza	67
III.6.3	Ensaios de Desgaste	67
Capítulo IV	RESULTADOS E DISCUSSÃO	70
IV.1	Aspectos Gerais	70
IV.2	Caracterização dos Segmentos	71
IV.3	Análise da microestrutura	73
IV.4	Microanálise	80
IV.4.1	Matriz Metálica com Fe, Cu, Ni, Sn, WC e Co após sinterização	81
IV.4.2	Matriz Metálica com Fe, Cu, Ni, Sn, WC e CrB <sub>2</sub> após sinterização	102
IV.5	Densidade	113
IV.6	Porosidade	114
IV.7	Análise Termogravimétrica	118
IV.8	Análise de Resistência a Flexão	121
IV.9	Microdureza Vickers	127

IV.10	Ensaio de Desgaste-Abrasão	130
Capítulo V	CONCLUSÃO	142
Capítulo VI	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	144
Capítulo VII	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	145

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1	Serras diamantadas circulares	01
Figura 2.1	Rotas industriais de fabricação de ferramentas diamantadas impregnadas	05
Figura 2.2	Micrografia do pó Cobalite HDR. (Clark e Kamphuis, 2002)	09
Figura 2.3	Densidade da Cobalite HDR após prensagem a quente. (Clark e Kamphuis, 2002)	10
Figura 2.4	Durezas Rockwell B e Vickers da Cobalite HDR. (Clark e Kamphuis, 2002)	10
Figura 2.5	Densidade relativa da Cobalite CNF. (Kamphuis e Serneels, 2004)	11
Figura 2.6	Dureza Rockwell B da Cobalite CNF. (Kamphuis e Serneels, 2004)	12
Figura 2.7	Dureza e densidade em função da temperatura de sinterização da DIABASE-V21. (Weber e Weiss, 2005)	13
Figura 2.8	Micrografia de uma amostra Fe-20%p Cu-1%p SiC, sinterizada a 1150 ºC por um período de 25 min. (Oliveira e Filgueira, 2007a)	14
Figura 2.9	Curvas de densificação das ligas NEXT Cu-Fe-Co processadas por prensagem a quente. (Del Villar <i>et al</i> , 2001)	15
Figura 2.10	Curvas de dureza HB das ligas NEXT Cu-Fe-Co processadas por prensagem a quente. (Del Villar <i>et al</i> , 2001)	16
Figura 2.11	Seção isotérmica (850ºC) do diagrama de fases ternário das ligas NEXT Cu-Fe-Co. (Del Villar <i>et al</i> , 2001)	16
Figura 2.12	Micrografia da liga NEXT-100 Cu-Fe-Co processada por prensagem a quente (700°C, 30MPa, 3 min), mostrando a fase dúctil rica em	17
Figura 2.13	Micrografia de um compósito diamantado, sendo a matriz de cobre, exibindo uma fraca adesão ao diamante.	18
Figura 2.14	Diagrama de fases do sistema Fe-Cu (Jhonson, 2005)	20

Figura 2.15	Diamante sintético cubo-octraédrico	21
Figura 2.16	Tendência de dureza e resistência de uma matriz metálica em	22
Figura 2.17	Tipos básicos de segmentos de serra (Adaptado de Konstanty, 2003).	25
Figura 2.18	Configurações periféricas típicas dos segmentos diamantados na serra	25
Figura 2.19	Representação esquemática do processo de prensagem a quente.	27
Figura 2.20	Moldes de grafite projetados para acomodar mistura de pó solto	28
	(esquerda) ou segmentos verdes (a direita).	
Figura 2.21	Esquema do modelo de duas esferas referente ao estagio inicial da	31
	sinterização. G é o diâmetro da partícula e X é o diâmetro do	
Figura 2.22	Geometria dos poros em função da sua localização (German, 1996).	32
Figura 2.23	Esquema dos estágios clássicos da sinterização por fase líquida	33
	envolvendo uma mistura de pós (German, 1985).	
Figura 2.24	Mecanismo de acomodação de forma, e crescimento de pescoço	35
C	durante o estágio intermediário: (a) achatamento; (b) dissolução de	
Figura 2.25	Contração linear na sinterização por fase líquida. (Gomes, 1993)	37
Figura 2.26	Diagrama esquemático da distribuição de forças atuantes em um	40
	cristal de diamante, embebido em matriz metálica, durante operação	
Figura 2.27	Cavidade no ligante decorrente da falha do cristal (protrusão). (Rodrigues et al, 2012)	41
Figura 2.28	Matriz metálica onde os diamantes ficam aderidos (Yu et al., 2006).	42
Figura 2.29	Diamante sem revestimento aderido à matriz metálica (Yu <i>et al.</i> , 2006).	43
Figura 2.30	Diamante revestido aderido à matriz metálica (Yu et al., 2006).	43

xi

Figura 2.31	Forças atuantes nos diamantes no momento do corte utilizando uma 44		
	serra diamantada. Adaptado de (vvebb, 2000).		
Figura 2.32	Interação mecânica entre a ferramenta e a peça no momento do	44	
	corte. Adaptado de Tonshof (2003).		
Figura 2.33	Desgaste na superfície de um segmento diamantado. Adaptado de	45	
	(Xu et al., 2002).		
Figura 2.34	Descolamento evidente entre a matriz/diamante após a realização de corte	47	
Figura 2.35	Dureza em função da temperatura de consolidação da matriz	48	
Figura 2.36	Valores de Dureza (HB) para o sistema Fe-Cu (5-10-15-20-25-30-35-	48	
	40)% em peso de Cu (Pacheco <i>et al</i> , 2007)		
Figura 2.37	Progressão de desgaste dos diamantes – a) partícula emergida, b)	50	
	desgaste plano, c) desgaste plano e rugoso e d) desgaste rugoso		
Figura 2.38	Distribuição da classificação do modo de desgaste das partículas de	51	
	diamantes durante progressão de desgaste dos diamantes (Element		
Figura 2.39	Variação da taxa de desgaste linear durante progressão de desgaste	51	
	dos diamantes (Element Six Ltd, 2003).		
Figura 2.40	Efeito da taxa de corte no desempenho da ferramenta (Element Six	52	
	Ltda, 2003).		
Figura 2.41	Processo de fabricação de ferramentas diamantadas. Adaptado de	53	
	(Konstanty, 2007).		
Figura 2.42	Misturador tipo Turbula (Manich, 2011).	54	
Figura 3.1	Fluxograma das atividades	57	
Figura 3.2	Moinhos utilizados no processo de mistura (a) cônico industrial; (b) attritor	59	
Figura 3.3	Esquema da etapa de moldagem dos segmentos diamantados, a) Pesagem da mistura (metais mais diamantes); b) Montagem do	60	
Figura 3.4	Diagrama de aplicação dos parâmetros de sinterização.	61	
	-		

Figura 3.5	Sinterização (a) prensa hidráulica EKA; (b) molde/matriz instalado na prensa.	62
Figura 3.6	Geometria e dimensões dos segmentos	62
Figura 3.7	Equipamento de análise térmica BP 300.	65
Figura 3.8	Esquema dos pontos de análise de Microdureza	67
Figura 3.9	Equipamento utilizado para ensaio de Abrasão	68
Figura 4.1	Segmentos das composições utilizadas neste trabalho e a serra como produto final	70
Figura 4.2	Difratogramas das amostras antes do processo de sinterização sendo que (a) M1, (b) M2 e (c) M3	71
Figura 4.3	Difratogramas das amostras (a) sem e (b) com diamantes	73
Figura 4.4	Microestrutura da liga da amostra M1 observada no Confocal	74
Figura 4.5	Microestrutura da liga da amostra M1 observada no MEV	75
Figura 4.6	Diagrama de Fases da liga (a) CuNi e (b) CuSn (Johnson, 2005)	76
Figura 4.7	Microestrutura da amostra M2 sem adição de diamante observada no Confocal	77
Figura 4.8	Microestrutura da liga da amostra M2 observada no MEV	78
Figura 4.9	Microestrutura da liga M3 observada no Confocal	79
Figura 4.10	Microestrutura da liga M3 observada no MEV	80
Figura 4.11	<ul><li>(a) Microestrutura com a identificação das regiões de análise e</li><li>Espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c) Ponto</li></ul>	83

Figura 4.12	(a) Micrografia da região de analise em linha e (b, c, d, e, f, g)	87
	Variação de intensidade de emissão característica de raios X dos	
Figura 4.13	Região analisada para verificar a distribuição computacional dos	88
	elementos Fe, Cu, Ni, Sn, W, C e Co (a) Micrografia e (b) Espectro	
Figura 4.14	Mapeamento por emissão característica de raios x da amostra M1	91
	dos elementos (a) Fe, (b) Cu, (c) Ni, (d) Sn e (e) W.	
Figura 4.15	(a) Microestrutura da liga com a identificação das regiões de análise	94
	e Espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c)	
Figura 4.16	Análise em linha da liga M2 conforme micrografia (a) e as variações	98
	de intensidade de emissão característica de raios x ao longo da linha	
Figura 4.17	Região analisada para verificar a distribuição computacional dos	99
	elementos Fe, Cu, Ni, Sn, W, C e Co (a) Micrografia e (b) Espectro	
Figura 4.18	Mapeamento por emissão característica de raios X da amostra M2	101
Figura 4.19	(a) Microestrutura com a identificação das regiões de análise e os	104
	pontos de espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto	
Figura 4.20	Variação de intensidade de emissão característica de raios X ao	108
	longo da linha na região de análise da liga M3	
Figura 4.21	Região analisada para verificar a distribuição computacional dos	109
	elementos Fe, Cu, Ni, Sn, W, C, Cr e B (a) Micrografia e (b) Espectro	
Figura 4.22	Mapeamento por emissão característica de raios X da amostra M3	112
Figura 4.23	Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da Amostra	115
	Comercial	
Figura 4.24	Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da Amostra	116
	M1 (a) sem e (b) com adição de Diamante	
Figura 4.25	Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da Amostra	117
	M2 (a) sem e (b) com adição do diamante	
Figura 4.26	Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da Amostra	118
	M3 (a) sem diamante e (b) com diamante	
Figura 4.27	Resultado da análise Termogravimétrica das amostras sem a adição	119
	de diamante	

xiv

Figura 4.28	Resultados da análise termogravimétrica das amostras com diamante	120
Figura 4.29	Curva típica de força <i>versus</i> deformação para compósito diamantado (Jonsén <i>et al.</i> , 2007)	122
Figura 4.30	Gráfico do resultado do ensaio de flexão da amostra comercial	122
Figura 4.31	Análise do resultado de Ensaio de flexão das amostras sem diamante (a) M1, (b) M2 e (c) M3	123
Figura 4.32	Análise do resultado de Ensaio de flexão das amostras com diamante (a) M1, (b) M2 e (c) M3	124
Figura 4.33	Macrografia da fratura da amostra M1 (a) fratura total da trinca sem e (b) com adição de diamante	125
Figura 4.34	Macrografia da fratura da amostra M2 (a) fratura total da trinca sem e (c) com adição de diamante	126
Figura 4.35	Macrografia da fratura da amostra M3 (a) fratura total da trinca sem e (c) com adição de diamante	127
Figura 4.36	Variação da Microdureza Vickers das amostras no sentido Transversal	129
Figura 4.37	Variação da Microdureza Vickers das amostras no sentido Horizontal	129
Figura 4.38	Gráfico de (a) perda de massa e (b) Resistência ao desgaste das amostras após ensaio de Abrasão	131
Figura 4.39	Micrografia da amostra (a) M2 e (b) M3	133
Figura 4.40	Micrografia da amostra M1	134
Figura 4.41	Micrografia das amostras (a) M2 e M3	135
Figura 4.42	<i>Pullout</i> observado na amostra M1	136
Figura 4.43	Estrutura dos diamantes do compósito da amostra M1 após 30 minutos de ensaio de Abrasão	138

- Figura 4.45 Macrografia do compósito da amostra M3 após 30 minutos de ensaio 140 de Abrasão
- Figura 4.46 Micrografia da amostra M2

141

# ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1	Concentração versus densidade de diamantes em ferramentas de corte (GE Superabrasives, 1994).		
Tabela 2.2	Composição da liga Cobalite CNF excluindo impurezas e oxigênio (Kamphuis e Serneels, 2004).	11	
Tabela 2.3	Composição aproximada da liga DIABASE.	12	
Tabela 2.4	Valores do limite de escoamento ( $\sigma_e$ ), em MPa, para os sistemas Fe- Cu e Fe-Cu-SiC. (Oliveira e Filgueira, 2007)	14	
Tabela 2.5	Composição química (% em peso) das ligas NEXT Cu-Fe-Co (Del Villar <i>et al</i> , 2001).		
Tabela 2.6	Mecanismos de transporte de matéria (Ashby, 1974).	30	
Tabela 3.1	Composição das matrizes	58	
Tabela 4.1	Densidades das matrizes metálicas sem e com adição de diamantes	113	
Tabela 4.2	Resultados de porosidade e Densidade das amostras	114	
Tabela 4.3	Resultados do ensaio de Flexão	121	
Tabela 4.4	Resultados de Microdureza Vickers	128	
Tabala 15	Resultados de Perda de massa e Resistência ao Desgaste após	100	
i apela 4.5	teste de Abrasão		

#### RESUMO

As ferramentas diamantadas, tais como os discos de corte empregados no processamento das rochas ornamentais, são compósitos constituídos por partículas de diamante embebidas em uma matriz metálica. A ligação entre a matriz e os diamantes deve ser forte o bastante para alto desempenho da ferramenta durante o corte. Geralmente os segmentos são produzidos por metalurgia do pó (MP), técnica de processamento que oferece facilidade na mistura de diferentes pós e, consequentemente, possibilita criar novos materiais compósitos com propriedades físicas e mecânicas especiais. Os novos compósitos formados a partir do desenvolvimento da presente tese foram produzidos via prensagem a quente, utilizando como matriz metálica a liga formada de Fe-Cu-Ni-Sn-WC com adição de Co e CrB<sub>2</sub>. O processo de fabricação do compósito (matriz) inicia-se pela moagem dos pós metálicos em moinho de alta energia do tipo Attritor por um tempo de 1h sob uma rotação de 460 rpm. Após a compactação em matriz de grafite os compactos foram sinterizados sob pressão de 35MPa e temperatura de 750°C sendo estas condições mantidas por cerca de 6 minutos. Para a caracterização dos compósitos foi utilizada a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios X (DRX), Porosidade com imersão de mercúrio, Análise Termogravimétrica (TG), ensaio de flexão e ensaio de desgaste. Para efeito de comparação foram também sinterizados compósitos com a mesma composição, porém os pós não foram submetidos ao processo de moagem por alta energia. Os resultados apresentaram a evidente melhora dos compósitos que sofreram o processo de moagem antes da sinterização e o efeito da adição de CrB<sub>2</sub> proporciona a obtenção de um compósito menos rígido e mais resistente a flexão e abrasão. Os testes realizados mostraram que foram obtidos compósitos com qualidade superior ao comercial utilizado para comparação.

Palavras chave: Sinterização, Compósitos Diamantados, Caracterização

#### ABCTRACT

The diamond tools, such as diamond saw blades employed in the ornamental rocks cutting, are composites consisting of diamond particles embedded in a metallic matrix (segments). The binding between the matrix and the diamonds crystals should be strong enough for high performance tool during cutting. Generally segments are produced by powder metallurgy (PM) processing technique which offers ease of mixing different powders and makes possible the creating new composite materials with specific physical and mechanical properties. The new composites created from the development of this thesis were produced using the hot pressing technique by using as the matrix metal alloy composed of Fe-Ni-Sn-Cu-WC and Co with the addition of CrB<sub>2</sub>. The manufacturing process of the composite begins by grinding the powders in a Attritor high energy mill for a time of 1h under a rotation of 460 rpm. After compacting the graphite matrix the powder mixture was sintered under a pressure of 35MPa and temperature of 750°C. These conditions were maintained for about 6 minutes. For the characterize ation of composites was used Scanning Electron Microscopy (SEM), X-Ray Diffraction (XRD), Porosity with mercury soaking, Thermogravimetric Analysis (TG), flexural test and wear test. For comparison composites of the same composition were also sintered, but not the powders were submitted to the grinding process by high energy. The results showed a clear improvement of the composites which underwent the milling process prior to sintering. On the other hand, the effect of the CrB<sub>2</sub> addition gives a composite with less rigid and more resistant to flexion and abrasion. The tests showed that composites obtained were superior quality to the commercial used for comparison.

**Keywords**: Sintering, High Pressure and High Temperature, Infltration.

## **CAPÍTULO I**

#### INTRODUÇÃO

As ferramentas diamantadas empregadas para o corte de rochas ornamentais são compósitos constituídos de partículas de diamante embebidos em uma matriz metálica. Entre a vasta gama de ferramentas utilizadas no corte e processamento das rochas, encontram-se as serras circulares diamantadas, figura 1.



Figura 1.1 – Serras diamantadas circulares.

As serras circulares diamantadas utilizadas no processamento de rochas são caracterizadas por apresentarem como parte principal os elementos cortantes (daqui em diante denominados segmentos), feitos à base de materiais compósitos diamantados, compostos basicamente de diamantes 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.

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

 Metalurgia do pó convencional – após a mistura do pó de diamante com os pós dos metais (que atuam como matriz ligante para os diamantes) ocorre à prensagem a frio dessa mistura, formando corpos com geometria e dimensões desejadas, e por último a sinterização (tratamento térmico abaixo do ponto de fusão do elemento majoritário dentre os metais, que promove difusão e coesão dos materiais); 2) Prensagem a quente – a mistura dos pós, de diamante e dos metais, é vertida em molde de grafite, cujos orifícios apresentam o formato e dimensões finais da peça a ser obtida, seguida da sinterização, que ocorre simultaneamente à prensagem.

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 do diamante na matriz metálica frequentemente revela uma reação entre a superfície do diamante e a matriz. Além da ligação mecânica, uma reação química também pode ser formada (Lu *et al*, (2011), Moriguchia e Tsuduki, (2007)). Além disso, a escolha dos metais e dos diamantes utilizados na produção dos segmentos é determinada, principalmente em função do tipo de rocha a ser cortada, condições de corte e tipo de ferramenta utilizada (Luo *et al*, 1993).

Com o crescente uso de rochas ornamentais, principalmente na construção civil, foram identificados vários problemas com relação ao corte das rochas, principalmente em termos de eficiência e custo do processo de corte. Nos últimos anos vários tipos de serras têm sido desenvolvidos para solucionar estes problemas.

Entretanto, sendo o Brasil um país tipicamente importador deste tipo de ferramenta, este problema torna-se um fator limitante para o aumento da eficiência das ferramentas diamantadas, em particular das serras de corte. Isto é motivado pelo fato de que todos os testes das citadas ferramentas são realizados nos países que as produzem e, portanto, com formações geológicas diferentes daquelas observadas no Brasil. Conforme observado por Reis *et al* (2008), as propriedades físicas e mecânicas das ferramentas devem ser analisadas e executadas em ambiente real de trabalho.

Nessa ótica, novas linhas de pesquisas direcionadas ao desenvolvimento tecnológico da produção de ferramentas com maior eficiência de corte têm sido implantadas em diversos centros de pesquisa. O objetivo geral da presente tese reside no desenvolvimento de novas ligas, com parcial ou total substituição de cobalto, destinadas para produção industrial de serras circulares empregadas no corte de granito e pedra madeira da região norte-noroeste do estado do Rio de Janeiro.

#### I.1 – Objetivos

No âmbito do objetivo principal, quatro objetivos específicos podem ser apontados:

- (1) Estudar a possibilidade de retirada total do cobalto da matriz ligante;
- (2) Estudar o efeito do tipo de técnica de mistura aplicado na produção dos segmentos;
- (3) Avaliar o desempenho dos segmentos em condições verdadeiras de serviço
- (4) Comparar as características dos segmentos obtidos com segmentos comerciais

Estes quatro objetivos específicos compõem um conjunto articulado de trabalhos de pesquisa destinados à formação da base para o desenvolvimento industrial de uma tecnologia nacional para produção de serras diamantadas.

#### I.2 – JUSTIFICATIVAS

A principal justificativa para a execução da presente pesquisa é a importância do tema. A procura pela indústria moderna por um melhor desempenho dos equipamentos de corte, desbaste e polimento não pára de crescer com suas aplicações em várias áreas, tais como a indústria de petróleo, de rochas ornamentais e outros segmentos. Isto resulta na demanda por ferramentas cada vez mais eficientes e com propriedades adequadas.

Além disso, um grande problema que tem sido observado nas serrarias que cortam e beneficiam rochas ornamentais, em particular a pedra Miracema (também conhecida como "pedra madeira") e o granito, é o elevado consumo de serras diamantadas e consequentemente, a baixa efetividade de corte.

Segundo dados levantados pelos componentes do Grupo de Materiais Superduros (GMSD) na APL (arranjo produtivo local) de Santo Antônio de Pádua, cada serra corta em média 250 metros lineares de pedra madeira (contra 800 a 1000 metros de granito olho de pombo).

Portanto, é patente a necessidade de pesquisas direcionadas para a solução destes problemas. Uma alternativa é o desenvolvimento de novas matrizes ligantes para a fabricação das serras diamantadas que sejam mais resistentes ao desgaste em relação à pedra madeira e ao granito.

#### I.3 – Ineditismo

O principal foco do presente estudo é substituir as ligas que estão sendo desenvolvidos pelas grandes indústrias do setor, como as ligas NEXT, Cobalite HDR e Diabase, os quais são pós pré-ligados e com elevado teor de cobalto. Os compósitos desenvolvidos no presente trabalho são específicos e nunca pesquisados ou utilizados a nível industrial como matriz de ferramentas diamantadas. Esta inovação tecnológica é interessante para o país, haja vista que o Brasil é um dos maiores exportadores de rochas ornamentais do mundo, e esta tecnologia implicará no possível aumento da vida útil da ferramenta diminuindo o custo e o tempo de corte.

## I.4 – Organização do Trabalho

A tese está organizada em seis capítulos, além desta introdução. O segundo capítulo traz a revisão bibliográfica sobre sinterização, ferramentas diamantadas e mecanismos de desgaste.

No terceiro capítulo estão apresentadas todas as etapas do procedimento experimental com a descrição das condições, técnicas e equipamentos adotados nesta pesquisa. Os resultados e discussão são mostrados no quarto capítulo. Segue-se o capítulo 5 com as conclusões do presente trabalho e, finalmente, nos capítulos 6 e 7, respectivamente, constam as sugestões para trabalhos futuros, baseados nos resultados e Referências Bibliográficas.

## **CAPÍTULO II**

#### **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### II.1 – Manufatura Industrial das Ferramentas Diamantadas Impregnadas

As ferramentas diamantadas impregnadas comercialmente disponíveis no mercado são manufaturadas segundo duas rotas descritas a seguir na figura 2.1.





A etapa inicial do processamento consiste da mistura dos metais ligantes com o diamante, utilizando um aglomerante orgânico, tal como a cânfora, a qual possibilita a aglomeração entre as partículas da mistura dos pós, bem como atua como lubrificante entre a mistura e as paredes da matriz de compactação. Este aglomerante volatiliza por completo em temperaturas inferiores a 300°C, não formando compostos com os ligantes. Normalmente, esta mistura é realizada em misturadores industriais rotativos.

Os diamantes utilizados são de alta qualidade, nas granulometrias 40/50 e 50/60 mesh, na concentração 50 (tabela 2.1). Convém informar que estas são as designações utilizadas atualmente para a seleção de diamantes para o corte de

rochas ornamentais. Estes diamantes apresentam elevada tenacidade, alta condutividade térmica e dureza, especificados na granulometria e concentração usual das pérolas convencionais (GE Superabrasives, 1994). A tabela 2.1 mostra as relações de concentrações e densidades de diamantes nas ferramentas de corte convencionais.

Concentração	Massa de diama	ante/cm <sup>3</sup> de volume	Volume de diamante	
de	ab	rasivo	(cm³)/ cm³ da	
Diamantes	Quilates	Gramas	ferramenta	
150	6,6	1,32	0,38 (38%)	
125	5,5	1,10	0,32 (32%)	
100 (*)	4,4	0,88	0,25 (25%)	
75	3,3	0,66	0,19 (19%)	
50	2,2	0,44	0,13 (13%)	
42	1,85	0,37	0,11 (11%)	
30	1,32	0,26	0,07 (7%)	
25	1,10	0,22	0,06 (6%)	

Tabela 2.1 – Concentração versus densidade de diamantes em ferramentas de corte(GE Superabrasives, 1994).

A (\*) Concentração 100 refere- se a 25% em volume de diamante por cm<sup>3</sup>, e tem como base 4,4 quilates de diamantes/ cm<sup>3</sup>, e 1 quilate = 0,2 gramas. O n<sup>o</sup> entre parênteses da última coluna referese a porcentagem em volume de diamante na ferramenta, e é encontrado dividindo-se a massa de diamante da penúltima coluna, pela densidade do diamante ( $\rho_{DIAM}$ = 3,48 g/cm<sup>3</sup>)

Na rota de obtenção de ferramentas diamantadas via metalurgia do pó convencional (MP), após a etapa de mistura dos pós, procede-se a prensagem uniaxial ou isostática a frio da mistura, obtendo-se um "corpo verde" de dimensões próximas da futura ferramenta. Procede-se, então, com a sinterização, a qual garantirá a consolidação do corpo verde, e a obtenção de um volume anular diamantado (Przyklenk, 1993; Filgueira e Pinatti, 2003).

Após a prensagem a frio, o compactado apresenta resistência a verde suficiente para ser manipulado com segurança. Desta forma, os compactados (ferramentas diamantadas) são montadas dentro de um molde de eletrografite (constituição industrial mais comum). A seguir este arranjo é colocado dentro da câmara da prensa a quente. Procede-se, então, a sinterização em forno a vácuo (<10<sup>-2</sup> torr) para evitar possíveis reações com o ar ambiente, com eletrodos de grafite, dotado de punções, os quais penetram pelos orifícios do molde (30 furos por molde), compactando a mistura através de um sistema hidráulico.

Na rota de prensagem a quente, após a etapa de mistura, a mistura é vertida através de um dosador, dentro de orifícios de uma matriz de compactação, que pode ser rígida (prensagem uniaxial) ou flexível (prensagem isostática), onde a mistura é prensada concomitantemente assistida por temperatura, ocorrendo a sinterização (Urakawa, 2000).

## II.1.1 - Seleção de Ligantes

As ferramentas diamantadas impregnadas são expostas a complexas condições de operação. Assim sendo, normalmente, são usadas matrizes ligantes de diferentes composições. Ligantes a base de cobre, bronze, cobalto, tungstênio, carbeto de tungstênio, bem como outras combinações, são largamente utilizados nas operações de desmonte e beneficiamento de rochas abrasivas. Pequenas adições de alguns elementos de liga como ferro e níquel podem melhorar a retenção do diamante, ou a resistência ao desgaste da matriz ligante (Konstanty, 2003; Karagoz et al, 2001; Yakhutlov et al, 2011).

Muitos fatores são envolvidos na seleção da matriz ligante, e no caso de segmentos diamantados impregnados, os seguintes fatores são dominantes (Dwan, 1998; Zeren, 2007):

- Resistência ao desgaste: a resistência ao desgaste da matriz ligante deve estar em concordância com a abrasividade do material de corte, pois um ligante "mole" (pouco abrasivo) faz com que os grãos de diamante corram risco de serem perdidos prematuramente no início da operação de corte. Por outro lado, uma ligação extremante forte pode causar um desgaste mais lento do que a quebra dos cristais, causando polimento (aplainamento) da superfície do segmento.
- Capacidade de retenção do diamante: outra função igualmente importante da matriz ligante é segurar firmemente os diamantes durante a operação de serragem, pois uma retenção inadequada compromete a vida útil da ferramenta. A retenção dos diamantes em ferramentas de corte impregnadas normalmente é mecânica, mas, pode ser também química ou uma combinação destas.

 Parâmetros usados no processo de fabricação: o processo de fabricação do segmento impregnado determina o grau de degradação do diamante. As propriedades dos grãos de diamantes no segmento (produto final) dependem fortemente da composição química da matriz ligante e da temperatura de processamento do segmento diamantado, pois neste caso, deve-se levar em consideração a estabilidade térmica dos cristais durante a operação de corte (Zsolnay, 1975; Wang et al, 2005).

Os dados reportados na literatura (Przyklenk ,1993; Dwan, 1998; Karagoz et al, 2001), mostram que a seleção dos ligantes depende fundamentalmente da abrasividade do material a ser cortado. Normalmente usa-se tungstênio (W) para o corte de materiais de dureza extremamente elevada, tal qual o concreto. O cobalto (Co), ligas de W-Co para materiais de alta dureza, como os granitos. Cobalto, cobalto-bronze, ferro-cobalto e ferro-bronze são ligantes empregados no corte de materiais de dureza mais moderada, como os mármores (Oliveira et al, 2007).

Segundo Shibuta e colaboradores (1983), o cobalto funciona como um ligante nas ferramentas diamantadas. O silício (Si), quando presente na composição do ligante em pequenas quantidades (< 2% em massa), aumenta a adesão com os cristais de diamantes, evitando a perda prematura de diamantes por destacamento.

De acordo com Mészaros e Vadasdi (1994), o carbeto de tungstênio (WC) adicionado na matriz aumenta a resistência ao desgaste da matriz ligante, controlando a taxa de perda de ligante por abrasão.

#### II.1.1.1 - Ligas Fe-Cu

De acordo com Villar e colaboradores (2001), os ligantes metálicos alternativos existentes no mercado tornam-se atrativos, desde que combinem boa sinterabilidade com adequados valores de dureza e resistência ao desgaste, características necessárias para as operações de corte.

Os pós pré-ligados (*prealloyed*) 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 íons de metais, nas corretas proporções, são misturados em solução como sais metálicos. Pode-se claramente observar que nos últimos anos iniciaram-se estudos de tendência da substituição do cobalto por ligas de Cu-Fe-Co, Co-Cu-estanho(Sn), Fe-Co-Cu-Sn e outras ligas alternativas.

## II.1.1.2 – Cobalite HDR

A Cobalite HDR foi desenvolvida para substituir as tradicionais ligas duras de cobalto e WC, em aplicações na área da construção, que exigem um elevado grau de qualidade e desempenho, como: serragem de pisos, paredes e muros, concreto reforçado, entre outras. É uma liga à base de ferro com 66%p Fe-7%p Cu-27%p Co, dura, resistente à oxidação e à abrasão que combina excelente retenção de diamante. (Clark e Kamphuis, 2002)

Uma micrografia do pó Cobalite HDR é mostrada na Figura 2.2. A forma quase esférica dos aglomerados porosos resulta em excelentes propriedades de fluxo e comportamento de sinterização. A liga foi sinterizada por prensagem a quente, a uma pressão de 350 bar e por um tempo de 3 minutos, e apresentou excelentes propriedades em temperaturas de sinterização entre 750 e 850 °C – 98% de densidade relativa e dureza de 108 HRB – conforme visto nas Figuras 2.3 e 2.4. (Clark e Kamphuis, 2002)



Figura 2.2 – Micrografia do pó Cobalite HDR (Clark e Kamphuis, 2002).



Figura 2.3 – Densidade da Cobalite HDR após prensagem a quente (Clark e Kamphuis, 2002).



**Figura 2.4** – Durezas Rockwell B e Vickers da Cobalite HDR (Clark e Kamphuis, 2002).

## II.1.1.3 Cobalite CNF

Kamphuis e Serneels (2004), desenvolveram uma liga especial à base de Fe-Cu-Sn-W, a Cobalite CNF, com propriedades e "papel" similares ao do cobalto na ferramenta. A composição é mostrada na Tabela 2.2.

O cobalto é tecnicamente um produto muito bom para ferramentas diamantadas, mas a temperatura de sinterização pode ser bastante elevada, especialmente em sinterização por metalurgia do pó convencional. A Cobalite CNF tem a vantagem de sinterizar em temperatura muito menor, além de poder ser obtido um excelente desempenho, sem a presença de alguns aditivos comuns, como níquel e principalmente cobalto. (Kamphuis e Serneels, 2004)

O Cobalite CNF foi prensado a quente durante 3 minutos, a uma pressão de 350 bar, numa escala de temperatura de 650 a 875 °C, conforme mostra a Figura 5.

Pode-se observar que uma densidade satisfatória é atingida quando processado em temperaturas entre 675 e 875 °C, conforme figura 2.5. Neste intervalo de 200 °C, a dureza apresenta-se constante para três pontos HRB (figura 2.6) e a temperatura de sinterização está entre a menor para qualquer pó pré-ligado comercial. De acordo com as aplicações do mercado, as propriedades podem ser alteradas com o uso de alguns aditivos como tungstênio, carbeto de tungstênio, molibdênio, níquel, etc. (Kamphuis e Serneels, 2004)

**Tabela 2.2** – Composição da liga Cobalite CNF excluindo impurezas e oxigênio (Kamphuis e Serneels, 2004).

Composição	Teor (%)	
Fe	68,4	
Cu	26	
Sn	3	
W	2	
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,6	
Impurezas típicas (%)		
0	< 0,6	
Со	<0,5	
Ni	<0,1	



Figura 2.5 – Densidade relativa da Cobalite CNF (Kamphuis e Serneels, 2004).



Figura 2.6 – Dureza Rockwell B da Cobalite CNF (Kamphuis e Serneels, 2004).

#### II.1.1.4 - Diabase

Weber e Weiss (2005) desenvolveram e lançaram no mercado mundial uma série de novas ligas alternativas ao cobalto, a base de Fe-Cu-Co-Sn, cujas composições básicas são mostradas na Tabela 2.3. Os melhores produtos são o DIABASE-V07, que mostrou excelentes resultados de corte, quando utilizado com diamantes revestidos de titânio, e o DIABASE-V18, normalmente usado para o corte de granito. A Figura 2.7 mostra o gráfico de sinterização da liga DIABASE-V21, onde se observa um nível de densidade satisfatório e uniforme de cerca de 8,10 g/cm<sup>3</sup> (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, podem ser usadas para corte de granito, juntas de concreto e outras estruturas. O uso de alguns aditivos conhecidos como bronze, carbeto de tungstênio e ferro, por exemplo, podem influenciar (alterar) as propriedades como densidade, dureza, resistência à abrasão e ao impacto, o que consequentemente aumenta o campo de aplicação. (Weber e Weiss, 2005)

	I	3 1	e	
Name	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 %

**Tabela 2.3** – Composição aproximada da liga DIABASE.



Figura 2.7 – Dureza e densidade em função da temperatura de sinterização da DIABASE-V21 (Weber e Weiss, 2005).

#### II.1.1.5 - SISTEMA Fe-Cu-SiC

A utilização do SiC como aditivo tem como objetivo aumentar a resistência ao desgaste da matriz metálica ligante do sistema Fe-Cu (Oliveira *et al*, 2007). Um típico exemplo de microestrutura para o sistema Fe-20%pCu-1%pSiC, depois de sinterização a 1150 °C, é mostrada na Figura 2.8, onde pode ser observada a influência da molhabilidade do Cu entre os grãos de Fe, deixando para traz regiões de porosidade. É interessante notar que as partículas de SiC cercam os grãos Fe, porque eles acompanham o fluxo de Cu líquido. Obviamente destrói a homogeneização da dispersão de SiC – da etapa de mistura – causando a segregação observada. (Oliveira *et al*, 2007)

Dos resultados do limite de escoamento ( $\sigma_e$ ), mostrados na Tabela 2.4, podese observar que, para 1050 °C, os valores da  $\sigma_e$  para Fe-Cu-SiC são maiores que aqueles sem o SiC, devido ao endurecimento por dispersão da segunda fase. É observado que não há significante melhoria nesta propriedade para as amostras sinterizadas a 1150 °C, porque sob esta temperatura de sinterização ocorre a segregação do SiC – como visto na Figura 2.8 – devido à formação da fase líquida do cobre.



Figura 2.8 – Micrografia de uma amostra Fe-20%p Cu-1%p SiC, sinterizada a 1150 °C por um período de 25 min. (Oliveira *et al*, 2007)

<b>Tabela 2.4</b> – Valores do limite de escoamento ( $\sigma_e$ ), em MPa, para os sis	stemas
Fe-Cu e Fe-Cu-SiC. (Oliveira <i>et al</i> , 2007)	

Temperatura e	5% wt Cu	10% wt Cu	15% wt Cu	20% wt Cu
Composição				
Fe – Cu (MPa)				
1050°C	54±2	60±3	62±4	73±3
1150°C	60±3	68±1	70±2	86±2
Fe – Cu – SiC (MPa)				
1050°C	58±3	66±1	70±1	83±3
1150ºC	63±5	67±3	73±3	88±5

Dos resultados obtidos por Oliveira et al (2007), pode-se concluir que as partículas dispersas de SiC aumentam a dureza do Fe-Cu em 14%, e esta propriedade é de relevante importância quando o sistema metálico é considerado para uso como matriz em ferramentas de corte diamantadas, porque a dureza está geralmente associada a resistência ao desgaste – mas esta relação nem sempre é diretamente proporcional. Neste sentido, partículas cerâmicas finamente dispersas no volume metálico atuam como controlador de desgaste da matriz e consequentemente reduz o desgaste da ferramenta (Filgueira, 2000).

#### II.1.1.6 - NEXT

A Tabela 2.5 mostra a composição química dos pós pré-ligados NEXT Cu-Fe-Co processadas pela rota de prensagem a quente (*hot pressing*), com parâmetros de pressões de 30 a 35 MPa e, temperaturas de sinterização entre 600 e 750 °C, para um tempo de 3 minutos.

**Tabela 2.5** – Composição química (% em peso) das ligas NEXT Cu-Fe-Co (Villar *et al*, 2001).

	$O_2$	С	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 representadas na figura 2.9, correspondentes à prensagem a quente, mostram que foi encontrado 97% da densidade teórica usando temperaturas tão baixas quanto 720 e 650 °C sendo que maiores teores de cobre exigem temperaturas menores para se alcançar uma densidade satisfatória nestes materiais.



Figura 2.9 – Curvas de densificação das ligas NEXT Cu-Fe-Co processadas por prensagem a quente. (Villar *et al*, 2001)

Pode-se observar na figura 2.10 que a dureza está entre 85 e 109 HB e o NEXT 200 tem dureza maior que o NEXT 100 para temperaturas de sinterização na faixa de 600 a 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, quanto maior a proporção Fe-Cu, maior é a proporção da fase dura (solução sólida Fe-Co), portanto, maior a dureza da liga. Isso pode ser reforçado analisando a seção isotérmica em 850 °C (figura 2.11), do diagrama ternário de fases Cu-Fe-Co.



Figura 2.10 – Curvas de dureza HB das ligas NEXT Cu-Fe-Co processadas por prensagem a quente (Villar *et al*, 2001).



Figura 2.11 – Seção isotérmica (850°C) do diagrama de fases ternário das ligas NEXT Cu-Fe-Co (Villar *et al*, 2001).

Pode-se observar que ambas as ligas estão na região bifásica Cu (CFC) + Feα (CCC). Além disso, este diagrama mostra também que, devido à solubilidade limitada do Cu na solução sólida Fe-Co (CCC) nesta temperatura (cerca de 2% em massa), a microestrutura final do material é necessariamente aquela que corresponde a um material bifásico com cobre como uma fase contínua (Dai et al, 2001). Essa microestrutura pode ser vista na figura 2.12, onde a fase rica em cobre (de branco) exibe uma banda extensa na direção perpendicular ao eixo de aplicação da pressão, como resultado da deformação plástica causada pela pressão aplicada às temperaturas elevadas.



**Figura 2.12** – 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) (Villar *et al*, 2001).

# II.1.1.7 - Ligas a base de Cu (não comerciais)

Devido à sua configuração orbital, o Cu não mostra qualquer tendência para reagir com C ou para formar compostos estáveis. Por esta razão, o diamante incorporado numa matriz de Cu sinterizado apresenta uma fraca adesão da matriz/diamante (Lin *et al*, 2008).

Na figura 2.13 está apresentado o aspecto microestrutural de um compósito diamantado com matriz de Cu. Pode-se observar que os diamantes apresentam má aderência a matriz. No entanto, a adição de outros metais pode fazer uma liga de Cu adequada para a produção de ferramentas diamantadas. A liga Cu-Sn apresenta
uma dureza muito mais elevada do que a de Cu, mas apresenta uma retenção dos diamantes à matriz muito fraca. A adição de um certa quantidade de Ti (por exemplo, 75% em massa de Cu, 15% em massa de Sn e 10% em massa de Ti) promove a formação de uma camada de TiC na interface matriz/diamante e, assim, a aderência é muito forte dos cristais de diamantes na matriz.



Figura 2.13 - Micrografia de um compósito diamantado, sendo a matriz de cobre, exibindo uma fraca adesão ao diamante.

Medidas do coeficiente de abrasão foram realizadas entre discos feitos por duas diferentes ligas à base de Cu (85% em massa de Cu, 15% em massa de Sn e 75% em massa de Cu, 15% em massa de Sn mais 10% em massa de Ti) (Lin *et al*, 2008). Foi observado que o poder de retenção do diamante na matriz da liga Cu - Sn e Cu puro é pobre.

Um dos requisitos fundamentais ao projetar a composição da matriz para a utilização em compósito diamantado é a baixa temperatura de sinterização. Por exemplo, a adição de P no Cu provoca uma diminuição significativa no ponto de fusão, devido à transformação eutética ocorrendo a 714 ° C (Massalsk, 1986). A adição de P em Cu tem sido testada também por Huadong e seus colaboradores (1998). Eles demonstraram que para adições de 3% em peso de P, observa-se que o processo de sinterização pode ser eficiente no intervalo de 880 – 895°C. Se o teor de P adicionado atinge 5 - 7 % em peso, a liga resultante torna-se quebradiça, devido à formação de Cu<sub>3</sub>P. Para evitar esta fragilidade da liga, a adição de elementos como Si, Sb, ou Ce foi realizada e resultou na obtenção de uma microestrutura mais fina. À medida que começa a propagação de trincas na liga de Cu a partir dos contornos de grãos e formando redes, o refinamento da estrutura

inibe este processo indesejavel e a fragilidade é notavelmente reduzida (Artini *et al*, 2012).

#### II.1.1.8 – Matriz a base de Ni – Cr

Ligas à base de Ni-Cr desempenham um papel importante durante a brasagem para a fabricação de ferramentas diamantadas (Chattopadhyay *et al*, 1991), pois elas apresentam elevada tenacidade e resistência ao calor.

Ligas metáliccas para a utilização em brasagem comerciais são geralmente constituídos de Ni, Cr, e P ou Ni, Cr, e Si (Wang *et al*, 2009). Ligas de Ni-Cr mostram excelencia na aderência do diamante no compósito, graças à presença de Cr, que forma carbonetos na interface metal / diamante. O carbeto cria um elo entre a fase de transição da ligação covalente do diamante e a ligação metálica da matriz.

Huang e seus colaboradores (2004) observaram que por microscopia óptica e eletrônica há segragação do Cr perto do diamante. Forma-se uma camada sobre a superfície do diamante que consiste em Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>.

## II.1.1.9 – Sistema Binário Fe – Cu

O diagrama de fases do sistema Fe-Cu está apresentado na figura 2.14. Observa-se a solubilidade mútua muito estreita, para as temperaturas 700, 800 e 900°C, as quais variam de 0,6 a 3,2%, de acordo com a tempearatura, onde o cobre é levemente mais solúvel no ferro do que a recíproca. Conforme observado por Curitto e colaboradores (2007), o líquido metaestável, formado em alta temperatura se cristaliza em duas fases separadas.

O produto de equilíbrio de Fe-8%Cu é uma solução sólida γ-Fe (CFC) de cobre em ferro baseado na extensão binária do γ-Fe puro estável entre 911 e 1392°C (Pieczonka *et al*, 1999).

O comportamento de precipitação da liga Fe-Cu foi estudado por Ren et al. (2007), mas a microestrutura de solução em estado sólido não foi explorada ainda. Entretanto, isso deveria ser muito importante, desde que o tratamento de solução fosse a condição de envelhecimento da liga com o aparecimento dos precipitados.

De acordo com o diagrama de fase Fe-Cu, a liga de Fe-1,18%Cu (% em peso) fica dentro da região de fase  $\alpha$ -Fe a 850°C; assim, as partículas de cobre

podem ser somente átomos aglomerados. O aglomerado de cobre supersaturado na matriz α-Fe tende a evoluir como partículas de cobre por tratamento de recozimento do metal encruado após 550°C. Aqueles agrupamentos ricos em cobre possuem cristais de ferrita na liga de Fe-Cu (Ren *et al*, 2007).



Figura 2.14 – Diagrama de fases do sistema Fe-Cu (Jhonson, 2005)

Em ligas de Fe-Cu, observa-se um fenômeno de expansão do sinterizado, que aumenta à medida que se acrescenta cobre, alcançando um valor máximo e, então, diminui com o aumento da concentração posterior. Este crescimento máximo acontece a 8%Cu (% em peso) do sinterizado a 1150°C, sendo para a mesma temperatura uma expansão máxima de 10% Cu (% em peso) também foi observado. Esta concentração crítica de cobre corresponde ao limite de solubilidade de cobre em γ-Fe à temperatura de sinterização. Para que a concentração de cobre seja maior que o limite de solubilidade, uma sinterização permanente da fase líquida deve ocorrer (Zhang *et al*, 2004).

#### II.2 – Seleção dos diamantes

Existe uma relação entre forma do diamante e o desempenho do corte da ferramenta (Nitkiewicz e Swierzy, 2006). Diamantes irregulares ou fragmentados são adequados para peças menos rígidas e diamantes de forma cúbica e octaédrica são utilizados para materiais mais rígidos. A forma deste último é, de fato, quase uma esfera que proporciona o maior desempenho de corte em termos de carga e sustentabilidade. A figura 2.15 apresenta um diamante sintético cúbico-octaédrico.



Figura 2.15 - Diamante sintético cubo-octraédrico

Os diamantes sintéticos são preferidos em aplicações de corte, pois assumem uma forma regular, enquanto que os diamantes naturais são geralmente irregulares. Diamantes com tamanhos menores tendem a formar aglomerados ao longo da matriz, em particular nos contornos de grão, enquanto os diamantes maiores são uniformemente distribuídos (Wu e Funkenbusch, 2010).

Está bem documentado que a presença de diamantes dentro de uma matriz metálica influencia notavelmente a tenacidade à fratura e, em menor escala, a dureza, sendo a última dificilmente melhorada pela introdução de diamantes (Moriguchi et al, 2007).

De acordo com Moriguchi e colaboradores (2007), o aumento da tenacidade à fratura é influenciado pelo tamanho das partículas de diamante introduzidas na matriz. Isto pode ser observado na figura 2.16, onde os valores de diamantes de tamanho zero são aqueles relacionados à matriz pura (sem diamantes).

Observa-se que a resistência à fratura aumenta com o aumento da fração em volume de diamante até um máximo que corresponde a cerca de contatando partículas; para teores mais elevados a sobreposição de partículas provoca uma

diminuição na resistência à fratura, de modo que a concentração de diamante está entre 10 e 20% em volume e tamanho do segmento, pois a influência de concentração não apenas modifica as propriedades mecânicas do composto, mas também o desempenho do corte da ferramenta (Tonshoff et al, 2002).



**Figura 2.16** - Tendência de dureza e resistência de uma matriz metálica em função da presença do tamanho do diamante (adaptado de Moriguchi et al, 2007).

Ao longo das últimas quatro décadas, técnicas laboratoriais têm sido desenvolvidas para a quantificação da resistência e da estabilidade térmica dos grãos de diamante. O procedimento padrão das indústrias atuais é um teste de impacto (teste de friabilidade), que consiste em um ensaio em uma cápsula vibratória cilíndrica que contém a amostra de diamante e uma bola de teste (Konstanty, 2003).

Outra técnica, que foi recentemente desenvolvida, é o chamado teste de resistência à fratura de compressão. Ele usa dois rolos rotativos ligados a uma fonte, medidor de carga e sistema de aquisição de dados para carregar dinamicamente e por esmagamento de cristais de diamante individual em uma amostra de teste. A força necessária para fraturar cada cristal é medida e processada para finalmente apresentar o valor médio, bem como informações abrangentes sobre a distribuição das forças de fratura de cristal em uma população (Konstanty, 2003).

Além dos indicadores de resistência do grão, os produtores de diamantes desenvolveram meios para definir a forma de diamante como um produto de qualidade igualmente importante (Konstanty, 2003).

A forma em si, obviamente, afeta a integridade das partículas e características de resistência em uso. Portanto, diamantes que têm uma forma regular, cubooctaédrico, são mais fortes do que os cristais irregulares com menos arestas bem definidas e faces ásperas. Contudo, grãos menos cristalinos apresentam mais arestas de corte e mostram melhor retenção na matriz (Konstanty, 2003).

Como já mencionado, o papel primordial da matriz metálica é assegurar que os cristais de diamante permaneçam aderidos à matriz durante o maior tempo possível. Em geral, a proporção de cada partícula de diamante que realiza trabalho de corte, é pequena quando comparada com a parte que sofre "*poullout*" (destacamento da matriz), porque a matriz não é capaz de retê-lo. Números inferiores a 1/4 são considerados normais, uma vez que a grande maioria das matrizes metálicas exibe retenção puramente mecânica do diamante (Konstanty, 2003).

Uma forma muito mais eficaz para melhorar a retenção do diamante na matriz é através do revestimento dos cristais com uma fina camada metálica, como titânio, cromo ou zircônio. Uma camada adicional de níquel, de preferência, ou até mesmo duas camadas, é aplicada com o intuito de proteger o cristal da oxidação e de tornar o material compatível com o material da matriz (Konstanty, 2003).

Os benefícios obtidos com diamantes revestidos são: melhorar a vida da ferramenta, especialmente na lâmina de baixas velocidades periféricas, a proteção do diamante de grafitização da superfície, oxidação e ataque agressivo à componentes da matriz, bem como ausência de efeitos indesejáveis sobre as propriedades da matriz (Konstanty,2003).

#### II.2.1 – Granulometria

O tamanho de uma partícula de diamante determina a altura da saliência acima da superfície da matriz e influencia na formação de cavacos da zona de corte. Para serrar eficientemente, existe uma estreita relação entre o tamanho do diamante e do material a ser serrado. Os tamanhos geralmente recomendadas são as seguintes:

• 50/60 US mesh - para muito duros de grão fino (por exemplo, pedra, granito muito duro),

• 40/50 US mesh - para materiais duro de grão fino (por exemplo, granito, basalto),

- 30/40 US mesh para materiais pouco duro (por exemplo, mármore),
- 20/30 US mesh para materiais abrasivos (por exemplo, arenito grosseiro).

Existe também uma tendência geral para aplicar grãos finos para as operações de corte secundárias, onde acabamento perfeito e definição das bordas são questões de grande preocupação (Konstanty, 2003).

#### II.2.2. - Concentração

A quantidade de diamantes em um segmento é baseada em uma escala em que 100 (concentração) são equivalentes a 4,4 quilates por cm<sup>3</sup> (25% vol.). Todas as demais concentrações são proporcionais (Konstanty, 2003).

A concentração de diamante, em conjugação com o tamanho das partículas, rege o número de pontos de corte por unidade de área da superfície de trabalho de um segmento. O número total de diamantes é proporcional à concentração e inversamente proporcional ao tamanho médio das partículas (Konstanty, 2003).

A concentração depende de uma série de fatores. Ao selecionar a composição do segmento, o material a ser cortado e as suas propriedades devem ser consideradas em primeiro lugar. Em geral, quanto mais friável e abrasiva a pedra, maior deve ser a concentração de diamante (Konstanty, 2003).

Com a redução da concentração, a carga sobre cada diamante torna-se comparativamente elevada, aumentando a quantidade de material removida por grãos, até atingir um ponto crítico. Quando o limite de resistência mecânica do cristal é excedida, os grãos começam a quebrar ou são arrancados para fora da matriz prematuramente (Konstanty, 2003).

#### II.3 – Design do segmento

Um processo de fabricação típico, comumente utilizado na produção de segmentos diamantados em serras, utiliza a tecnologia da Metalurgia do Pó (MP), por meio de uma mistura de grão de diamante e ligantes, principalmente metálicos e posterior consolidação para formar o segmento. Embora a prensagem à quente com presença de fase líquida seja mais comum, o pó também pode ser densificado

através de outros processos da MP, tais como: sinterização com baixa pressão, prensagem isostática à quente ou uma combinação dos dois, extrusão de fusão a laser, uma combinação de prensagem a quente e laser de corte, e muitas outras técnicas (Konstanty, 2003).

#### II.3.1 - Geometria do segmento

Uma classificação básica de segmentos diamantados é dada na figura 2.17, apesar de várias combinações dos tipos que nele constam também são comuns na prática industrial (Wright et al, 1990). Na figura 2.18 está apresentado de forma esquemática uma serra com diferentes tipos de segmentos (Zhan et al, 2003)







Figura 2.18 - Configurações periféricas típicas dos segmentos diamantados na serra

Quanto mais complexa é a composição e a forma do segmento, maiores são os seus custos de produção. No entanto, os requisitos de produção da serra, as propriedades e/ou razões econômicas muitas vezes justificam a seleção de projetos complexos (Hausberger et al, 1991).

A aplicação dos segmentos cônicos tem a vantagem de diminuir a energia consumida para serrar através da redução do atrito lateral dos segmentos contra a pedra (Konstanty, 2003, Yang et al, 2003).

# II.4 - Prensagem

## II.4.1 - Prensagem a Frio

Prensagem a frio é uma operação opcional na produção de segmentos convencional com estrutura uniforme. Embora o equipamento adicional seja necessária, segmentos pré-prensados a frio reduzem o desgaste do molde de grafite durante a operação subseqüente a prensagem à quente, e aumenta a produtividade do processo de densificação desde que o molde projetado de grafite toma mais segmentos por ciclo de prensagem a quente do que o convencional preenchido com pó solto (Konstanty,2003; Standaert, 2001).

A operação de prensagem a frio torna-se obrigatória quando os segmentos de multicamadas são produzidos. Operações de prensagem a frio típicas são realizadas em moldes de aço em baixas e médias pressões. Existem dois tipos de máquinas utilizadas na indústria de fabricação de ferramentas diamantadas.

As prensas mais modernas são equipadas com dosadores de pó e balanças de precisão para a pesagem da quantidade correta de material de diamante para preencher a matriz. Os modelos mais recentes aplicam o princípio de enchimento volumétrico.

As prensas convencionais gravimétricas oferecem maior flexibilidade para a fabricação de pequenas quantidades de segmentos. Em contrapartida, apesar dos custos de investimento consideravelmente maior, atribuído em parte à utilização obrigatória de pós granulados, equipamentos volumétricos é a opção preferida para a produção em larga escala dos segmentos, devido ter de 3 a 4 vezes maior rendimento, maior vida útil e menor consumo do aço e outros consumíveis (Konstanty, 2003).

#### II.4.2 - Prensagem a Quente

O processo de prensagem a quente consiste na aplicação simultânea de calor e pressão, de modo a obter um produto praticamente isento de porosidade interna. Em comparação com a rota de prensagem a frio/MP, a prensagem a quente possibilita o aquecimento do pó em um pequeno intervalo de tempo (usualmente 2 a 3 minutos) em temperatura substancialmente menor, mas sob uma tensão de compressão, ou seja, sob pressão para atingir o nível de maior densidade. Devido à baixa estabilidade dos diamantes em temperaturas elevadas, assim como o aumento da demanda por excelentes propriedades mecânicas da matriz, a técnica de prensagem a quente bastante rápida tem ganhado ampla utilização na produção de ferramentas diamantadas (Konstanty, 2003).

Como mostrado nas figuras 2.19 e 2.20, prensagem a quente é geralmente realizada utilizando equipamento de aquecimento por resistência e molde de aço ou de grafite. Este último, sendo de uso comum, oferece maior eficiência na produção do segmento e, em temperaturas elevadas, protege tanto o pó de metal como o grão de diamante contra a oxidação. A prensagem a quente dos segmentos diamantados impregnados é realizada em moldes de grafite de alta resistência, como mostra a figura 2.20, passando uma corrente elétrica diretamente através do molde. Este método oferece uma elevada eficiência na produção de segmento. A proteção contra oxidação é atribuída à formação de uma atmosfera redutora composta por CO/CO<sub>2</sub> (Konstanty, 2003).



Figura 2.19 - Representação esquemática do processo de prensagem a quente.



Figura 2.20 - Moldes de grafite projetados para acomodar mistura de pó solto (esquerda) ou segmentos verdes (à direita).

#### II.5 - Sinterização

Gomes (1993) diz que a Sinterização é um processo termodinâmico de não equilíbrio, no qual um sistema de partículas (agregado do pó ou compactado) vem adquirir uma estrutura sólida coerente, através da redução da área superficial específica, resultando na formação de contorno de grão e crescimento de pescoços de união interpartículas, devido ao transporte de matéria originado por processos difusionais atômicos ativados termicamente.

Para German (1994), pós metálicos compactados ligar-se-ão quando aquecidos a temperaturas superiores a cerca de metade da temperatura absoluta de fusão. Este fenômeno é denominado sinterização.

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).

O processo de sinterização geralmente é dividido em seis estágios distintos, mas não necessariamente em seqüência, conforme segue:

(1) Ligação inicial entre as partículas 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.

Existe duas variáveis importantes que influenciam no processo de sinterização de pós metálicos sendo a temperatura e o tempo. Estes fatores ajudam o processo de tratamento de partículas e a formação de porosidade durante o aquecimento (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 liquida.

Neste estudo, em particular, serão somente abordados os processos de sinterização no estado sólido e por fase líquida.

#### II.5.1 - Sinterização no Estado Sólido

O potencial que opera durante a sinterização no estado sólido é a redução de energia em excesso associada à superfície (German, 1996; Barsoum, 1997). Segundo Barsoum (1997) esta redução de energia pode ocorrer por: i) redução da área superficial total por um aumento no tamanho médio das partículas, causando "engrossamento" mícroestrutural; e ii) criação de áreas de contornos de grãos, que promove a eliminação de interfaces sólida – vapor.

# II.5.1.1 - Mecanismos de transporte de matéria propostos para atuar na sinterização no estado sólido

Os mecanismos de transporte de matéria são aqueles pelos quais ocorrem fluxos de matéria em resposta ao potencial termodinâmico de sinterização, ou seja, há redução de energia livre do sistema associado à superfície dos pós (German, 1994).

Os mecanismos de transporte de matéria propostos para atuar na sinterização no estado sólido são apresentados na Tabela 2.6. Segundo Ashby (1974), estes mecanismos contribuem para o crescimento de pescoços, porém, apenas os mecanismos 4 e 6 causam a aproximação entre os centros de grãos,

promovendo densificação. De maneira geral, o processo de sinterização é controlado por um conjunto de transporte de matéria, os quais atuam de forma cooperativa entre si, levando o corpo consolidado a uma condição mais estável por meio de mudanças microestruturais (German, 1994).

Mecanismo	Caminho de transporte	Fonte	Absorvedor
1	Difusão Pela Superfície	Superfície	Pescoço
2	Difusão Pela Rede	Superfície	Pescoço
3	Difusão Por vapor	Superfície	Pescoço
4	Difusão Por volume	Contorno de Grão	Pescoço
5	Difusão Pela Rede	Contorno de Grão	Pescoço
6	Difusão Pela Rede	Discordâncias	Pescoço

Tabela 2.6 – Mecanismos de transporte de matéria (Ashby, 1974).

# II.5.1.2 - Estágios da sinterização no estado sólido

O processo de sinterização no estado sólido pode ser dividido em três estágios relacionados com modificações na estrutura geométrica e microestrutural das fazes sólidas (partículas ou grão) e gasosas (poro) do corpo consolidado (Coble, 1961).

# I. Estágio inicial

Este estado é caracterizado pelo crescimento de um pescoço no ponto de contato entre as partículas sólidas e, consequentemente, pela formação de um contorno de grão na interface entre as partículas (Coble, 1961). A Figura 2.21 ilustra o esquema do modelo de duas esferas referentes ao estágio inicial da sinterização.



**Figura 2.21** – Esquema do modelo de duas esferas referente ao estagio inicial da sinterização. G é o diâmetro da partícula e X é o diâmetro do pescoço (German, 1994).

# II. Estagio Intermediário

Este estágio é caracterizado por apresentar o arredondamento dos poros, densificação e crescimento de grão (German, 1994). A geometria da sinterização apresenta poros cilíndricos localizados sobre as faces dos grãos.

A densificação no estagio intermediário é acompanhada por difusão, por volume e difusão por contorno de grão. Os poros localizados sobre os contornos de grãos desaparecem mais rapidamente do que poros isolados.

## III. Estágio final

Neste estágio, a geometria dos poros varia em função da sua localização, ou seja, poros situados no interior dos grãos tendem a forma esférica, enquanto os poros situados nas faces e arestas dos grãos tendem a forma lenticular e, finalmente, poros situados nos cantos tendem a forma de tetraedros arredondados (German, 1994), conforme Figura 2.22.





Os poros isolados podem ser eliminados por um ou mais mecanismos de transporte de matéria, dependendo da sua localização sobre o grão. Se a mobilidade do poro for mais lenta do que a mobilidade do contorno de grão em crescimento, o poro isolado no interior do grão promove uma lenta densificação, porque a eliminação do poro é dominada pela velocidade da difusão deste. (German, 1994) Por outro lado, se a mobilidade do poro é elevada, o poro pode permanecer unido ao contorno de grão, resultando em rápida densificação, porque os poros serão eliminados por difusão pela rede e/ou pelo contorno de grão. A mobilidade do poro depende da curvatura do poro (tamanho e forma do poro) e dos mecanismos de transporte de matéria (German, 1994).

## II.5.2 - 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 (vapor – líquido – sólido), 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).

A adição de SiC como aditivo em uma liga Fe-Cu promove melhorias significativas na sinterização – influenciando na formação de fase líquida em tempo e temperatura menores não alterando as propriedades para uma completa sinterização (Pacheco *et al*, 2007).

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 2.23 mostra o esquema dos estágios clássicos da sinterização com fase líquida envolvendo uma mistura de pós.





#### II.5.2.1 - Estágios da Sinterização por Fase Líquida

#### I. Rearranjo

A teoria clássica da sinterização mostra que após a formação de liquido ocorre uma rápida densificação devido às forças capilares geradas pelo molhamento do líquido sobre as partículas (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 e Farooq, 1988; Johnson e German; 1996).

Durante o aparecimento pode ocorrer sinterização no estado sólido e, próximo à temperatura de formação de líquido, pode ocorrer sinterização ativada se os pós do corpo conformado apresentarem uma considerável solubilidade no estado sólido (German, 1985; German e Farooq, 1988). Sinterização ativada no estado sólido ocorre quando os pós reagem entre si abaixando a energia de ativação do sistema. Isto resulta no aumento da taxa de difusão entre os pós, favorecendo o processo de sinterização, por meio da diminuição da temperatura e/ou do tempo de sinterização (Zovas et al, 1983; 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 e 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, 1994). Neste caso, os estágios, 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 (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.

# II. 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, Mortense, 1997). Este estágio é caracterizado por densificação, acomodação da forma dos grãos, achatamento de contatos, eliminação de poros e coalescimento de pescoços (German, 1985). A Figura 2.24 mostra o esquema dos possíveis mecanismos de densificação que podem ocorrer durante o estagio intermediário da sinterização assistida por fase líquida.



Figura 2.24 – 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, 1994)

O mecanismo de densificação por achatamento de contato 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 estagio intermediário, são a difusão e a retenção na interface. (Kingery, 1959, Kwon e Messing, 1990, Rahaman, 1995, German, 1994)

O segundo mecanismo envolve a dissolução de pequenos grãos e reprecipitação sobre os grãos maiores como ilustrado na Figura 21b. 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, 1994)

O terceiro mecanismo envolve o crescimento de pescoço (Figura 21c), que segue o mesmo desenvolvimento teórico apresentado anteriormente para o estagio inicial de sinterização no estado Sólido. Em geral tem grande importância em sinterizações que apresentam baixa solubilidade do sólido no líquido (German, 1994), e ocorre quando o líquido está saturado do sólido.

#### III. 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)

Controlado pela sinterização sólida, 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; Mortense, 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*, 1991, 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. 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 2.25 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 2.25 - 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 do que partículas pequenas. Isto pode ser visto no fato de que pós de partículas grossas apresentam densidade aparente maior do 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 (Oliveira, 2009; Pacheco, *et al* 2007).

#### a) Defeitos microestruturais

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 eliminados durante os estágios intermediário 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; German, 1994). 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.

## II.5.3 - Efeitos da Sinterização Sobre as Propriedades

A sinterização é realizada com o objetivo de obter propriedades específicas de um determinado pó metálico. 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).

## II.6 – A Retenção Dos Cristais De Diamante

Diamantes de engenharia avançada fornecem os atributos específicos de tamanho, forma e resistência ao impacto necessários para obter um ótimo desempenho para diferentes tipos de materiais, condições e operações.

Um fator chave que assegura um desempenho superior e máxima vida útil da ferramenta diamantada é a retenção dos cristais individuais. Um desempenho satisfatório para estas ferramentas é determinado pelo grau de retenção do cristal na matriz metálica, no qual pode ser quantificado como a seguinte razão (Webb, 2000):

# R = <u>(área de contato)(tensão compressiva na matriz)</u> força de contato

Ou

## R = <u>(força de atrito entre a matriz e o diamante)</u> força de contato

A área de contato (entre o cristal de diamante e matriz ligante) multiplicada pela tensão compressiva na matriz é igual a força de atrito entre a matriz e o diamante.

Uma boa retenção com a matriz ligante é alcançada se R é maior que 1, e maiores valores para a retenção são alcançados com um ligante adequado que exibe elevada tensão compressiva de sinterização, bem como um enorme nível de fricção e adesão entre o diamante e a matriz (Webb, 1999). A figura 2.26 mostra as

forças e a geometria de um cristal ligado em um segmento, considerando que área de contato é em relação a matriz e o diamante.



Figura 2.26 – Diagrama esquemático da distribuição de forças atuantes em um cristal de diamante, embebido em matriz metálica, durante operação de corte: serra diamantada (Webb, 1999).

Segundo Webb (1999, e 2000) a tensão compressiva surge de diferenças entre os coeficientes térmicos da matriz e do diamante aumentada por alguma variação de volume devido à sinterização da matriz, e a tensão compressiva que é utilizada pela matriz está limitada pela sua resistência ao escoamento. Uma vez que a tensão de escoamento está relacionada com a dureza, a dureza da matriz ligante pode ser indiretamente relacionada à retenção para fricção (adesão) dos cristais de diamante na matriz ligante.

Em aplicações mais severas como na serragem e perfuração de rochas duras ou concreto, a carga de contato por cristal de corte pode ser maior que 1 GPa e, considerando este aspecto, matrizes ligantes produzidas a partir da sinterização de pós-metálicos e cristais de diamante de grau ultra-elevado (UHG) são usados, pois estes pontos de corte dispõem de uma carga de impacto tolerável mais elevada entre o cristal e a peça, o que resulta em uma taxa de remoção de material mais elevada, com uma taxa de desgaste nominal menor, e tanto o cristal como o ligante acomodam uma tensão de contato maior.

Assim, tais aplicações requerem uma ótima retenção dos cristais de diamante, pois os cristais UHG são mais tenazes e potencialmente protudam em relação aos diamantes de menor grau, porque podem sofrer uma força de impacto mais forte. Isso coloca uma maior tensão sobre o diamante do que na matriz ligante, colocando os cristais em risco prematuro de saltar para fora da matriz deixando uma cavidade no ligante, como pode ser observado na figura 2.27.



Figura 2.27 – Cavidade no ligante decorrente da falha do cristal (protrusão). (Rodrigues et al, 2012)

É fácil observar que neste caso há fraca adesão matriz-diamante e não há retenção do cristal para proteger o ligante da rocha dura e restos abrasivos e a vida da ferramenta sofre consequentemente uma redução.

Se a retenção do cristal é inadequada, o ligante pode fadigar ou falhar prematuramente e, então, o investimento e principalmente o benefício dos pontos de corte UHG é dissipado.

Muitos fatores podem contribuir para perda prematura dos diamantes, como, por exemplo, ataque químico durante a sinterização que pode danificar a superfície do diamante a afetar negativamente a ligação. Segundo Webb (2000), existe um grande número de opções desenvolvidas para melhorar a retenção dos cristais, mas cada uma carrega certa desvantagem, como, por exemplo, sinterizar a altas temperaturas ou por um tempo mais longo, ou adicionar ligas metálicas duras à matriz aumenta a resistência ao escoamento do diamante no ligante. Porém, os efeitos negativos refletem-se na alteração a dureza da matriz e possivelmente sua taxa de abrasão. Outra opção é aumentar a densidade do ligante, usando uma pressão maior ou lubrificante que pode resultar no aumento da retenção.

Pode-se também reduzir o carregamento sobre os cristais individuais retardando a taxa de corte, aumentando a quantidade de pontos de corte, ou reduzindo a protusão, que reduz a tensão de contato melhorando a retenção, mas

isso afeta negativamente o desempenho da ferramenta, dada em m<sup>2</sup> de pedra cortada pela ferramenta.

Há ainda a opção de diminuir o conteúdo de pós metálicos, que por sua vez reduz o ataque químico sobre o cristal e a formação de gás na interface, mas adiciona custo ao processo.

A adição de uma camada quimicamente ligada à partícula de diamante resulta em uma melhoria significativa na retenção de diamante através da formação de uma ligação químico metalúrgica entre o revestimento e circundantes da matriz, aumentando o número efetivo de cristais na superfície da ferramenta disponíveis para o corte. Como consequência da melhoria na retenção dos grãos de diamante, a altura média de protusão dos cristais é efetivamente aumenta contribuindo com um aumento da taxa de corte máxima atingível.

Além disso, o revestimento protege a superfície do cristal de diamante do ataque de catalisadores durante o processo de sinterização (Element Six, 2008). A seguir, as figuras 2.28 a 2.30 mostram as amostras que após o processo de sinterização sofreram testes de tensão de ruptura transversal, sendo apresentado o MEV das superfícies de fratura com matriz impregnada com diamantes, a superfície dos cristais de diamante sem revestimento e a superfície dos cristais com revestimento. Como visto os diamantes com revestimento estão mais aderidos a matriz do que o diamante sem revestimento.



Figura 2.28 – Matriz metálica onde os diamantes ficam aderidos (Yu et al., 2006).



Figura 2.29 – Diamante sem revestimento aderido à matriz metálica (Yu *et al.*, 2006).





# II.7 – Mecanismo de Corte

A etapa de corte pode ser descrita como sendo a perda de consistência de do material por meio da utilização de uma ferramenta. No corte de rochas, algumas características devem ser levadas em conta, tais como: propriedades texturais, físicas e mecânicas das rochas.

Primeiro, deve-se salientar que se trata de um processo de desgaste, embora, em geral, o termo "serrar" seja comumente usado. Modelos baseados em geometrias simples dividem o processo de corte em dois mecanismos que são mostrados nas figuras 2.31 (Webb, 2000) e 2.32 (Tonshoff *et al*, 2002).



Figura 2.31 – Forças atuantes nos diamantes no momento do corte utilizando uma serra diamantada. (Adaptado de Webb, 2000).

Sendo:

F<sub>n</sub> = Força Normal

F<sub>t</sub> = Força Tangencial

V<sub>s</sub> = Velocidade Periférica

V<sub>f</sub> = Velocidade de Corte

 $\Phi$  = Ângulo de Efeito da Força Normal

a = Profundidade de Corte



**Figura 2.32 –** Interação mecânica entre a ferramenta e a peça no momento do corte.

Adaptado de Tonshoff et al (2002).

Os fatores que influenciam a etapa de corte direta e indiretamente estão retratados nestas figuras (Tonshoff *et al*, 2002):

- Propriedades físicas do material a ser cortado, como tamanho de grão e dureza;
- As forças que atuam entre os diamantes e o material;
- A distribuição de tensão no material;
- Temperatura na interface do corte.

Quando o corte é realizado por uma serra diamantada, a interação mecânica entre a ferramenta e o material a ser cortado resulta num processo de forças, devido principalmente a alguns fatores (Cai, 1997), como:

- Deformação elástica e plástica do material às margens dos elementos abrasivos, no caso, diamantes;
- Atrito entre o material a ser cortado e os diamantes;
- Fricção entre o material e a matriz da ferramenta;
- Fricção entre as lascas geradas no corte do material e a matriz.

A região situada à frente de um grão de diamante está envolvida no processo de tensões e é afetada por forças tangenciais. Nesta zona, há formação de lascas que é resultado da atuação de forças trativas e compressivas. Esse mecanismo é chamado de formação primária de lascas. A lasca é forçada para fora através de ranhuras na frente e ao lado do grão (Ertingshausen, 1984), figura 2.33.



**Figura 2.33 –** Desgaste na superfície de um segmento diamantado. Adaptado de

(Xu et al., 2002).

Enquanto a rocha a ser cortada apresentar características elásticas acentuadas, o corte chegará a um certo mínimo de desgaste de espessura. Pela tensão de compressão realizada pelo diamante, o material a ser cortado é deformado. Quando a carga é retirada, uma reversão elástica leva à tensão trativa crítica que causa fratura frágil. Este mecanismo efetuado por tensões de tração é denominado formação secundária de lascas (Ertingshausen, 1984). As lascas geradas, como resultado do processo, são carregadas pelo líquido refrigerante usado nessa etapa de corte.

Deve-se lembrar que na etapa de corte, além do desgaste do material a ser cortado, há também o desgaste da ferramenta, como mostra a figura 2.34. Logo se faz necessário um bom controle das variáveis que envolvem esta etapa.

## II.8 – Propriedades Mecânicas da Matriz do Compósito Diamantado

Conforme já mencionado, uma exigência importante da matriz é segurar com firmeza as partículas de diamante, sob as condições de aplicação que ocorrem numa variedade de formas para analisar a interação da matriz com o diamante.

Segundo Konstanty (2003), a resposta real mecânica da matriz submetida às condições de pressão e temperatura elevadas, sendo aplicada uma força, é aparentemente afetada por suas propriedades de fadiga. Também analisa-se que durante o processo de fabricação surgem outras complicações como as tensões internas criadas em torno de cada partícula de diamante, devido a incompatíveis coeficientes de expansão térmica.

É importante ressaltar a importância da análise do compósito diamantado após a realização do corte, sendo que através das micrografias obtidas dos diamantes pode-se verificar se a matriz sofre deformação plástica ou se ocorreu descolamento da interface matriz/diamante por diferentes de expansão térmica causada pelo calor gerado na zona de corte. Caso contrário, os diamantes podem se soltar e cair prematuramente, como pode ser observado na figura 2.34.



Figura 2.34 - Descolamento evidente entre a matriz/diamante após a realização de corte

## II.8.1 – Dureza

Uma matriz adequadamente densificada adquire uma estreita gama de dureza que é afetada pela sua composição e os parâmetros do processo através da consolidação dos pós. No caso de densificação incompleta ou tratamento deficiente da mistura da matriz com o diamante as leituras de dureza não se enquadram no intervalo especificado. Assim, a dureza usualmente é utilizada como parâmetro de controle de qualidade do compósito diamantado.

Uma relação entre a dureza típica da matriz e da sua temperatura de consolidação é demonstrado pela curva na figura 2.35. A consolidação aumenta em proporção direta com a quantidade de deformação plástica e densidade do material. Quando a densidade total é alcançada, em seguida, outros processos como recristalização e crescimento de grão pode ser ativado para amolecer o material. Do ponto de vista de controle de qualidade, é desejável para a fabricação da ferramenta que a matriz exiba uma variação horizontal bem alongado de dureza *versus* temperatura de consolidação.



Figura 2.35 - Dureza em função da temperatura de consolidação da matriz

Segundo Pacheco e seus colaboradores (2007), os valores de dureza Brinell em função dos teores de cobre em Fe não apresentaram diferenças nos valores obtidos, conforme apresenta a figura 2.36, ou seja, a dureza se encontra no mesmo patamar para todas as amostras, em qualquer composição. Isto pode ser explicado pelo fato que para baixos teores de Cu, a microestrutura é porosa (até 10% em peso Cu), entretanto o efeito negativo da porosidade é compensado pela dureza do Fe, a qual é 60% mais elevada que a do Cu (Oliveira, 2009).



Figura 2.36 – Valores de Dureza (HB) para o sistema Fe-Cu (5-10-15-20-25-30-35-40)% em peso de Cu (Pacheco *et al*, 2007)

#### II.8.2 - Desgaste

O desgaste da ferramenta inicia-se através do desgaste da partícula abrasiva, que é responsável pelo corte – nesse caso o diamante – causando o seu abaulamento (planificação ou embotamento do grão abrasivo). Em seguida a matriz ligante também sofre um desgaste, diminuindo a área na qual a partícula abrasiva se sustenta sobre tal matriz. Com o aumento deste desgaste até um ponto crítico, a partícula abrasiva se desprende e uma nova camada de partículas abrasivas começa a surgir. Esse desprendimento das partículas para o surgimento de uma nova camada é chamado de protrusão ou "pull-out" (Azeredo, 2002).

A explicação mais antiga do mecanismo de desgaste do diamante é que pequenos fragmentos da superfície são lascados e a superfície resultante provavelmente é constituída de uma série de asperezas cujas faces são planos de fácil clivagem (Tolkowsky, 1920). Tem-se que a taxa de desgaste não aumenta com a temperatura, mas é dependente da direção de abrasão (Wilks e Wilks, 1979).

O desempenho de uma ferramenta diamantada depende, dentre muitos fatores, do tipo de diamante usado, isto é, tamanho, estrutura e resistência à fratura. A vida e a força de corte de uma ferramenta diamantada dependem do efeito combinado de todos os diamantes na superfície da ferramenta. Desta forma, as características da progressão de desgaste destes diamantes são dependentes sobretudo das propriedades das partículas abrasivas e das condições sobre o qual a ferramenta está trabalhando.

A progressão do desgaste pode ser dividida em 3 regimes distintos, conforme mostra figura 2.37. Inicialmente, a partícula de diamante que foi emergida ainda não tem altura de protrusão suficiente para o contato com o material de corte, não havendo desta forma desgaste do grão abrasivo. Como a matriz sofre erosão ao redor do cristal de diamante, sua altura de protrusão é aumentada, isto é, fica acima da matriz. Assim, a altura da partícula de diamante é aumentada suficientemente para o contato desta com o material de corte, desenvolvendo desgaste plano. O contato intermitente com a peça, a partir da rotação da ferramenta, causa carregamentos cíclicos sobre grãos de diamantes irregularidades da peça de corte e vibrações da ferramenta. O efeito cumulativo de tais carregamentos reduz a

habilidade da partícula a resistir às forças de corte e, consequentemente, a partícula é fraturada e quebrada.



Figura 2.37 – Progressão de desgaste dos diamantes – a) partícula emergida, b) desgaste plano, c) desgaste plano e rugoso e d) desgaste rugoso (Element Six Ltda, 2003).

A figura 2.33 mostra um exemplo típico de dados de taxa de desgaste obtidos pelo monitoramento da altura de grãos individuais durante a progressão de desgaste. É fácil perceber que há somente aproximadamente 20% de redução de altura quando no modo de desgaste plano e aproximadamente 30% para o modo de desgaste rugoso. Note que a taxa de desgaste linear, no qual relata a taxa de diamante consumida durante os estágios de desgaste plano, é bem maior do que no final, que é o estágio de macrofratura (rugoso). Esse comportamento pode ser ilustrado na figura 2.38, que mostra a distribuição do modo desgaste dos grãos de diamantes correspondentes aos dados apresentados na figura 2.39. Frequentemente, não há variação brusca do desgaste plano para o rugoso, mas geralmente uma transição entre os estágios. Na maioria das vezes, este estágio de transição pode ser considerado a ser predominantemente mais uma modalidade de desgaste plano do que uma modalidade de fratura, desde que a taxa de redução de altura (taxa de desgaste) não seja demasiadamente diferente da taxa de redução de altura no estágio de desgaste plano. Entretanto, a vida ativa de uma partícula é

determinada pelo puro estágio de desgaste planificado e a transição de estágio (planificado e rugoso).



**Figura 2.38** – Distribuição da classificação do modo de desgaste das partículas de diamantes durante progressão de desgaste dos diamantes (Element Six Ltda, 2003).



Figura 2.39 – Variação da taxa de desgaste linear durante progressão de desgaste dos diamantes (Element Six Ltda, 2003).

A figura 2.40, mostra resultados de desgaste radial após corte de granito em função da taxa de corte (cm<sup>2</sup>/min). Pode-se observar nos resultados, o desempenho da ferramenta e taxas de desgaste obtidas em diferentes condições. Como as condições de corte se tornam mais severas com o aumento da taxa de corte, um correspondente aumento na taxa de desgaste foi observado.



Figura 2.40 – Efeito da taxa de corte no desempenho da ferramenta (Element Six Ltda, 2003).

# II.9 - Rota de produção industrial das serras diamantadas

Um processo de fabricação típico usado na produção de ferramentas diamantads utiliza a tecnologia da metalurgia do pó (ver Figura 2.41) segundo o qual uma mistura de grãos de diamante e pós de ligantes é consolidada e resulta numa ferramenta de corte. A prensagem a quente, prensagem a frio / sinterização e rotas de infiltração são amplamente utilizadas, embora outras técnicas, por exemplo, prensagem isostática a quente (HIP), ou fusão à laser podem também ser utilizadas (Konstanty, 2007).



Figura 2.41 – Processo de fabricação de ferramentas diamantadas. Adaptado de (Konstanty, 2007).

No caso específico da produção das serras diamantadas, segue-se as seguintes etapas:

- Preparação do pó da matriz,
- Preparação da mistura matriz-diamante,
- Prensagem a frio (opcional),
- Prensagem a quente,
- Rebarbação,
- Controle de qualidade do segmento,
- Brasagem/soldagem a laser,
- Retificação e limpeza,
- Tensionamento.

Primeiramente deve-se dar atenção especial a qualidade das partículas do pó da matriz, pois isso influencia na qualidade final do compósito. Os pós metálicos devem ser bem selecionados, de modo a atingir a composição química, forma e distribuição de tamanho de partícula pré-determinados (Konstanty, 2003).

Os diamantes podem ser utilizados na condição em que são recebidos ou podem ser revestidos com um pó adequado antes do final da mistura com o pó da matriz (Burckhardt, 1997). Segundo Konstanty (2007), o revestimento dos diamantes
com uma fina película de elementos formadores de carbeto, tais como, Ti, Cr e Si; é uma boa opção para minimizar o arrancamento prematuro dos diamantes da matriz além de promover proteção para a superfície do diamante em relação ao processo de grafitização e ao ataque agressivo de componentes da matriz.

Com os pós já selecionados, segue-se para a etapa de mistura. Esta operação é geralmente realizada em um misturador tipo Turbula (figura 2.42). O recipiente de armazenamento de pó é preenchido até a metade do seu volume de diamantes, matriz em pó e outros aditivos. Após fixação com correntes de aço, ou outros meios de fixação do recipiente de mistura, a mistura é realizada em movimento desordenado por um certo período de tempo. Aglutinantes e lubrificantes são adicionados ao recipiente em várias fases de mistura de modo a evitar a segregação e minimizar o desgaste de aço durante subsequente prensagem (Konstanty, 2007).

Deve-se salientar que se a mistura de pó for passar por prensagem a frio por meio do equipamento volumétrico, mais uma etapa de granulação se faz necessária para a obtenção de um bom fluxo e das características exigidas de empacotamento do pó (Webb, 1999).



Figura 2.42 – Misturador tipo Turbula (Manich, 2011).

Vale lembrar que uma distribuição não-uniforme das partículas do pó da matriz e cristais de diamante vai provoca o desgaste prematuro dos segmentos da serra. Portanto, quando cada um dos cristais de diamante é separadamente revestido com o pó da matriz, a formação de aglomerados de diamante no segmento é praticamente eliminada e, conseqüentemente, uma melhor distribuição de diamantes é garantida. Outra vantagem de usar diamantes que contêm grânulos é devido a uma separação eficiente de partículas abrasivas duras dos elementos compactados na ferramenta (Konstanty, 2003).

**Prensagem a Frio.** Prensagem a frio é uma operação opcional na produção de segmentos convencional com estrutura uniforme. Embora o equipamento adicional seja necessário, segmentos pré-prensados a frio reduzem o desgaste do molde de grafite durante a operação subseqüente a prensagem à quente, e aumenta a produtividade do processo de densificação, pois o molde projetado de grafite toma mais segmentos por ciclo de prensagem a quente do que o convencional preenchido com pó solto (Konstanty,2003). A operação de prensagem a frio torna-se obrigatória quando os segmentos de multicamadas são produzidos.

Prensagem a Quente. O processo de prensagem a quente consiste na aplicação simultânea de calor e pressão, de modo a obter um produto praticamente isento de porosidade interna. Em comparação com a rota de prensagem a frio/MP, a prensagem a quente requer o aquecimento do pó em um pequeno intervalo de tempo (usualmente 2 a 3 minutos) em temperatura substancialmente menor, mas sob uma tensão de compressão, ou seja, sob pressão para atingir o nível de maior densidade. Devido à baixa resistência dos diamantes em temperaturas elevadas, assim como o aumento da demanda por excelentes propriedades mecânicas da matriz, a técnica de prensagem a quente bastante rápida tem ganhado ampla utilização na produção de ferramentas diamantadas (Konstanty, 2003).

**Rebarbação.** Após prensagem a quente, os segmentos requerem limpeza e remoção de resíduos de borda. Esta é realizada durante a operação de rebarbação, que normalmente é realizada por meio de rebolos de alumina ou carbeto de silício de grãos grosseiros (Konstanty, 2003).

**Controle de Qualidade do Segmento.** O controle de qualidade do segmento é frequentemente limitado a um teste de dureza. O ensaio Rockwell B é a técnica mais difundida devido à sua simplicidade e baixo custo. Uma mistura adequadamente densificada diamante-matriz adquire uma estreita faixa de dureza, que, em grande parte, é afetada pela composição da matriz. Por outro lado, se a estrutura do segmento desvia substancialmente em qualquer aspecto, ou se a densificação é incompleta, a dureza não se enquadra dentro do intervalo especificado. Materiais com baixa densificação geralmente têm resistência extremamente baixa, o que pode resultar em baixa resistência ao desgaste e pequena capacidade de retenção dos cristais de diamante da matriz. Portanto, se houver qualquer dúvida sobre as leituras de dureza, a avaliação da densidade do segmento é um outro importante fator para verificar a qualidade (Konstanty, 2003).

**Brasagem/soldagem a laser.** Quando todas as etapas de fabricação do segmento foram concluídas com êxito, há a necessidade de unir os segmentos em um suporte de aço (alma) para produzir a serra. Em geral, brasagem ou soldagem a laser pode ser utilizado nesta fase. A técnica de brasagem é mais difundida, especialmente para a fabricação de lâminas para corte refrigerado de pedra natural. Já a solda a laser é usada principalmente na produção em larga escala de serras de pequeno diâmetro (até 500 mm). Como a resistência à flexão do cordão de solda a laser atinge até 1800 MPa, em comparação com 350-600 MPa para o conjunto soldado, solda a laser praticamente elimina a possibilidade de descolamento do segmento (Konstanty, 2003).

**Retificação e Limpeza.** O objetivo da operação de retificação é a de tornar os segmentos concêntricos com o furo da serra circular e para limpar seus lados e reduzir o desnível entre o segmento e alma da serra. A operação de limpeza posterior é realizada de forma a remover a matriz em torno das partículas de diamante, para produzir protrusão suficiente e permitir corte eficaz desde o início da utilização da ferramenta (Konstanty, 2003).

**Tensionamento.** Os segmentos, mesmo quando perfeitamente adaptados às necessidades de aplicação, não garantem a boa ação da serra circular. A alma da serra de aço acumula tensões durante a fabricação. Uma vez que os segmentos dificilmente são perfeitamente simétricos, a serra é incapaz de girar, sem oscilação. Portanto, o centro de aço deve ser inicialmente submetido a uma operação de neutralização das operações conhecida como tensionamento. Salienta-se que esta operação deve ser realizada com o disco deitado. O "nivelamento", como geralmente é chamado, é seguido pelo tensionamento real, que consiste na adição de um esforço extra para esticar a secção central, no sentido contrário à força centrífuga que tende a alongar a seção de borda da lâmina rotativa (Konstanty, 2003).

# **C**APÍTULO III

# **M**etodologia

A figura 3.1 apresenta o fluxograma com as atividades executadas produção e caracterização dos segmentos diamantados



Figura 3.1 - Fluxograma das atividades

## III.1 – Composição das matrizes

Conforme mencionado na revisão bibliográfica, o desenvolvimento da matriz metálica capaz de reter os diamante de forma satisfatória é uma das tarefas mais difíceis na produção de ferramentas diamantadas (Yakhutlov et al, 2011). Nesse contexto, segundo dados reportados na literatura (Wensheng et al, 2012; Clark et al, 2002; Weber et al, 2005; Nitkiewicz et al, 2006), várias matrizes tem sido desenvolvidas nos sistema Fe-Cu-Co e Fe-Ni-Cu-Sn-Co. Além de melhorar as propriedades das matrizes estes sistemas foram estudados visando a minimização do uso de cobalto.

Na presente tese foram estudados dois novos sistemas (com e sem adição de cobalto) para a produção dos segmentos diamantados para uso em serras circulares. A composição das misturas estão apresentadas na tabela 3.1. Cabe mencionar aqui que as matrizes M1 e M2 diferem somente em relação ao método de mistura dos metais de partida. Os métodos de mistura estão descritos no próximo item.

Matriz	Elementos Químicos						
	Fe	Cu	Ni	Sn	WC	Со	CrB <sub>2</sub>
M1	35 – 55	25 -45	5 – 15	3 – 8	1 – 5	1 - 6	
M2	35 – 55	25 - 45	5 – 15	3 – 8	1 – 5	1 - 6	
M3	35 - 55	25 - 45	5 - 15	3 - 8	1 - 5		1 - 6

Tabela 3.1 – Composição das matrizes

#### III.2 – Preparação das misturas para sinterização

A mistura dos pós, conforme composição apresentada na tabela 3.1, foi efetuada de duas formas distintas:

- Mistura seguindo padrões industriais em misturador do tipo cônico, instalado nas dependências da empresa ABRASDI, figura 3.2(a).
- Mistura moagem dos pós em moinho do tipo Attritor, instalado nas dependências do LAMAV/UENF, figura 3.2(b).

Na etapa inicial dos estudos foram produzidos segmentos sem a adição de diamantes visando o estudo das matrizes. Os pós foram pesados de acordo com cada composição, sendo que a amostra M1 foi apenas misturada por um período de 5 h. Já as misturas M2 e M3 foram misturadas/moídas no moinho attritor. Para este fim foi adicionada cerca de 250 ml de acetona para evitar que os pós aderissem às paredes do recipiente de moagem. O tempo de moagem foi de 1 h sob rotação de 460 rpm no moinho attritor.



Figura 3.2 – Moinhos utilizados no processo de mistura (a) cônico industrial; (b) attritor

Na segunda etapa, referente à produção dos segmentos diamantados, foram adicionados os diamantes. Para a mistura M1 os diamantes foram adicionados durante o processo de mistura. Já para as misturas M2 e M3 os diamantes foram adicionados e manualmente misturados após o processo de mistura/moagem no moinho atritor. O teor de diamantes (sem cobertura) adicionado refere-se à concentração 30, a qual é tipicamente utilizada na indústria e corresponde à 1,3 ct/cm<sup>3</sup>. Os diamantes foram adquiridos na empresa Diamond Rio com especificação de elevada tenacidade à fratura.

## III.3 – Compactação e montagem do molde para sinterização

Depois da homogeneização, pesou-se a mistura (metais mais diamantes) necessária para o preenchimento do molde. A etapa de moldagem dos segmentos é mostrada no esquema da figura 3.3. Neste ponto é mandatário mencionar que todo o processo de confecção, tanto dos segmentos quanto das serras diamantadas, foi realizado de forma industrial.





## Figura 3.3 – Esquema da etapa de moldagem dos segmentos diamantados.

- a) Pesagem da mistura (metais mais diamantes);
- b) Montagem do molde contendo vários separadores;
- c) Preenchimento do molde.

A matriz utilizada para compactação e moldagem dos segmentos está apresentada na figura 3.3c. Ela é composta por blocos e prensadores de grafite e por placas de amianto (que atua como isolante). A matriz de grafite é montada em uma abraçadeira de aço e, em seguida, a mistura é manualmente compactada entre os prensadores. Com este conjunto são produzidos 20 segmentos por batelada.

#### III.4 – Execução do processo de sinterização à quente

Após a montagem do molde, seguiu-se a etapa de sinterização. O processo de sinterização, seguindo os parâmetros aplicados na indústria, foi feito em rampas de temperatura, com duração total do processo de 10 minutos. Na figura 3.4 encontra-se mostrado de forma esquemática o ciclo de sinterização aplicado.



Figura 3.3 – Diagrama de aplicação dos parâmetros de sinterização.

Para execução do processo de sinterização a quente foi utilizada a prensa hidráulica, marca EKA, instalada nas dependências da Abrasdi, figura 3.5(a). O processo se inicia com a instalação do molde/matriz no interior da prensa, figura 3.5(b). A seguir, a pressão é aumentada até a pressão de trabalho (35 MPa). Ao se atingir a pressão requerida acionou-se o sistema de aquecimento para atingir o primeiro patamar de temperatura (650°C). Esta temperatura foi mantida por 3 minutos. Ao fim do primeiro patamar, a temperatura foi então aumentada até atingir o segundo patamar (750°C), a qual foi mantido por mais três minutos. Ao final do segundo patamar, o sistema de aquecimento foi desligado, iniciando-se então o período de resfriamento do molde (ainda sob pressão), cuja duração foi de cerca de

4 minutos. A pressão só foi aliviada quando a temperatura chega por volta de 300°C. A etapa seguinte consistiu na desmontagem do molde e retirada dos segmentos. As dimensões dos segmentos após a sinterização podem ser observadas no desenho esquemático mostrado na figura 3.6.



Figura 3.5 – Sinterização (a) prensa hidráulica EKA; (b) molde/matriz instalado na prensa.



Figura 3.6 – Geometria e dimensões dos segmentos

## III.5 – Caracterização dos segmentos

Para a caracterização dos segmentos foram realizados os testes no LAMAV (Laboratório de Materiais Avançados) na UENF, para os quais foram utilizados procedimentos específicos. Tais análises estão descritas nos itens a seguir:

#### III.5.1 – Difração de Raios X

A análise por difração de raios-X foi utilizada basicamente para determinar a composição de fases das amostras, bem como pode fornecer as informações sobre o tipo estrutural, parâmetros cristalográficos, tamanho de grão, sua orientação cristalográfica e estrutura dos produtos de corrosão, etc.

A identificação da composição de fases do segmento foi realizada através da análise de difração de raios-X com radiação Cu-K<sub> $\alpha$ </sub>, num difratômetro SHIMADZU modelo XRD 7000, para a faixa 2 $\theta$  entre 10 a 140°, com passo de varredura de 2°/min, em temperatura ambiente.

Neste trabalho, a técnica de DRX foi utilizada com o intuito de investigar a formação dos compostos durante o processo de sinterização. A determinação das características dos espectros de difração e a identificação das fases presentes nas amostras foram realizadas com o auxílio do banco de dados cristalográficos no software ICDD® (International Center for Diffraction Data).

#### III.5.2 – Densidade

A determinação da densidade aparente se enquadra às situações reais, nas quais a amostra é composta por poros, trincas, defeitos cristalinos, fases amorfas, etc. O método que foi adotado considera todos os tipos de porosidades (aberta e fechada) presente na amostra.

A densidade pode assumir diferentes significados como: Densidade teórica ( $\rho_T$ ), Densidade aparente ( $\rho_a$ ) e densidade relativa ( $\rho_R$ ).

A densidade teórica (ρ<sub>7</sub>) foi calculada de acordo com a regra das misturas, conforme mostra a equação 3.1.

```
\rho = \underline{m_{Fe} + m_{Cu} + m_{Ni} + m_{Sb} + m_{WC} + m_{Co}} (equação 3.1)
\underline{m_{Fe} + m_{Cu} + m_{Ni} + m_{Sb} + m_{WC} + m_{Co}} \rho_{Fe} \quad \rho_{Cu} \quad \rho_{Ni} \quad \rho_{Sb} \quad \rho_{WC} \quad \rho_{Co}
```

A densidade aparente ( $\rho_a$ ) foi obtida utilizando a equação 3.2.

$$\rho = \underline{P_s}$$
 (equação 3.2)  
 $P_u - P_i$ 

A densidade relativa ( $\rho_R$ ) demonstra a diferença entre a densidade experimental do material sinterizado e a teórica, ou seja, é a razão entre a densidade aparente da amostra e a densidade teórica do material, conforme apresenta a equação 3.3.

Estas densidades foram calculadas para todas as amostras metálicas sem e com a adição de diamantes após a sinterização.

A porosidade foi calculada através da equação 3.4, com o objetivo de comparação com análise de porosidade com intrusão de mercúrio nas amostras.

$$P = \underline{P_s}$$
 (equação 3.4)  
$$P_u - P_i$$

#### III.5.3 – Porosidade

A porosidade das amostras comercial, com e sem a adição de diamantes foi determinada utilizando-se o porosímetro de mercúrio *Poresizer 9320* da *Micromeritics*, disponível no LAMAV/UENF, o qual possibilita a medição de poros no intervalo compreendido entre 140 e 0,007µm, respectivamente correspondentes à pressão de enchimento do penetrômetro (cerca de 1,6 psia) e à pressão máxima de intrusão (30000 psia).

A partir dos resultados obtidos nesta análise foram determinadas a porosidade, a densidade e o tamanho dos poros existente na amostra.

### III.5.4 - Análise Termogravimétrica

A análise Termogravimétria (TG) é uma técnica na qual a mudança de massa da amostra é medida em função da temperatura enquanto esta é submetida a uma programação controlada. Foi realizada TG em todas as amostras com e sem a adição de diamantes. A velocidade de aquecimento foi de 5°C/min a uma temperatura final de 650 °C para os compósitos diamantados e 800 °C para a matriz, temperaturas selecionada conforme utilização comercial das amostras. O equipamento modelo BP300 (figura 3.7) encontra-se instalado no LAMAV/UENF.



Figura 3.7 - Equipamento de análise térmica BP 300.

## III.5.5 – Microscopia Confocal a Laser

Para observação da microestrutura dos segmentos foi utilizado o microscópio Confocal LEXT – 3D Measuring Laser Microscope Ols 4000 da marca Olympus. Este tipo de análise é adequado para avaliar a efetividade da sinterização através dos componentes estruturais, porosidade, segregação e formação de fases. Para a observação as amostras foram embutidas em baquelite e submetidas a lixamento e posterior polimento com pasta de alumina.

Esta análise foi também efetuada nos segmentos após os ensaios de microdureza e desgaste, onde também é possível avaliar o grau de aderência entre a matriz metálica e o diamante.

#### III.5.6 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise de microscopia eletrônica de varredura teve como objetivo analisar a fratura das amostras após ensaio de flexão e observar a microestrutura formada após o processo de sinterização. Para esta análise foi utilizado o equipamento Super Scan SSX-550 da SHIMADZU, disponível no LAMAV/CCT/UENF, sendo as imagens geradas a partir de elétrons secundários. O MEV é um equipamento amplamente empregado na investigação microestrutural dos materiais, utilizado principalmente para fornecer detalhes da superfície, bem como imagem topográfica da superfície examinada. Para esta analise as amostras foram coladas com fita de grafite a um suporte apropriado para este fim.

#### III.5.7 – Análise Química (EDS)

Com o auxílio de um espectrômetro por dispersão de energia (EDS), acoplado ao microscópio eletrônico de varredura, SSX-550, disponível no LAMAV/CCT/UENF, foi realizada a microanálise pontual e em linha. Desta forma são obtidas informações referentes à presença de fases e soluções sólidas, composição química da amostra de forma quantitativa e, a distribuição de elementos químicos presentes através do mapeamento por raios X característicos dos constituintes metálicos.

#### III.6 – Ensaios Mecânicos

#### III.6.1 – Ensaio de Flexão

No ensaio de flexão, cada corpo de prova (segmento inteiro) foi flexionado até sua fratura através do carregamento em três pontos. No ponto do carregamento, a superfície superior do corpo de prova é colocada em estado de compressão, enquanto a superfície inferior encontra-se em tração (Callister, 2002).

Os corpos de prova após o processo de sinterização foram submetidos ao teste de resistência à flexão por três pontos, numa Máquina Universal de Ensaios Mecânicos INSTRON, modelo 5582 – 100kN de capacidade, usando uma velocidade de descida de 1 mm / min, sendo a distância entre os apoios foi de 32 mm, disponível no LAMAV/UENF.

O suporte de aplicação de carga para a configuração dos três pontos foi posicionado exatamente no meio do segmento. Os resultados fornecidos pela máquina após os ensaios de resistência à flexão foram dados de força máxima (N) para a fratura dos espécimes.

#### III.6.2 - Ensaio de microdureza

Este ensaio foi realizado em um microdurômetro SHIMADZU-HMV, que consiste na impressão de uma pequena marca feita na superfície do corpo de prova pela aplicação da força com uma ponta de penetração (Pirâmide de diamante). As amostras foram submetidas ao teste de microdureza com carga de 500g. Foram realizadas, conforme esquematizado na figura 3.8, 8 medições na parte horizontal e 8 medições da parte transversal da amostra. A partir dos resultados obtidos é possível avaliar as características de microdureza em relação ao processo de sinterização (Pressão x Temperatura).



Figura 3.8 – Esquema dos pontos de análise de Microdureza

#### III.6.3 – Ensaios de Desgaste

Os segmentos, com e sem diamantes, foram submetidos a ensaios de abrasão. Este ensaio foi conduzido em uma politriz da Arotec modificada e acoplada com um adaptador para ensaio de Abrasão, este equipamento encontra-se no setor de supeduros LAMAV/CCT/UENF (figura 3.9). Este procedimento caracteriza o ensaio conhecido como "pino contra disco".



Figura 3.9 - Equipamento utilizado para ensaio de Abrasão

O material do disco é 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 micropertítico, 24% de plagioclásio, 11% de biotita e 2% de acessórios. Apresenta massa específica de 2,67g/cm<sup>3</sup>, absorção de água de 0,35% e porosidade total de 0,93%. Foi então produzido um disco deste granito com diâmetro externo e interno de 70 e 40cm, respectivamente e de altura 5cm.

As amostras foram acopladas, verticalmente ao disco de granito, em suporte com fixador. Foi utilizada rotação de 300 RPM do disco e empregada carga vertical (peso solto) sobre as amostras de 200g (1,96 N). Uma vez posicionada sobre o disco de granito, a amostra se mantém fixa em uma linha de corte por um período de 30 minutos.

As amostras foram pesadas antes e após o ensaio em balança digital Gehaka de precisão 0,0001g, para medir a perda de massa (equação 3.5) de cada amostra e averiguar a resistência ao desgaste (equação 3.6), que é igual a:

$$\Delta M = \frac{m_I - m_F}{m_I} \times 100 \tag{equação 3.5}$$

Onde: m<sub>I</sub> é a massa inicial (antes do ensaio), e m<sub>F</sub> a massa final (após o ensaio).

Onde RA é a resistência à abrasão (%).

O teste de RA foi importante para determinar quais composições são mais resistentes ao desgaste. O maior propósito deste ensaio é verificar a influência do processo de moagem e da adição de diamantes de granulometria diferentes, para que possa servir de opção de uso como compósito diamantado de uso em ferramentas de corte.

Cabe ressaltar que neste ensaio as amostras foram submetidas às condições bem mais severas que quando da operação de corte nas lavras de rochas ornamentais, pois há uma carga vertical aplicada, e as irregularidades do disco de granito geram grandes impactos na zona de corte.

#### **CAPÍTULO IV**

#### **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### IV.1 – Aspectos Gerais

O objetivo central dos experimentos realizados nesta tese foi desenvolver matrizes metálicas para confecção de segmentos diamantados destinados para o corte de rochas ornamentais, em particular de granito e pedra Miracema (também conhecida como pedra madeira). Foram pesquisadas duas composições, assim como o método de preparação das misturas. Como uma das principais motivações da tese foi a obtenção de segmentos com boas características mecânicas que permitissem a sua produção em escala industrial, todos os corpos de prova submetidos aos diversos ensaios e teste realizados neste trabalho foram produzidos com geometria e dimensões exigidas para confecção de serras circulares com 350mm de diâmetro.

Para a obtenção dos dados necessários para a elaboração desta tese foram sinterizados um total de 124 segmentos e fabricadas 3 serras circulares. Na figura 4.1 estão apresentadas amostras dos segmentos e de uma das serras fabricadas. Ressalta-se ainda que os parâmetros utilizados na sinterização dos segmentos são os mesmos que comumente são aplicados em uma indústria produtora de ferramentas diamantadas.



Figura 4.1 – Segmentos das composições utilizadas neste trabalho e a serra como produto final

#### IV.2 – Caracterização dos Segmentos

As figuras 4.2 e 4.3 apresentam os difratogramas das amostras sobre duas diferentes condições: a) Pó das amostras após a mistura e moagem/mistura e b) após o processo de sinterização.

O difratograma obtido a partir das misturas das amostras está apresentado na figura 4.2, evidenciando a presença predominante de Fe e de Cu. Observa-se que as amostras apresentam os resultados semelhantes para as amostras M1 e M2, pois possuem a mesma composição, conforme tabela 3.1, sendo que a M1 foi misturada e a M2 moída, isto mostra que não houve formação de compostos a partir do processo de moagem.

Já a amostra com a adição de CrB<sub>2</sub> no lugar de Co (amostra M3) apenas apresentou o pico correspondente a esta composição no difratograma junto com os elementos compostos na amostra.



A figura 4.3 apresenta os difratogramas das amostras após a sinterização sem e com a adição de diamantes. Os difratogramas obtidos evidenciam a presença predominante de composições a base de Fe, sendo este o elemento com maior quantidade (em peso %) de material na matriz do compósito.

De acordo com o processo de sinterização, a temperatura de 750°C é um dos fatores correspondentes para a solubilidade e formação de novos compostos químicos. Observa-se que os compostos formados foram: Cu, CuSn, Fe, FeNi, CuNi<sub>2</sub>Sn, Cr<sub>2</sub>B, CuFe e Ni<sub>4</sub>Sn. A comparação entre as amostras com e sem adição de diamante deixa evidente apenas a diferença no pico do diamante, por volta de 42° que está sobreposto à fase do Cu. Além disso, não foram encontradas evidências sobre a ocorrência da reação entre os elementos de liga e os diamantes, isto é, nenhuma reação da liga com o C do diamante. Isto demonstra que os diamantes não sofreram o processo de grafitização, o qual é extremamente danoso para a eficiência e vida útil das ferramentas (Wensheng et al, 2012).

Segundo Lu *et al* (2011) o pico de Cu é reduzido quando a temperatura de sinterização aumenta, pois há formação de quantidades mais elevadas de soluções sólidas de Cu-Sn.



1-Cu 2-CuSn 3-Fe 4-FeNi 5-CuNi Sn 6-Cr B 7-CuFe 8-Ni Sn



Figura 4.3 - Difratogramas das amostras (a) sem e (b) com diamantes

#### IV.3 – Análise da microestrutura

As micrografias das figuras 4.4 e 4.5 representam a microestrutura da liga M1. O Cu está disperso em toda a amostra, conforme pode ser observado pela sua cor avermelhada, e em solução sólida no Fe. O aspecto microscópico da liga revela que a fase de cor cinza escura é de ferro e a fase cinza clara representa a fase (α) sólida de Fe - Co. Já a fase de cor avermelhada representa a solução do Cu com os elementos Ni e Sn, conforme pode ser observado nos diagramas de fases na figura 4.6 (a e b). Segundo Li e Zhang (2011), a composição formada a base de Cu enriquecida de Sn revela que o Cu-Sn e Ni-Sn em baixa temperatura de fusão formam soluções sólidas durante o processo de sinterização dos elementos apresentados. Então, as partículas de Cobre se apresentam totalmente embebidas na matriz metálica ferrítica uma vez que não há formação de fase líquida, conforme observado no diagrama de fases (ASM Handbook, 1979), no qual na temperatura de sinterização de 800°C a solubilidade de cobre no ferro é aproximadamente da ordem de duas e meia vezes superior à do recíproco.



Figura 4.4 - Microestrutura da liga da amostra M1 observada no Confocal

A presença da fase (cristalitos) de Fe na matriz de Cu, conforme Ren *et al* (2007) e Oliveira (2010) é a resultante da interação entre Fe/Cu revela-se através de pequenas manchas escuras em sua estrutura.

Observa-se na figura 4.5 que a fase de cobre apresenta uma nova fase que possivelmente seja a fase de NiSn. Já as fases Co e WC apresentam fases metálicas, representadas pelo ponto preto, ao redor das fases de Fe e Cu.

Em relação à coexistência do cobre e ferro, segundo Gorni (2001), o cobre tem diâmetro atômico muito próximo ao do ferro; assim, esses elementos não formam compostos intermetálicos entre si. O valor máximo de solubilidade do cobre em ferro é de 2,4% a 840°C (Hornbogen, 1960); ou seja, na temperatura de sinterização da matriz do segmento, 750°C, a solubilidade do cobre em ferro foi muito baixa (menor que 2,4%).



Figura 4.5 - Microestrutura da liga da amostra M1 observada no MEV

Segundo Pacheco *et al* (2007), uma vez que a temperatura de fusão do Cu é de 1084°C, se a temperatura de sinterização fosse superior a esta de fusão, formaria uma fase líquida nos primeiros minutos de sinterização e, após esta etapa, onde havia o Cu sólido se tornaria região de porosidade, como consequência da penetração do Cu líquido nos contornos das partículas de Fe, originando o inchaço, caso que não ocorreu na amostra M1.



Figura 4.6 – Diagrama de Fases da liga (a) CuNi e (b) CuSn (Johnson, 2005)

O aspecto microestrutural dos segmentos produzidos a partir de M2 (figuras 4.7 e 4.8) apresenta um percentual de porosidade parecido com da amostra M1. Os elementos adicionados na matriz foram dissolvidos no Cu, sendo este o elemento que contêm boa solubilidade com os elementos Ni e Sn. Na amostra M2 não apresenta através da micrografia o composto de Fe – Co (fase cinza clara observada na amostra M1). Pode-observa que o índice de porosidade desta amostra é muito menor em relação à amostra M1, analisando ainda uma boa densificação entre os elementos presentes na amostra.

É importante ressaltar que o cobre funde a 1084°C e forma uma fase líquida nos primeiros minutos de sinterização, e 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 originando inchaço do sinterizado (Oliveira, 2005), fato que não houve nesta amostra, pois ocorreu após a sinterização por sólidos.



Figura 4.7 – Microestrutura da amostra M2 sem adição de diamante observada no Confocal

O aspecto microestrutural da amostra M2 (processo de trituração através do attritor) foi bem próximo ao da amostra que apenas sofreu a mistura dos metais em

pó (M1). A fase de Cu apresenta pequenas manchas em sua estrutura, que pode ser a presença de cristais de Fe nesta matriz (Ren *et al*, 2007). Enquanto que nas partículas de Fe há possibilidades de se ter soluções sólidas de Co. O efeitor do moinho attritor na microestrutura da amostra M2 em relação à amostra M1 é que os grãos estão menores e os elementos estão mais combinados, por isso há mais formação de fases. Sendo assim a porosidade apresenta melhores resultados, pois houve melhor densificação dos grãos durante a sinterização.



Figura 4.8 - Microestrutura da liga da amostra M2 observada no MEV

Nas figuras 4.9 e 4.10 pode ser observado o aspecto microestrutural da liga M3, que contêm como aditivo o  $CrB_2$  no lugar do Co. Verificou-se um aumento de fase escura na amostra, provavelmente a fase do Diboreto de Cromo que não dissolveu na liga.

Segundo estudo realizado por Bourithis e Papadimitriou (2003) o Diboreto de Cromo é um elemento endurecedor por solução sólida e que apresenta sua difusividade mais lenta é denominada de endurecedor efetivo. Sendo que este efeito favoreceu a formação de grãos alongados dos compostos após a sinterização.



Figura 4.9 – Microestrutura da liga M3 observada no Confocal

Na amostra M3 o aumento do grau de porosidade na microestrutura é evidente, e isto pode ser explicado através da não formação de compostos metálicos durante o processo de sinterização. A adição de Cromo restaura a ductilidade em temperatura intermediária (700°C), com o objetivo de aumentar a ductilidade do

composto (Almeida, 2003). Observa-se também a presença de poros esféricos e irregulares na amostra M3 apresentando o estágio final do processo de sinterização em maior quantidade em relação às outras amostras. A distribuição heterogênea da porosidade está presente em torno das partículas de Fe e Cu.



Figura 4.10 - Microestrutura da liga M3 observada no MEV

Para as ligas metálicas analisadas a estrutura foi sempre à mesma: fases sólidas de Fe e Cr em forma de partículas dispersas em toda a amostra. Sendo que houve algumas formações de compostos metálicos e também pequenas manchas escuras referentes ao WC, Co e/ou CrB<sub>2</sub> que sofreram ou não alguma dissolução nas ligas (Ren *et al*, 2007).

## IV.4 - Microanálise

As micrografias obtidas pelo MEV mostram contraste topográfico, por elétrons secundários (SE), das ligas metálicas. Eles são responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução.

A distribuição de elementos químicos em diferentes regiões das amostras (liga) foi determinada pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS),

sendo realizada microanálise de modo pontual, ao longo de uma linha e mapeamentos de raios X característicos de Fe, Cu, Ni, Sn, W,C, Co, B e Cr.

#### IV.4.1 – Matriz Metálica com Fe, Cu, Ni, Sn, WC e Co após sinterização

A figura 4.11 apresenta a imagem da microestrutura da liga obtida por MEV e a identificação das regiões onde foi realizada a análise pontual por EDS. A microestrutura da liga da amostra M1 está apresentada na figura 4.11a. Observou-se a presença de pequenos poros esféricos que segundo Oliveira (2005) representa a efetividade do estágio final do processo de sinterização no estado sólido. Também estão apresentados os espectros de emissão característica de raios X desta liga, as quais comprovam a presença dos elementos Fe, Cu, Ni, Sn, W, C e Co.

De acordo com os resultados da análise pontual observa-se que a fase cinza clara (ponto 1) apresenta uma fase com Cu-Ni-Sn, o ponto 2 apresenta uma fase de Cu-Sn, a fase mais escura representa o Fe puro e o ponto 4 apresenta a fase  $\alpha$  - Ferro (Fe-Co).



(a)



(c)



Figura 4.11 – (a) Microestrutura com a identificação das regiões de análise e Espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c) Ponto 2, (d) Ponto 3 e (e) Ponto 4.

Foi realizada na figura 4.12 a análise por EDS ao longo de uma linha da amostra M1. A análise apresentou os elementos presentes como Fe-Cu-Ni-Sn-W-C-Co, sendo observadas algumas diferenças na contagem dos elementos, comprovando a aglomeração e a insolubilidade entre alguns elementos na liga M1.

De acordo com o resultado da analise de linha, observa-se que há formação de compostos de Fe-Cu, Fe-Ni, Cu-Sn e Cu-Ni-Sn. Através da análise pode-se observar claramente a localização o W na liga que está presente entre os contornos de grão das fases presentes.



(a)







Figura 4.12 – (a) Micrografia da região de analise em linha e (b, c, d, e, f, g)
Variação de intensidade de emissão característica de raios X dos elementos
Fe, Cu, Ni, Sn, Co, W ao longo da linha em análise da amostra M1

A figura 4.13 apresenta a micrografia e os elementos encontrados na amostra M1 a partir da qual foi realizada a análise de mapeamento.



Figura 4.13 - Região analisada para verificar a distribuição computacional dos elementos Fe, Cu, Ni, Sn, W, C e Co (a) Micrografia e (b) Espectro de emissão característico de raios X da área que foi analisada.

Através do mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos para a área selecionada (figura 4.13a). Atribui-se à intensidade de maior contraste aquela região rica para um determinado elemento e para as regiões escuras, a ausência do elemento mapeado (Figura 4. 14). Pela sobreposição dos elementos mapeados, observa-se que a fase vermelha e a do elemento Fe que não possui alto valor de solubilidade, sendo assim o elemento Cu possui uma boa reatividade para a formação dos novos compostos químicos da amostra.



(b)Cu


(d)Sn



Figura 4.14 - Mapeamento por emissão característica de raios x da amostra M1 dos elementos (a) Fe, (b) Cu, (c) Ni, (d) Sn e (e) W.

A liga da amostra M2 apresentada pela figura 4.15a revela uma microestrutura com regiões ricas em Fe, Cu e Ni de forma aleatória. Para esta amostra é observada a presença de poros esféricos, que indica estágio final e a efetividade da sinterização do estado sólido (Oliveira, 2005).

Segundo Del Villar *et al*, as partículas de Cu sofrem deformação plástica proveniente da tensão aplicada durante a prensagem a quente, gerando concentrações de tensões nas soluções sólidas que induzem uma alta deformação que agem aumentando a força motriz para a densificação. É possível que este comportamento esteja ocorrendo para esta liga, uma vez que há presença de soluções sólidas (Oliveira, 2010).

A figura 4.15 apresenta imagem da microestrutura da liga obtida pelo MEV e os espectros de emissão característica de raios X deste liga, os quais comprovam a presença dos elementos.









(d)



Figura 4.15 – (a) Microestrutura da liga com a identificação das regiões de análise e Espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c) Ponto 2, (d) Ponto 3 e (e) Ponto 4.

Através dos resultados da microanálise pontual (figura 4.15), conclui-se que o ponto 1 representa uma composição química formada por Cu-Ni-Sn-Fe, o ponto 2 apresenta fase da composição de Cu-Sn, o ponto 3 apresenta uma fase de Ni-Fe-Sn e o ponto 4 apresenta a fase Ferro pura

A figura 4.16 apresenta os resultados da análise em linha da seção selecionada da imagem da microestrutura obtida pelo MEV. Foi realizada análise em linha com o objetivo de observar a aglomeração das partículas e a insolubilidade dos elementos nesta liga. É importante ressaltar que o W estava presente ao redor dos grãos e que os elementos possuem uma distribuição heterogênea, a qual mostra a interação entre eles, revelando os locais ao longo da linha em que há regiões ricas em Fe, Cu e Ni.



(a)



(b) Fe





(f) W



(g) Co

Figura 4.16 – Análise em linha da liga M2 conforme micrografia (a) e as variações de intensidade de emissão característica de raios x ao longo da linha (b, c, d, e, f, g)

Foi realizada a análise de EDS pelo método de mapeamento por emissão de raios X característicos aos elementos da amostra M2, sendo que a figura 4.17 apresenta a imagem da microestrutura (a) e o espectro dos elementos (b) contidos na região selecionada para a análise da distribuição de elementos (mapeamento).



Figura 4.17 - Região analisada para verificar a distribuição computacional dos elementos Fe, Cu, Ni, Sn, W, C e Co (a) Micrografia e (b) Espectro de emissão característico de raios x da área que foi analisada.

Através do mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu, Ni, Sn, W, C e Co, atribui-se à intensidade de maior contraste fazendo assim aquela região rica para um determinado elemento. Na figura 4.18 são apresentados os resultados do mapeamento para a amostra M2.



(a) Fe



(c) Ni



(e) W

Figura 4.18 - Mapeamento por emissão característica de raios X da amostra

# IV.4.2 – Matriz Metálica com Fe, Cu, Ni, Sn, WC e CrB<sub>2</sub> após sinterização

A liga M3 com a adição CrB<sub>2</sub> no lugar do Co apresenta regiões de microestruturas ricas em Cu, Fe e Ni e de forma bem distribuída os pontos escuros o CrB<sub>2</sub>. Para esta liga é observada a presença de pequenos poros em relação as amostra M1 e M2. A figura 4.19 apresenta a micrografia onde estão marcadas as regiões onde foi realizada a análise pontual e também estão apresentados os espectros de emissão característica de raios X dos pontos selecionados dessa liga.



(a)



(c)



Figura 4.19 – (a) Microestrutura com a identificação das regiões de análise e os pontos de espectros de emissão característica de raios X (b) Ponto 1, (c) Ponto 2, (d) Ponto 3 e (e) Ponto 4.

Pela microanálise em ponto, conclui-se que nos pontos 1 e 2 apresentam uma composição química entre Fe-Cu-Ni-Sn, no ponto 3 uma partícula de Fe e o ponto 4 representa o CrB<sub>2</sub>, que representa uma cor mais escura na amostra.

A figura 4.20 apresenta a imagem da microestrutura obtida por mev. Foi realizada a análise por EDS ao longo de uma linha, sendo que estão representadas as variações de intensidade de emissão característica de raios X de cada elemento ao longo da linha.





(b) Fe



(d) Ni





Figura 4.20 - Variação de intensidade de emissão característica de raios X ao longo da linha na região de análise da liga M3

A figura 4.21 apresenta a microestrutura e o espectro de emissão de raios x para a região de análise pelo método de distribuição de elementos (mapeamento). Os elementos encontrados nos resultados estão coerentes com os da composição da liga (amostra M3), sendo assim observa-se a interação entre os elementos Cu-Ni-Sn e os elementos Fe, W e Cr apresentam se fases pouco ou não diluídas em outros elementos.





O método de análise pela técnica de energia dispersiva (EDS) apresentam os resultados da distribuição dos elementos Fe, Cu, Ni, Sn, W, C, Cr e B. Como pode ser observada na figura 4.22, a distribuição dos elementos não é uniforme, pois há a presença de partículas livres (Fe, CrB<sub>2</sub> e WC) como também dissolução de alguns elementos, como Cu-Ni, Cu-Sn e Ni-Sn, conforme foi confirmada a formação destes compostos através da analise difração de Raios X na figura 4.3b.

Em relação ao Diboreto de Cromo observa-se que ele não reagiu com outros elementos, apresentando assim uma fase livre.



(b) Cu



(d) Sn



(f) Cr

Figura 4.22 - Mapeamento por emissão característica de raios X da amostra M3

#### IV.5 – Densidade

A tabela 4.1 mostra resumidamente as densidades teórica ( $\rho_T$ ), aparente ( $\rho_a$ ) e relativa ( $\rho_R$ ) para cada matriz metálica sem e com a adição de diamante, também foi calculada a porosidade.

		$\rho_{T(g/cm}^{3})$	$ ho_{a(g/cm}{}^3)$	ρ <sub>R (%)</sub>	Porosidade
					(%)
Sem Diamante	M1	8,39	7,47	89,03	7,2
	M2	8,39	7,74	92,25	4,7
	M3	8,35	7,27	87,06	4,6
Com diamante	M1	8,00	7,36	92,00	5,2
	M2	8,00	7,38	92,25	3,4
	M3	7,97	6,52	81,80	8,6

Tabela 4.1 – Densidades das matrizes metálicas sem e com adição de diamantes

A densidade relativa ( $\rho_R$ ) apresenta dos seguintes resultados: a) a amostra M2 sem e com a adição de diamante apresentou valores iguais em relação à densidade relativa; b) a amostra M3 sem e com adição de diamantes apresentaram a menor densidade relativa, consequentemente a porosidade aumentou, e c) os compósitos possuem menor densidade em relação a matriz sem a adição de diamante.

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

É interessante notar também o efeito benéfico da etapa de preparação da mistura utilizando-se o moinho attritor. Lembrando que as ligas M1 e M2 diferem somente no tipo de preparação da mistura, observa-se um pequeno aumento no nível de densificação. Porém, a queda observada na porosidade foi significativa, cerca de 50%.

Cabe mencionar ainda que os modelos de Furnas e Andreas mostram claramente a influência da distribuição granulométrica das partículas no fator de empacotamento. Quando existem partículas de tamanhos diferentes, o fator de empacotamento melhora consideravelmente (Guimarães, 2010).

## IV.6 – Porosidade

A utilização da intrusão de mercúrio para obter informação sobre a porosidade das amostras, nomeadamente a distribuição de tamanhos de poros, a densidade e a porosidade, remonta aos anos vinte e foi da autoria de Washburn (WEBB e ORR, 1997).

Com este objetivo, a tabela 4.2 apresenta os resultados obtidos de Porosidade e Densidade das amostras através da intrusão de mercúrio. Foi realizado ensaio nas matrizes metálicas sem e com a adição de diamantes e na amostra comercial com a finalidade de comparação com os compósitos diamantados produzidos.

	Porosidade (%)	Densidade Aparente	
		(g/ml)	
Amostra Comercial	2,91	7,92	
M1 sem diamante	10,99	6,61	
M2 sem diamante	5,73	5,14	
M3 sem diamante	24,44	7,38	
M1 com diamante	5,18	8,18	
M2 com diamante	2,28	7,92	
M3 com diamante	12,00	10,13	

 Tabela 4.2 - Resultados de porosidade e Densidade das amostras

Em relação à distribuição de tamanhos de poros, talvez a aplicação mais nobre da técnica de intrusão de mercúrio, apresenta-se nas Figuras 4.23 a 4.26 resultados típicos da curva diferencial de intrusão pelo diâmetro dos poros. O pico situado mais à esquerda, abrangendo uma gama de diâmetros compreendida entre 5 e 1 µm, corresponde, muito provavelmente, ao enchimento dos poros de maior tamanho para as amostras analisadas.

A figura 4.23 apresenta o resultado da amostra comercial, sendo que o pico que corresponde ao enchimento dos poros abrange uma gama de diâmetros compreendida entre 0,6 a 0,05 µm.



Figura 4.23 - Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da Amostra Comercial

A figura 4.24 apresenta o resultado da amostra M1 sem e com a adição de diamante. Observa-se que a figura 4.24 (a) abrange uma margem de diâmetros de poros de 2 a 0,1  $\mu$ m e na figura 4.24 (b) a margem de diâmetros de poros é de 0,8 a 0,05  $\mu$ m.





Amostra M1 (a) sem e (b) com adição de Diamante

A figura 4.25 mostra o resultado da amostra M2 sem e com a adição de diamante. Observa-se que a figura 4.25 (a) abrange uma margem de diâmetros de poros de 2 a 0,1  $\mu$ m e na figura 4.25 (b) a margem de diâmetros de poros é de 0,8 a 0,05  $\mu$ m.





Figura 4.25 - Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da Amostra M2 (a) sem e (b) com adição do diamante

O resultado do tamanho de poros para amostra M2 com a adição de diamante apresentou melhores resultados em relação à amostra comercial, obteve poros com menores diâmetros e menor valor de porosidade. Pode-se concluir que o processo de moagem da amostra contribuiu para a melhoria dos resultados alcançados quanto à porosidade do compósito.

Já a figura 4.26 apresenta o resultado da amostra M3 sem e com a adição de diamante. Observa-se que a figura 4.26 (a) abrange uma margem de diâmetros de poros de 3 a 0,1 µm e na figura 4.26 (b) a margem de diâmetros de poros é de 4 a 0,1 µm, com este resultado dos diâmetros dos poros comprova-se os resultados de porosidade da amostra na tabela 4.2.





Figura 4.26 - Intrusão incremental em função do diâmetro dos poros da Amostra M3 (a) sem diamante e (b) com diamante

A distribuição do tamanho de poros das amostras sem e com a adição de diamantes foi visualizada através das curvas da intrusão incremental de Hg em função do diâmetro dos poros. De modo geral observou-se uma distribuição relativamente pequena de tamanhos de poros nas amostras, sendo que entre elas a que obteve maior distribuição de poros foi a amostra M3 com variação de 4 a 0,1 µm.

Aldea *et al* (2000) estabelece que os microporos possuem diâmetros menores que 0,0025 µm, os mesoporos entre 0,0025 e 0,05 µm e os macroporos entre 0,05 e 10 µm. De acordo com os resultados obtidos das amostras em relação ao diâmetro dos poros gerados após a sinterização a classificação é de macroporos. Pode-se observar também a diminuição de tamanhos de poros nas amostras com adição de diamantes, isto comprova os menores resultados de porosidade e maiores valores de densidade das amostras com adição de diamantes em relação às amostras sem a adição do diamante.

## IV.7 – Análise Termogravimétrica

Os resultados da análise termogravimétrica estão apresentados nas figuras 4.27 e 4.28. A figura 4.27 apresenta os resultados da amostra sem a adição do diamante. As amostras M1 e M3 apresentam ganho de massa na faixa 0,7 e 0,6% (em peso) respectivamente. Já a mostra M2 sofreu uma perda na faixa de 1% (em peso). Observa-se que a amostra M1 até a temperatura de 300°C não ocorre

nenhuma variação de massa, a partir de 350°C ocorre um ganho de massa (0,7% em peso) crescente até a temperatura de estabilização que corresponde a 550°C. A amostra M2 de acordo com o gráfico (Figura 4.28 (b)) não possui estabilidade durante o ensaio, sendo que a perda foi crescente e chegou a ser 1% (em peso) da amostra. Já a amostra M3 apresentou ganho total de massa na faixa de 0,6% (em peso), sendo que até a temperatura de 400°C não ocorre variação de massa, a partir de 450°C a 600°C ocorre o ganho de massa até a temperatura de estabilização 650°C.



Figura 4.27 - Resultado da análise Termogravimétrica das amostras sem a adição de diamante

A figura 4.28 apresenta os resultados da análise termogravimétrica das amostras com adição de diamantes. As amostras M1 e M3 apresentaram um ganho de massa na faixa de 0,8 a 1,2 % (em peso). Já a amostra M2 não sofreu praticamente nenhuma perda de massa em relação às outras amostras com adição de diamante.



Figura 4.28 - Resultados da análise termogravimétrica das amostras com diamante

A análise termogravimétrica das amostras com e sem adição de diamantes tem como principal objetivo analisar a perda ou ganho de massa durante a temperatura de execução da ferramenta de corte. Com isso, as amostras M1 e M3 apresentaram uma estabilidade com a temperatura de 400°C sem nenhuma perda de massa, pode-se concluir que estas amostras são adequadas para a utilização em ferramentas de corte.

#### IV.8 – Análise de Resistência a Flexão

A realização do ensaio de Flexão é muito importante para analisar a resistência total das amostras para a utilização tecnológica em ferramentas de corte.

Foram ensaiadas as matrizes e os compósitos diamantados após a sinterização e para comparação foi utilizada uma amostra comercial. Como os resultados dos ensaios foram obtidas a carga máxima de ruptura e curvas de tensão x deformação.

A tabela 4.3 apresenta os valores da tensão máxima de ruptura das amostras. Observa-se que as amostras com diamantes não alcançaram valores correspondentes à amostra Industrial.

Amost	ras	Tensão de Ruptura (N)
Indust	rial	1777 ± 122
	M1	1551 ± 257
Sem	M2	1149 ± 163
Diamante	M3	1314 ± 145
	M1	1368 ± 17
Com	M2	1257 ± 66
Diamante	M3	1230 ± 215

**Tabela 4.3** – Resultados do ensaio de Flexão

Para análise das curvas de tensão e deformação foi realizada uma apreciação das características adotadas por Jonsén *et al* (2007) que apresenta a curva (figura 4.30) que descreve o comportamento mecânico dos compósitos diamantados.

A etapa 1 da figura 4.29 mostra a presença de uma curva não linear causada pela relação do suporte e da máquina. Em seguinte, a partir do ponto A, surge a etapa 2 onde existe uma relação elástica quase linear.

Aumentando-se a carga, tem-se o ponto B que se refere à deformação plástica do material e compreende a etapa 3, a qual cresce de forma estável através da amostra e da carga até atingir o valor máximo, em C. Na etapa 4, a carga diminui rapidamente com o alargamento da fratura, mostrando-se instável.



Figura 4.29 – Curva típica de força *versus* deformação para compósito diamantado (Jonsén *et al.*, 2007)

Na curva força-deslocamento apresentada na figura 4.30 do compósito diamantado comercial, houve uma deformação elástica não-linear inicial e a deformação elástica linear. Conforme Souza (1982) é possível teoricamente quer tenha ocorrido uma deformação plástica, a nível atômico.

As figuras 4.31 e 4.32 apresentam os gráficos de tensão X deformação das matrizes sem e com a adição de diamantes. A deformação inicial ocorre gradativamente a partir da aplicação do carregamento e não foi representativo nas amostras.

Observa-se que todas as amostras apresentaram deformação elástica não linear e uma deformação elástica quase linear até o início da fratura.



Figura 4.30 - Gráfico do resultado do ensaio de flexão da amostra comercial



Figura 4.31 - Análise do resultado de Ensaio de flexão das amostras sem diamante (a) M1, (b) M2 e (c) M3

Os resultados apresentados na análise dos gráficos de tensãoXdeformação das amostras sem adição de diamantes, observa-se que as amostra M2 e M3 possuem deformação abaixo de 0,6 mm para a sua ruptura em relação a amostra M1 que apresentou uma deformação de 1,2 mm, o dobro. Pode-se concluir que o processo de moagem favorece o compósito para a sua elasticidade alcançando altas resistências com menores deformações.



Figura 4.32 - Análise do resultado de Ensaio de flexão das amostras com diamante (a) M1, (b) M2 e (c) M3

Conforme analisado a figura 4.31, as amostras com adição de diamantes também obteve menores deformações para alta resistência mecânica. O CrB<sub>2</sub> ficou como fase dura espalhada na matriz, não se dissolvendo com os outros elementos, este fato contribuiu para baixar a deformação e elevando a resistência, pois a amostra ficou elástica (macia) e resistente para a utilização em ferramentas de corte.

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

As figuras 4.33 a 4.35 apresentam as macrografias das amostras na posição de ruptura das amostras com e sem a adição de diamantes.

Observam-se na amostra M1 (figura 4.33) as trincas formadas na amostra sem a adição de diamante são mais lineares em relação às amostras com adição de diamante.



(a) (b)
 Figura 4.33 – Macrografia da fratura da amostra M1 (a) fratura total da trinca sem e (b) com adição de diamante
Já as amostras M2 e M3 que passaram pelo processo de moagem apresentaram trincas mais lineares em relação às amostras sem e com diamantes adicionados a matriz.





(a) (b) **Figura 4.34** – Macrografia da fratura da amostra M2 (a) fratura total da trinca sem e (c) com adição de diamante



(a) (b)
Figura 4.35 – Macrografia da fratura da amostra M3 (a) fratura total da trinca sem e (c) com adição de diamante

#### IV.9 – Microdureza Vickers

Foram feitas medições de microdureza em 10 regiões distintas nas amostras sem a adição de diamantes.

Os resultados da microdureza Vickers, em cada região, foram determinados automaticamente pelo equipamento. As medidas de microdureza de cada região estão descritas na tabela 4.4.

	Amostra M1		Amostra M2		Amostra M3	
Pontos	Horizontal	Vertical	Horizontal	Vertical	Horizontal	Vertical
	(HV)	(HV)	(HV)	(HV)	(HV)	(HV)
1	109	130	128	142	61	82
2	106	109	135	84	64	66
3	116	91	133	115	74	119
4	131	103	138	99	51	113
5	118	146	145	99	72	149
6	139	120	137	126	91	117
7	104	90	156	94	30	105
8	140	91	132	110	86	113
Média	120	110	138	108	66	108
Desvio	14	20	8	18	19	24

Tabela 4.4 – Resultados de Microdureza Vickers

Observa- se que as medidas de microdureza em certas regiões das amostras se mantiveram próximas. Entretanto, são observadas regiões onde há uma significativa discrepância. Nota-se também que a microdureza varia de forma mais significativa no sentido vertical, figura 4.36. Lembrando que os segmentos são sinterizados "em pé" (sentido vertical), este comportamento pode ser atribuído aos gradientes de temperatura existentes no interior do molde de grafite. A presença dos gradientes desta forma afeta o processo de sinterização.

Segundo Baert (1995), se a estrutura do segmento desvia substancialmente em qualquer aspecto, ou se a densificação é incompleta, a dureza não se enquadra dentro do intervalo especificado, o que compromete as propriedades mecânicas do segmento, tal como baixa tenacidade; o que pode resultar em resistência ao desgaste e capacidade de retenção de diamantes na matriz.



Figura 4.36 – Variação da Microdureza Vickers das amostras no sentido Vertical



Figura 4.37 - Variação da Microdureza Vickers das amostras no sentido Horizontal

De acordo com Schubert e colaboradores (1998), obtém-se uma dureza elevada quando se tem redução na granulometria do pó. Observa-se que as medidas de microdureza para amostra M2 foi maior em relação à amostra M1 que não houve o processo de trituração da massa, pois dureza é conseguida pelo aumento de áreas de contato interpartículas e por melhor empacotamento das partículas, os quais foram proporcionados pelo tamanho nanométrico dos grãos após a trituração.

#### IV.10 – Ensaio de Desgaste-Abrasão

O ensaio de abrasão é o que mais se aproxima da realidade da aplicação dos compósitos diamantados. As matrizes metálicas com ou sem a utilização de diamantes foram ensaiadas a fim de verificar o desgaste por um período de 30 minutos.

Neste ensaio as amostras foram fixadas de tal forma que a base da amostra ficou em contato com a superfície do disco de granito fixado no abrasímetro, medindo a Resistência a Abrasão (RA) que é inversamente proporcional à perda de massa da amostra.

Para análise dos resultados obtidos nos ensaios, os dados foram colocados na tabela 4.5 e representados na figura 4.38 através dos gráficos de identificação da perda de massa e da resistência ao desgaste.

	Perda de l	Massa (%)	Resistência ao Desgaste		
Amostras	Sem	Com	Sem	Com	
	Diamante	Diamante	Diamante	Diamante	
Comercial		0,15		6,67	
M1	6,36	0,77	0,16	1,30	
M2	5,91	0,39	0,17	2,56	
M3	2,74	0,18	0,36	5,55	

Tabela 4.5 - Resultados de Perda de massa e Resistência aoDesgaste após teste de Abrasão



(b)

Figura 4.38 - Gráfico de (a) perda de massa e (b) Resistência ao desgaste das amostras após ensaio de Abrasão

A perda de massa das amostras com ou sem a adição de diamantes foram significativos. Pode-se observar que a perda de massa das amostras sem a adição de diamante em relação às amostras com a adição do diamante foram bem relevantes.

A amostra M1 apresentou a maior perda de massa e a menor resistência a Abrasão em relação às amostras M2 e M3 que foram passadas por um processo de moagem. Já a amostra M3 obteve resultados próximo à amostra comercial, estes resultados podem ser observados, independente do tipo de mistura utilizado, podese classificar a condição dos diamantes após a serragem de rochas em cinco tipos:

(a) Cristais emergentes: partícula de diamante recém-exposto. Neste caso, a sua capacidade de corte é pobre. Quando a superfície do ligante é desgastada, o cristal de diamante é exposto e começa a trabalhar. Se a ligação for demasiada rígida, o diamante não será facilmente exposto, levando a serra possivelmente à inutilização (ou deverá ser retirada e novamente retificada. (circulo amarelo)

(b) Cristais inteiros: partículas com faces e arestas sem danos (visíveis), realizam o maior trabalho de corte, mantendo a sua forma e que não apresente os danos superfície significativa durante o corte (círculo azul)

(c) Cristal polido. Esta partícula exibe uma área desgastada com faces lisas ou planas e arestas "arredondadas", o desgaste, muito provavelmente, sendo causado pela combinação de atrito mecânico e efeitos térmicos locais. Neste caso, sua capacidade de corte torna-se menos eficiente (círculo vermelho).



(b)

Figura 4.39 – Micrografia da amostra (a) M2 e (b) M3

(d) Cristal microfraturado. Esta partícula apresenta micro-fissuras, ou fragmentos na superfície grão, que podem ser o resultado de impacto repetido com o material serrado ou ainda fadiga. Tais cristais irão produzir novas arestas de corte afiadas e reduzir a profundidade de penetração. No entanto, eles ainda mantém a ação de corte.

(e) Cristal macrofraturado. Este é provavelmente o mais severo dos danos observado nos cristais e afeta significativamente a capacidade de corte. Num caso extremo, a serra perde a sua capacidade de corte e pode produzir fracasso.



Figura 4.40 – Micrografia da amostra M1



Figura 4.41 – Micrografia das amostras (a) M2 e M3

A classificação de *Pullout* é a cratera que aparece na superfície desgastada após o arranchamento do diamante na matriz metálica como pode ser observado na figura 42. Se o diamante é arrancado prematuramente antes de completar a sua vida útil, acarretará no desgaste muito rápido da serra.



Figura 4.42 - Pullout observado na amostra M1

De acordo com as micrografias analisadas pode-se concluir que os resultados apresentados na tabela 4.5 foram coerentes. As amostras M2 e M3 que passaram pelo processo de moagem durante a sua preparação do pó apresentaram melhor aderência ao diamante, pois a amostra M2 apresentaram cristais emergentes, inteiros e polidos e a amostra M3 apresentou os cristais emergentes e inteiros. Com isso a amostra M3 houve melhor resultado em relação a M2, pois os defeitos encontrados nos cristais são microfraturados não afeta negativamente a vida da ferramenta. A amostra M2 apresentam (figura 4.39a) cristais que podem afetar a vida da ferramenta através da formação de cristais polidos e defeitos nos cristais macrofraturados após ensaio de abrasão. E a amostra M1 que obteve o menor valor de resistência à abrasão, conforme as microestruturas analisadas nas figuras 4.40 e

4.42, os diamantes sofreram defeitos macrofraturados e microfraturados e alguns se soltaram da matriz, apresentando assim *pullout*.

É interessante notar a pequena diferença que ocorreu entre as amostras M1 e M2 que possuem a mesma composição. Esta perda de massa dos compósitos é em relação aos diamantes expostos na superfície da matriz deram continuidade à operação de corte, resultando assim em perda de matriz metálica ligante e diamantes em relação à amostra M3. Estes fatos podem ser bem entendidos quando se observam as micrografias apresentas nas figuras 4.43 à 4.45.



(a)



Figura 4.43 – Estrutura dos diamantes do compósito da amostra M1 após 30 minutos de ensaio de Abrasão





(b)

Figura 4.44 – Microestrutura compósito da amostra M2 após 30 minutos de ensaio de Abrasão





(b)

Figura 4.45 – Macrografia do compósito da amostra M3 após 30 minutos de ensaio de Abrasão

Conforme podem ser observados nas figuras 4.44 e 4.45, os diamantes estão fortemente aderidos à matriz.

Segundo Oliveira (2009), o desgaste da ferramenta diamantada é um processo contínuo, ou seja, a matriz deve ser capaz de reter os diamantes quando estes ainda apresentam capacidade de corte e ao mesmo tempo eliminá-los ou destacá-los quando estes já não estão mais aptos ao corte, para que assim surjam novas faces cortantes para dar continuidade ao processo. Então, vale reforçar que embora o *pull-out*, figura 4.42, seja considerado um modo de falha, ele é fundamental para que a ferramenta se desgaste de forma correta e proporcione trabalho de corte satisfatório. Este comportamento também pode explicar o desempenho observado nos segmentos produzidos a partir da liga M3.

Além disso, a falta de uniformidade da microdureza ao longo do segmento leva a ocorrência do efeito "cometa". O nome deste efeito é devido à observação da configuração de um núcleo e uma cauda (semelhante a um cometa) que reflete uma saliência da liga metálica não desgastada. Esse efeito é esperado para que os novos diamantes situados ao longo de toda altura do segmento venham emergir, porém a presença de um rastro pronunciado deixado na amostra não é desejado, como pode-se observar na figura 4.46, pois além de poder provocar quebra das partículas de diamantes, pode aumentar a frequência de arrancamento dos diamantes, o que pode reduzir a vida útil da ferramenta.



Figura 4.46 - Micrografia da amostra M2

# **C**APÍTULO V

# Conclusão

Esta tese de Doutorado atingiu seu objetivo principal de desenvolver novas ligas para a produção de serras industriais empregadas no corte de granito e pedra madeira.

Como conclusões mais específicas apontam-se:

- As matrizes metálicas que possuem Co como aditivo apresentaram estruturas similares, composta por uma fase de Fe e uma matriz de Cu rica em compostos químicos como: Cu, CuSn, CuNi<sub>2</sub>Sn, CuFe e Ni<sub>4</sub>Sn. O aditivo que foi utilizado na amostra M3 (CrB<sub>2</sub>) não reagiu com os elementos químicos presentes na composição da liga.
- A distribuição dos elementos metálicos Cu, Fe, Ni, Sn, W,C, Co e Cr e B é heterogênea, na qual a fase do Fe puro forma- se ilhas na matriz metálica de Cu e suas ligas.
- A técnica de preparação da amostra através de moagem/mistura dos pósmetálicos antes do processo de sinterização ajudou na densificação das amostras em relação à amostra M1 que somente passou pelo processo de mistura.
- A amostra M2 apresentou menor valor de porosidade, sendo esta observação comprovada tanto na análise metalográfica quanto no ensaio de porosidade.
- 5) A amostra M3 apresentou perda de massa e resistência ao desgaste bem próxima às do segmento comercial (com a utilização de Co na liga da matriz metálica do segmento), indicando menor desgaste durante o desempenho do corte, apesar de ter apresentado a maior porosidade.

- As propriedades mecânicas das ligas e compósitos apresentam bons resultados de resistência à flexão comparada com a do compósito comercial.
- 7) As amostras não sofrem nenhuma perda ou ganho de massa excessiva durante um processo de aumento de temperatura, conforme analisados nos resultados de termogravimetria, podendo, assim, ser utilizadas para a ferramenta de corte, pois a temperatura de corte não passa de 400°C.

#### CAPÍTULO VI

# SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- DESENVOLVER NOVAS COMPOSIÇÕES COM A UTILIZAÇÃO DO CRB<sub>2</sub>;
- REALIZAR O PROCESSO DE MOAGEM/MISTURA PARA OUTROS TIPOS DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA;
- UTILIZAR DIAMANTES REVESTIDOS NO PREPARO DOS SEGMENTOS DIAMANTADOS E TESTAR O DESEMPENHO DOS MESMOS QUANDO EXPOSTOS ÀS CONDIÇÕES SIMILARES ÀS DE CORTE, OBSERVANDO PRINCIPALMENTE O GRAU DE GRAFITIZAÇÃO.

## **C**APITULO VII

### **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

Artini, C., Muolo, M. L., Passerone, A. (2012) Diamond–metal interfaces in cutting tools: a review. J. Mater. 47:3252–3264

Azeredo, S.R. (2002) Processamento de Corôas Abrasivas do Sistema Sílica-Poliester para Aplicação no debaste de Pedras Ornamentais, p.32. LAMAV/UENF.

Bobrovnitchii, G.S., Osipov, O.S., Filgueira, M. (2003). "Some peculiarities of the diamond micro-powder sintering". International Journal Refractory Metals & Hard Materials, v 21, pp. 251-258.

Callister, W.D. (2002) "Aplicações e Processamento das Cerâmicas" em *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, Capítulo.14, LTC, 5<sup>a</sup>.Ed, Rio de Janeiro, RJ.298-300.

Chattopadhyay, A. K., Chollet, L., Hintermann, H.E. (1991) Surf Coat Technol 45:293

Chiaverine, V. (2001) "Metalurgia do Pó – Técnica e produtos". 3º edição. São Paulo. Cap. 5, pp. 109-123.

Clark, I.E.; Kamphuis, B. (2002) Cobalite HDR – A new prealloyed Matrix powder for diamond construction tools. Indusdrial Diamond Review. N.3.p.177-182.

Curioto, S., Greco, R., Pryds, N. H., Johnson, E. Battezzati, L. (2007) The Liquid Metastable Miscibility Gap in Cu-based Systems. Fluid Phase Equilibria, n.256, p.132-136.

Del Villar, M.; Muro, P.; Sánchez, J.M.; Iturriza, I.; Castro, F. (2001) Consolidation of Diamond tools using Cu-Co-Fe based alloys as metallic binders. Power Metallurgy. N.1 v.44. p. 82-90.

Filgueira, M. (2000). Tese de Doutorado. Produção de Fios Diamantados "InSitu". Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF/LAMAV. 157p.

Filgueira, N., Pinatti, D.G. (2003). "In Situ" Diamonds – part II: The Bronze 4% wheight Diamond Cutting Rope. Jounal of materiais processing. V.133. p – 132-137

GE Superabrasives (1994). Catálogo. Anexo I do Programa Materiais de Alto Desempenho – Projeto 2 – Tecnologia das Ferramentas Diamantadas, de autoria do Dr Daltro Garcia Pinatti. Tecnorte/FENORTE

German, R.M. (1985). Liquid Phase Sintering, Plenum Press, New York. . p.145-157.

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

German, R.M. (1996) Principles of Power Metallurgy. MPIF. New Jersey.

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. UFRN.

Huadong, D., Yawen, L., Hongqi, H., Zhihao, J. (1998) J Mater Process Technol 74:52

Huang, S.F., Tsai, H.L., Lin, S.T. (2004) Mater Chem Phys 84:251

Johnson, R.E. (2005) Diagramas de fases. (Online) Metais Handbook. ASTM Internacional. Disponível em: http://www.infomet.com.br (capturado em 15 de maio de 2012).

Josén, P.; Haggblad, H. A.; Sommer, K. (2007) Tensile strength and fracture energy of pressed metal powder by diametral compression test. Powder Technoology. N.176. p. 148-155.

Konstanty, J. (1991). Ther Materials Science of Stone Sawing. Industrial Diamond Review. N.1.p.28-31.

Li, C.; Robson, M.B.; Rathz, T.J.; Willians, G. (1998) Liquidus Temperatures and Solification behavior in the Copper-Niobium System. Acta Materia. N.11, v.46, p.3849-3855

Lin, C.S., Yang, Y.L., Lin, S.T. (2008) J Mater Process Technol 201:612

Massalski, T.B. (1986) Binary alloy phase diagrams, vol 1. American Society for Metals, Metals Park, OH, p 556

Mészaros, 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.

Moriguchi, H., Tsuduki, K., Ikegaya, A., Miyamoto, Y., Morisada, Y. (2007) Int J Refract Met Hard Mater 25:237

Mortense, A. (1997). *Kinetics of densification by solution-represiptation.* Acta Materiliana, v.45. p. 749-758.

Nitkiewicz, Z., Swierzy, M. (2006) J Mater Process Technol 175: 306

Oliveira, H. C. P. (2010) Influência de adições de Nióbio no sistema Ferro-Cobre para atuar como matriz ligante em ferramentas diamantadas. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Campos dos Goytacazes – RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense. UENF, 205p.

Oliveira, L. J. (2009) Mecanismos de Desgaste de compósitos metal-diamante obtidos por metalurgia do Pó. Tese (doutorado na engenharia e ciência dos materiais) – Campos dos Goytacazes – RJ, Universidade Estatual do Norte Fluminense, UENF, 113p

Oliveira, L. J.; Filgueira, m. (2009) Pérolas diamantadas obtidas por metalurgia do pó: Nacionalização da tecnologia. Revista Matéria, v.13, n.1, p.23-32.

Oliveira, L.J. (2005) Processamento e caracterização do sistema Fe-Cu-Diamante para uso em pérolas de fios diamantados. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Campos dos Goytacazes – RJ Universidade Estadual do Norte Fluminense Darçy Ribeiro. UENF, 122p.

Oliveira, L.J., Bobrovnitchii, G. S., Filgueira, M. (2007) Int J Refract Met Hard Mater 25:328

Pacheco P.D., Oliveira, L.J., Quintanilha, R., Guimarães, R.S., Filgueira, M. (2007) Obtenção de ligas Fe-Cu via metalurgia do pó: Microestrutura, Dureza e limite de escoamento. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 26, n. 3, 121-125.

Pacheco, P.D.; Oliveira, L.J.; Quitanilha, R.; Guimarães, R.S.; Filgueira, M. (2007) Obtenção de ligas Fe-Cu via metalurgia do pó: Microdureza, Dureza e limite de Escoamento. Revista Brasileira de aplicações no vácuo, v.26, n.3, p.121-125.

Park, H.H., Cho, S.J., Yoon, D.N. (1984). *Pore filling process in liquid phase sintering*. Metalurgical Transactions, v.15A. p.1075-1080.

Pieczonka, T., Kaysser, W. A., Petzoe, G. (1999) Transient liquid phase sintering of Fe-Cu-Ti compacts. Journal of Materials Processing Technology. 92 – 93. P.21 – 24.

Przyklenk, K. (1993) Diamond Impregnad tools – Uses and Production. Toolmaking. n.4.

Reis, L., Amaral, P. M., Li, B., Freitas, M., Guerra, L.R. (2008) Evaluation of the residual stresses due to the sintering process of diamond–metal matrix hot-pressed tools. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 49:226–231

Ren, H., Wang, H., Liu, Z., An, Z. (2007) Nanometer Stripe Microstructure of Supersaturated Solid Solution in Fe-Cu Alloy. Journal of Iron and Steel Research, Intercational. 14(1). P.64 – 68

Ren, H.; Wang, H.; Liu, Z.; An, Z. (2007) Nanometer Stripe Microstructure of Supersaturated Solid Solution in Fe-Cu alloy. Journal of Iron and steel Research International. 14 (1). P.64-68.

Shibuta, D. *et al* (1983). *Recovery of Diamond from Diamond Tool Scrap*. Mitsubishi Metal Corporation. Japanese Patent.

Souza, S. A. (1982) Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos teóricos e práticos. Edgard Blucher. 5ed. São Paulo, 286p.

Tolkowsky, M. (1920). D. Sc. Thesis, University of London.

Tonshoff ,H. K., Hillmann-Apmann, H. (2002) Diamond Relat Mater 11:742

Tonshoff, H. K., Hillmann-Apmann, H., Asche, J. (2002) Diam Relat Mater 11:736

Urakawa, N. (2000). Cutting Performance of Bonded Abrasive Type Diamond Wire Saw. Proc. Of the Intertech. 17 - 21 july, Vancouver/Canadá.

Villar, M., Muro, P., Sachez, J.M., Iturriza, I., Castro, F. (2001) Powder metallurgy, 44, p. 82-90.

Wang, C.Y., Zhou, Y.M., Zhang, F.L., Xu, Z.C. (2009) J Alloy Compand 476:884

Webb, S. W. (1999). Diamond retention in Sintered cobalt bonds for stone cutting and drilling. Diamond and Related Materials. V.8.pp.2043-2052

Webb, S.W. (1997) Diamnond retention in sintered cobalt bonds for stone cutting and drilling. Diamond and Related Materials, v.8, p.2043-2052.

Webb, S.W. (2000) Crystal Retention Improves ROI and Perfomance of Diamond Tools. Proceeding of the Intertech 2000. July, 17-21. Vancover/Canada.

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

Weber, G.; Weiss, C. (2005) Diamix – A family of Bonds Based on Diabae –V21. Industrial Diamond Reviw. N.2.p.28-32.

WilKs, J. Wilks, E.M. (1979). Abrasion and ear of Diamond, in J.E. Field (ed.). Properties of Diamond, Academic Press, London, p. 351-381.

Wu, Y., Funkenbusch, P.D. (2010) J Mater Science 45:251

Xu, X. (2002). Experimental Study on temperatures and Energy partition at the Diamond-Granite Interface in Grinding. Tribology International. N.34. pp. 419-426.

Yu, L.G.; Khor, K. A.; Li, H.; Pay, K. C. (2006) *Restoring WC in plasma sprayed WC/Co coatings through spark plasma sintering (SPS).* Svr. Coat. Technol. v. 182, p.

Zeren, M., Karagoz, S. (2007) Mater Des 28:1055

Zhang, Z., Sandstrom, R., Wang, L. (2004) Modelling of swelling of Fe-Cu compacts sintered at temperatures above the copper melting point. Journal of Materials Processing Tachnology, 152. P.131 – 135.

Zhang, Z.; Sandstrom, Wang, L. (2003) Modelling of swelling of Fe-Cu compacts sintered at temperatures above the copper melting point. Journal of materials Processing Technology, 152.p.131-135.