

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DIAMANTADOS
PARA APLICAÇÃO EM DISCOS DE CORTE PARA NANOGLOSS

HYAGO MARTINS DA CRUZ AFONSO

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE
DARCY RIBEIRO – UENF
CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
FEVEREIRO – 2018

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS
DIAMANTADOS PARA APLICAÇÃO EM DISCOS DE CORTE PARA
NANOGLASS**

HYAGO MARTINS DA CRUZ AFONSO

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

Orientador: Prof. Márcia Giardinieri Azevedo

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
FEVEREIRO – 2018**

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

48/2018

Afonso, Hyago Martins da Cruz

Obtenção e caracterização de compósitos diamantados para aplicação em discos de corte para Nanoglass / Hyago Martins da Cruz Afonso. – Campos dos Goytacazes, 2018.

ix, 95 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2018.

Orientador: Márcia Giardinieri Azevedo.

Área de concentração: Materiais de alta dureza.

Bibliografia: f. 87-95.

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS
DIAMANTADOS PARA APLICAÇÃO EM DISCOS DE CORTE PARA
NANOGLASS**

HYAGO MARTINS DA CRUZ AFONSO

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

Aprovado em 27 de fevereiro de 2018.

Comissão Examinadora:

Prof. Márcia Giardinieri Azevedo – LAMAV-UENF (ORIENTADORA)

Dsc. Engenharia Química

Prof. Michel Picanço de Oliveira – UFES

Dsc. Engenharia e Ciência dos Materiais

Prof. Shirlene Chagas – LAMAV-UENF

Dsc. Engenharia e Ciência dos Materiais

Prof. Luciano José de Oliveira – UFF

Dsc. Engenharia e Ciência dos Materiais.

AGRADECIMENTOS.

Primeiramente a Deus, pela vida e pela benção de estudar e trabalhar em um ambiente de conhecimento e compartilhamento como a UENF.

À minha orientadora Márcia Giardinieri de Azevedo, pelo conhecimento em engenharia de materiais e na vida em si. A sua calma e bom humor fizeram do ambiente de trabalho um ambiente leve, onde o trabalho sempre foi desempenhado com prazer.

À minha família, pelo apoio e paciência, que foram fundamentais para mais essa conquista. Em especial ao meu avô que, apesar de nunca ter ido a uma escola, sempre trouxe bom humor e sabedoria para minha vida.

À Tainá minha companheira nos momentos mais difíceis e que sempre me deu o suporte necessário.

Ao corpo técnico, sempre solícito e paciente com os desafios do dia a dia no laboratório.

À ABRASDI, pela parceria técnica e o conhecimento da indústria.

À Dsc. Ana Lúcia, minha primeira orientadora, que me ensinou o amor a ciência e a pesquisa. Além do enorme conhecimento em diamantes e sinterização, imprescindíveis na produção deste trabalho.

Ao corpo docente da UENF, com seu vasto conhecimento e paciência na hora de ensinar. Além do apoio técnico no trato dos resultados e no entendimento da ciência dos materiais.

À CAPES que financiou o projeto.

Aos meus amigos, mesmo os distantes, que me apoiam sempre e torcem por mim. Conhecer vocês me fez uma pessoa melhor e possibilitou a conquista desse desafio.

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS	iv
ÍNDICE DE TABELAS	vii
RESUMO.....	viii
ABSTRACT	ix
CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Justificativas.....	3
1.2 Objetivos	4
CAPÍTULO 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.	6
2.1 Nanoglass.	6
2.2 Produção de segmentos diamantados.....	9
2.2.1 Prensagem a Frio.....	11
2.2.2 Prensagem a Quente	12
2.3 Sinterização	13
2.3.1 Sinterização por fase líquida	15
2.3.2 Sinterização por fase sólida	19
2.4 Principais características dos compósitos diamantados	20
2.4.1 Dureza.....	21
2.4.2 Desgaste	24
2.4.3 Retenção dos cristais de diamantes pela matriz	27
2.4.4 Mecanismos de corte dos corpos de prova	30
2.6 Diamante	31
2.6.1 Propriedades principais do diamante	32
2.6.2 Grafitização do diamante	33
2.6.3 Diamante utilizados industrialmente para ferramenta de corte	34
2.7 Principais matrizes ligantes utilizadas em compósitos diamantados	35
2.7.1 Cobalite HDR	36

2.7.2 Cobalite CNF	38
2.7.3 Diabase	40
2.7.4 NEXT	41
2.8 Processo de fabricação dos segmentos diamantados na indústria	43
CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS	47
3.1 Processo de fabricação dos segmentos diamantados	48
3.2 Matéria-prima	50
3.2.1 Equipamentos e Acessórios	50
3.3 Preparação dos segmentos	50
3.3.1 Preparação das misturas com diamantes	51
3.3.2 Montagem do molde de sinterização	52
3.3.3 Prensagem a quente em prensa hidráulica industrial	52
3.4 Caracterização dos corpos de prova	54
3.4.1 Difração de raios X	54
3.4.2 Microscopia confocal a laser	55
3.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	56
3.4.4 Densidade	56
3.5 Ensaio Mecânicos	58
3.5.1 Ensaio de Flexão	58
3.5.2 Ensaio de dureza Vickers	60
3.5.3 Ensaio de desgaste	61
CAPÍTULO 4: Resultados e Discussões	64
4.1 Aspectos Gerais	64
4.2 Difração de raios X	64
4.3 Densidade e Porosidade	67
4.4 Ensaio de Flexão	68
4.5 Ensaio de Dureza Vickers	70
4.6 Ensaio de Desgaste	72

4.7 Microscopia.....	78
Capítulo 5: Conclusões	82
Capítulo 6: Sugestões para trabalhos futuros	84
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	85

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Serra circular diamantada da empresa ABRASDI. (Almeida, 2012)	2
Figura 2. O processo de solidificação de um nanoglass a base de Ge-Cu-Zr, com início no quadro à esquerda e término à direita (Adaptado de Soppu et al, 2009).	7
Figura 3. Gráfico tensão (GPa) x deformação (%) para $Cu_{64}Zr_{36}$ NG, com 3 tamanhos médios de partícula (Adaptado de Gleiter, 2013).	8
Figura 4. Designs básicos de segmentos diamantados. A camada diamantada é mostrada como a parte cinza da figura (Adaptado de Konstanty, 2003).	9
Figura 5. Fluxograma da produção de um segmento diamantado (adaptado de Konstanty, 1991).	10
Figura 6. Representação esquemática do processo de prensagem a quente. (Junior, 2013)	12
Figura 7. Efeito da temperatura de sinterização sobre as propriedades do material sinterizado. (Grupo Setorial da Metalurgia do Pó, 2009).....	15
Figura 8. Esquema das etapas da sinterização por fase líquida envolvendo uma mistura de pós (Junior, 2013).	18
Figura 9. Exemplos esquemáticos de transferência de matéria para sinterização por fase sólida (Adaptado de Hlavác, 1983).	20
Figura 10. Micrografia mostrando um diamante descolando da superfície da matriz, após processo de corte (Junior, 2013).	21
Figura 11. Dureza em função da temperatura de consolidação da matriz (adaptado de Almeida, 2012).	22
Figura 12. Variação da dureza Brinell com a porcentagem de cobre na matriz Fe-Cu (Pacheco et al, 2007).	23
Figura 13. Micrografia com as etapas de desgaste do diamante (Junior, 2013).	26
Figura 14. Formação da zona plástica ao redor da partícula durante resfriamento de matriz ligante de base Fe-Cu (adaptado de Borowiecka-Jamrozek e Lachowski, 2017).	27
Figura 15. Forças e geometria de um cristal ligado a uma matriz (adaptado de Webb,2000).....	28
Figura 16. Forças atuantes nos diamantes durante o corte, com uso de serra diamantada (Webb, 2000).	30

Figura 17. Representação esquemática da interação mecânica entre a ferramenta e a peça no momento do corte (Junior, 2013).....	31
Figura 18. Forma cubica-octaédrica dos cristais de diamante (Almeida, 2012).	34
Figura 19. Variação da dureza e da tenacidade de uma matriz metálica para diferentes granulometrias de diamantes (Moriguchi et al, 2007).....	35
Figura 20. Resultado gráfico da medição de densidade relativa da liga Cobalite HDR relacionada com a temperatura de sinterização (Clark e Kamphuis, 2002).	37
Figura 21. Relação gráfica entre dureza e a temperatura de sinterização da cobalite HDR (Clark e Kamphuis, 2002).	37
Figura 22. Resultado gráfico da medição de densidade relativa da liga Cobalite CNF relacionada com a temperatura de sinterização (Kamphuis e Serneels, 2004).....	38
Figura 23. Relação gráfica entre dureza e a temperatura de sinterização da cobalite CNF (Kamphuis e Serneels, 2004).....	39
Figura 24. Relação gráfica da dureza e da densidade em função da temperatura de sinterização para uma liga DIABASE-V21 (Weber e Weiss, 2005).....	41
Figura 25. Relação gráfica da densidade teórica com a temperatura de sinterização. (Del Villar, 2001).....	42
Figura 26. Relação gráfica da dureza com a temperatura de sinterização (Del Villar, 2001).	43
Figura 27. Fluxograma das etapas que serão realizadas para obtenção e análise dos segmentos diamantados.	47
Figura 28. Diagrama ternário do Fe-Cu-Sn para temperatura de 800°C. (Miettinen, 2008)	48
Figura 29. Moinho cônico (ABRASDI, 2016).....	51
Figura 30. Molde utilizado na prensa para sinterização (ABRASDI, 2013).	52
Figura 31. Prensa hidráulica (ABRASDI, 2016).....	53
Figura 32. Esquema padrão dos compósitos que serão produzidos, com as dimensões, aproximadas, indicadas. (Junior, 2013)	54
Figura 33. Ilustração da Lei de Bragg (adaptado de Cowley, 1975).....	55
Figura 34. Esquema da montagem do método de Arquimedes (Junior, 2013).	57
Figura 35. Esquema de peça flexionada (adaptada de Callister, 2008).	59
Figura 36. Imagem da impressão Vickers com as projeções de suas diagonais. (Medvedovski, 2001)	60

Figura 37. Politriz utilizada nos ensaios de desgaste (LAMAV/CCT/UENF).	62
Figura 38. Segmentos diamantados produzidos na ABRASDI.....	64
Figura 39. Difratoograma das amostras com diamante, onde D é o pico do diamante e os metais estão representados pelos seus símbolos.	65
Figura 40. Gráfico de desgaste para nanoglass, com a perda de massa (%) pelo tempo (min) para as diferentes amostras.....	72
Figura 41. Micrografias, aumento de 5x, obtidas em confocal de 3 amostras com mesma composição. (a e b) 1.1, (c) 1.2, (d) 1.3.....	74
Figura 42. Micrografias, aumento de 5x, obtidas em confocal de 3 amostras com mesma composição. (a) 2.1 em preto e sem diamante, (b) 2.1, (c) 2.2, (d) 2.3	76
Figura 43. Micrografias, aumento de 5x, obtidas em confocal de 3 amostras com mesma composição. (a e b) 3.1, (c) 3.2, (d) 3.3.....	77
Figura 44. Micrografias no aumento de 40x retiradas no MEV das amostras: b1 (a), b2(b e c) e b3 (d).....	79
Figura 45. Micrografias no aumento de 100x retiradas no MEV das amostras: 1.1 (a), 1.2(b e c) e 1.3 (d).....	80
Figura 46. Micrografias no aumento de 100x retiradas no MEV das amostras: 2.2(b) 3.1(c) e 3.3 (d) e uma micrografia no aumento de 180x sendo a 2.1 (a).....	81

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Propriedades fundamentais do diamante. (Junior, 2013)	32
Tabela 2. Tempo e temperatura de grafitização de um monocristal octédrico de diamante (adaptado de Evans, 1962).	33
Tabela 3. Classificação das ligas DIABASE segundo sua composição (Weber e Weiss, 2005).	40
Tabela 4. Classificação das ligas NEXT de acordo com suas composições (Del)	42
Tabela 5. Concentração típica versus a densidade de diamantes em ferramentas de corte.	44
Tabela 6. Quantidade de cada tipo de segmento e porcentagem de cada granulometria de diamante para cada compósito.	49
Tabela 7. Fichas JCPDS utilizadas para leitura do difratograma no software XPert High Score.....	66
Tabela 8. Densidade relativa das amostras com diferentes blendas de diamante....	67
Tabela 9. Tensão de escoamento média e seu respectivo desvio padrão para cada grupo de amostras	69
Tabela 10. Modulo de elasticidade para cada um dos grupos de amostra	70
Tabela 11. Valores de Microdureza Vickers para cada uma das regiões da amostra sem diamantes	71

RESUMO

Resumo da dissertação apresentada ao CCT – UENF como parte dos requisitos para obtenção do grau de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DIAMANTADOS PARA APLICAÇÃO EM DISCOS DE CORTE PARA NANOGLOSS

HYAGO MARTINS DA CRUZ AFONSO

Fevereiro de 2018

Orientadora: Dsc Márcia Giardinieri de Azevedo

Compósitos constituídos por partículas de diamante embebidas em uma matriz metálica são empregados para corte ou desgaste de materiais. O alto desempenho da ferramenta durante o corte é fortemente dependente da força da ligação entre a matriz e os diamantes. Neste estudo foram produzidos segmentos diamantados para aplicação em um disco de corte de matriz metálica com adição de diamantes para corte de nanoglass, de alto desempenho. Sendo produzido por metalurgia do pó, os segmentos apresentam matriz metálica Fe68%-Cu26%-Sn5,6% com adição de diferentes granulometrias de diamantes. Este pó será misturado em misturador industrial e compactado em matriz de grafite para posterior sinterização sob pressão de 34Mpa, temperatura de 800°C e tempo de 9 minutos. Os compósitos foram caracterizados com relação a microestrutura e as propriedades mecânicas e físicas. Micrografias foram obtidas e observou-se baixa aderência do diamante a matriz metálica, sendo a amostra com diamantes de menores granulometrias a que menos sofreu *pull-out*. Quanto a dureza a matriz metálica teve seus valores variando 112-247HV, mostrando que o corte é realizado completamente pelo abrasivo. As amostras apresentaram densificação média relativa de 90%, indicando que ocorreu boa sinterização do material, além disso, o segmento apresentou baixa porosidade, com média de 1,75%, a granulometria dos diamantes não teve grande influência neste resultado. O segmento se mostrou tenaz e confiável, suportando tensões de aproximadamente 400 Mpa, nas amostras diamantadas. Apesar de não apresentar boa aderência o segmento pode ser aplicado em serras para corte de nanoglass, com melhorias no processo.

ABSTRACT

Abstract of the dissertation presented to CCT – UENF as part of the requirements for obtaining of Master Degree in Engineering and Materials Science

Obtainment and characterization of Diamond composites in order to apply it in cutting discs for nanoglass

HYAGO MARTINS DA CRUZ AFONSO

February, 2018

Advisor: Dsc Márcia Giardinieri de Azevedo

Composites composed of diamond particles embedded in a metal matrix are used in the machining of materials. The high performance of the tool during cutting is strongly dependent on the strength of the bond between the die and the diamonds. The purpose of this study is the production of a high performance nanoglass cut diamond metal matrix cutting disc. The processing technique in which the segment will be produced is powder metallurgy. The metal matrix of this project, made of Fe-Cu-Sn with addition of different sizes of diamonds, will go through the mixing process. This powder will be compacted in graphite matrix for further sintering under pressure of 34MPa and temperature of 800°C and these conditions are maintained for about 5 minutes. The composites were characterized in relation to the microstructure and the mechanical and physical properties. Scanning Electron Microscopy micrographs were obtained and good adhesion of the diamond to the metallic matrix was observed. The microhardness of the material was tested using a durometer and a low metal matrix hardness (112-247HV) was observed, indicating that the cutting is performed completely by the diamond, thus achieving a higher quality cut. The samples presented average densification of 90%, indicating good sintering of the material, in addition, the segment presented low porosity, with an average of 1.75%. At the end of this work it is expected to obtain as a product a diamond saw for cutting synthetic materials, such as nanoglass, super nanoglass and marmoglass. The segment was tenacious and reliable, supporting tensions of approximately 400 Mpa, in the diamond samples. Oxide formation during thermogravimetry was minimal, ensuring good work at high temperatures.

CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO

O avanço da ciência é uma realidade em várias áreas de conhecimento, levando a novas descobertas e a tecnologias cada vez mais eficientes. No campo da ciência dos materiais, há um apelo, cada vez maior, para materiais com melhores propriedades, mais baratos e que degradem minimamente o meio ambiente. Partindo desses princípios uma gama de novos materiais estão sendo desenvolvidos para uma grande variedade de funções (Dideikin et al., 2017).

Os materiais compósitos, por sua vez, estão na vanguarda do avanço tecnológico, devido à natureza deste tipo de material. O mesmo consiste na combinação de materiais de diferentes propriedades, formando um novo material que além de apresentar propriedades inerentes de ambos os constituintes, também exibe propriedades intermediárias, provenientes da formação de uma região interfacial (Callister, 2008).

Dentre os compósitos há um destaque para as ferramentas diamantadas, ou seja, compósitos de matriz metálica com inclusão de diamantes. Este destaque se dá devido à dureza do diamante, o que torna este um material de alta eficiência na usinagem, contudo, o diamante é fragil, clivando em seu plano de maior densidade atômica mesmo quando submetida a tensões menores que sua tensão de ruptura. Assim se faz necessário embutir o diamante em uma matriz com resistência mecânica adequada para que o diamante perca sua capacidade de corte antes de ser destruído. A ferramenta diamantada apresenta como principais propriedades a alta resistência mecânica, baixa condutividade térmica e alta estabilidade química (Meihua et al., 2015).

Dentre essas ferramentas, a serra circular diamantada apresenta bom apelo comercial, devido ao custo de fabricação e a simplicidade do processo. A serra diamantada consiste de dois elementos: um centro metálico, comumente de aço, também chamado de alma, e segmentos de um compósito, que combina a resistência da matriz metálica com a dureza do diamante incorporado. Na Figura 1 pode ser observada uma serra circular diamantada da empresa ABRASDI, onde o número 1 em vermelho indica a alma, enquanto o 2 representa o segmento (Junior, 2013).



Figura 1. Serra circular diamantada da empresa ABRASDI. (Almeida, 2012)

Para a manufatura da serra se produz a alma separada dos segmentos, sendo a união destes componentes feita por soldagem. Enquanto a alma é facilmente produzida, pois consiste de aço com pouca ou nenhuma inclusão, os segmentos merecem maior atenção. Para que se forme um único material compósito a matriz metálica e o diamante devem apresentar boa aderência. A forma mais comum de fabricação destes segmentos é através da metalurgia do pó, podendo ser de duas formas: prensagem a frio, onde o pó do material final é prensado a frio, para tomar a forma do segmento e compactar o mesmo, com seguinte sinterização; e prensagem a quente, a compressão do pó se dá junto com a sinterização, tornando o processo mais rápido, porém deve-se ter melhor controle dos parâmetros, pois falhas podem levar a perda do produto (Del Villar, 2001).

A seleção dos materiais que compõe a matriz deve ser feita avaliando a compatibilidade química, a resistência mecânica, além da dureza. Outro fator determinante na seleção é o material a ser trabalhado, dependendo deste, as condições de corte e o tipo de ferramenta podem ser alterados e, conseqüentemente o compósito adequado também. Logo, para materiais mais duros e resistentes, usa-se ferramentas mais duras (Dhokey *et al*, 2012).

O material a ser cortado no presente trabalho é o nanoglass que é definido como um sólido não cristalino composto de aglomerados vítreos manométricos conectados por interface vidro-vidro de densidade reduzida. É um material relativamente novo, a primeira vez que se produziu o mesmo foi 1989, em uma tentativa de se produzir

sólidos com estruturas manométricas através do alto controle da solidificação, com auxílio de um gás inerte. O principal objetivo deste estudo era a obtenção de um vidro metálico de alta resistência mecânica (Weissmüller et al., 1992).

Outro fator que impulsionou a pesquisa de nanoglass é a possibilidade de se mudar as propriedades mecânicas através de tratamentos químicos e térmicos, algo antes exclusivo para materiais cristalinos (Gleiter, 2013).

Os nanoglass podem ser metálicos ou cerâmicos. Os nanoglass metálicos são aplicados em vidros de alta resistência, onde seja necessário grande aporte de calor, ou ainda como reservatórios de hidrogênio para combustível de pilhas de alto rendimento, além do uso como transistores quânticos. Enquanto os nanoglass cerâmicos são usados como revestimento na construção civil, devido a sua alta resistência mecânica, dureza e baixa reatividade química. A diferença entre os dois tipos de nanoglass é a matéria-prima, o nanoglass metálico é produzido a partir de metais como ferro, ouro, escândio e germânio, enquanto o nanoglass cerâmico é produzido a partir de pó de pedras ornamentais, fundentes e aglutinantes (Xu et al., 2018).

No ramo da construção civil e decoração o nanoglass cerâmico é utilizado em larga escala como um revestimento cerâmico de alta qualidade. Há também uma classificação dos nanoglass cerâmicos quanto a quantidade de fundente: um marmoglass apresenta menos fundente e mais poros, o nanoglass é intermediário, e o super nanoglass contém mais fundente e virtualmente nenhum poro. Esses três compostos têm aparência similar, contudo seu acabamento é mais refinado quando há menor quantidade de poros (Menezes et. al, 2002).

A estrutura vítrea de alta densidade do nanoglass exige que a ferramenta de corte para este material seja muito dura e resistente, pois o nanoglass é mais duro que os revestimentos cerâmicos mais comuns. Sendo assim é necessário uma ferramenta diamantada com segmento de alta resistência mecânica, boa adesão dos diamantes e com alta abrasividade (Wang et al., 2016).

1.1 Justificativas

Na região do Noroeste Fluminense e Sul Capixaba há um mercado aquecido de revestimentos cerâmicos, principalmente devido a extração de rochas ornamentais

nas cidades de Cachoeiro do Itapemirim (ES) e Pádua (RJ), sendo assim ferramentas para o tratamento dessas rochas se faz necessário.

Segundo a ANFACER – Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimento, o Brasil é o segundo maior produtor de revestimento cerâmico. Em 2016, foram produzidos 792 milhões de metros quadrados para uma capacidade instalada de 1.048 milhões de metros quadrados. As vendas totais atingiram 800,3 milhões de metros quadrados, dos quais 706 milhões de metros quadrados foram vendidos no mercado interno e 94,3 milhões de metros quadrados exportados. Mostrando que este é um mercado aquecido em todo o Brasil.

Contudo o nanoglass é um revestimento cerâmico mais duro e resistente que as rochas ornamentais mais comuns, o que também o torna bem mais caro. Essas propriedades levam ao encarecimento deste produto, além de difícil corte utilizando as mesmas ferramentas que as das rochas comuns, levando ao desgaste prematuro dessas ferramentas. A superfície do nanoglass é polida e resistente, sendo difícil o corte do nanoglass sem que haja identações nessa superfície. A fim de realizar um corte de melhor qualidade e de maior eficiência novas ferramentas devem ser desenvolvidas.

As ferramentas, comumente, utilizadas no Brasil para corte de nanoglass são de tecnologia estrangeira, com alto custo além de apresentar, normalmente, em sua composição o cobalto que tem beneficiamento tóxico. O presente projeto apresenta uma nova opção de ferramenta, com tecnologia nacional e matriz Fe-Cu-Sn.

1.2 Objetivos

A presente pesquisa tem como objetivo a produção de segmentos diamantados com matriz Fe-Cu-Sn, para aplicação em serras circulares que serão utilizadas para o corte de nanoglass. Para tanto certas propriedades deste compósito devem ser avaliadas.

O segmento produzido deve ser denso, ou seja, baixa ou nula existência de vazios, sendo assim a densidade relativa deve ser o mais próximo possível de 100%. A resistência mecânica deve ser tal a ponto do diamante não sofrer prematuro pull-out nem causar fratura no compósito durante as possíveis trepidações da ferramenta. A dureza da matriz deve ser relativamente baixa, pois o corte deve ser realizado inteiramente pelo abrasivo, diamante. As presenças de óxidos e carbeto devem ser evitadas, esses compostos fragilizam o segmento e causam defeitos. O segmento

deve sofrer o mínimo de desgaste possível, de forma a se desgastar somente após os diamantes perderem sua capacidade de corte. O segmento, também, deve ser o mais homogêneo possível, pois diferentes fases levam a diferentes propriedades, tornando o compósito menos confiável.

CAPÍTULO 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.

2.1 Nanoglass.

Marghussian (2015) explica que a nanotecnologia consiste em manusear os átomos e as moléculas dos materiais de forma a obter estruturas na ordem de nanômetros. Essa nova tecnologia foi possível graças ao avanço no controle de processos térmicos possibilitando o desenvolvimento de novos materiais, como o nanoglass. Há diversos processos para obtenção de nanoglass, sendo todos capazes de reagir a matéria-prima e depositar este produto de forma que uma estrutura densa vítrea se forme, isto é possível graças ao controle da deposição em alta temperatura. Sendo assim o produto obtido é um material durável, que pode ser ou não transparente, dependendo da matéria-prima. O nanoglass obtido não apresenta poros, além de apresentar ótimas resistência mecânica.

No campo científico os nanoglass metálicos vem ganhando muito destaque como condutores elétricos e vidros de alta resistência mecânica, principalmente devido a suas propriedades magnéticas. Comumente usa-se o nanoglass combinado com outros vidros metálicos ou mesmo ligas metálicas, a fim de melhorar suas propriedades mecânicas, fato decorrente das suas interfaces vidro-vidro muito frágeis (Hu et al., 2017).

A produção de nanoglass se dá de 3 formas: condensação por gás inerte (mais usado), espalhamento por magnetron e deformação plástica severa. A técnica por condensação se dá pela evaporação, ou pelo espalhamento de partículas que formarão o nanoglass com conseqüente deposição em uma pastilha com aplicação de alta pressão (aproximadamente 5 GPa). A técnica que utiliza o magnetron atualmente se limita a nanoglass a base de ouro, mas obtém resultados muito próximos aos da condensação por gás inerte. Já a deformação plástica severa é a menos eficiente das técnicas. Um moinho de alta energia e eficiência é necessário para a obtenção de partículas nanométricas que serão ligadas somente por deformação ainda no moinho, essa técnica costuma produzir grãos vítreos arredondados, o que modifica as propriedades do nanoglass, aumentando sua elasticidade e diminuindo sua dureza, deixando a técnica como última opção para produção de nanoglass (Gleiter, 2013).

O que determina as propriedades do nanoglass é sua estrutura densificada, ou final. Essa estrutura consiste de pequenos grãos vítreos de maior densidade com espaços menos densos entre eles. O controle da estrutura e da forma como o material se solidifica é determinante, logo a temperatura que ocorre o processo e o tamanho de partícula da matéria-prima são de extrema importância, pois estes parâmetros tem alta influencia na sinterização. O controle deve ser extremo, pequenas mudanças na temperatura podem formar compostos cristalinos ou mesmo liga entre as matérias-primas, inviabilizando a estrutura vítrea nanométrica.

Sopu e colaboradores (2009) avaliou a dinâmica molecular durante a solidificação de um nanoglass a base de Ge-Cu-Zr. Na figura 2 o movimento dos átomos de Ge é apresentado, com a respectiva densidade da fase em questão. A temperatura e pressão de trabalho foram, respectivamente, 300K e 5GPa.

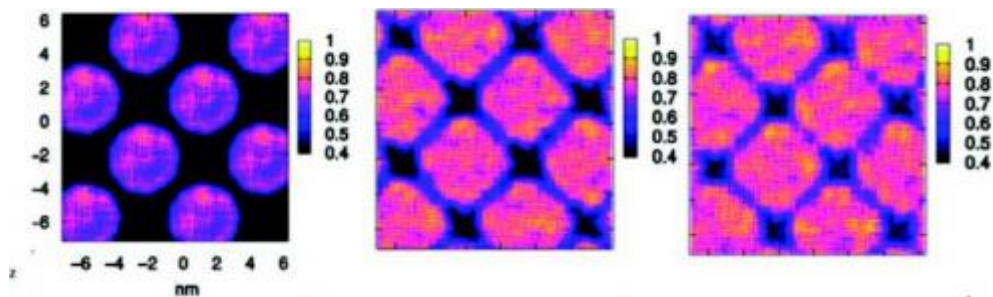


Figura 2. O processo de solidificação de um nanoglass a base de Ge-Cu-Zr, com início no quadro à esquerda e término à direita (Adaptado de Sopu et al, 2009).

Na Figura 2 fica claro o aumento na densidade do nanoglass ao decorrer do processo, além da diminuição no tamanho dos poros, até a ordem de alguns nanômetros. Esse comportamento que confere as propriedades mecânicas tão desejadas do nanoglass.

A fim de se obter uma leitura clara das propriedades mecânicas de um composto com estrutura vítrea nanométrica, um nanoglass de composição $\text{Cu}_{64}\text{Zr}_{36}$ foi produzido por Gleiter e colaboradores (2013) com diferentes tamanhos de partícula. Sendo assim é possível avaliar a influência do tamanho de grão no gráfico tensão x deformação deste material, através da observação da figura 3.

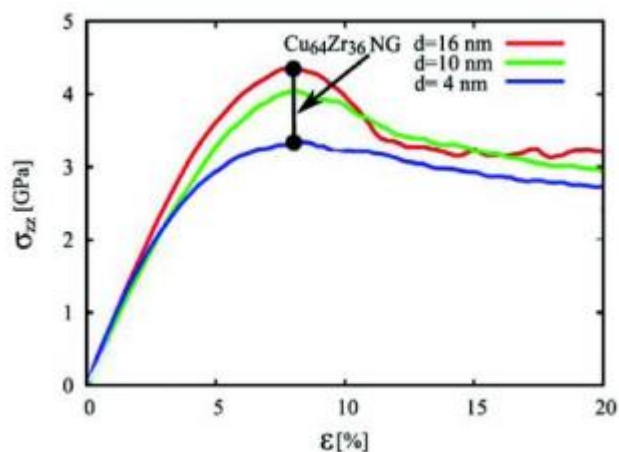


Figura 3. Gráfico tensão (GPa) x deformação (%) para Cu₆₄Zr₃₆ NG, com 3 tamanhos médios de partícula (Adaptado de Gleiter, 2013).

Na figura 3 algumas conclusões podem ser feitas, maior tamanho de partícula levou a maior resistência mecânica, fato que pode se dar devido a menor quantidade de espaço vazio entre as partículas, ou seja, maior densificação do material.

Mas deve-se salientar que o nanoglass comercial, ao contrário do apresentado por Soppa e colaboradores, não é feito de pós metálicos, mas sim de resíduos de rochas ornamentais com fundentes e coagulantes. Apesar da matéria-prima ser muito similar a utilizada em cerâmicas brancas, a maior diferença se dá na quantidade e na qualidade do fundente utilizado, o mesmo deve ser uma hidroxila pura e altamente reativa para produzir nanoglass. Devido a sua porosidade próxima de zero sua aplicação em revestimento de parede e piso, desenvolvimento de bancadas e lavatórios de banheiro, assim como bancadas de cozinhas, é muito desejada. Sobre as propriedades técnicas do nanoglass cerâmico, as empresas desenvolvedoras apontam que, na Escala Mohs, o nanoglass atinge o número 7 e tem resistência mecânica variando de 300-400Mpa. Unindo as propriedades mecânicas a sua estabilidade química e resistência térmica o nanoglass vem se tornando um produto cada vez mais usado (Zanotto, 2010).

Quando se faz uso do nanoglass é para pisos, revestimentos e porcelana, sendo assim o corte no nanoglass deve apresentar as dimensões requisitadas com pouca variação bem como a superfície polida, que o protege de arranhões e ataques químicos, característica desse revestimento artificial. Apesar das propriedades ótimas o preço acaba o tornando um produto que necessita maior investimento com preços de m² variando entre R\$1000,00-1700,00. Este preço é explicado pela durabilidade

do produto que se mantém com uma superfície branca e polida, mesmo em situações adversas, como ataques químicos ácidos ou arranhões de quartzo. Como um produto com maior valor agregado uma ferramenta de alto rendimento se faz necessária (Menezes et al., 2002).

2.2 Produção de segmentos diamantados

O processo mais comum para produção de segmentos metálicos diamantados se dá pela Metalurgia do Pó (MP), onde uma mistura entre os cristais de diamante e o pó metálico são consolidados para formar uma ferramenta. As formas básicas destes segmentos são mostradas na figura 4. O produto final pode apresentar uma das formas a seguir ou uma combinação destas. Sendo assim, o custo varia com a complexidade do segmento e a matéria-prima (Konstanty, 2003).

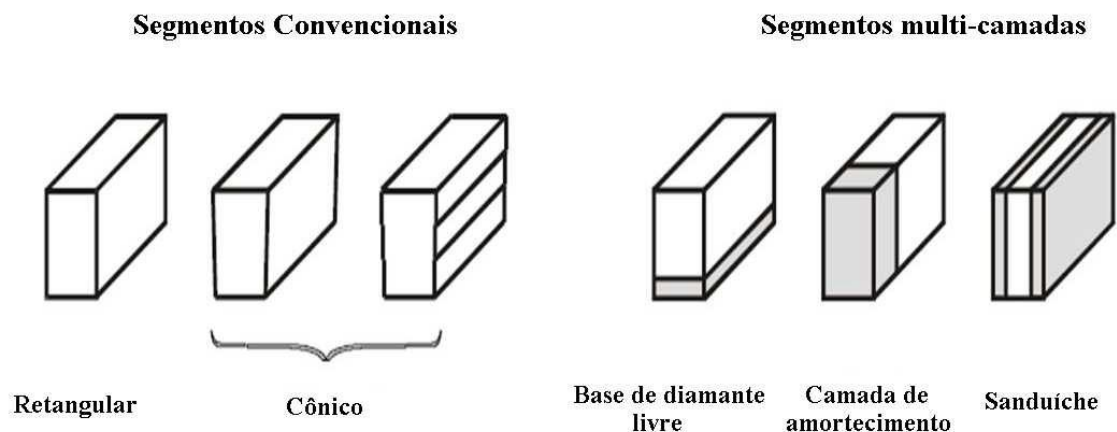


Figura 4. Designs básicos de segmentos diamantados. A camada diamantada é mostrada como a parte cinza da figura (Adaptado de Konstanty, 2003).

Os segmentos diamantados podem apresentar diferentes propriedades, dependendo de sua aplicação. Dentre as mais comuns estão: dureza, tenacidade, resistência à flexão, resistência do gume, resistência a quente, estabilidade química, baixa difusão de átomos, baixa condutividade térmica (Junior, 2013).

Há diversas formas de produção pela Metalurgia do Pó, na Figura 5 um fluxograma do processo, normalmente, utilizado para produção de segmentos diamantados, pode ser observado.

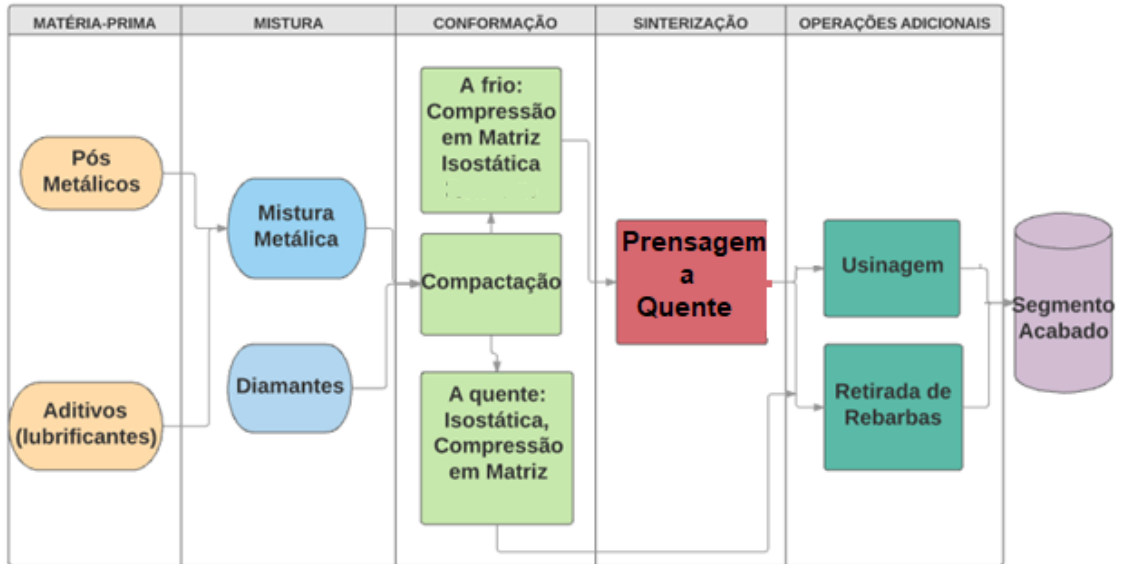


Figura 5. Fluxograma da produção de um segmento diamantado (adaptado de Konstanty, 1991).

Para produção da matriz ligante, primeiro se mistura os diferentes pós em um misturador. Nesta etapa pode se fazer uso de lubrificantes para evitar formação de poeira, prevenir segregação quando o pó da matriz for manuseado, aglomerar o pó e gerar menos atrito durante a posterior prensa. A temperatura de sublimação do lubrificante deve ser levada em consideração, o mesmo não deve estar presente no produto final, podendo criar poros e outros defeitos no segmento final. A mistura é geralmente preparada em um moinho rotativo industrial (Oliveira *et al.*, 2009).

Com a matriz ligante já preparada, os diamantes foram adicionados. As granulometrias foram variadas de 40/50 até 140/170 mesh. Foram utilizados diamantes comerciais de alta qualidade, cujas propriedades atendem os pré-requisitos para aplicação em corte de rochas ornamentais. Através da tabela 1, que mostra a relação entre diferentes concentrações e densidades de diamante, pôde-se calcular a concentração de diamantes ideal para a aplicação desejada, que no caso do presente estudo é de 30 (GE Superabrasives, 1994).

Após a obtenção do segmento com composição final há a conformação do mesmo em seu formato final. Esta prensa pode ser a quente, com sinterização do segmento, ou a frio, onde há a manufatura do “corpo verde”, no último caso há ainda a posterior sinterização do corpo. A prensagem a frio é realizada em uma prensa hidráulica de dupla ação com pressões até 200Mpa. O corpo compactado é inserido na prensa a quente onde é sinterizado a altas pressões e altas temperaturas (Konstanty, 2007).

Para a produção de segmentos diamantados para discos de corte ou serra é mais comum a rota de prensagem a quente, devido a versatilidade e a velocidade desta rota. O processo ocorre quando o pó preparado é inserido no molde de alta resistência de grafite através de um dosador, este molde pode ser de apenas uma peça, como também de diversas, dependendo do tamanho das mesmas e da câmara da prensa a quente. O aquecimento nessas prensas se dá pela passagem de corrente através do molde, que agindo como resistência, transforma a energia elétrica em calor (Konstanty, 2013).

2.2.1 Prensagem a Frio

A prensagem a frio atua como processo opcional na produção de segmentos pela metalurgia do pó. Normalmente, se dá como uma operação anterior a prensagem a quente ou sinterização. Como vantagem há a redução de desgaste do molde de grafite, utilizado na prensagem a quente, aumentando, conseqüentemente, a eficiência do molde, que suporta mais ciclos de prensagem a quente com os segmentos já moldados do que com o pó bruto. Caso o segmento produzido seja de multicamadas, a operação de prensagem a frio é mandatória. Geralmente a prensagem a frio se dá em moldes de aço com aplicação de pressões médias ou baixas (Junior, 2013).

Há duas rotas para a prensagem a frio de forma industrial. Em indústrias mais modernas há balanças de precisão e dosadores de pó acopladas a prensa, de forma a otimizar a adição de diamantes a matriz. Em prensas contemporâneas o princípio de enchimento volumétrico é utilizado. Enquanto as prensas convencionais gravimétricas são mais flexíveis, possibilitando a fabricação de pequenas quantidades de segmento. Equipamentos volumétricos apresentam maior investimento inicial, contudo é a opção das grandes indústrias de produção de segmentos, pois apresenta

de 3 a 4 vezes maior eficiência, maior vida útil e menor consumo de consumíveis (Almeida, 2012).

2.2.2 Prensagem a Quente

A prensagem a quente consiste na aplicação simultânea de calor e pressão de forma a se obter um produto potencialmente livre de porosidade interna. Comparado com a rota convencional de prensagem a frio seguido de sinterização, a prensagem a quente requer menor tempo de prensa (2-3 minutos) e temperaturas menores, porém sobre uma tensão compressiva, atingindo maior nível de densificação (Konstanty, 2003).

Devido à resistência limitada dos diamantes sintéticos disponíveis à elevadas temperaturas, bem como a demanda crescente por propriedades mecânicas otimizadas da matriz, a velocidade do processo de prensagem a quente tem tornado cada vez mais utilizada na produção de segmentos diamantados (Almeida, 2012).

Como pode ser observado na Figura 6, prensagem a quente é comumente realizada usando-se filamentos de alta resistência elétrica com molde de grafite ou aço, dependendo da temperatura máxima de prensa. O molde de grafite tem uso mais difundido, devido à resistência a maiores temperaturas, maior eficiência, além de proteger a matriz ligante e o diamante da oxidação. A proteção dada pelo molde é atribuída a formação de uma atmosfera de CO/CO₂ (Konstanty, 2003).

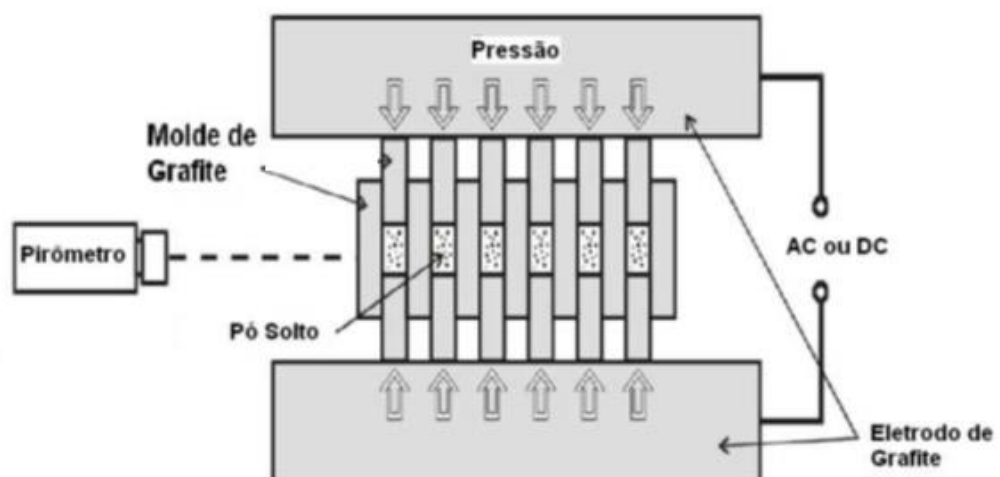


Figura 6. Representação esquemática do processo de prensagem a quente. (Junior, 2013)

A prensagem a quente prévia a sinterização tem sido cada vez mais utilizada na indústria. Antes da sinterização o pó no molde é pressionado a uma pressão a baixo da de sinterização e é aquecido até a temperatura de sinterização. Dessa forma, há melhor compactação do pó e menor desgaste da prensa, pois quando a mesma atua sobre o pó em altas pressões o ultimo já está amolecido devido a alta temperatura aplicada (Alizadeh et al., 2017).

Durante a prensagem a quente ocorrem simultaneamente a conformação do compósito em segmento e a sinterização do mesmo, que consiste na união das partículas de forma a se obter um corpo único e sem poros.

Como esta é a rota escolhida para obtenção dos segmentos, um estudo mais aprofundado sobre sinterização se faz necessário.

2.3 Sinterização

Partículas prensadas de forma a estarem extremamente próximas com temperaturas próximas de seu ponto de fusão são ligadas, de forma a se tornar um único corpo, por sinterização. A sinterização pode ocorrer em uma gama de temperaturas, contudo é acelerada pela proximidade da temperatura ao ponto de fusão das partículas (German et al., 2009).

A força motora da sinterização é a diminuição da energia interfacial total da mistura. A superfície das partículas apresenta quantidade considerável de defeitos estruturais e de ligações rompidas. Quando se compara a energia superficial com a energia interna, a primeira é muito superior. Todos os sistemas tendem a um estado de menor energia, e essa grande diferença entre as energias interna e externa, leva o sistema a sinterizar. Como a área de superfície do sistema como um todo é a soma da área de superfície de todas as partículas, pode-se deduzir que há um potencial de sinterização muito maior, quando as partículas do sistema são menores (Kang, 2005).

Durante a sinterização a mudança na energia interfacial é devido a densificação enquanto a mudança na área interfacial é devido ao aumento do tamanho de grão (Kang, 2005).

As principais variáveis que determinam sinterabilidade e a microestrutura sinterizada de um pó compacto podem ser divididas em duas categorias, variáveis do material e variáveis do processo. As variáveis relacionadas aos materiais são, também, composição química do pó, granulometria do pó, distribuição da

granulometria do pó, grau de aglomeração do pó. A compressibilidade do pó e a sinterabilidade (densificação e crescimento do grão) são influenciadas pelas propriedades do material. Quando mais de um pó é usado a homogeneidade tem um papel fundamental. Para alcançar uma perfeita homogeneização novas técnicas estão sendo utilizadas, como sol-gel e coprecipitação. Já as variáveis dependentes do processo são em sua maioria termodinâmicas, como temperatura, tempo, atmosfera, pressão, taxa de variação da temperatura. Diversos estudos foram conduzidos a fim de examinar os efeitos da temperatura e do tempo na sinterização de pós, contudo, o processo real se mostra muito mais complicado e importante do que as pesquisas indicam (Fang, 2010).

Apesar de não consolidada a teoria da sinterização pode ser dividida em seis etapas distintas e não necessariamente sequenciais, sendo: soldagem inicial das partículas, crescimento de pescoço e diminuição da área superficial, arredondamento dos poros, fechamento dos canais que interligam os poros, contração dos poros e densificação, coalescimento e crescimento dos poros (Gupta et al., 2018).

Na primeira fase da sinterização formam-se ligações devido a difusão atômica dos grãos adjacentes, formando-se os pescoços, mas sem densificação. Com o aumento da temperatura há maior formação de pescoços. Segue-se para a etapa de fechamento de poros e arredondamento dos mesmos, neste estágio há deformação da peça. A temperaturas ainda maiores os poros se contraem, o volume da peça diminui e ocorrem mudanças nas propriedades mecânicas, tem início o crescimento de grão. Este estágio é determinante para se obter as propriedades finais desejadas. No último estágio poros pequenos e isolados são eliminados, além do crescimento de poros maiores. (Grupo Setorial da Metalurgia do Pó, 2009)

A relação entre temperatura ou tempo com as propriedades finais ainda não pode ser completamente explicada, contudo, diversos estudos na área avaliaram certas mudanças no produto final causadas por esses parâmetros. Na figura 7 é mostrado um gráfico genérico que relaciona o aumento ou o decréscimo de certas propriedades de acordo com a temperatura de sinterização. Estes valores podem ser diferentes dependendo do material a ser sinterizado e do tempo.

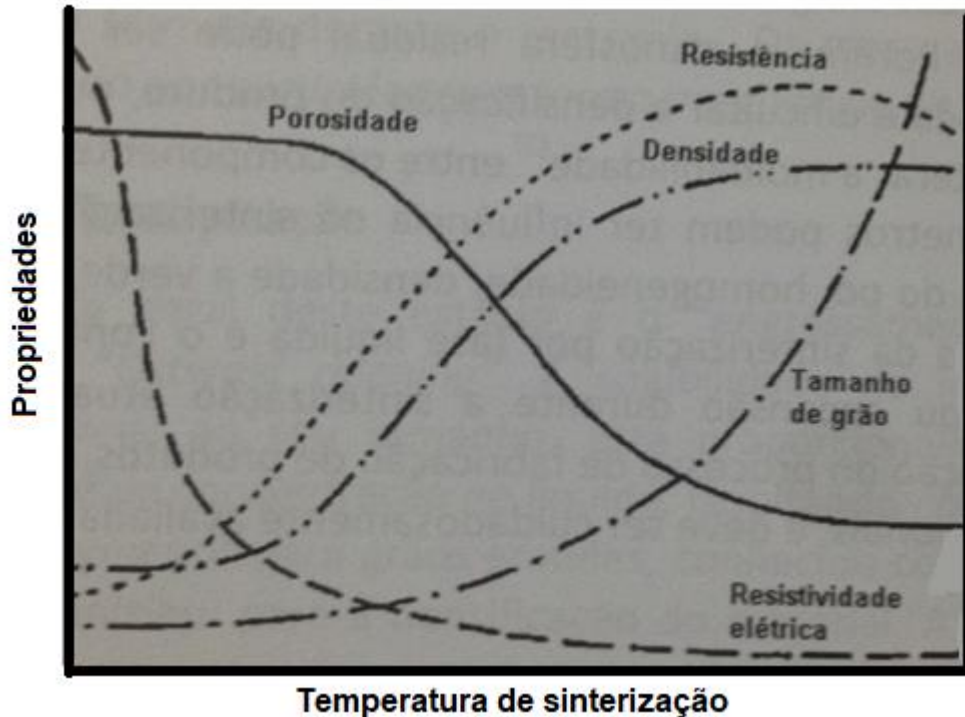


Figura 7. Efeito da temperatura de sinterização sobre as propriedades do material sinterizado. (Grupo Setorial da Metalurgia do Pó, 2009)

De forma geral, a temperatura influencia diretamente na resistência, densidade, tamanho de grão e inversamente na porosidade e na resistividade elétrica. Diferentes materiais podem apresentar relações diferentes das apresentadas na figura 7, contudo na maioria dos casos essa relação se mantém.

De forma geral a sinterização pode ser dividida em três grandes áreas: sinterização em fase sólida, sinterização por fase líquida e sinterização por fase vapor, a última não será abordada, pois é característica de materiais com baixa temperatura de vapor o que não é o caso do material estudado que é metálico com inclusão de diamantes. Logo, em seguida um pouco sobre cada tipo de sinterização será explicada. (Leriche et al., 2017.)

2.3.1 Sinterização por fase líquida

A diferença básica entre a sinterização por fase líquida para as outras é a presença, durante a sinterização, de uma fase líquida transiente ou permanente. É importante ressaltar que esta é a sinterização que ocorre na matriz estudada. A fase líquida é responsável por grande parte da transferência de material, pois atua em escala macroscópica enquanto a difusão atômica ou de contorno de grão

(características da sinterização por fase sólida) atuam somente em pequena escala, neste caso, nos átomos. Dessa forma a mistura deve ser composta de no mínimo dois componentes, sendo um de menor ponto de fusão, chamado de aditivo. (Raza, Khalid, 2014)

Apesar de idealizado como um sistema em que as fases sólidas e líquidas estão em equilíbrio, na realidade a sinterização ocorre, já, durante o aquecimento dos componentes, quando diferentes pós já reagem. A sinterização do estado sólido e as reações no sistema governam o início da sinterização por fase líquida (Benavides et al., 2017).

Um dos fatores de maior influência no processo, o crescimento de grão em uma matriz líquida é conhecido como “amadurecimento de Ostwald”. A força motora deste fenômeno é a energia de capilaridade do sistema e aparece como os diferentes potenciais químicos de átomos de diferentes granulometrias, que se originaram da diferença em pressão de capilaridade dos grãos. A pressão capilar aumenta a energia molar livre do sólido e, conseqüentemente, a solubilidade dos átomos do soluto no líquido. Logo, menores grãos são melhor dissolvidos que grãos maiores. A solubilidade média no líquido é determinada pela contribuição de todos os grãos e pode ser denotada como a solubilidade de um grão de tamanho crítico que nem cresce nem diminui no momento da observação (Fang, 2010).

Além dos parâmetros gerais, é de grande importância que o líquido e sólido tenham área de contato máxima, de forma a difusão ocorrer em maior escala e com maior eficiência. O controle da redução de óxidos, da transferência uniforme de calor e da remoção de ligantes ou lubrificantes são outros fatores que influenciam nas propriedades finais do material. A taxa de resfriamento e de aquecimento são altas, para evitar segregação de impureza. Atentando para em maiores temperaturas se utilizar tempos menores, para evitar o engrossamento microestrutural e se obter maior taxa de densificação. Contudo caso a taxa seja baixa pode haver grande formação de líquido e pouca difusão sólido-líquido o que prejudica a homogeneização do composto. A densidade do composto antes de sinterizado também tem papel importante, maiores densidades indicam maior proximidade entre os átomos o que facilita a difusão e, conseqüentemente, a sinterização. Outro problema pertinente deste tipo de sinterização é a possível alta contração e expansão da mistura, dificultando o controle das dimensões do produto final. No sistema Fe-Cu pode ocorrer uma expansão

volumétrica, que se dá nos minutos iniciais devido a fusão do cobre. Isso pode resultar em espaços vazios na microestrutura, que apresentam maior volume com maiores tamanhos de grão (Pacheco et al, 2007).

A sinterização por fase líquida pode ser dividida em três estágios. O primeiro estágio se dá logo após a liquefação do aditivo. Neste estágio, devido a capilaridade exercida sobre o líquido as partículas sólidas são rearranjadas, o composto se comporta como um sólido viscoso. A próxima etapa é conhecida como “engrossamento”, pois os grãos menores, diluídos, acabam por transportar matéria através da difusão para os grãos maiores, que tem menor solubilidade. Este estágio, também chamado de precipitação, é onde há maior interação sólido-líquido. A interação pode aumentar o empacotamento das partículas sólidas. Contudo, esta interação é dependente do sistema, pois somente seria válida em casos onde há interface sólido-líquido. A densificação se torna significativa com a aplicação de pressão externa, pois a mesma ajuda a dar mais rigidez ao esqueleto sólido deste líquido viscoso. Na última etapa ocorre a ligação das partículas sólidas, como na sinterização por fase sólida, com crescimento de pescoço e formação de contorno de grão, não havendo fase líquida nesta etapa. A densificação é lenta, devido ao corpo sólido. Apesar desta situação, o engrossamento microestrutural continua através da difusão. Caso haja dilatação do produto final, há a indicação de que gases estão aprisionados nos poros do mesmo (Leriche et al., 2017).

Devido a pressão no líquido ser menor que a pressão externa, o sinterizado está em compressão, que pode ser considerada como uma pressão efetiva, se a contribuição da tensão superficial líquido-vapor não for considerada. A força atuante em cada grão, devido a pressão efetiva, é balanceada com a força esférica do grão. Logo, uma forma em equilíbrio dos grãos é definida pelas condições experimentais, como a fração volumétrica do líquido (Wu et al., 2017).

De forma resumida e ilustrada os estágios da sinterização por fase líquida são apresentados na Figura 8.

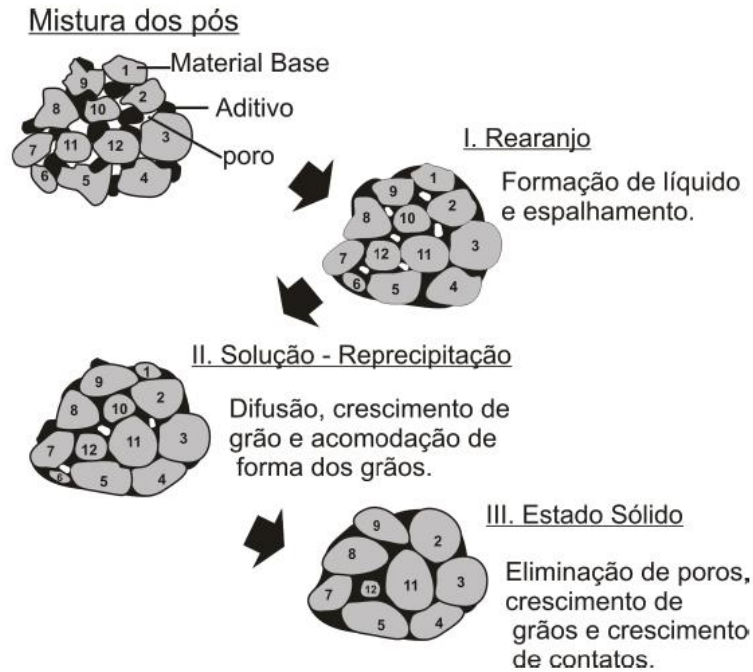


Figura 8. Esquema das etapas da sinterização por fase líquida envolvendo uma mistura de pós (Junior, 2013).

Este tipo de sinterização vem ganhando notabilidade pois pode-se sinterizar materiais que apresentam baixa taxa de difusão atômica, bem como materiais compósitos (Silva *et al*, 1998).

Uma boa solubilidade do sólido no líquido acelera a sinterização, contudo o inverso, partículas sólidas dissolvendo as líquidas, também é uma possibilidade, resultando em menor volume de líquido e prejudicando a sinterização. O estudo do diagrama do composto a ser sinterizado é o único modo de se evitar este tipo de problema (Costa, 2002).

Quanto a sinterização de pós metálicos a densificação é normalmente considerada como a combinação de rearranjo, solução-precipitação, aproximação do contato, preenchimento de poro e sinterização no estado sólido. Foi observado que sinterização por fase líquida de compostos com alumínio ou cobre sofre crescimento no primeiro estágio e encolhe no segundo. O encolhimento depende da porosidade inicial. É possível melhorar a sinterização do compactado de alumínio ou cobre com a adição de alguns elementos, dentre eles se destaca o estanho. Durante a sinterização uma camada termodinamicamente estável de óxido limita a difusão e inibe o molhamento e o espalhamento do líquido, o estanho, junto com a aplicação de pressão externa, quebra essa camada formando um spinel. A atmosfera escolhida também

tem grande influência, podendo gerar impurezas ou mesmo compostos que inibem o crescimento do grão (Gupta et al., 2017).

2.3.2 Sinterização por fase sólida

Outro tipo de sinterização é a por fase sólida, que tem como força motora a diminuição da energia superficial, que pode se dar de duas principais formas. Uma delas é o “engrossamento” microestrutural, ou seja, a diminuição da área superficial total do compactado através do aumento das partículas, a outra é a eliminação da interface sólido-vapor através da criação e do aumento das áreas de contorno de grão (Reis *et al*, 2007).

Há diferentes formas de transferência de transporte de material, em todas elas os átomos do compactado são transferidos para zonas de contato entre as partículas. Contudo há ainda o deslocamento de partículas inteiras, que tem maior impacto na sinterização. Aumentando-se a área de contato das partículas e, conseqüentemente, diminuindo os espaços vazios aumenta-se a rigidez e a densificação do corpo. A taxa de variação do volume do pescoço está relacionada com a velocidade de sinterização, pois o aumento de átomos no pescoço indica que a sinterização está ocorrendo, podendo-se medir a velocidade da mesma por este movimento (Junior, 2013).

Dentre as formas de transporte de matéria se destacam:

- Difusão atômica na superfície para a região do pescoço: não há contração. Os átomos se movem através do cristal a partir de uma posição cristalina para outra ou de um interstício de rede para outro; ou há uma difusão entre as partículas através do contorno de grão.
- Difusão por fluxo viscoso: a transferência de material para o pescoço é macroscópica, através de uma fase líquida de alta viscosidade, por algumas literaturas é chamado de plástico.
- Evapo-condensação: na superfície convexa do contorno ocorre a evaporação de material que se condensa na parte côncava. Caso do cloreto de sódio.

Na figura 9 há um esquema com alguns mecanismos de transporte de material na sinterização por fase sólida.



Figura 9. Exemplos esquemáticos de transferência de matéria para sinterização por fase sólida (Adaptado de Hlavác, 1983).

De acordo com Chiaverine, 2001, o processo de sinterização por fase sólida pode ser dividido em 3 fases principais. A inicial se caracteriza pela formação de um pescoço na área de contato das partículas e, assim também, na interface de contato a formação do contorno de grão. No estágio intermediário há o arredondamento dos poros, além de densificação com difusão tanto por volume quanto por contorno de grão. Na etapa final os poros tem diferentes geometrias dependendo da posição do mesmo no compactado, se a mobilidade do poro é baixa a densificação é lenta, caso contrário o poro pode se unir ao contorno de grão resultando em rápida densificação.

2.4 Principais características dos compósitos diamantados

Compósitos diamantados são a combinação de diamantes com uma matriz. O papel da matriz é incorporar os diamantes e fixa-los. As condições de trabalho são extremas, extrema fricção e tensão, o que leva a matriz a fadiga. A interface matriz-diamante leva a tensões internas, logo a matriz deve ter resistência mecânica de modo a manter os diamantes fixados na mesma e que a mesma sofra desgaste de forma a que tenha sempre uma ponta de diamante protuberante para que o corte ocorra pelo diamante e não pela matriz (Konstanty, 1991).

Uma expansão térmica pode ocorrer na interface diamante-matriz, devido as condições de trabalho do compósito, o que pode resultar em perda de diamantes do compósito na superfície da ferramenta, que sofre o atrito do corte da rocha. Logo,

caso a expansão térmica aconteça, o diamante pode ser arrancado prematuramente, na Figura 10 pode ser observado esta descolagem.



Figura 10. Micrografia mostrando um diamante descolando da superfície da matriz, após processo de corte (Junior, 2013).

2.4.1 Dureza

Uma matriz com boa densificação apresenta uma gama ideal de durezas, que, por sua vez, é dependente da composição e dos parâmetros de sinterização. Caso haja falha no processamento do compósito ou mesmo o segmento não se densifique por inteiro, a dureza não estará na gama ideal de valores. Sendo assim, a dureza atua como bom parâmetro de controle de qualidade (Pacheco et al, 2007).

Na sinterização da matriz Fe-Cu-Sn há a formação de solução sólida do cobre no ferro. Essa solução resulta em aumento da dureza e da resistência a tração, podendo chegar a valores 40% maiores, quando se comparado a estes elementos em sua forma pura. O estanho por sua vez forma um composto intermetálico com o cobre, em um segundo processo de endurecimento. O que leva a matriz a valores ainda maiores das propriedades desejadas (Wang et al, 2012).

A dureza da matriz está proporcionalmente relacionada a temperatura de consolidação. Processos como recristalização e crescimento de grão diminuem a dureza da matriz. Na Figura 11 é apresentada a relação entre a dureza e a temperatura de consolidação, sendo a curva pontilhada, 2, o comportamento ideal da

matriz, com maior variação da temperatura de consolidação mantendo-se um valor máximo de dureza para a liga.

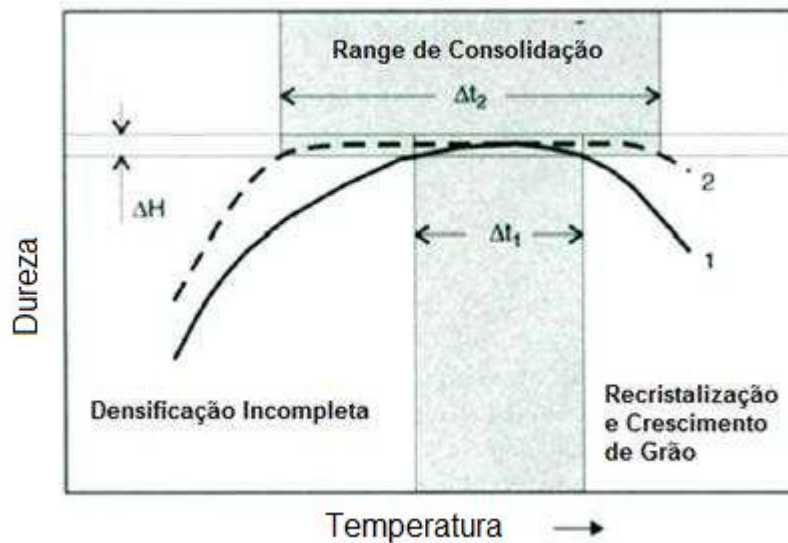


Figura 11. Dureza em função da temperatura de consolidação da matriz (adaptado de Almeida, 2012).

Enquanto o Δt_2 indica a gama de temperaturas ideais para um comportamento ideal, o Δt_1 se aproxima mais dos valores reais, indicando que a gama de temperaturas ideais é curta, mas pode ser alcançada.

A dureza pode ser medida em diferentes testes onde diferentes unidades são encontradas, sendo as mais comuns dureza Brinell e Vickers. Ambos os testes consistem de aplicação de uma carga em um indentador de diamante, onde a impressão e a tensão aplicada são usadas em um cálculo para se obter esses parâmetros. As diferentes unidades de dureza são correlacionadas e é possível a conversão entre essas unidades, além da representação como a tensão aplicada em Mpa ou GPa (American National Standards Institute, 2013).

Na Figura 12, há um gráfico relacionando a dureza Brinell da matriz em função do teor de cobre. Quando a porcentagem de cobre é de menos de 10% a microestrutura se mostra porosa, contudo esta perda na dureza é compensada pela dureza do ferro. Aumentando-se a quantidade de cobre há a formação da solução sólida que endurece a matriz, densificando a matriz.

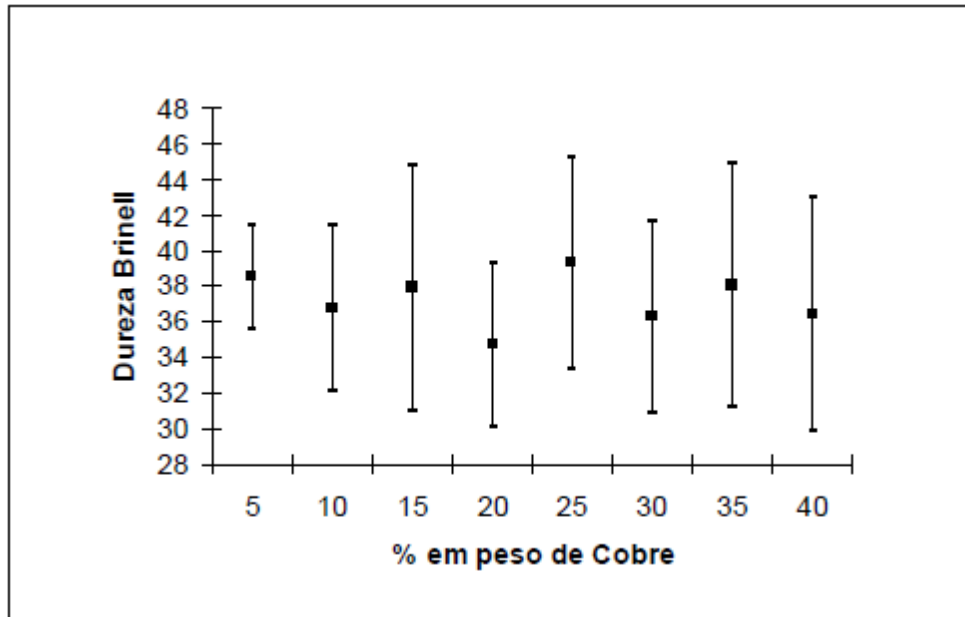


Figura 12. Variação da dureza Brinell com a porcentagem de cobre na matriz Fe-Cu (Pacheco et al, 2007).

Apesar da variação nos resultados, os melhores foram encontrados para a 25% de Cu no Fe, sendo a dureza variante entre 33 e 45 HB.

O ferro é um dos materiais mais conhecidos e estudados da metalurgia, e sua combinação com o cobre levou a produção de ferramentas densificadas e resistentes através da sinterização por fase líquida. Çavdar e colaboradores (2014), estudaram a influência nas propriedades da liga sinterizada de ferro após a adição de até 6% de Cu. Os pós dessas ligas foram sinterizados a 1120°C por 400s e 500s. Através do teste de microdureza Vickers uma dureza, máxima, de 190Mpa foi encontrada para a quantidade de 3% de Cu. Foi observada que essa amostra apresentou, também, maior homogeneidade na sua composição. As ligas sinterizadas por 500s apresentaram maiores valores quando comparadas com as sinterizadas por 400s de mesma composição.

Mamedov, 2016, produziu ligas metálicas de Fe-Cu-Sn, variando a composição destes elementos, com adição de lubrificante. A composição do cobre variou de 7 a 45%, o estanho 0,5 a 5% com ferro complementado o balanceamento. As amostras foram sinterizadas 850°C por 1 hora. Ensaios de dureza foram realizados nessas amostras de modo a avaliar a dureza Brinell das ligas. A liga de composição 20% de Cu, 5% Sn e 75% de Fe, obteve os melhores resultados de dureza, medido pelo método Brinell, variando de 1650MPa a 1800MPa, quando comparada com ligas com

menos Cu-Sn. É possível que esta dureza é devido a menor porosidade para essa liga. A dureza é fortemente dependente da solução da fase líquida bronze (Cu-Sn) na matriz sólida, pois a mesma preenche os poros internos da liga.

ShuhaibMushtaq, 2018, estudou a influência de carbono amorfo (grafite) nas ligas Fe92%-Cu5%-Sn3%, sinterizadas a 1000°C por 50 minutos. A adição do grafite, até 2%, levou a maiores densidades e a menores poros interconectados. A medição de dureza foi feita pelo método de Vickers levando a maiores valores de dureza 3,2 a 3,5GPa. Foi observado uma correlação entre a quantidade de poros e a dureza, na liga com menos poros a dureza foi maior. Com a adição de C (grafite) houve a formação de cementita e ferrita da perlita presente, essa mudança aumentou a dureza devido as propriedades da cementita e a distorção da cadeia na ferrita.

A dureza foi muito superior para as ligas com bronze (Cu-Sn) que as ligas somente com Cu. Indicando que a composição ferro e bronze é mais dura que a ferro e cobre.

2.4.2 Desgaste

A vida útil de uma ferramenta é quantificada como o tempo em que a mesma trabalha de forma efetiva, ou seja, sem perder o corte, ou até que o critério previamente estabelecido de fim de vida seja atingido. O desgaste é o parâmetro utilizado para se monitorar a vida útil da ferramenta. Em termos científicos desgaste é definido como abaulamento ou planificação das partículas abrasivas e se dá na zona de corte ou nas superfícies adjacentes, quando a tensão, velocidade e, conseqüentemente, a temperatura estão a cima do nível suportado pelo material. O desgaste tem papel importante na precisão e na força do corte, ferramentas menos desgastadas necessitam menor força de corte e apresentam melhor precisão. Caso o desgaste atinja um valor máximo o diamante pode ser arrancado da matriz, formando uma nova camada. Este fenômeno é chamado de pull-out (Azeredo, 2002).

Resultados experimentais mostraram que o desgaste da ferramenta é afetada por processos envolvendo fragmentação de rochas, e processos de desgaste que continuamente mudam a superfície de corte da matriz ligante e dos diamantes, bem como a relação entre eles (Tian e Tian, 1994).

Em antigos trabalhos não foi dada uma ênfase particular para que seja possível se diferenciar estes dois processos, e os únicos parâmetros estudado é o desgaste durante um tempo determinado. Contudo os resultados encontrados para uma mesma

ferramenta em diferentes experimentos são inconsistentes e a separação desses dois tipos de desgaste deve ser feita (Franca et al., 2010).

Somente recentemente que um estudo sobre o desgaste unicamente por lascas de rocha foi desenvolvido. E seus mecanismos estudados. Mostofi e colaboradores, 2018, utilizaram segmentos diamantados comerciais de dureza média para o corte de granito Vermelho Radiante com 39% de quartzo e dureza de 0,02GPa. A taxa de desgaste foi medida como a massa perdida após o corte de profundidade conhecida por um mesmo tempo. Os pesquisadores concluíram que a tensões baixas diamantes com baixa protusão da matriz sofrem fratura dúctil, enquanto os com boa protusão se tornam planos. Esse comportamento é gerado pela abrasão mecânica (diamante-rocha) combinada com rápidas variações de temperatura, com provável grafitação. A maiores tensões diamantes falham por micro-fraturas através de fratura frágil.

O principal mecanismo atuante na superfície da matriz ligante são: abrasão por dois-corpos e três-corpos. A abrasão de dois corpos envolve a fricção rocha-matriz ligante e a de três corpos é entre detritos na superfície da matriz em espaço confinado, a matriz e a rocha. A abrasão em 3 corpos aumenta a porosidade da matriz devido a erosão de partículas menos duras da liga entre o abrasivo. A extensão deste contato é controlado pelo fluxo de core, e conseqüentemente, a profundidade de corte e a abrasividade do corte. A abrasão em 3 corpos diminui a resistência da matriz, o que pode levar a extração prematura do diamante (Mostofi, 2014).

O desempenho da ferramenta diamantada, também, é fortemente dependente do tipo de diamante utilizado, ou seja, do tamanho, da estrutura e resistência a fratura. A vida útil e a precisão da ferramenta dependem do trabalho conjunto de todos os diamantes na superfície. Logo as condições de trabalho, força do corte e temperatura, e as partículas abrasivas, como diamantes, conjuntamente levam a previsão da vida útil da ferramenta (Almeida, 2012).

O desgaste de ferramentas diamantadas, durante toda sua vida útil, pode ser dividido em três regimes, que ocorrem de forma gradual, ilustrados na Figura 13:

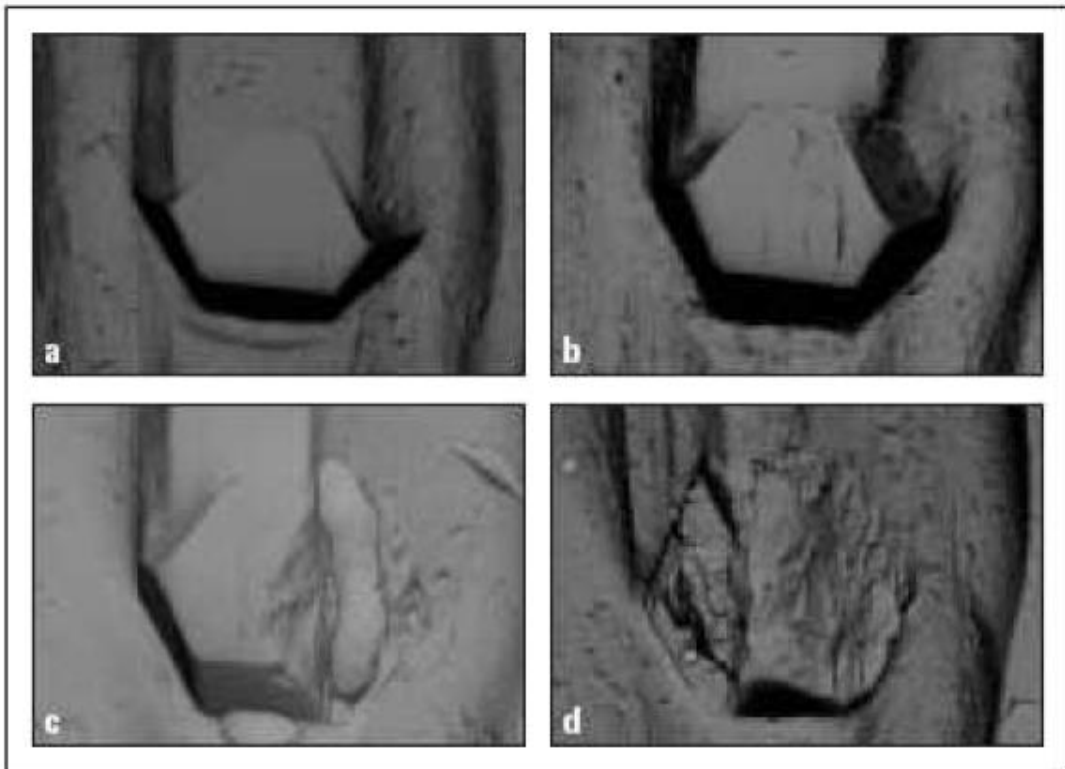


Figura 13. Micrografia com as etapas de desgaste do diamante (Junior, 2013).

Analisando a micrografia da Figura 13:

- a) Inicialmente, o diamante ainda não possui altura para interagir com a peça e realizar o corte, é possível retificar a ferramenta para que os diamantes se tornem protuberantes;
- b) No estágio intermediário, com a abrasão da matriz, o diamante interage com a peça, possibilitando o corte, causando desgaste plano;
- c) Ainda no estágio intermediário, tem-se início pequenas fraturas no abrasivo, contudo o desgaste plano ainda é mais evidenciado;
- d) No regime final, a fratura no diamante é mais evidenciada, devido a fadiga, a vibrações do equipamento e a propriedades da peça cortada.

Caso a matriz seja dúctil, seu mecanismo de desgaste tem relação com a deformação plástica. Já quando a matriz é frágil, caso onde as mesmas apresentam maior dureza, a propriedade que se deve levar em conta é a tenacidade, pois o desgaste se dá pela abrasão da superfície (Oliveira *et al*, 2007).

2.4.3 Retenção dos cristais de diamantes pela matriz

O termo “retenção da matriz” denota a capacidade de uma matriz ligante reter partículas diamantes na superfície da ferramenta de corte. A boa retenção de cristais na matriz leva a maior vida útil da ferramenta, além de cortes com precisão e menor força de corte (Franca et al., 2015).

A retenção das partículas do diamante é dependente de uma ligação mecânica e/ou química dessas partículas com a matriz ligante. A ligação mecânica se dá durante o resfriamento posterior a sinterização. Ao contrário dos metais, o diamante tem baixo coeficiente de dilatação térmica. Partículas de diamante são comprimidas pelo encolhimento da matriz, que estava dilatada. A ligação mecânica depende das propriedades elásticas e plásticas do material da matriz. Os parâmetros mais importantes para este parâmetro são energias residuais da partícula de diamante e a matriz deformada ao redor desta partícula (Borowiecka-Jamrozek e Lachowski, 2017).

Borowiecka-Jamrozek e Lachowski (2017), modelaram a retenção de diamantes em matrizes com base Fe-Cu através do software ABAQUS 6.14. Os pesquisadores concluíram que dentre os parâmetros mecânicos que retêm o diamante, a tensão residual de resfriamento da matriz diamantada após sinterização tem papel principal. Assim, na Figura 14 é apresentado o modelo obtido por elementos finitos.

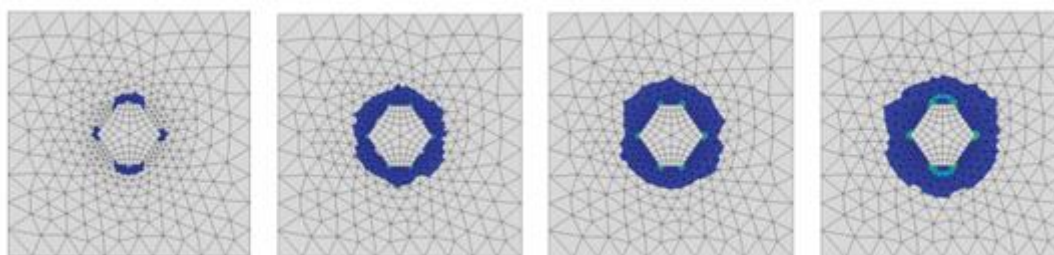


Figura 14. Formação da zona plástica ao redor da partícula durante resfriamento de matriz ligante de base Fe-Cu (adaptado de Borowiecka-Jamrozek e Lachowski, 2017).

Na Figura 14 o diamante está no centro em seu formato octaédrico e as tensões estão indicadas pela cor azul, sendo quanto mais claro o azul da figura mais alto é o módulo da tensão. Com o resfriamento da matriz novas tensões são geradas, e se espalham por uma certa área da matriz. Quando o resfriamento chega próximo ao seu final tensões mais altas aparecem nas pontas do octaedro, que são concentradores de tensão.

Diversas literaturas avaliaram (Chalkley et al., 1969; Scott et al., 1975; Lin et al., 2008; Xuefeng et al., 1994) que a falha prematura da interface diamante-matriz ligante é um dos maiores problemas limitantes a performance de segmentos diamantados. Em alguns casos, diamantes são retidos principalmente por um fechamento mecânico o que leva a baixa resistência interfacial. Então para se melhorar a capacidade de retenção de diamantes, várias tentativas vêm sendo testadas de forma a criar uma forte ligação entre a matriz e as partículas abrasivas. Alguns metais, como o ferro, tungstênio, níquel, além de melhorar a resistência e a dureza da matriz estão sendo adicionados de modo que estes metais reajam com a superfície do diamante formando carbetos, criando uma ligação química. Contudo esta quantidade deve ser dosada para que não ocorra grafitização do diamante, o que leva a menor resistência do abrasivo (Xu et al., 2016).

Na Figura 15 podem ser observadas as forças e outras propriedades envolvidas durante o corte por ferramenta diamantada, bem como outros parâmetros utilizados para avaliar a retenção dos cristais de diamante em matriz metálica.

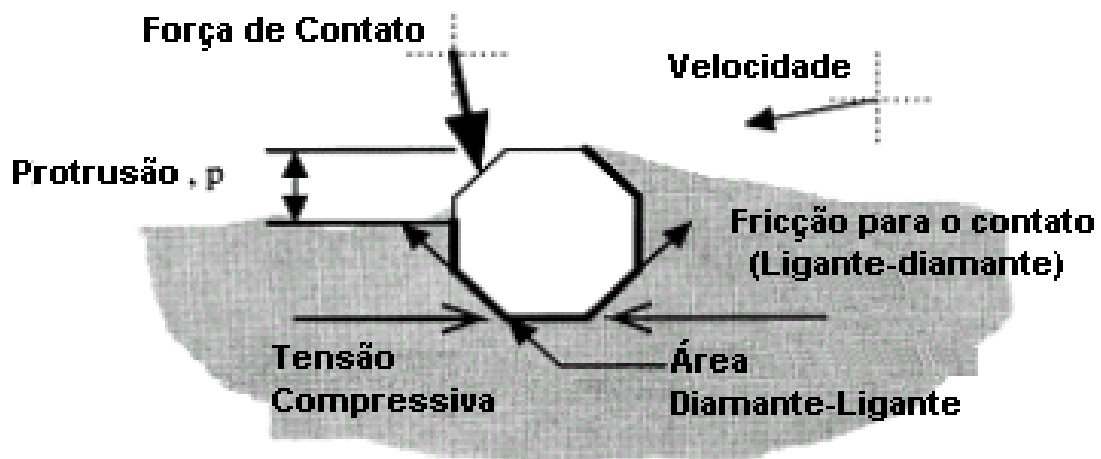


Figura 15. Forças e geometria de um cristal ligado a uma matriz (adaptado de Webb, 2000)

Na Figura 15 fica claro que a extração de um diamante da matriz metálica depende de diversos fatores. A área ocupada pelo diamante é o único parâmetro inerente ao diamante, todos os outros são relacionados e podem ser alterados dependendo da aplicação. A velocidade, parâmetro do processo, interfere diretamente na fricção para o contato e na tensão compressiva, as duas últimas, também, são influenciadas diretamente por propriedades da matriz metálica, como o coeficiente de

dilatação térmica e a resistência a tração. A protrusão deve ser sempre tal a ponto de o corte ser realizado pelo diamante, até que o mesmo perca sua capacidade de corte, neste ponto ela deve ser maior a ponto de que o diamante se solte da matriz, ou seja, sofra um pull-out.

Para aplicações de carga nos cristais maior que 1GPa, devem ser utilizadas matrizes metálicas e cristais de diamante de grau ultraelevado (UHG). Desta forma, nos pontos de corte há maior tolerância de carga de impacto, resultando em maior taxa de remoção de material, com menor taxa de desgaste, levando a melhor acomodação da tensão de contato entre o diamante e a matriz. (Webb, 2000)

Os diamantes UHG são mais tenazes e possuem maior altura de profusão que os diamantes comuns. Contudo, as condições de trabalho da ferramenta levam a maior tensão do diamante sobre a matriz, e, possível, pull-out prematuro. (Webb, 2000)

A porcentagem de cristais que são necessários para o corte, na maioria das situações, é menor do que a de diamantes que sofrem pull-out. Em estudo conduzido por Konstanty (2003) concluiu-se que 25% dos diamantes podem sofrer pull-out e não se perder a eficiência do corte.

Outra propriedade com forte influência na retenção de diamantes é a tensão de escoamento. Quando a tensão aplicada é superior a tensão de escoamento da matriz metálica, o material sofre deformação plástica o que leva a perda de energia da ligação mecânica matriz-diamante. Deste modo, a matriz é deformada permanentemente e o diamante sofre extração prematura. Logo a matriz deve apresentar tensão de escoamento tal que suporte a aplicação da tensão de trabalho (Bose et al., 2014).

A superfície do diamante pode ser danificada por ataques químicos que ocorrem durante a sinterização, reduzindo a aderência dos diamantes na matriz. Algumas opções foram desenvolvidas para melhorar a retenção dos cristais, como aumentar a temperatura ou o tempo da sinterização, ou, ainda, aumentar a dureza das ligas metálicas da matriz. Contudo o aumento da dureza pode alterar a taxa de abrasão, o que é indesejado. O aumento da densificação da matriz também é uma solução, podendo, para se alcançar este fim, se adicionar lubrificantes ou aumentar a carga de compactação da prensa (Tan et al., 2014).

2.4.4 Mecanismos de corte dos corpos de prova

O corte apresenta diversas forças atuantes nos cristais, como pode ser observado na figura 16.

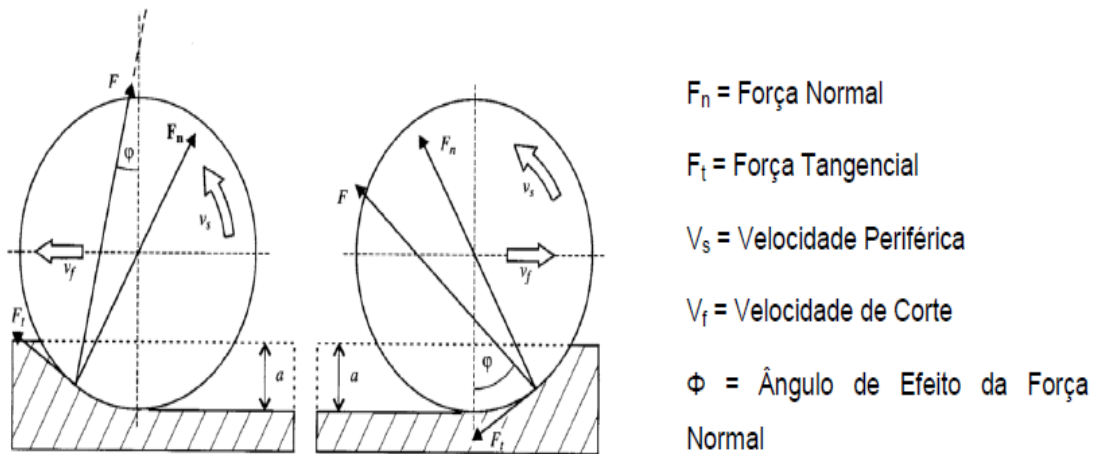


Figura 16. Forças atuantes nos diamantes durante o corte, com uso de serra diamantada (Webb, 2000).

Há duas forças principais atuantes no corte por serras, explicitadas na Figura 16. A força tangencial que sofre influência direta da velocidade aplicada no corte e a força normal é a força reativa deste corte, dependendo do material da serra bem como do material trabalhado, além da velocidade. Materiais mais duros trabalhados por serras em altas velocidades tem maiores valores de força, tanto tangencial, quanto normal.

Os parâmetros que influenciam no desempenho do corte são: propriedades físicas do material a ser usinado (como tamanho de grão e dureza), forças atuantes na interface diamante-material a ser trabalhado e a temperatura nessa mesma interface (Almeida, 2012).

Em estudo conduzido por Tonshoff e Hillmann-Apmann (2002) as forças de interação para serras diamantadas durante o corte foram explicitadas, como pode ser observado na Figura 17.

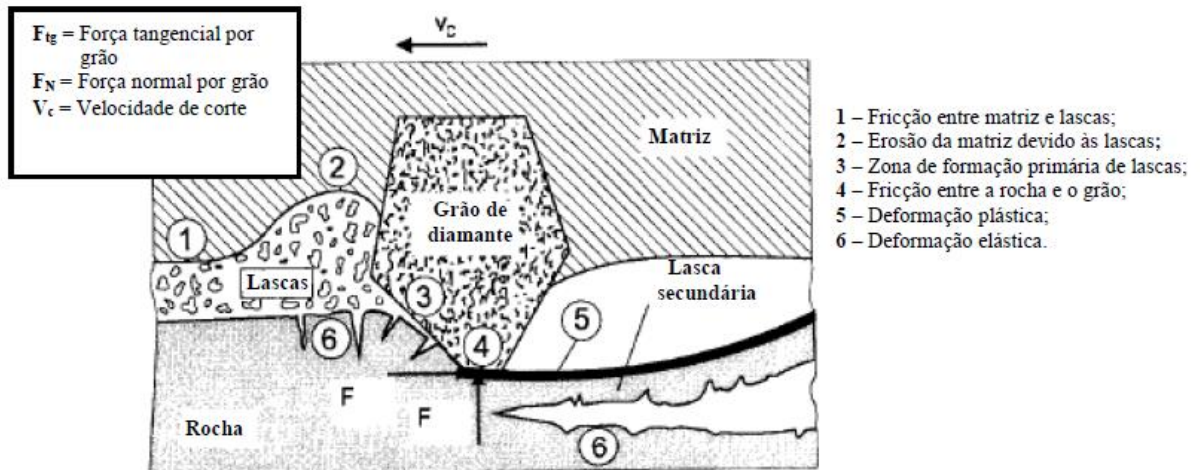


Figura 17. Representação esquemática da interação mecânica entre a ferramenta e a peça no momento do corte (Junior, 2013).

Os principais fatores, demonstrados na figura 17, que influenciam no corte com serras diamantadas são: deformações elásticas e plásticas do material das regiões de fronteira dos diamantes, fricção entre o material a ser usinado e os diamantes, fricção entre o material a ser usinado e a matriz, fricção entre as lascas geradas no corte do material e a matriz (Tonshoff e Hillmann-Apmann, 2002).

Abaixo dos cristais de diamante são geradas tensões de compressão, durante o corte, que são aliviadas quando a carga é retirada. Causando recuperação da deformação elástica e surgimento de tensão de tração, resultando em fratura frágil da matriz. Isso resulta na chamada “formação de lascas secundárias”, que são lascas carregadas pelo líquido refrigerante que deve ser utilizado na usinagem (Xu, 2002).

2.6 Diamante

O diamante é uma das formas naturais de organização cristalina do carbono. A rede cristalina do diamante é compacta num arranjo cúbico de face centrada (CFC), com átomos no interior do cubo. Neste há a formação de tetraedros com ângulos idênticos de $109,28^\circ$, que compõe a estrutura. O parâmetro de rede da célula unitária é de $3,5676 \times 10^{-10} \text{m}$ (Field, 1979).

A ligação covalente presente entre os átomos de carbono no diamante conferem sua elevada dureza. Devido aos tetraedros idênticos que formam a rede cristalina, há anisotropia nas propriedades como dureza, desgaste e resistência

mecânica. Não apresenta condução elétrica, pois não há elétrons livres em sua configuração. Quando se compara os diamantes com seus concorrentes abrasivos as desvantagens de maior destaque são a, relativa, baixa estabilidade térmica e a grande afinidade do carbono por metais que formam carbetos (Field, 1979).

2.6.1 Propriedades principais do diamante

O diamante é uma ótima escolha como abrasivo devido a três principais propriedades: a elevada dureza de 250 MN/m, a elevada condutividade térmica de 2×10^3 W/mK e a inércia química. Quanto a resistência a abrasão é quase impossível o destruir. Sua condutividade térmica alta, cinco vezes maior que o segundo material neste quesito (o cobre), ajuda a evitar dois problemas recorrentes de alta temperaturas na zona de corte: danos térmicos ao material usinando podendo causar derretimento do mesmo, além da oxidação ou corrosão da ponta cortante da ferramenta. Além da proteção contra possíveis choques térmicos (Field, 1979).

Uma de suas grandes desvantagens é sua fragilidade, decorrente de suas ligações covalentes e à ausência de deformação plástica. Devido a esses fatores a clivagem do diamante pode ocorrer quando se aplica uma tensão ao longo do plano [111]. Na tabela 3, apresentada a seguir, estão listadas algumas propriedades do diamante (Junior, 2013).

Tabela 1. Propriedades fundamentais do diamante. (Junior, 2013)

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

2.6.2 Grafitização do diamante

O diamante apresenta propriedades excelentes para usinagem que não se modificam durante a sinterização, devido ao uso de temperaturas de sinterização menores do que 1900K, temperatura onde o diamante se torna plástico. Sendo assim, durante a sinterização não há mudança nas propriedades do abrasivo. Sendo assim, o que deve ser otimizado são as propriedades da interface diamante-matriz. Uma reação química entre o diamante e a matriz leva a adesão entre os mesmos. A eficiência desta reação depende da composição do pó metálico, do seu tamanho de partícula e distribuição das mesmas, a existência de oxidação ou redução de gases, além, das já citadas, temperaturas e tempos de sinterização (Zeren e Karagoz, 2007).

Caso haja presença de ferro ou níquel na matriz metálica da ferramenta há maior desgaste do que nas com matriz de cobre ou alumínio. Este desgaste não está atrelado ao fato da diferença entre as durezas dos materiais, mas sim na catálise do desgaste dos diamantes, sugerindo a transformação do diamante em carbono que se difunde no material (Dhokey, 2013).

A difusão do carbono na ferramenta ocorre, pois as ligações covalentes carbono-carbono são quebradas, fato observado em temperaturas mais elevadas que a temperatura de grafitização do diamante. Utilizando um monocristal octaédrico foi observada completa grafitização para os tempos e temperaturas listadas na Tabela 4, apresentada a seguir (Evans, 1962).

Tabela 2. Tempo e temperatura de grafitização de um monocristal octaédrico de diamante (adaptado de Evans, 1962).

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

A grafitação tem início nos defeitos superficiais, se disseminando gradativamente relacionando-se diretamente com o aumento da temperatura, ao final pode se espalhar por toda a superfície. Quando interna, a grafitação pode levar a aumento da tensão interna e à micro trincas no diamante. Este fenômeno diminui a vida útil da ferramenta e diminui a eficiência do corte (Wensheng et al, 2012).

2.6.3 Diamante utilizados industrialmente para ferramenta de corte

Há uma relação direta entre a forma do diamante e a eficiência da ferramenta de corte. O diamante pode ser empregado na sua forma octaédrica ou cubica, para perolas, serras e outras ferramentas de corte, enquanto na forma irregular pode ser utilizado para coras para polimento. A forma cubica-octaédrica, apresentada na Figura 18 a seguir, é a que apresenta melhor eficiência no corte (Niktiewicz e Swierzy, 2006).

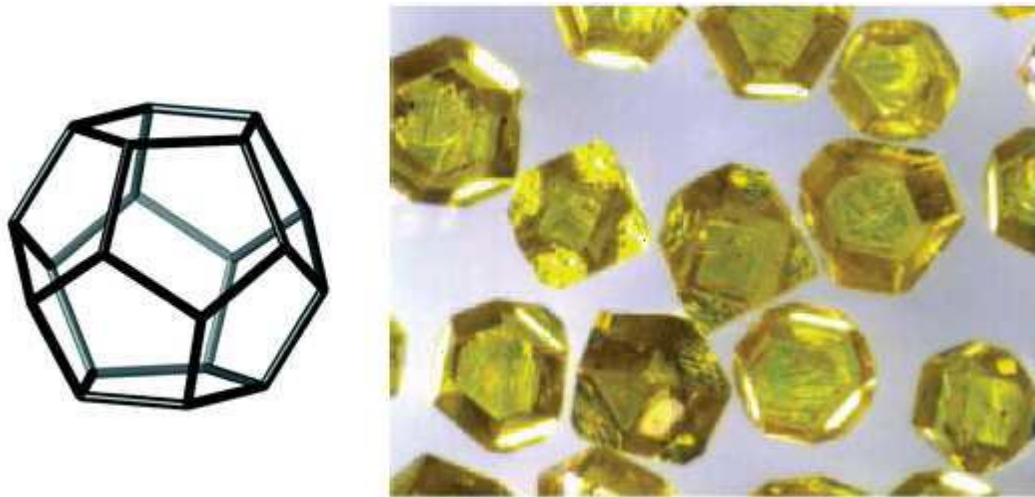


Figura 18. Forma cubica-octaédrica dos cristais de diamante (Almeida, 2012).

Diamantes naturais apresentam forma irregular, se comparados aos sintéticos, o que justifica a escolha dos últimos para ferramentas de corte. Cristais de formato mais regular apresentam maior resistência, menor número de arestas definidas e faces mais ásperas. Contudo a irregularidade dos cristais também traz vantagens como mais arestas de corte e melhor retenção da matriz. O tamanho dos grãos também tem seu papel, determinando a distribuição dos cristais: os menores formam aglomerados, os maiores se distribuem uniformemente (Wu e Funkenbusch, 2010).

A dureza da matriz sofre pequena interferência dos diamantes adicionados, contudo a tenacidade a fratura muda drasticamente dependendo da quantidade e do tamanho dos cristais adicionados. Este comportamento é evidenciado na Figura 19,

apresentada a seguir, que mostra a variação da tenacidade a fratura e da dureza com relação a granulometria do diamante (Moriguchi et al, 2007).

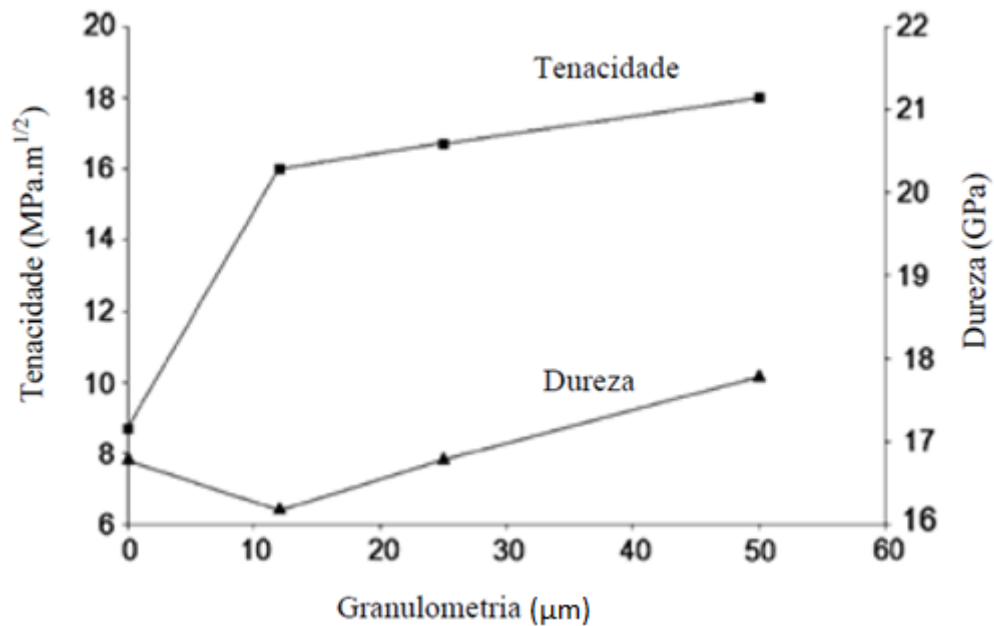


Figura 19. Variação da dureza e da tenacidade de uma matriz metálica para diferentes granulometrias de diamantes (Moriguchi et al, 2007).

A medida que se aumenta a granulometria dos diamantes, até $12\mu\text{m}$, a tenacidade à fratura tem seu valor elevado drasticamente, até que para o tamanho de partícula de $12\mu\text{m}$ há uma queda na taxa de aumento da tenacidade quando se aumenta a granulometria dos cristais.

Para se conhecer a tenacidade do diamante geralmente se realiza o teste de impacto ou friabilidade. Os cristais também podem passar por testes de fratura e de compressão. Com o auxílio dos dados obtidos destes testes pode se realizar um estudo sobre a melhor forma de aplicação de cada tipo de diamante (Konstanty, 2003).

2.7 Principais matrizes ligantes utilizadas em compósitos diamantados

Para Zeren *et al* (2007), três características se destacam no momento da escolha da matriz da ferramenta diamantada a ser empregada:

- 1) Resistência ao desgaste – a matriz deve ser suficientemente resistente para que suporte a abrasão do material a ser usinado. Uma matriz muito dúctil pode levar a um pull out indesejado, enquanto uma matriz de elevada aderência pode

levar a aplainamento da superfície, devido a quebra dos cristais e o lento desgaste. Ambas situações podem diminuir a vida útil da ferramenta.

- 2) Aderência dos cristais de diamantes à matriz – durante a usinagem a matriz deve apresentar eficiente aderência aos cristais. Podendo ser aderência química ou mecânica.
- 3) Parâmetros do processo de fabricação – o tempo, a temperatura e a composição são parâmetros determinantes para eficiência do compósito diamantado.

Além das matrizes que serão apresentadas a seguir, faz-se necessário citar as partículas endurecedoras utilizadas na indústria para matriz metálica diamantada. Três compostos apresentam propriedades ótimas para utilização em matrizes metálicas para compósitos diamantados, são eles o carbetto de boro (B_4C), o dióxido de zircônio (ZrO_2) e carbetto de silício (SiC). Os três se destacam pelo aumento na dureza, na resistência ao desgaste e na capacidade de corte, como partículas duras incorporadas na matriz metálica, sendo possível a atuação do SiC como revestimento ao diamante incorporado, o protegendo do pull out prematuro e indesejado. Contudo estes não são objetos de estudo deste presente trabalho, portanto serão apenas citados (Zhang et al, 2017).

2.7.1 Cobalite HDR

Desenvolvidas para substituir as tradicionais ligas de cobalto e de WC, apresentam: alta dureza, boa resistência a oxidação e abrasão, além de excelente retenção de diamantes. Com aglomerados de formato quase esférico apresenta bons resultados na sinterização, com densificação relativa variando de 97 a 98,2%. Sua composição é 66%pFe-7%pCu-27%pCo (Clark e Kamphuis, 2002).

Utilizando um tempo de sinterização de 3 minutos e pressão de 35MPa, foram traçados dois gráficos, o primeiro, apresentado na figura 20, relacionando temperatura com densidade relativa e o segundo, figura 21, com a dureza.

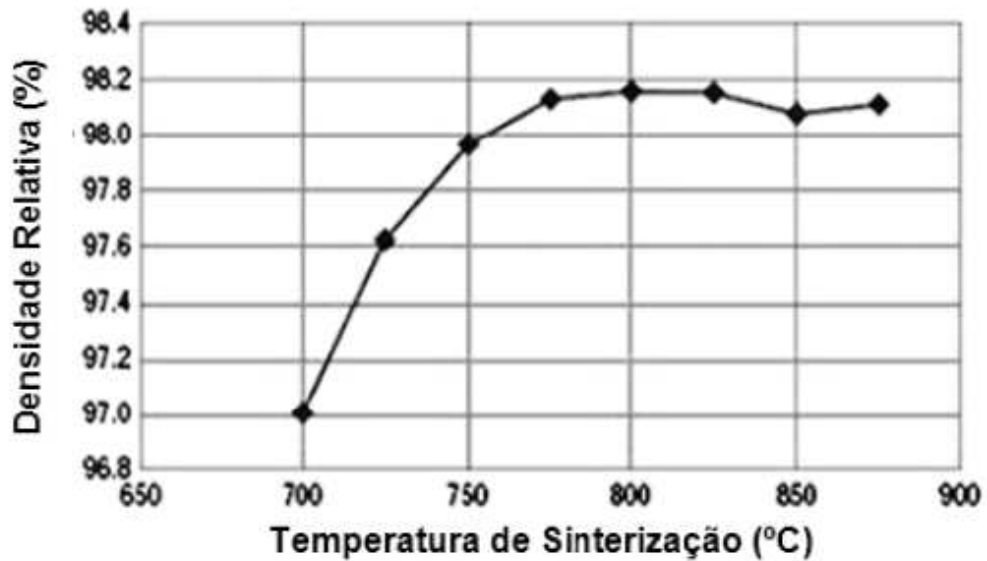


Figura 20. Resultado gráfico da medição de densidade relativa da liga Cobalite HDR relacionada com a temperatura de sinterização (Clark e Kamphuis, 2002).

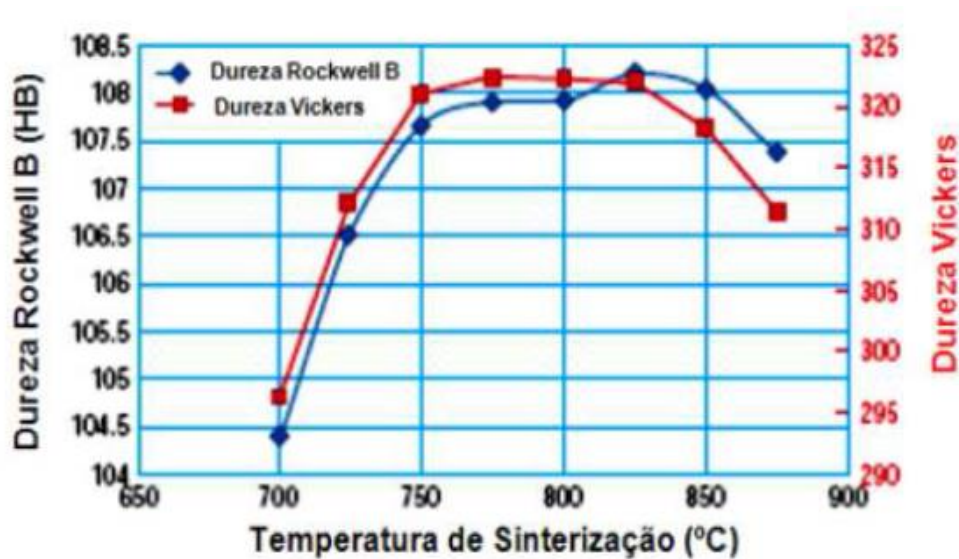


Figura 21. Relação gráfica entre dureza e a temperatura de sinterização da cobalite HDR (Clark e Kamphuis, 2002).

Nesta liga comercial que apresenta em sua composição cobalto, além de ferro e cobre, a densificação após a sinterização é satisfatória, indicando pouca presença de poros, o que também leva a maiores valores de dureza. Essa relação é clara quando se compara as Figuras 20 e 21. À maiores temperaturas de sinterização, tanto a densidade relativa quanto a dureza Rockwell sofrem acréscimos. Contudo há

uma queda na dureza inesperada a 850°C, mesmo com menor densidade relativa a matriz ligante é menos dura. Este fato pode se dar devido a formação de fases menos duras a essas temperaturas. Nas temperaturas de sinterização variando de 750-850°C os valores de densidade e de dureza são satisfatórios, com pequena variação entre eles. Os melhores resultados para esta liga, que podem ser retirados das figuras 20 e 21, são os para temperaturas entre 800°C e 850°C, aproximadamente 820°C, onde a densidade relativa é bem próxima de 98,2% e a dureza Vickers logo a cima de 320HV.

2.7.2 Cobalite CNF

Liga a base de Fe-Cu-Sn-W, suas propriedades se aproximam as do cobalto para matrizes de ferramentas de corte diamantadas, com a vantagem de sua sinterização ocorrer em menores temperaturas. Apresenta composição 68,4%pFe-26%pCu-3%pSn-2%pW-0,6%pY₂O₃ (Kamphuis e Serneels, 2004).

De forma análoga a cobalite HDR dois gráficos foram traçados relacionando a temperatura de sinterização, no primeiro, Figura 21, se relaciona com a densidade relativa, já no segundo, Figura 22, se relaciona com a dureza. Os parâmetros de sinterização para as amostras analisadas foram tempo de sinterização de 3 minutos e pressão de 35 MPa (Kamphuis e Serneels, 2004).

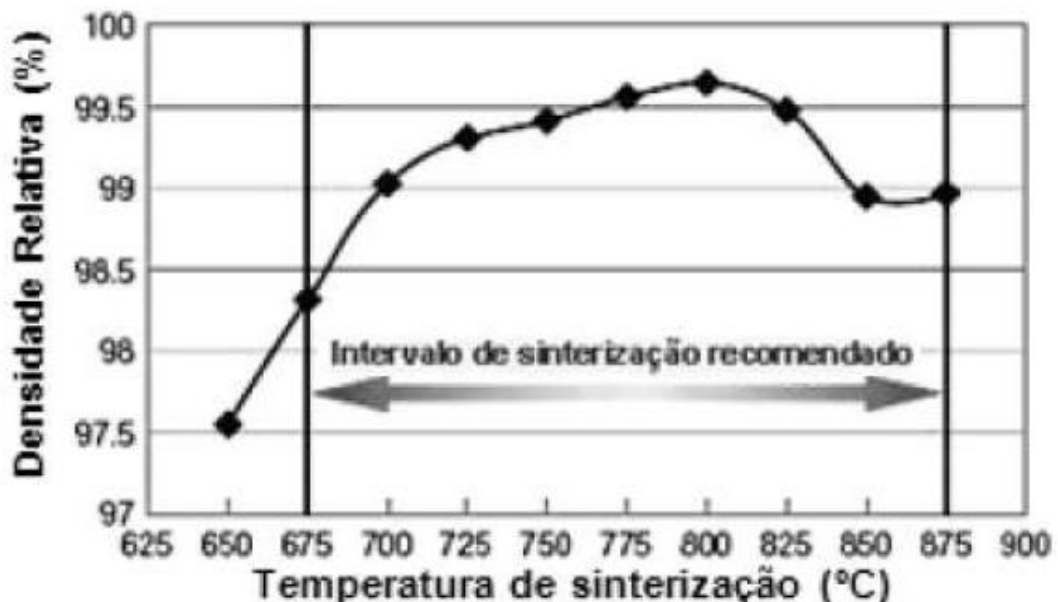


Figura 22. Resultado gráfico da medição de densidade relativa da liga Cobalite CNF relacionada com a temperatura de sinterização (Kamphuis e Serneels, 2004).

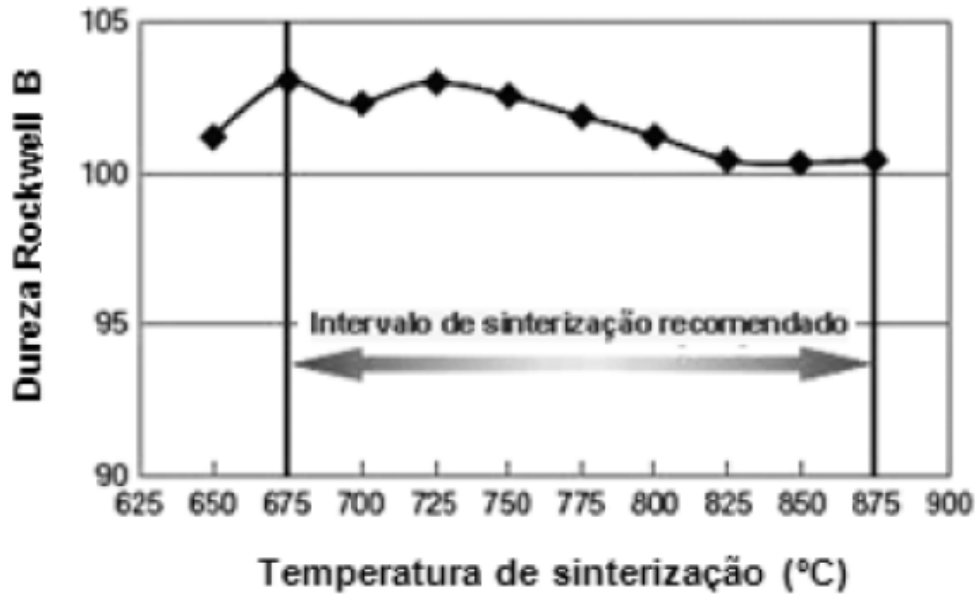


Figura 23. Relação gráfica entre dureza e a temperatura de sinterização da cobalite CNF (Kamphuis e Serneels, 2004).

Esta liga se mostra como uma ótima opção quando se deseja retirar o cobalto da composição da matriz ligante. Nas figuras 22 e 23 está indicado o intervalo de sinterização recomendado, onde as propriedades da matriz metálica são otimizadas. Na Figura 22 há aumento da densidade relativa até um valor a cima de 99,5% na sinterização a 800°C, a cima desta temperatura de sinterização a densidade relativa diminui. Já na figura 23 a densidade é máxima, a cima de 100 HB, em temperatura de sinterização de aproximadamente 725°C, para temperaturas maiores o valor diminui, até uma aparente estabilização, por volta de 100HB, na temperatura de aproximadamente 825°C.

2.7.3 Diabase

Diabase são ligas a base de Fe-Cu-Co-Sn. Suas composições variam e podem ser classificadas de acordo com a tabela 5, apresentada a seguir (Weber e Weiss, 2005).

Tabela 3. Classificação das ligas DIABASE segundo sua composição (Weber e Weiss, 2005).

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

A Diabase-V07 apresenta maior eficiência no corte, enquanto a Diabase-V18 é normalmente utilizada para cortes de granito. As propriedades da Diabase podem ser modificadas através de aditivos como bronze, WC e ferro, ampliando o campo de aplicação da liga (Weber e Weiss, 2005).

Com relação com a Diabase-V21 foi traçado um gráfico que relaciona a densidade relativa e a dureza com a temperatura de sinterização, apresentado na Figura 21 a seguir. No intervalo entre 820 e 860°C é onde os melhores resultados são apresentados, com alta densidade relativa ($\pm 98,5\%$) e ótimos valores de dureza (94-97 HB) (Weber e Weiss, 2005).

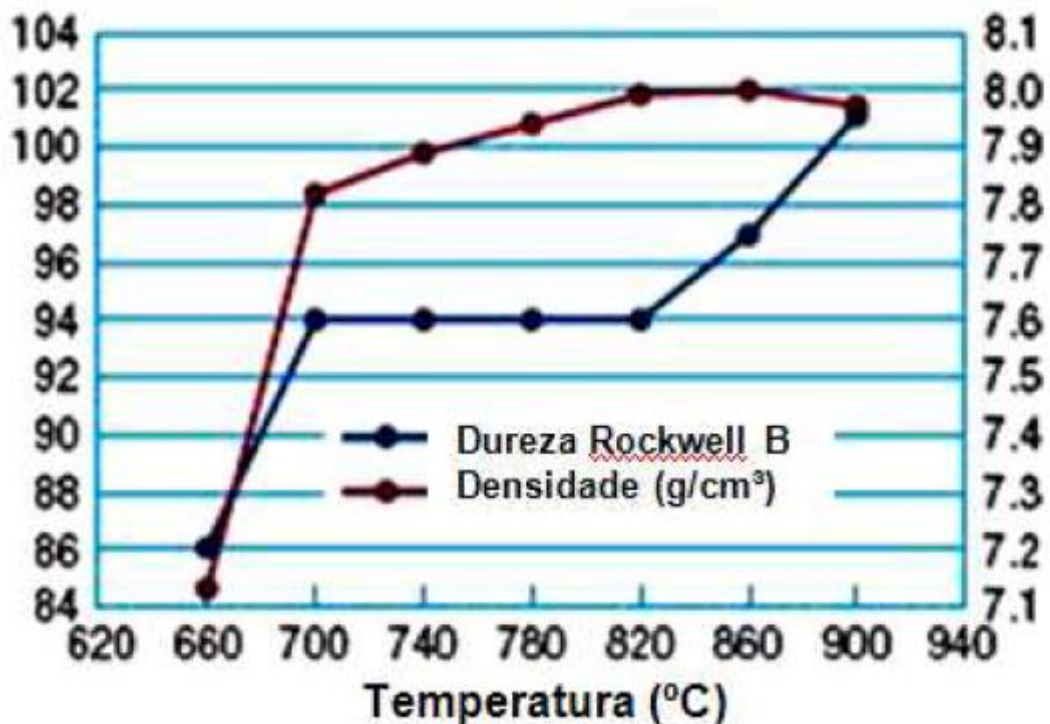


Figura 24. Relação gráfica da dureza e da densidade em função da temperatura de sinterização para uma liga DIABASE-V21 (Weber e Weiss, 2005).

Na figura 24 pode ser observada a relação entre a dureza e a densidade da liga DIABASE-V21. Quanto maior a densidade, maior a densificação e mais eficiente foi a sinterização. No intervalo de temperatura de 700°C a 820°C a dureza é constante 94HB, a cima de 820 a dureza sofre um acréscimo até a temperatura de 900°C, onde a dureza é de aproximadamente 101HB. Quanto a densidade, há elevação do valor de densidade até 8g/cm³, na temperatura de sinterização aproximada de 820°C. Entre as temperaturas de 820°C e 860°C a densidade se mantem em 8 g/cm³, em temperaturas maiores há um pequeno decréscimo da densidade. A sinterização é satisfatória de 700 a 900°C, pois, apesar de não se obter o valor máximo de dureza para todas essas temperaturas, a combinação das propriedades é suficiente para que a matriz ligante cumpra as funções desejadas.

2.7.4 NEXT

O NEXT são ligas com base de Cu-Fe-Co, sendo classificadas pela composição, essa classificação pode ser observada na tabela 6 apresentada a seguir (Del Villar, 2001).

Tabela 4. Classificação das ligas NEXT de acordo com suas composições (Del Villar, 2001).

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

Devido a importância da densidade relativa e dureza, gráficos para NEXT 100 e para NEXT 200 foram traçados na Figura 24, a densidade relativa, e com a dureza, na Figura 25. A pressão variou de 30 a 35 MPa e o tempo de sinterização foi de 3 minutos. (Del Villar, 2001)

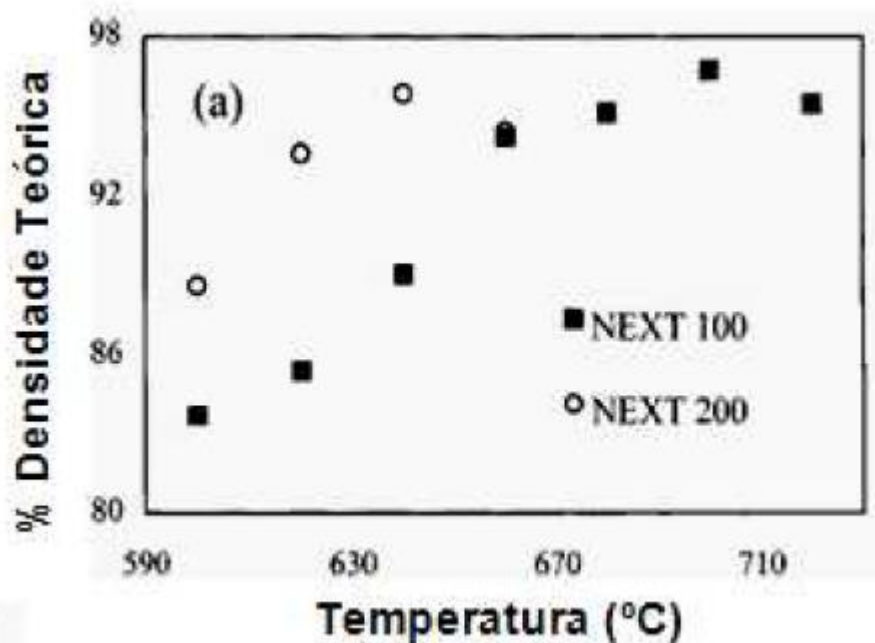


Figura 25. Relação gráfica da densidade teórica com a temperatura de sinterização. (Del Villar, 2001)

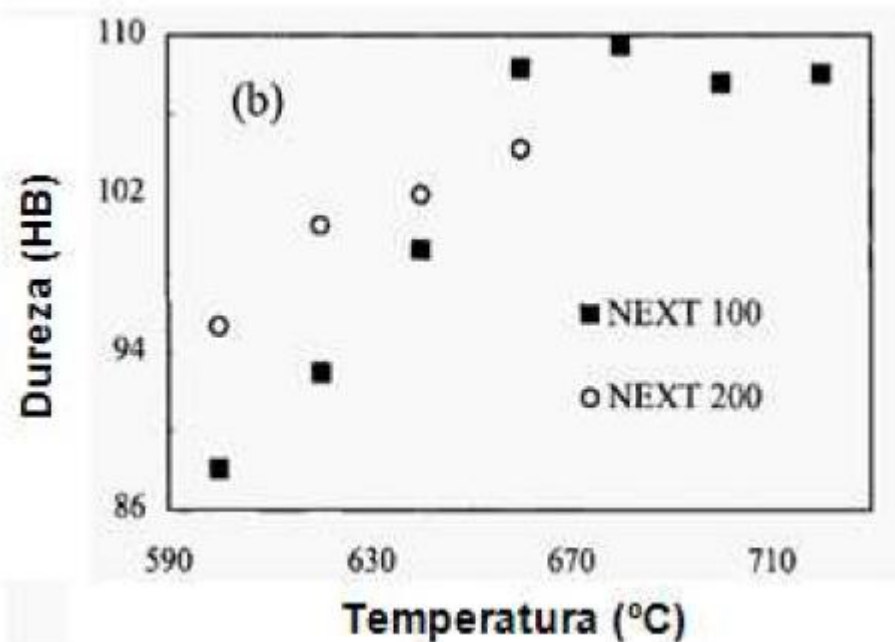


Figura 26. Relação gráfica da dureza com a temperatura de sinterização (Del Villar, 2001).

Da Figura 24 pode se concluir que ambas NEXT possuem temperatura de sinterização mais baixa que outras concorrentes como a DIABASE, apresentando também bons valores de densificação para temperaturas variando de 670-700°C. Do gráfico da Figura 25 pode-se concluir que até temperaturas de 650°C o NEXT 200 apresenta maior dureza, fato que pode estar relacionado com a densidade teórica maior do NEXT 200 para essas temperaturas. Com a informação obtida de ambos os gráficos, Figuras 22 e 23, pode-se concluir que até 95% de densidade teórica a dureza do NEXT é controlada pela quantidade de poros, a cima deste valor, a dureza, tem forte dependência da proporção Fe-Cu, a proporção da fase dura, Fe-Co, aumentará proporcionalmente a de Fe-Cu. (Del Villar, 2001)

2.8 Processo de fabricação dos segmentos diamantados na indústria

Para Konstanty (2003) para se produzir segmentos diamantados na indústria deve se seguir, como requisito mínimo, 8 etapas. O primeiro passo é a seleção e mistura dos pós. Através da seleção visa-se atingir a composição e granulometrias ideais da mistura, dependente da aplicação e das condições que a indústria dispõe. Na seleção é o momento em que se projeta as propriedades do segmento.

Na indústria há quantidades já conhecidas de concentração de diamantes para cada aplicação. A General Electric dispôs uma tabela que relaciona a concentração

de diamante, massa de diamante, em gramas e quilates, para cada cm^3 de matriz metálica e o volume de diamante, em cm^3 , para cada cm^3 de matriz metálica. Esta tabela é apresentada como a Tabela 5 (Filgueira et al., 2003).

Tabela 5. Concentração típica versus a densidade de diamantes em ferramentas de corte.

Concentration of diamond	Mass of diamond/ cm^3 of tool volume		Volume of diamond (cm^3)/tools (cm^3)
	Carat	Grams	
150	6.60	1.32	0.38
125	5.50	1.10	0.32
100*	4.40	0.88	0.25
75	3.30	0.66	0.19
50	2.20	0.44	0.13
42	1.85	0.37	0.11
30	1.32	0.26	0.07
25	1.10	0.22	0.06

Importante ressaltar que para a concentração de diamantes 100, o diamante está 25% em volume, desta forma, os outros valores na tabela são tirados em proporção.

No caso de rochas ornamentais a concentração indicada é de 50, ou seja $2,2\text{qt}/\text{cm}^3$, ou $0,44\text{g}/\text{cm}^3$, já para usinagem de revestimentos artificiais a concentração de diamante é 30, ou seja, $1,32\text{qt}/\text{cm}^3$ e $0,26\text{g}/\text{cm}^3$. Esses valores são válidos para diferentes matrizes metálicas usadas no corte de rochas ornamentais. Pode-se ainda, antes da mistura com o pó da matriz ligante, revestir os diamantes de modo a melhorar as suas propriedades. Os diamantes são revestidos por metais que formam carbetos, como W, Cr, Si, Ti. Além de melhorar a retenção de diamantes, pela existência de uma ligação química da matriz metálica e o diamante, protege a superfície do diamante da grafitação ou de outras reações agressivas de componentes da matriz (Hashimoto et al., 2018).

A mistura deve ser feita em moinho, de forma a se obter um composto homogêneo, com partículas de grão pequenos. Quanto menor as partículas, maior a densificação do composto, quando se compara com partículas de maior granulometria. O recipiente do misturador é alimentado de forma a se ainda haver espaço para que a mistura possa ser feita eficientemente. Durante um tempo pré-estabelecido o misturador se movimenta desordenadamente. Contudo a mistura de pós metálicos e diamantes causa atrito no misturador, podendo causar sua falha prematura. Logo, nesta etapa são adicionados lubrificantes ou aglutinantes para que estes efeitos sejam os menores possíveis. A adição pode se dar em diversas fases do

processo, sendo mais comumente adicionado após a mistura do pó metálico, previamente a adição dos diamantes (Mushtaq e Wani, 2017).

A mistura de matriz metálica e diamantes deve ser homogênea, porém caso haja aglomeração, de diamantes ou de matriz metálica, pode ocorrer a fratura prematura do segmento. Para se evitar este fato, pode-se cobrir os diamantes com o pó da matriz antes da mistura, desta forma, se evita a aglomeração, e a distribuição é mais uniforme (Raza e Khalid, 2014).

Com a composição já estabelecida, misturada e homogeneizada, pode-se prensar o composto. Quando se escolhe esta rota há menor desgaste da prensa sinterizadora, pois há menor fricção durante a sinterização. O molde para sinterização, quando os segmentos já estão conformados, permite a produção simultânea de mais produtos que quando se usa o pó misturado. Para produzir segmentos multicamadas a prensagem a frio é indispensável (Hashimoto et al., 2018).

A prensagem a quente pode ser feita após a prensagem a frio ou após a mistura, no último caso não se realiza a prensagem a frio. Durante a prensagem a quente o material é prensado com aplicação de calor, obtendo-se, assim, um segmento de corpo único com poucos, ou nenhum, poro. Na primeira etapa deste processo é aplicado uma pressão e temperatura abaixo das temperatura e pressão na qual o material é sinterizado por um tempo de 3 a 5 minutos, de modo a eliminar compactação residual e para desoxidar o material trabalhado, garantindo que a sinterização ocorra com maior eficiência. Com o material preparado são aplicadas a pressão e temperatura tais que o material seja sinterizado. O diamante tem sua resistência a altas temperaturas, de modo que, a sinterização a altas temperaturas deve ocorrer num pequeno intervalo de tempo (Konstanty, 2005).

A prensagem a quente é geralmente realizada em moldes de grafite de alta resistência pela passagem de corre diretamente pelo molde. Em prensas mais atuais a atmosfera do processo é protegida, formando em seu interior uma atmosfera de nitrogênio que prolonga a vida útil da máquina. Este processo, onde moldes de grafite são aquecidos por resistência, limita o tamanho e a geometria do segmento. Nos casos de peças maiores, como rodas de trituração diamantadas, é preferível a utilização de uma prensa fornalha na qual uma placa de aço é aquecida indiretamente pela radiação e convecção. Neste método é possível o processamento simultâneo de várias placas de aço, uma por cima da outra (Ye et al., 2018).

Com os segmentos já sinterizados é realizado um controle de qualidade nos produtos. Normalmente este controle é limitado a um teste de dureza. Rockwell B é o teste mais difundido na indústria, devido ao seu baixo custo e simplicidade. Uma mistura matriz-diamante propriamente densificada apresenta uma gama estreita de durezas. Materiais densificados incompletamente resultam em baixa resistência ao desgaste e retenção de diamante. Logo outro teste para avaliação da qualidade do segmento produzido é a análise da densidade (Okun et al., 2005).

Após a prensa é comum a presença de resíduos e protuberâncias nas bordas do segmento. Sendo assim, é realizada uma limpeza que consiste na remoção das partes indesejadas, ao se friccionar o segmento em um rebolo de material duro. Esta remoção é chamada de rebarbação. Geralmente na rebarbação são usados rebolos de alumina ou carbeto de silício de grãos grosseiros (Konstanty, 2003).

Quando o segmento atinge a dureza desejada e as dimensões previamente projetadas, sem defeitos ou resíduos, ele é brasado, ou soldado, em um disco de aço, que age como suporte, comumente chamado de alma. Para produção de lâminas para corte refrigerado de pedra natural se usa, na maioria dos casos, a brasagem. Já para produção em larga escala de serras de diâmetro até 500mm a soldagem a laser é a técnica mais comum. A solda a laser tem a vantagem de produzir um cordão de solda com resistência a flexão de até 1800Mpa, enquanto a brasagem produz um cordão com resistência de 350-600Mpa, logo a solda a laser praticamente elimina o risco de o segmento se descolar da alma (Konstanty, 2006).

Os segmentos devem ser concêntricos aos furos da serra circular. A retífica é o processo com maior taxa de sucesso nessa tarefa, além de nivelar a alma e o segmento, evitando empenamento. Posteriormente é realizada a limpeza, na qual é retirado o excesso de matriz sobre os diamantes, para que desde o primeiro corte já se tenha máxima eficiência (Konstanty, 2005).

Na produção da serra são geradas tensões residuais, que combinadas com a inevitável falta de simetria dos segmentos, leva a oscilações durante o giro da serra, podendo comprometer sua vida útil. Sendo assim, faz-se o tensionamento, com a serra deitada, para aliviar essas tensões residuais. O tensionamento real é feito logo em seguida, com a adição de uma tensão para esticar a seção central no sentido contrário à força centrífuga, que apresenta tendência em alongar a seção de borda da lamina rotativa (Konstanty, 2003).

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo será abordada a metodologia para preparação dos segmentos diamantados, bem como os ensaios que serão realizados no mesmo.

Para melhor ilustrar os processos que serão realizados para produção e caracterização dos segmentos diamantados de matriz Fe-Cu-Sn, pode-se observar a figura 27, que apresenta o fluxograma dos métodos que serão empregados.

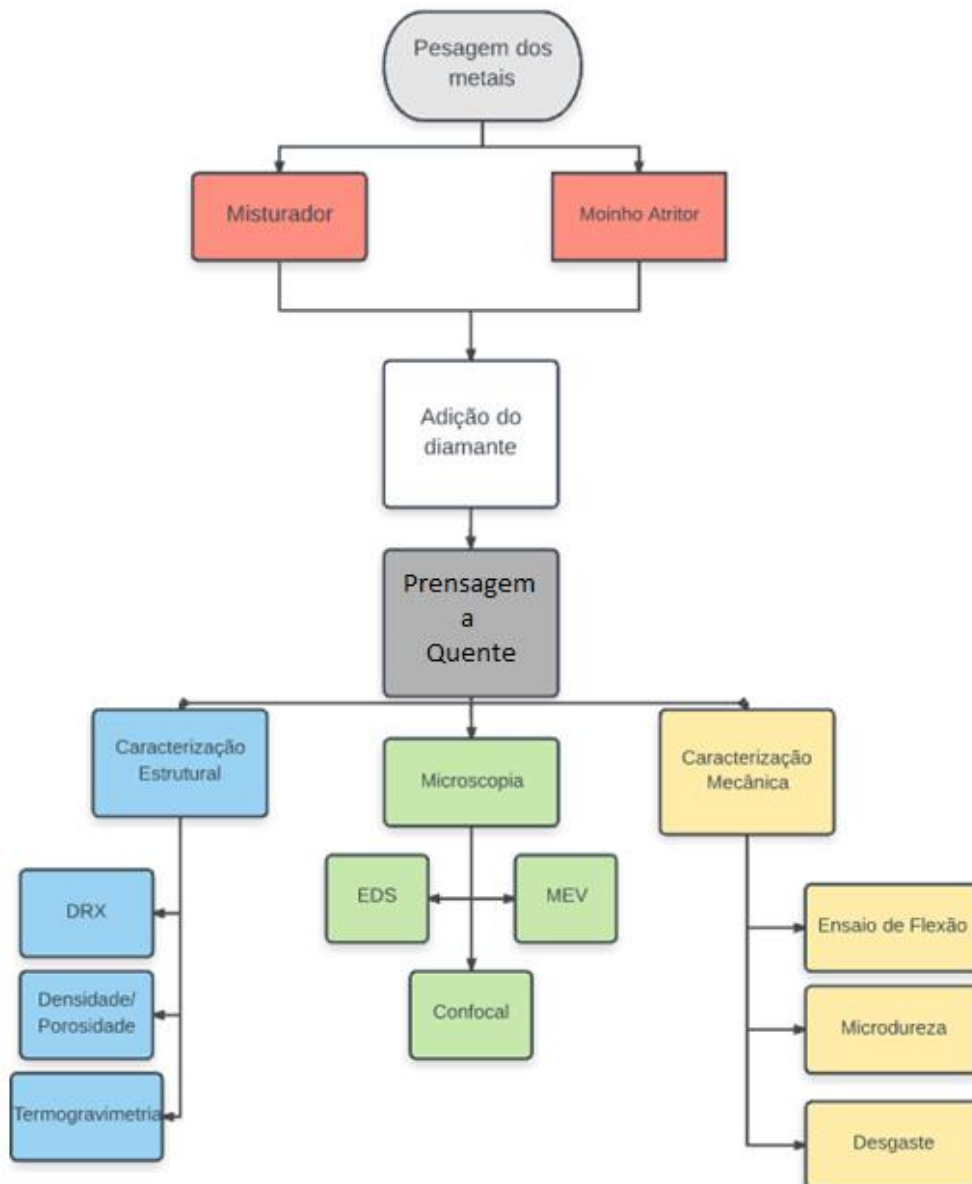


Figura 27. Fluxograma das etapas que serão realizadas para obtenção e análise dos segmentos diamantados.

3.1 Processo de fabricação dos segmentos diamantados

Foram produzidos compósitos diamantados com matriz metálica de 68,4%pFe-26%pCu-5,6%pSn com 1,4ct/cm³ de diamante, de forma que possam ser utilizados como segmentos de serras circulares para corte de nanoglass. Devido ao desejo de se obter uma liga sem adição de cobalto, mas que apresente as propriedades desejadas, a escolha dos parâmetros de sinterização e da composição teve como base a cobalite CNF (68,4%pFe-26%pCu-3%pSn-2%pW-0,6%pY₂O₃), contudo diminuindo a quantidade de componentes de forma a tornar a liga produzida menos custosa. A partir das figuras 22 e 23, a temperatura de 800°C foi escolhida, sendo nesta a densidade relativa da cobalite CNF maior que 99,5% e dureza aproximadamente 100HB. Para que possa se entender melhor as propriedades mecânicas da liga escolhida o diagrama ternário desenvolvido por Miettinen (2008) é apresentado na figura 27, sendo o ponto vermelho a composição para a temperatura utilizada durante a sinterização.

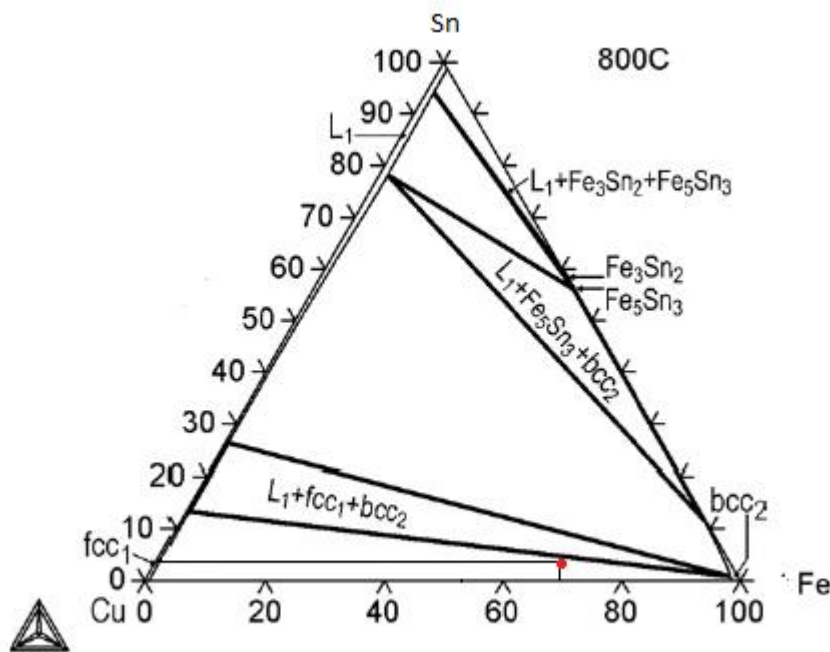


Figura 28. Diagrama ternário do Fe-Cu-Sn para temperatura de 800°C. (Miettinen, 2008)

Através do diagrama pode-se concluir que há a formação de uma fase de maior compactação cuja rede cristalina é cúbica de face centrada (fcc, em inglês), onde há

ainda a solução sólida do cobre no ferro, indicando maior dureza. A pressão de sinterização foi de 40 MPa, com tempo total de sinterização de 9 minutos, sendo 4 minutos de pre-sinterização e 5 com aplicação de pressão e temperatura máxima. Os parâmetros foram retirados dos padrões da indústria, obtidos por experiência industrial e próximos ao da cobalite CNF.

Foram produzidas 20 amostras onde a composição da matriz e os parâmetros de sinterização são constantes, se modificando somente a granulometria dos diamantes de acordo com a Tabela 6. Para maior eficiência, não se deve usar uma única granulometria de diamante, mas sim uma blenda, com uma variedade de cristais, de forma que os cristais de maior granulometria realizam o corte de forma mais grosseira, enquanto os de menor granulometria fazem um pequeno polimento da superfície de corte. Os valores de granulometria são dados em mesh.

Tabela 6. Quantidade de cada tipo de segmento e porcentagem de cada granulometria de diamante para cada compósito.

Granulometria (mesh)	Sem diamante	Compósito 1	Compósito 2	Compósito 3
30/40	0	33,3%	0	0
40/50	0	33,3%	33,3%	0
50/60	0	33,3%	33,3%	33,3%
60/70	0	0	33,3%	33,3%
140/170	0	0	0	33,3%
Quantidade de segmentos	5	5	5	5

Após a produção das 20 amostras de acordo com as quantidades da tabela 7, estas foram caracterizadas de acordo com o fluxograma da figura 27. Todos os segmentos foram produzidos na empresa Comércio e Indústria de Ferramentas e Abrasivos – ABRASDI, localizada no município de Campos dos Goytacazes – RJ. A

moagem dos pós foi executada no Setor de Materiais Superduros do Laboratório de Materiais Avançados da UENF.

3.2 Matéria-prima

Para produção dos segmentos foram utilizados pó de ferro, de granulometria 0,98 μ m, pureza 99,8%, da empresa Derivata; pó de cobre de granulometria 1,2 μ m, pureza 99,8%, da empresa MetalPó; pó de estanho de granulometria 2 μ m, pureza 99,9%, da empresa Derivata; cristais de diamante variando de 170 a 30 mesh.

3.2.1 Equipamentos e Acessórios

- Balança modelo analítico modelo SBC 32-220G (Scaltec);
- Moinho de alta energia Attritor;
- Prensa hidráulica modelo PHB30.REF220 (EKA) dotada de sistema de aquecimento por corrente elétrica (ABRASDI);
- Microscópio Eletrônico de Varredura Super Scan SSX-550 (Shimadzu);
- Microscópio Confocal a laser LEXT – 3D Ols 4000 (Olympus);
- Equipamento de difração de raios-X modelo XRD 7000 (Shimadzu);
- Durômetro HMV (Shimadzu);
- Máquina Universal de Ensaio Mecânicos modelo 5582 com 100 kN de capacidade (Instron);
- Equipamento de análise térmica BP300;
- Abrasímetro.

3.3 Preparação dos segmentos

Os materiais foram selecionados, bem como seus pós de alta pureza. Foi calculado a quantidade de pó de cada metal que seria utilizada para produção de 20 segmentos na proporção desejada, atentando para o fato de 5 dessas amostras não apresentarem diamante em sua composição, e, conseqüentemente, ser necessário maior quantidade de pó desses metais. Os pós foram pesados em balança analítica de precisão.

Os pós dos metais, já na quantidade desejada, foram levados ao moinho onde foram misturados e triturados através da moagem. O pó retirado do moinho é

separado de forma se obter 4 grupos, onde 3 deles tem a mesma massa e 1 é de maior massa. Em cada um dos 3 pós foram adicionados os diamantes nas proporções e granulometrias previamente estabelecidas, e apresentadas na tabela 6. Estes 4 grupos de pós diamantados são, novamente, misturados no moinho, separadamente. É importante ressaltar que a cada um dos pós foi adicionado uma certa quantidade de lubrificante, para aumentar a vida útil do moinho.

O pó compósito com a composição pré-estabelecida e adicionado o diamante, menos em um dos grupos que não leva diamantes em sua composição, é vertido no molde de grafite. Este molde é levado a prensa, onde há uma pré-sinterização, seguida da sinterização.

3.3.1 Preparação das misturas com diamantes

Após pesagem dos pós metálicas em balança analítica, a matriz metálica é levada ao moinho por 10 minutos. Após o tempo determinado a matriz foi retirada do moinho e os diamantes foram adicionados na concentração de $1,4 \text{ ct/cm}^3$. O pó, já com composição final, é misturado por 5 minutos em moinho cônico da empresa ABRASDI, apresentado na Figura 29.



Figura 29. Moinho cônico (ABRASDI, 2016).

3.3.2 Montagem do molde de sinterização

Após a produção dos pós com composição final iniciou-se a preparação para a sinterização. O molde a ser utilizado na prensa consiste de punções e de blocos de grafite, que são isolados por placas. Uma abraçadeira de aço circunda os prensadores com o pó a ser sinterizado. Todo o processo é feito de forma manual, podendo ser produzido 20 segmentos por sinterização. O molde é apresentado na Figura 30.

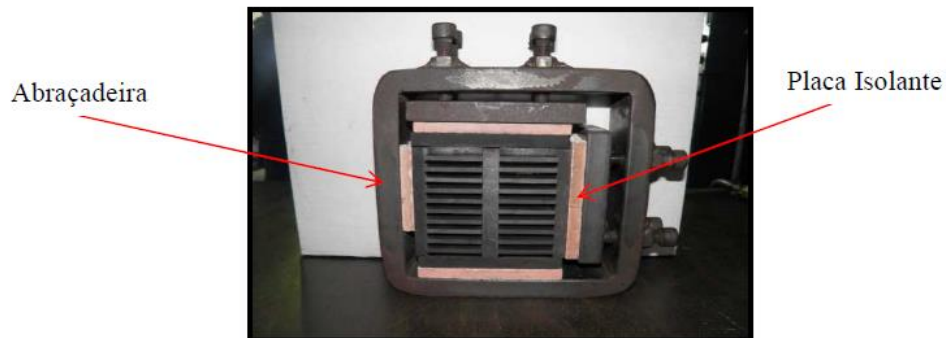


Figura 30. Molde utilizado na prensa para sinterização (ABRASDI, 2013).

3.3.3 Prensagem a quente em prensa hidráulica industrial

A sinterização foi executada em prensa hidráulica EKA, apresentada na Figura 31.



Figura 31. Prensa hidráulica (ABRASDI, 2016).

A matriz preparada no processo anterior, inserida no molde, é instalada na prensa hidráulica. A prensa é ligada e uma pressão de 20 Mpa é aplicada, de modo a conformar o pó compósito. Mantendo a pressão o sistema de aquecimento é ligado e a temperatura de 800°C é atingida. Essas condições são mantidas por 4 minutos de forma a preparar o compósito para a subsequente sinterização, através da desoxidação do pó. Após a passagem do tempo determinado a pressão é elevada a 40MPa, e essa condição é mantida por 9 minutos. Após a sinterização os segmentos são resfriados ao ar por 5 minutos, aplicando, ainda, a pressão de 40 MPa, sendo este o tempo médio necessário para que o material esfrie até 300°C. Quando a temperatura atinge 300°C a carga é retirada de forma gradual, de modo a diminuir as variações dimensionais. Após total resfriamento, com temperatura de aproximadamente 40°C, o molde é retirado da prensa para retirada dos corpos de provas produzidos.

Após o processo de sinterização o molde foi desmontado e os segmentos retirados. As amostras produzidas deverão apresentar o padrão mostrado na Figura

32. As medidas são aproximadas, pois devido à natureza do processo de sinterização há variação nas dimensões da peça.

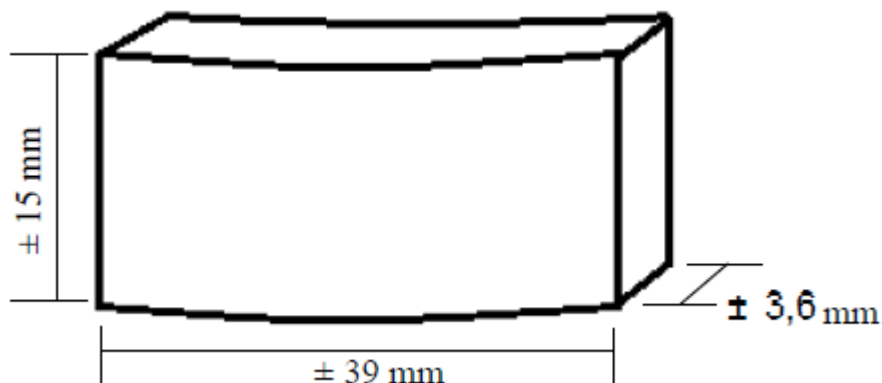


Figura 32. Esquema padrão dos compósitos que serão produzidos, com as dimensões, aproximadas, indicadas. (Junior, 2013)

Após a produção, os corpos de provas foram submetidos a caracterização e testes mecânicos, a fim de avaliar a eficiência do segmento para o corte de nanoglass.

3.4 Caracterização dos corpos de prova

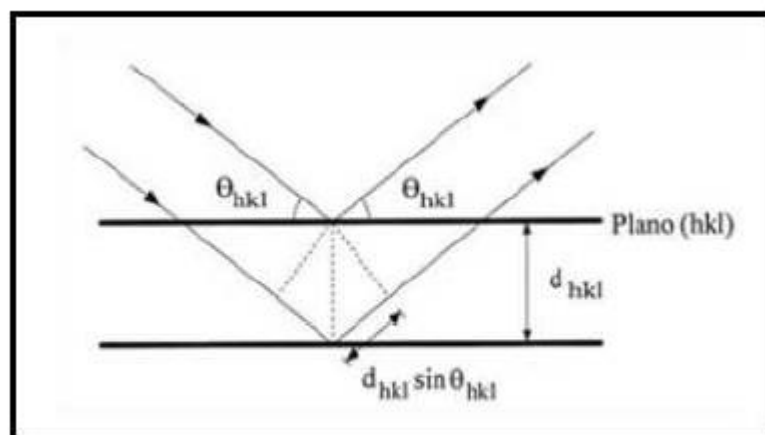
Para a caracterização dos segmentos foram realizados os testes no LAMAV (Laboratório de Materiais Avançados) na UENF, para os quais foram utilizados procedimentos específicos. Tais análises estão descritas nos itens a seguir.

3.4.1 Difração de raios X

O objetivo desta análise é identificar as fases presentes no segmento. Isto se dá através da análise de difratogramas de raios-X.

Raios X consistem em ondas eletromagnéticas de comprimento que varia de 5pm até 1nm, o que os torna eficientes na interação com a rede cristalina dos materiais. A técnica de difração de raios X permite identificar as fases cristalinas presentes num material sólido de forma não destrutiva (Cowley, 1975).

A análise é realizada através da interação de raios X, de comprimento de onda conhecido, com a rede cristalina do material analisado. Os raios são direcionados na superfície do corpo de prova, uma parte da radiação é difundida, outra parte do feixe é difratado. Para que isto ocorra deve-se satisfazer as condições da lei de Bragg, ilustrada na Figura 33 apresentada a seguir (Cowley, 1975).



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

Figura 33. Ilustração da Lei de Bragg (adaptado de Cowley, 1975).

A lei de Bragg relaciona a distância entre planos paralelos consecutivos da família de planos d_{hkl} , com ângulo entre o plano (hkl) e a direção do feixe incidente θ , sendo λ o comprimento de onda da radiação incidente e n um número inteiro que define a ordem da reflexão (Cowley, 1975).

Um difratograma consiste numa série de picos que são caracterizados pelas suas posições, intensidades e larguras. O reconhecimento das fases presentes num difratograma é efetuado por comparação dos valores das distâncias interplanares com os valores indicados em padrões, normalmente um banco de dados digital (Cowley, 1975).

Nos ensaios será utilizado um difratômetro modelo XRD 7000, fabricado por Shimadzu, utilizando os parâmetros de ângulo 2θ variando de $10-120^\circ$ e passo de varredura de $2^\circ/\text{min}$, a temperatura da análise será a ambiente.

Com os difratogramas o reconhecimento das fases será feito com base no banco de dados cristalográficos do software ICDD (International Center for Diffraction Data).

3.4.2 Microscopia confocal a laser

Na microscopia confocal uma amostra é analisada pixel por pixel, sendo esta análise pontual reunida em uma imagem única. Com esse mecanismo pode-se obter seções óticas com alta resolução e contraste em x , y e z (Almeida, 2012).

O microscópio confocal é útil para observar a morfologia das marcações do ensaio de dureza, as fraturas dos ensaios mecânicos e possíveis alterações decorrentes do processo de usinagem.

3.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) pode produzir imagens de alta resolução (300.000x). O princípio de funcionamento do MEV é a emissão de um feixe de elétrons por um filamento capilar de tungstênio (parte negativa), mediante aplicação de diferença de potencial da ordem de 0,5 a 30KV. A parte positiva do microscópio atrai fortemente os elétrons gerados, levando a aceleração dos mesmos. O percurso é corrigido pelas lentes condensadoras que tem o papel de alinhar o feixe de elétrons à abertura da objetiva. Esta por sua vez direciona este feixe de forma a atingir a amostra analisada (Almeida, 2012).

O objetivo da utilização do MEV é analisar a aderência dos cristais de diamante com a matriz, e observar pull out indesejado.

3.4.4 Densidade

Massa específica ou densidade de um material é a razão da massa sobre o volume. Enquanto a densidade relativa é a razão entre a massa específica da substância e a do padrão (teórica). Como padrão se utiliza a densidade da água de 1g/cm^3 , ou seja, numericamente a densidade relativa e a densidade de um corpo são iguais (Haliday, 1996).

A determinação da densidade aparente é a que mais se aproxima às situações reais, onde a amostra é composta por poros, trincas, defeitos cristalinos, entre outros (Junior, 2013).

O princípio de Arquimedes diz que todo corpo, parcial ou totalmente submerso em um líquido, é sujeito a força de empuxo do líquido, de direção vertical, oposta a gravidade, com intensidade igual ao peso do líquido deslocado. Por este método, medições rigorosas podem ser tomadas, mesmo quando a forma da amostra é irregular, além de considerar os poros presentes na superfície da amostra. Este método baseia-se numa combinação da pesagem da amostra em ar, chamada de massa seca, e após a fervura da amostra por 30 minutos, onde a superfície é isenta de qualquer gotícula de água, chamada de úmida, com uma pesagem da amostra imersa em água, descontando o empuxo. O esquema é representado na Figura 34.

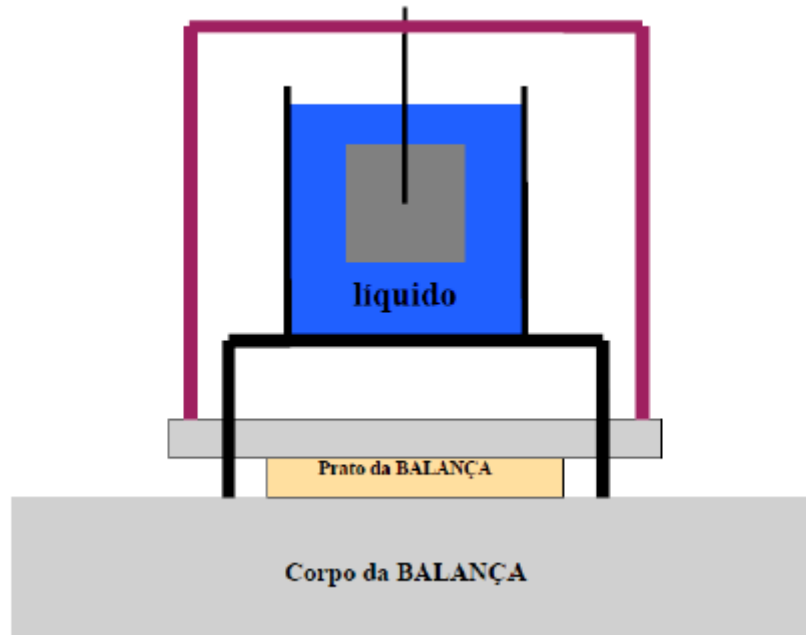


Figura 34. Esquema da montagem do método de Arquimedes (Junior, 2013).

Para o cálculo da densidade faz-se uso da equação 1. É importante ressaltar que da massa imersa é descontado o empuxo

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

Onde:

ρ_a – densidade aparente;

M_s – massa seca;

M_u – massa úmida;

M_i – massa imersa.

Para se calcular a densidade teórica foi utilizada uma regra de proporcionalidade. Que consiste no quociente entre a soma das massas de cada elemento do segmento e a soma da razão da massa de cada elemento pela sua massa específica. A equação 2 que apresenta o cálculo da densidade teórica é apresentada (Frade e Paiva, 2006).

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

Através da razão entre a densidade aparente e a teórica se obtém a densidade relativa. Já a porosidade aparente é calculada pela equação 3:

$$P_a = \frac{M_u - M_s}{(M_u - M_i)}$$

Onde: (eq. 3)

P_a – porosidade aparente;

M_s – massa seca;

M_u – massa úmida;

M_i – massa imersa.

3.5 Ensaios Mecânicos

Em um mercado cada vez mais competitivo é necessário que o material seja o mais adequado possível para a função que o mesmo desempenhará. Somente o dimensionamento e a garantia de que o material não falhará não é suficiente para que o mesmo entre no mercado, o material utilizado deve proporcionar redução nos custos e eficiência.

Logo, para um bom projeto de engenharia deve-se ter um vasto conhecimento das características, propriedades e comportamento do material. As propriedades mecânicas podem ser verificadas por ensaios cuidadosamente preparados, de forma a, também, reproduzir as condições de trabalho, com fator de segurança, para a amostra a ser testada.

3.5.1 Ensaio de Flexão

Os concentradores de tensão são formados por irregularidades presentes nos corpos de prova, que se aliviam em materiais dúcteis devido a deformação plástica,

contudo em materiais frágeis isso não ocorre, o que leva a ruptura no momento que se atinge o limite de resistência trativa. O ensaio de flexão consiste na flexão por carregamento em três pontos até a ruptura da amostra. Na parte superior do corpo de prova, na superfície, há a compressão enquanto na parte inferior ocorre a tração, como mostra a figura 36 (Callister, 2008).

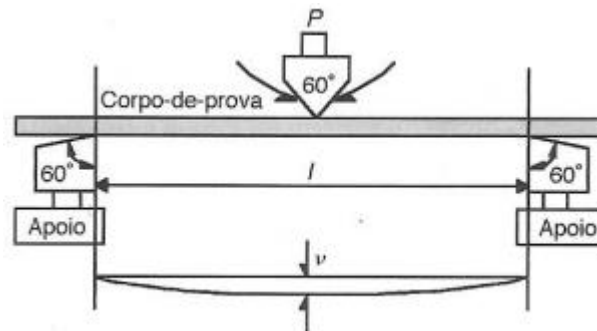


Figura 35. Esquema de peça flexionada (adaptada de Callister, 2008).

No ensaio de flexão de 3 pontos, sendo um ponto de carga e dois de apoio, a tensão máxima ocorre no meio, onde há a maior distância dos apoios. Logo no meio é onde ocorrerá a falha, caso a mesma aconteça em outro ponto da amostra será observada uma tensão de ruptura maior que a indicada pelo ensaio.

Os segmentos serão submetidos a flexão de 3 pontos usando uma velocidade de descida de 0,5mm/min, a distância de 30mm e a temperatura ambiente (Junior, 2013).

Através do ensaio de flexão é possível saber qual a tensão máxima suportada pelo segmento, bem como o seu comportamento durante a flexão. Isto é possível graças a confecção de um gráfico da tensão aplicada por deformação percentual do material. Contudo os resultados obtidos através deste ensaio vêm na forma de um gráfico de carga, em newtons, por alongamento em milímetros. Com estes valores a tensão é calculada dividindo-se a carga pela área de aplicação da mesma, e a deformação dividindo a dimensão alongada pelo ensaio pela dimensão original da amostra.

Um dos dados de maior importância, retirado do gráfico tensão x deformação, é o módulo de elasticidade, que é a deformação causada ao material a uma tensão conhecida na área elástica do gráfico tensão por deformação. A área elástica é a parte do gráfico onde a curva é uma reta, de coeficiente angular igual ao módulo de elasticidade (Callister, 2008).

O gráfico tensão x deformação foi obtido com ajuda do software Origin Pro 8.0 que também apresenta o coeficiente angular da reta na área elástica, ou seja, o módulo de elasticidade.

3.5.2 Ensaio de dureza Vickers

O teste de dureza Vickers consiste em endentar o corpo de prova com endentador de diamante na forma de pirâmide reta de base quadrada com ângulo entre as faces opostas de 136° , com carga variando de 1 a 100kgf.

O ensaio padrão é apresentado na Figura 37. A carga é aplicada durante 10 a 15 segundos. As duas diagonais deixadas pela endentação na superfície do corpo de prova são medidas com ajuda de microscópio. A dureza Vickers é a razão entre a carga (em kgf) pela área de endentação (Almeida, 2012).

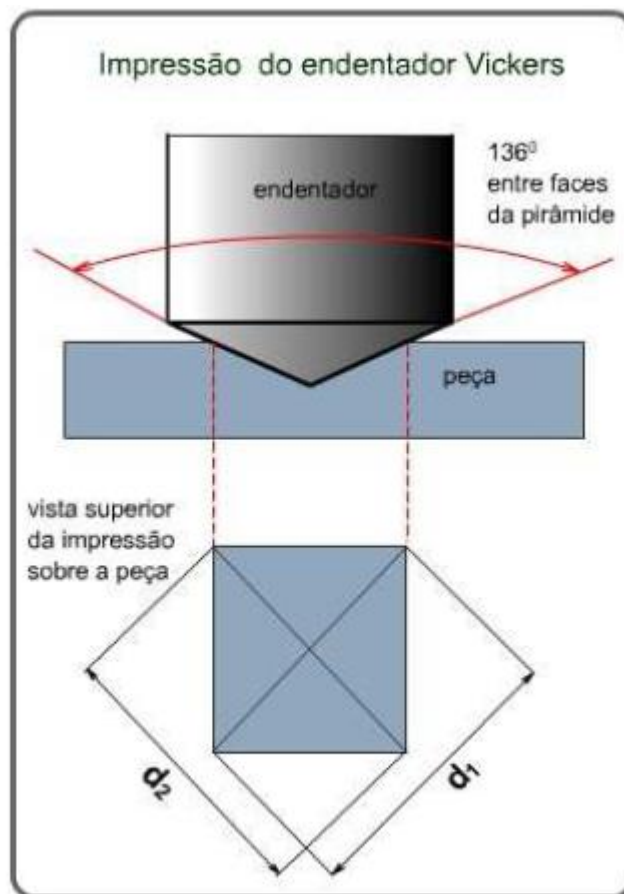


Figura 36. Imagem da impressão Vickers com as projeções de suas diagonais.
(Medvedovski, 2001)

O equipamento utilizado tem penetrador padrão. A carga a ser utilizada é de 0,5kgf (Junior, 2013).

Os valores de dureza são afetados por algumas propriedades dos materiais ou defeitos do corpo de prova, como:

- Densidade e porosidade: maiores densidades levam a maiores valores de dureza, pois os poros não oferecem resistência a endentação.
- Tamanho de grão: menores tamanhos de grão, leva a maiores contornos de grão, e a maiores valores de dureza.
- Composição: impurezas podem mascarar os valores de dureza.

Outros parâmetros que tem forte influência são: a temperatura do ensaio, a carga aplicada e o acabamento superficial.

3.5.3 Ensaio de desgaste

Desgaste é definido pela ASTM G-77 (1991) como: o dano em uma superfície sólida, envolvendo perda gradual de massa, devido ao movimento relativo entre a superfície e o contato com outro material. Já o desgaste abrasivo é um tipo de desgaste, definido como “*o desgaste devido a partículas duras ou protuberâncias duras forçadas contra e movendo-se ao longo de uma superfície sólida.*” (ASTM G40 – 1996).

Este ensaio se aproxima muito das condições de trabalho do segmento. A politriz que foi utilizada é da marca Arotec (Figura 37), com adaptador para fixar as amostras. Este ensaio, na configuração que será utilizada é chamada de “pino contra disco”.



Figura 37. Politriz utilizada nos ensaios de desgaste (LAMAV/CCT/UENF).

O disco que será utilizado no ensaio tem dimensões de 70 cm de diâmetro externo, 40 cm interno e espessura de 5 cm. A rotação será constante de 620rpm com carga total de aproximadamente 200g. O tempo de duração será de 15 minutos no total com pausa a cada 5 minutos para tomar os dados, pois é necessário pesar a amostra em balança de precisão. Nesta análise foram testadas 3 amostras de cada grupo, ou seja, 12 amostras no total. Para se calcular o desgaste será utilizada a equação 4:

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

(eq. 4)

Onde:

ΔM – perda percentual de massa;

m_I – massa antes do ensaio;

m_F – massa após o ensaio.

Também pode-se calcular a resistência ao desgaste, que é dada pelo inverso da perda percentual em massa

CAPÍTULO 4: Resultados e Discussões

4.1 Aspectos Gerais

As amostras foram produzidas de acordo com os métodos previamente explicitados em parceria com a ABRASDI. O principal objetivo é produzir comercialmente segmentos diamantados para corte de nanoglass e, devido a dureza elevada do mesmo, para outros revestimentos cerâmicos. Os corpos de prova apresentaram aproximadamente as mesmas dimensões, de forma a serem soldadas em uma serra circular.

Foram produzidos 20 segmentos com diferentes quantidades, composições e diamantes a fim de avaliar a eficiência no corte de nanoglass. Na figura 39 são mostrados 6 desses segmentos, produzidos seguindo o padrão industrial de fabricação dessas ferramentas.



Figura 38. Segmentos diamantados produzidos na ABRASDI.

4.2 Difração de raios X

Para se saber as fases e composição dos corpos de prova produzidos uma análise de difração de raios X foi feita em 2 amostras de cada uma dos diferentes compósitos contendo diamante, a matriz sem diamantes não foi avaliada neste teste. Sendo assim 6 difratogramas foram obtidos e são apresentados de forma única na figura 40. É importante ressaltar que não foi feita análise da amostra sem diamante, pois a mesma foi feita a título de comparação e não como ferramenta final. Nesta

etapa o desejado era avaliar a formação de fases e a grafitação do diamante. A leitura do gráfico foi executada pelo software XPert HighScore 2013, através do banco de dados JCPDS.

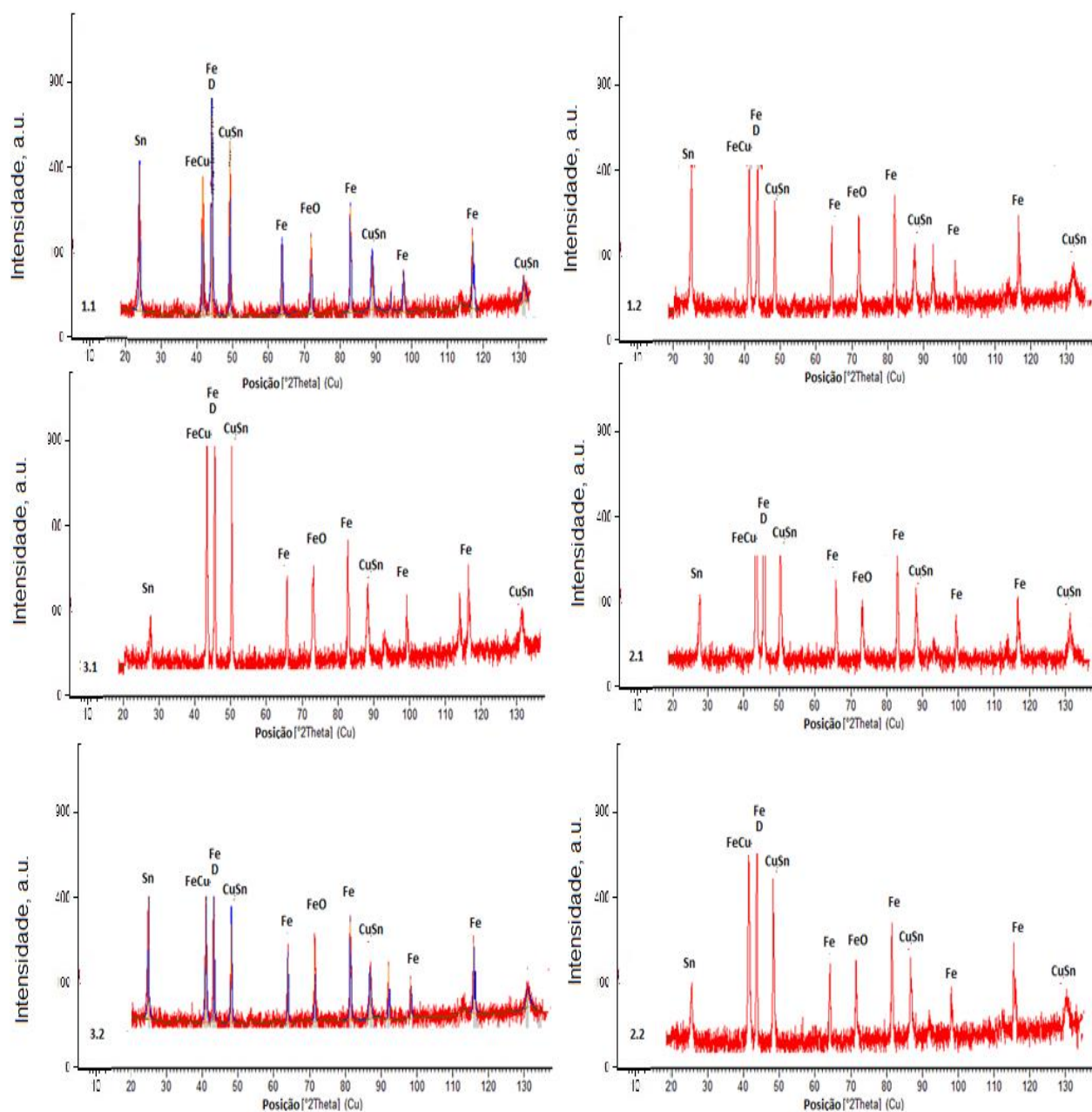


Figura 39. Difratoograma das amostras com diamante, onde D é o pico do diamante e os metais estão representados pelos seus símbolos.

O número das fichas para cada composto está disposto na tabela 7:

Tabela 7. Fichas JCPDS utilizadas para leitura do difratograma no software XPert High Score.

Composto	Número da Ficha
01-085-1410	Ferro
96-901-1998	Diamond
96-901-3024	Cobre
96-900-2670	Óxido de Ferro
01-072-1174	Óxido de Ferro e Cobre

Analisando os difratogramas da figura 39, pode-se observar que não houve formação de fases diferentes para as diferentes composições. As fases formadas são as mesmas independente dos diamantes adicionados. Devido aos resultados tão similares não foi feita esta análise nas demais amostras.

As fases formadas, e mostradas na figura 40, foram as esperadas com predominância do ferro, elemento em maior quantidade nos segmentos. A solução sólida de Fe-Cu, fase endurecedora, foi observada em todas amostras. Era esperado também o isolamento do Sn, elemento de baixo ponto de fusão (505K) que ajuda na sinterização e densifica o segmento. Contudo houve picos intensos de bronze (CuSn), que apesar de endurecer o composto, por solução sólida, utiliza parte do Sn, que apresenta menor ponto de fusão, e geralmente forma fase líquida e preenche os vazios durante a sinterização. Isto pode ter ocorrido devido a heterogeneidade na composição do segmento, ou seja, a mistura dos pós deveria ter sido mais eficiente.

Quando se compara o difratograma encontrado com o diagrama de fases ternário da figura 28, é perceptível que o composto não é homogêneo, pois o esperado para a composição da liga utilizada era uma única fase Fe-Cu-Sn de estrutura cúbica de face centrada. Porém o observado na figura 40 foram fases separadas de cada elemento com combinações de dois elementos no máximo. Este fato pode ter levado a liga não atingir suas melhores propriedades mecânicas, pois um material heterogêneo é menos resistente que um homogêneo.

O fator positivo da sinterização foi a não observação de picos de carbono, ou de carbeto de ferro. O diamante pode se tornar grafite aos 800°C e a afinidade do carbono e o ferro é alta, contudo, o tempo de sinterização mais curto preveniu este defeito.

4.3 Densidade e Porosidade

A densidade e a porosidade foram avaliadas utilizando a técnica de Arquimedes. A tabela 8 ilustra as densidades relativas para os diferentes compósitos. Nesta tabela são apresentados os valores médios e o desvio padrão da densidade relativa para cada compósito.

Tabela 8. Densidade relativa das amostras com diferentes blendas de diamante.

Densidade Relativa	Amostra
0,9238 +- 0.025	sem diamante
0,9063+-0.008	1
0,8819+-0,04	2
0,9004+-0,009	3

Pela tabela 6 fica mais claro o papel do diamante. O mesmo interfere na sinterização de forma a aumentar os espaços vazios tornando o segmento menos denso. A amostra 2 se mostrou menos densa isto se deve ao valor de uma das amostras, que se mostrou a menos densa. Porém não se pode afirmar que foi devido a blenda, pois os outros 4 segmentos produzidos com essa mesma blenda apresentam valores de densificação similares aos outros compósitos. Uma possível causa para este comportamento atípico é a segregação de diamantes. Quando os diamantes se aglomeram há vazios entre eles onde a matriz não penetra, diminuindo a densidade do compósito.

Quando se compara os valores do material estudado com as pastilhas comerciais, pode-se comparar com a cobalite CNF, que nesta temperatura de sinterização, tem densidade relativa superior, de mais de 98%. Indicando que a

sinterização desta nova matriz diamantada ainda precisa de ajustes, para que o segmento possa chegar mais próximo de 100% de densidade relativa.

Sabendo que quanto mais denso o compósito menor a presença de poros, de forma geral pode-se afirmar que os resultados foram satisfatórios, pois as densidades foram superiores a 90%. Porém quando comparado com outras ligas comerciais, como a cobalite HDR e a DIABASEV-21, que podem ser sinterizadas a 800°C, a densidade relativa na primeira em muito supera a das amostras produzidas, pois supera os 98%. Já no caso da DIABASE-V21 a densidade relativa máxima do compósito é atingida.

4.4 Ensaio de Flexão

O objetivo deste ensaio é avaliar se houve fragilização dos segmentos após a sinterização e se ele suporta a tensão de trabalho. Este ensaio também poderia ser usado como comparação com outras ferramentas, porém as normas não puderam ser respeitadas, devido a dureza do segmento não é possível usá-lo a ponto de ter suas dimensões dentro da norma sem fraturar a amostra.

Para se obter um corte eficiente a ferramenta deve ser bem tenaz, ou seja absorver uma boa quantidade de energia antes de sua fratura. Deformações elásticas são permitidas, contudo deformações plásticas são maléficas para o segmento. Caso a deformação exceda o limite de escoamento os diamantes inseridos na matriz podem se soltar.

O parâmetro usado para avaliar este fator é a tensão de escoamento retirada do gráfico tensão-deformação. Na tabela 9 os valores de tensão de escoamento médios e seus desvios padrão de cada grupo de amostras é apresentado.

Tabela 9. Tensão de escoamento média e seu respectivo desvio padrão para cada grupo de amostras

Tensão escoamento (MPa)	Media
1	114.3 +- 10.7
2	110.3 +-2.4
3	106.8+-1.8
b	173.6 +- 19.8

Através da tabela 9, fica claro que o diamante torna o segmento menos resistente. A amostra sem diamante é a que tem maior tensão de escoamento, enquanto a composição 3, com diamantes mais finos, apresentou a tensão de escoamento mais baixa. Isso indica que diamantes menores levam a maiores pontos de concentração de tensão levando a tensões internas mais intensas.

Bose e colaboradores, 2014, investigaram as forças presentes durante o corte por serra circular, com profundidade de corte e velocidades variadas. A força para um corte a 46m/min com profundidade de 0,254mm é de 71N. Sendo tensão a força aplicada dividida pela área onde a tensão esta sendo aplicada. Logo, a tensão para este trabalho seria de 113MPa, aproximadamente. Utilizando estes parâmetros, tanto as amostras do grupo 2 e 3 falhariam e sofreriam extração prematura de seus diamantes devido a deformação plástica em que estariam submetidas. Sendo assim, uma velocidade ou profundidade de corte menor deveriam ser utilizadas para essas amostras. O resultado mais eficiente foi o das amostras do grupo 1, de diamantes mais grosseiros, que podem realizar o corte nestes parâmetros.

Outro fator que interfere na eficiência da ferramenta é o módulo de elasticidade, que é calculado como a inclinação da reta na área elástica do gráfico tensão x deformação. Valores baixos de módulo de elasticidade indicam que pequenas tensões causam grandes deformações, o que é indesejado. Deformações levam a diminuição da aderência entre o diamante e a matriz, consequentemente, levando a extração do diamante. Na Tabela os diferentes módulos de elasticidade, e seus desvio padrão, para cada um dos grupos de amostras é apresentado.

Tabela 10. Modulo de elasticidade para cada um dos grupos de amostra

Modulo elasticidade (GPa)	Media
1	88.69+-5.88
2	81.84+-7.71
3	85.77+-5.45
b	100.13+-1.98

Observando a tabela 10, fica claro que os valores de módulo de elasticidade para os corpos de prova diamantados é visivelmente menor que para os sem diamantes. Era esperado um valor menor deste parâmetro para as amostras com diamantes mais finos, blenda 3, devido ao maior número de partículas que impedem o movimento das discordâncias e conseqüentemente endurecem o material. O módulo de elasticidade para as amostras sem diamantes foi o maior, indicando maior área elástica, ou seja, a matriz metálica tem grande capacidade de absorver energia e voltar as suas dimensões iniciais.

Um comportamento dúctil é indesejado, logo o material deve ser o mais rígido possível, com alta tensão de escoamento e baixo módulo de elasticidade. Combinando ambas propriedades o grupo com melhores resultados é o 2, com diamantes intermediários. Apesar de não apresentar maior tensão de escoamento, o valor é satisfatório, quando comparado com as outras amostras, e seu módulo de elasticidade é o mais baixo, indicando maior rigidez do segmento, o que é desejado.

É provável que isto tenha ocorrido devido ao maior número de diamantes na linha de ruptura, centro do CP, aumentando a tensão num ponto frágil do segmento e levando-o a ruptura.

4.5 Ensaio de Dureza Vickers

Para esse ensaio, após ser seguido os passos descritos na metodologia, foram tomados 3 pontos de cada CP, contudo só foi possível a realização do mesmo nas amostras sem diamantes, pois o equipamento utilizado não mede materiais diamantados. Sendo assim avaliou-se a dureza da matriz em 4 pontos da mesma. Os valores encontrados podem ser observados na tabela 11, cada valor foi tomado 3

vezes em cada ponto, ressaltando que as medidas foram tomadas atentando para a distância mínima entre elas.

Tabela 11. Valores de Microdureza Vickers para cada uma das regiões da amostra sem diamantes

Posição	Dureza HV
1	128+-8,1
2	170+-9,3
3	142+-23,7
4	150+-16,9

Os resultados observados na tabela 11 indicam que as durezas foram tomadas em fases diferentes variando de 110 a 190HV. Fases essas que podem ter sido formados devido ao resfriamento lento e ao ar livre, deixando margem para um gradiente de temperatura alto, o que pode levar a diferentes fases no centro e na periferia da amostra. Outra razão para um comportamento tão irregular é a possível má mistura dos pós. Se uma região é rica em ferro e cobre é provável que esta endureça, enquanto outra rica em Sn seja menos dura. Outro fator que também tem parte nestes resultados é a heterogeneidade dos compósitos, além da formação de fases menos resistentes, a interface entre as fases diminui a resistência devido à combinação das propriedades da fase mais resistente com a menos. Contudo há resultados animadores, principalmente na amostra 2, próximo a 190 HV esse CP pode rivalizar com outros que apresentam cobalto em sua composição. Como Júnior, 2013, apresentou, seu composto Fe-Cu-Ni-Sn-Co-WC/B4C, que mesmo com inclusão de partícula dura (B4C), chegou a 186HV, próximo a matriz Fe-Cu-Sn proposta no presente trabalho. Deve-se levar em conta que as matrizes comerciais, como a cobalite HDR, apresentam dureza a cima de 300HV. Até mesmo a cobalite CNF, de composição similar ao das amostras, apresentou dureza a cima de 250HV. Já a DIABASE-V21 e os NEXT 100 e 200 apresentaram valores próximos e menores que os das cobalites HDR e CNF, porém a cima de 250HV, o que é muito superior a melhor dureza encontrada nos corpos de prova. No caso de Júnior, 2013, a tentativa foi o

aumento do tempo de sinterização, com resultados promissores. Mais tempo de sinterização leva a um material mais denso e com fases mais homogêneas. Homogeneidade que também pode ser atingida com mistura de alta energia, como por exemplo em moinho Atritor.

4.6 Ensaio de Desgaste

O que leva uma ferramenta a ser mais eficiente são dois fatores principais: a qualidade do corte e a vida útil da ferramenta, sabendo que muitas vezes o único interesse é a vida útil, o que não é o caso da usinagem de um material tao frágil quanto o nanoglass. Sendo assim uma análise do desgaste do segmento no disco indicaria a vida útil do mesmo, ainda que fosse a título de comparação entre as diferentes blendas de diamante. Um primeiro teste com porcelanato foi realizado a fim de quantificar a eficiência dos segmentos, e somente depois se fez o desgaste em nanoglass, que é mais duro e mais sensível ao corte, ou seja, se o corte não for bem feito o polimento superficial é perdido danificando o produto.

Com a ajuda da politriz e do método previamente explicitados obteve-se a perda de massa percentual para um tempo de 15 min, com pausa a cada 5 minutos para medição da massa. Esses valores podem ser observados para o nanoglass (Figura 50).

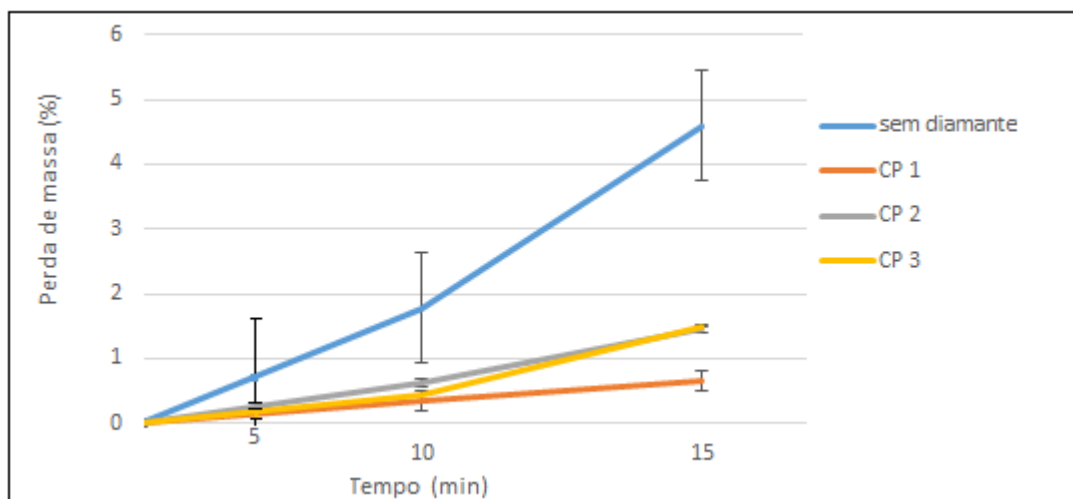


Figura 40. Gráfico de desgaste para nanoglass, com a perda de massa (%) pelo tempo (min) para as diferentes amostras.

O nanoglass apresenta dureza Mohs variando de 6,5 a 7, dureza equivalente ao quartzo. Analisando estes resultados na figura 50, observou-se que as amostras sem diamante foram as que apresentaram maior perda de massa, chegando a valores a cima de 5% neste parâmetro. Este resultado era esperado após a constatação da baixa dureza encontrada no teste de dureza Vickers realizado na matriz ligante. A presença de diamantes além de prover o abrasivo, que é o agente cortante, endurece, por deformação a frio, a matriz ligante. Logo a matriz metálica sem diamantes é ainda menos dura que a matriz metálica após incorporação dos diamantes, o que se torna claro ao se comparar os desgastes e se perceber que os valores de desgaste para matriz são mais que duas vezes o desgaste nos compósitos para um tempo de 15 minutos o contudo o melhor

O resultado mais satisfatório foi para a blenda 1, mais grosseira. Isso indica que para o corte desse material serão necessários diamantes maiores, mais robustos e com maior resistência mecânica. Outro fator que pode ter contribuído para o bom resultado da amostra 1 é a maior aderência do diamante a matriz. É necessário que haja maior desgaste da última, para que o diamante seja extraído, diamantes pequenos são retirados de forma mais rápida pelo desgaste da matriz, que, como foi mencionado no tópico 4.6, não é dura. Deve ser levado em conta que as amostras diamantadas apresentaram perda de massa abaixo de 2%.

Comparando com as matrizes comerciais é esperado que o desgaste dessas seja inferior ao observado nas amostras. Isto se deve a maior dureza dessas matrizes. Ou seja, é necessária uma força maior para causar deformação plástica nos compósitos comerciais que nas amostras, logo as comerciais suportam mais tempo de trabalho com desgaste menor.

Após o desgaste em nanoglass as amostras foram levadas ao microscópio confocal e micrografias no aumento de 5x foram obtidas. Na figura 52, são apresentadas as micrografias da blenda 1 para 3 diferentes amostras.

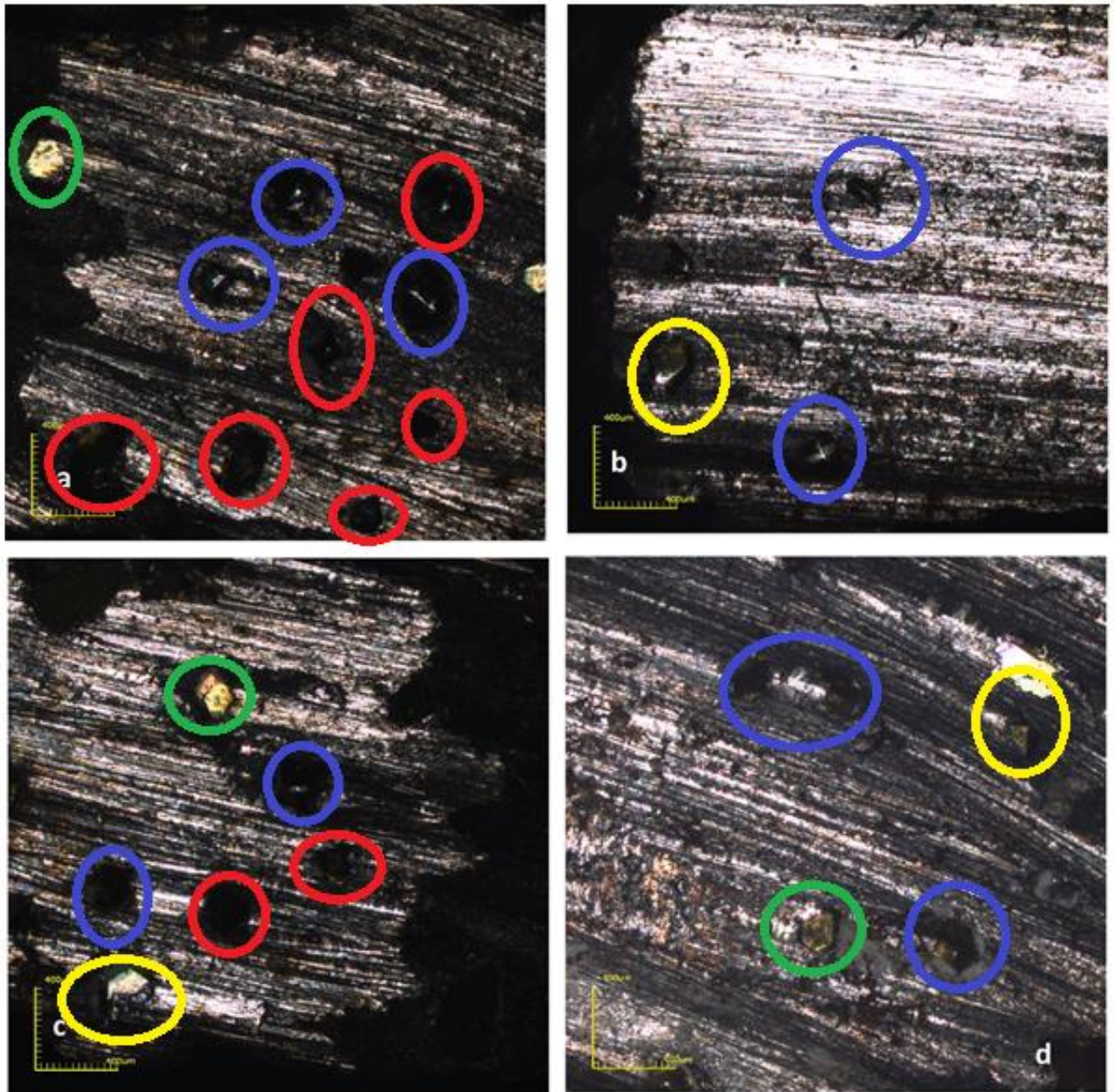


Figura 41. Micrografias, aumento de 5x, obtidas em confocal de 3 amostras com mesma composição. (a e b) 1.1, (c) 1.2, (d) 1.3

O pull out dos diamantes é visível, e indicado pelos círculos vermelhos, além dos diamantes visíveis apresentarem algumas fraturas em sua superfície, indicados pelo círculo azul, o que dificulta o corte. Pode-se observar na Figura 52 a direção do corte, através dos riscos de abrasão. Também é possível ver a proteção dada pelo diamante a matriz metálica logo atrás deste, tomando a direção do corte. Nos pontos onde há diamantes ainda ligados os riscos de abrasão são menos visíveis.

A matriz ligante não conseguiu boa ancoragem dos diamantes, como pode ser observado pela existência de diamantes ainda intactos, porém quase sofrendo extração. Estes diamantes estão indicados por círculo verde. O fato de não haver boa retenção de diamante na amostra é devido à baixa cobertura da matriz no diamante, além de pelo DRX não ter sido observado compostos de carbono com os metais, principalmente o ferro, o que levaria a uma ligação química, melhorando a adesão do diamante na matriz ligante.

Há ainda o caso dos diamantes que estão ainda internos na matriz, porém a matriz logo a cima destes já se desgastou e os diamantes já começam a mostrar certa protuberância. Estes diamantes estão indicados pelos círculos verdes. Mesmo estes abrasivos ainda não preparados para o corte já possível observar descolamento da matriz ligante e o diamante, pequenos espaços escuros em volta do abrasivo.

Mais raros, mas ainda existentes, estão os diamantes ainda hábeis ao corte, indicados por círculos amarelos. Estes diamantes não apresentam falhas ou fraturas e ainda tem boa protuberância para corte. Outro fator comum a estes é a boa ancoragem na matriz ligante, pode-se observar que a matriz cobre estes diamantes e não espaços entre a matriz e o diamante.

Apesar do bom resultado no desgaste, sendo o grupo de amostras menos desgastado, os compósitos de diamantes mais grosseiros, apresentaram baixa retenção de diamantes, o que foi inesperado, somente alguns diamantes ainda se mantiveram na matriz com capacidade de corte.

A seguir serão apresentadas as micrografias para os compósitos de diamante de granulometria intermediária, do grupo 2, intermediária, na Figura 53.

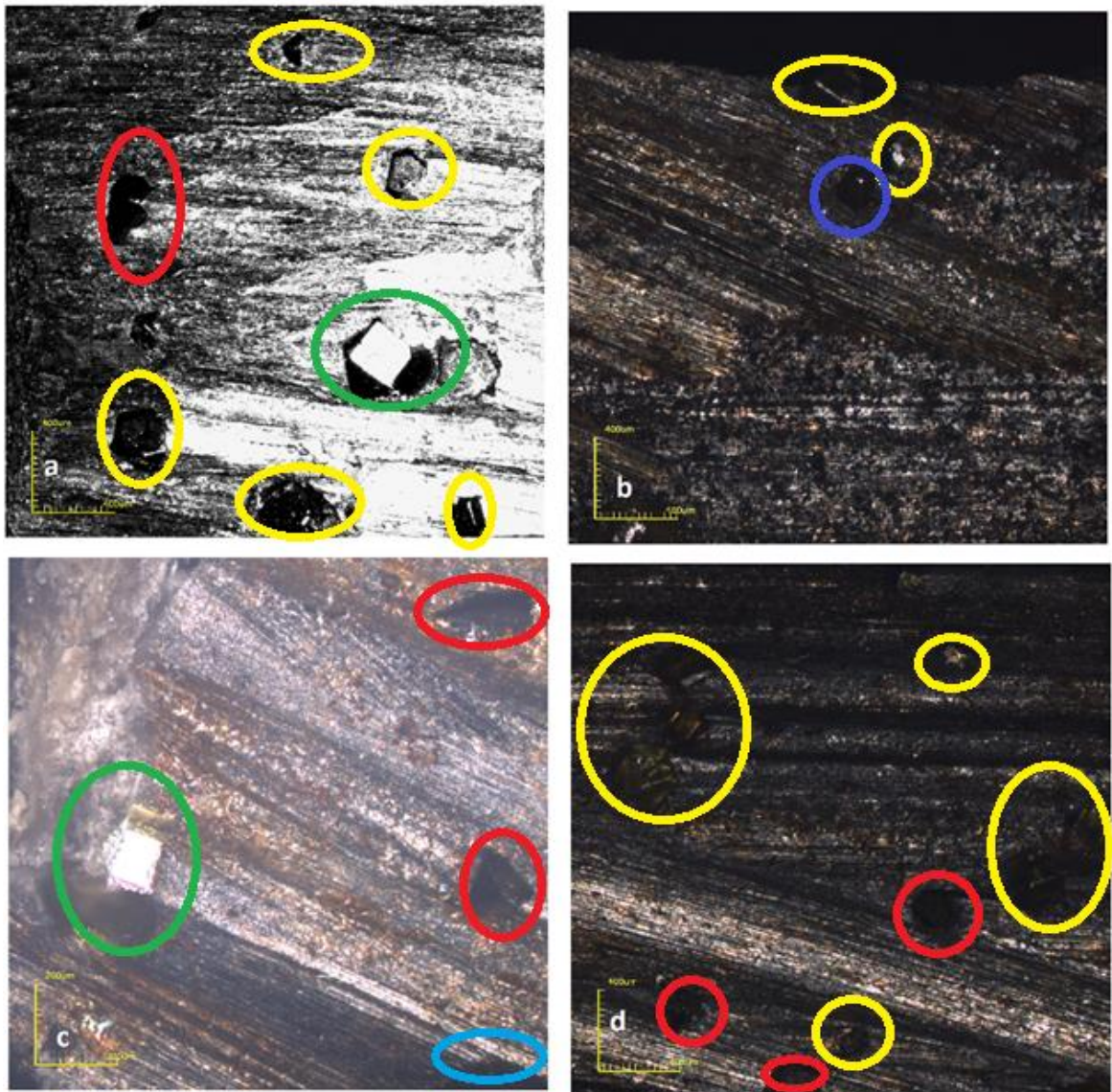


Figura 42. Micrografias, aumento de 5x, obtidas em confocal de 3 amostras com mesma composição. (a) 2.1 em preto e sem diamante, (b) 2.1, (c) 2.2, (d) 2.3

Para os compósitos de diamante de granulometria intermediária, mostrados na figura 53, os abrasivos foram melhor ligados a matriz, quando comparado com os da Figura 52. Houve poucas extrações e um número menor ainda de diamantes bem conservados e mal ancorados.

Na Figura 53 é possível observar como se apresentam os diamantes preparados para o corte. Diamantes sem fratura, cobertos pela matriz ligante e com boa protuberância, em alguns casos é possível discernir as pontas dos diamantes ligeiramente a cima da matriz, indicando um bom corte. Vale ressaltar que poucos

diamantes estavam emergindo a superfície após o desgaste, fato comum no grupo de compósitos 1.

Por apresentar diamantes de menor granulometria era esperado que estes fossem extraídos mais facilmente que os robustos diamantes da figura 52, contudo o oposto foi observado, diamantes aptos ao corte e poucas extrações. Quando se compara o teste de desgaste para essa mesma composição pode-se afirmar que, apesar de maior perda de peso, os compósitos do grupo 2 se mostraram satisfatórios, pois podem continuar o trabalho com facilidade após os 15 minutos de desgaste.

Na Figura 54 as micrografias para as 3 amostras da blenda 3 serão apresentadas.

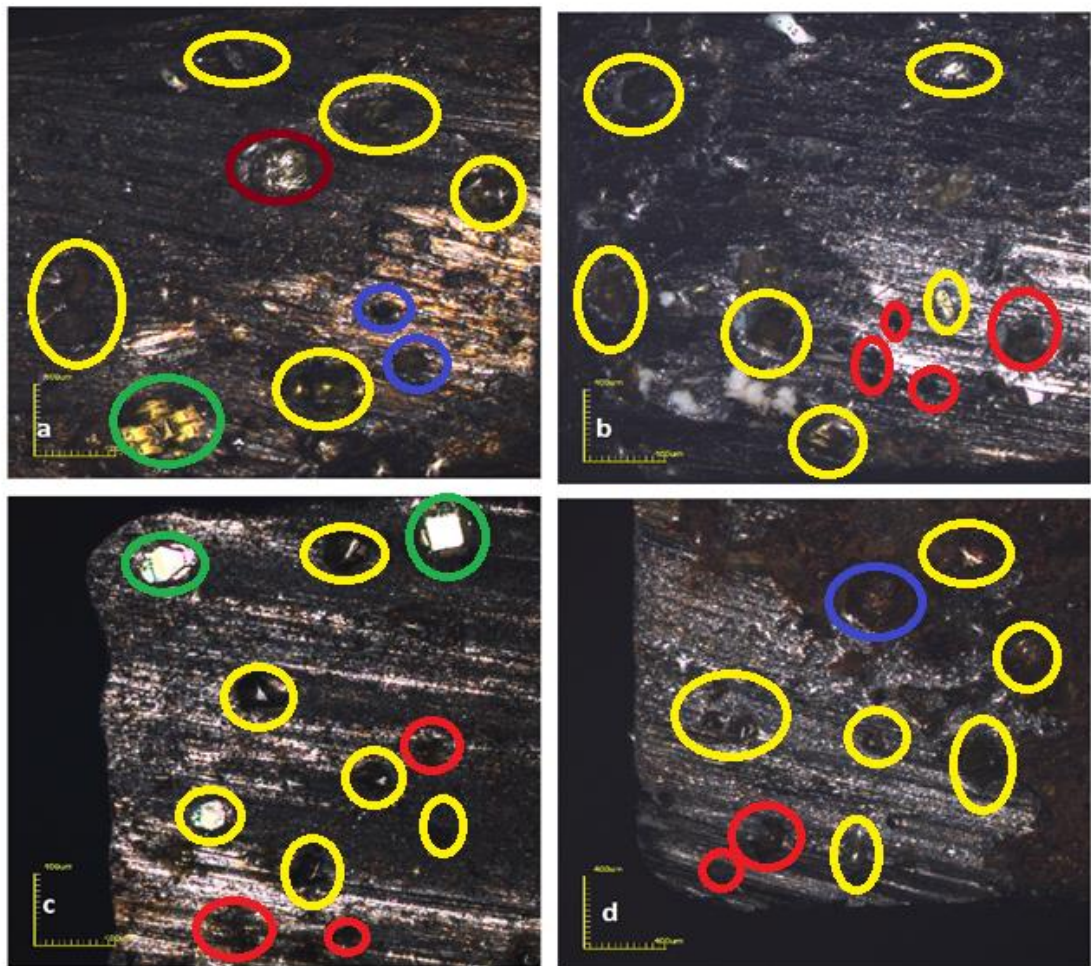


Figura 43. Micrografias, aumento de 5x, obtidas em confocal de 3 amostras com mesma composição. (a e b) 3.1, (c) 3.2, (d) 3.3

Na figura 54 é possível observar grande quantidade de diamante prontos para o corte, ou seja, sem fratura, com boa protuberância e ancoragem. Há poucos

diamantes ainda inteiros e que estão com pouca ancoragem, na Figura 54 somente três podem ser observados. Na micrografia para os compósitos de diamante de granulometria mais fina, é o único que se pode diferenciar um diamante ainda ancorado, porém fraturado, indicado pelo círculo marrom. Estes fatores levam a crer que a retenção de diamantes foi maior nas amostras com diamante de menor granulometria.

Comparando as Figuras 52, 53 e 54, pode-se observar que nos segmentos de blenda 3, ou seja, Figura 54, são os que retiveram da melhor forma o diamante, ou seja, pequena quantidade de diamantes se soltaram da matriz. Quanto a qualidade dos diamantes somente a blenda 3 teve seus diamantes danificados, porém apesar de apresentar os diamantes mais finos, foi um diamante de granulometria mediana que fraturou, isso pode ser devido ao tamanho do mesmo, diamantes menores são melhor protegidos pela matriz, e no momento em que uma lasca destes se soltam a área de contato com a matriz diminui, sendo assim, mais provável que um diamante pequeno se solte da matriz do que sofre uma fratura e continua aderente ao segmento. É importante ressaltar que provavelmente os diamantes mais grosseiros inseridos nos compósitos do grupo 1 podem ter sido fraturados, como é o esperado, porém podem já ter sido extraídos durante a análise de desgaste, pois este grupo, mostrado na Figura 52, foi o que apresentou maior extração de diamantes no desgaste.

Os resultados que se destacaram na análise de desgaste foram os do grupo 3, diamantes mais finos. Apesar de os compósitos com diamantes mais grosseiros se desgastarem menos, seu trabalho foi comprometido, pois houve extração de boa quantidade de diamantes. Já nos compósitos do grupo 3 o desgaste foi abaixo de 2% e os diamantes se mostraram bem conservados.

4.7 Microscopia

Após os ensaios de flexão, micrografias foram obtidas através de MEV com diferentes aumentos, a fim de avaliar a fratura dos corpos de prova. Na figura 54, 4 micrografias de diferentes áreas da amostra sem diamante são mostradas, em

comum a região da fratura e o caminho da trinca após o ensaio de flexão de 3 pontas.

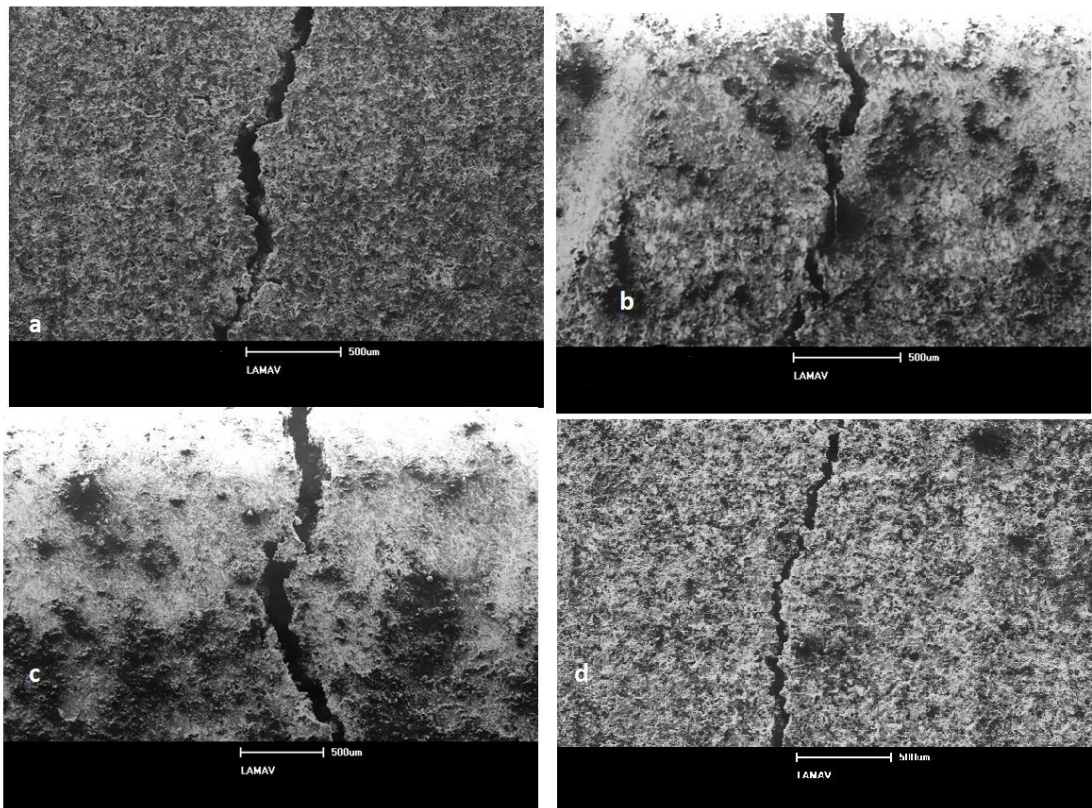


Figura 44. Micrografias no aumento de 40x retiradas no MEV das amostras: b1 (a), b2(b e c) e b3 (d).

Os corpos de prova estão aparentemente homogêneos, mesmo que com diferentes fases. A trinca se deu devido a tensão e a linha de maior tensão no segmento. Não houve concentradores visíveis, nem óxidos.

As micrografias da figura 55 mostram a trinca nas diferentes amostras de blenda mais grosseira, 1.

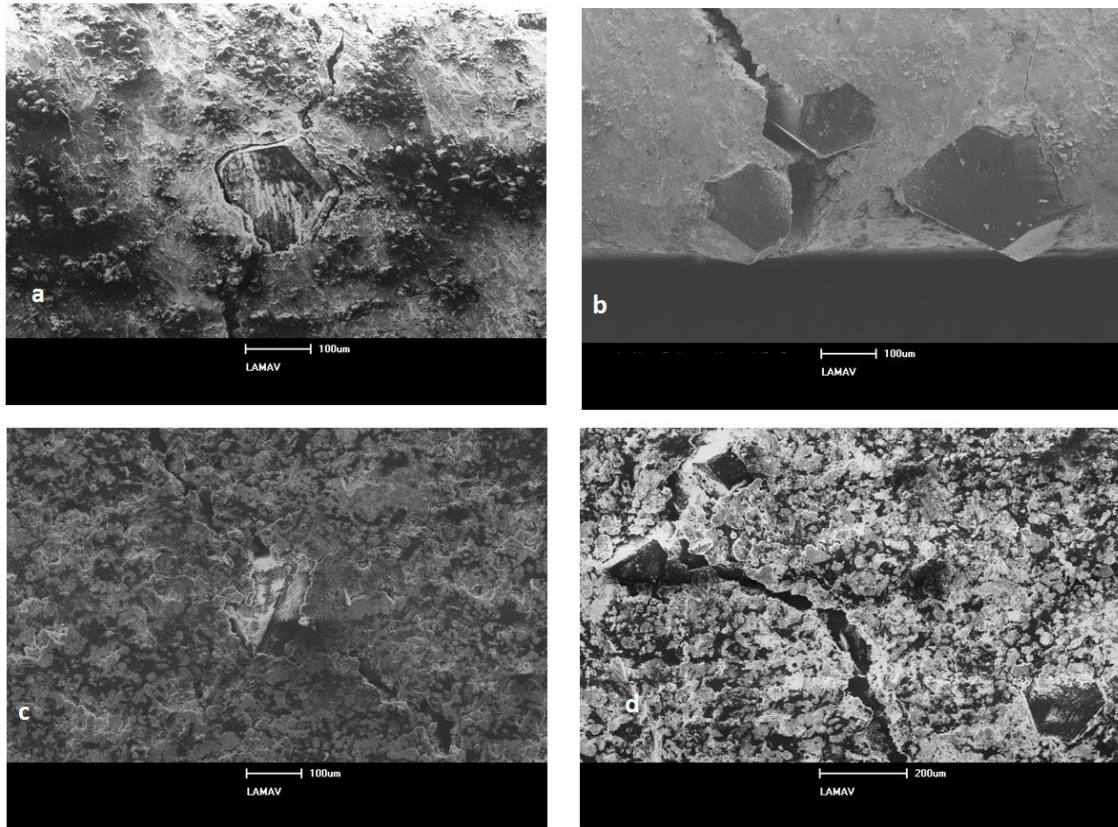


Figura 45. Micrografias no aumento de 100x retiradas no MEV das amostras: 1.1 (a), 1.2(b e c) e 1.3 (d).

Com ajuda das micrografias da Figura 55, fica claro como um concentrador de tensão age, ou seja, a trinca tem mais probabilidade de se iniciar ou caminhar onde tem mais diamante. Na Figura 55 (c) pode-se observar a trinca passando pelo diamante, mesmo ele aumentando a trinca, ainda continua conectado a matriz metálica, isso foi possível devido ao tamanho de partícula do diamante que tem alta área de contato que ainda o segura. O mesmo acontece para a micrografia da Figura 55 (a). O diamante diminui a tensão necessária para formação da trinca, além de diminuir a tensão necessária para que ela se propague, mas ao mesmo tempo continua ligado a matriz metálica.

Analogamente o mesmo foi feito para as amostras de blenda 2 e 3. Na figura 56 pode ser observado, nas partes a e b a blenda 2 e nas partes c e d a blenda 3.

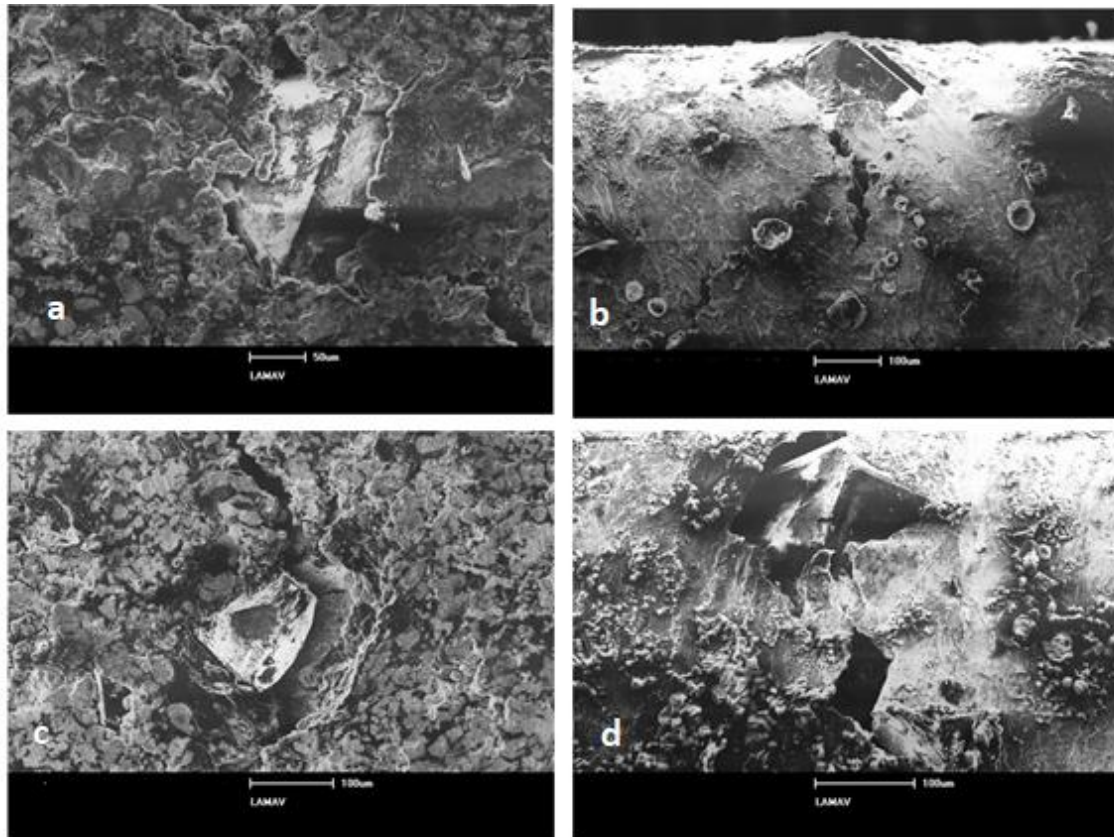


Figura 46. Micrografias no aumento de 100x retiradas no MEV das amostras: 2.2(b) 3.1(c) e 3.3 (d) e uma micrografia no aumento de 180x sendo a 2.1 (a).

O mesmo comportamento da blenda 1 foi reproduzido nas outras. A trinca se inicia e continua no diamante, porém o diamante continua na matriz. Como esperado a retenção de diamantes para as amostras 2 e 3 foi superior as amostras 1. É possível observar os diamantes quase completamente cobertos pela matriz ligante, com uma ponta protuberante pronta para o corte. Contudo, ainda houve alguns casos, como a do diamante da Figura 57.c , que está a ponto de se descolar da matriz, mas está logo no caminho da trinca.

Sendo assim, os diamantes robustos usados nos compósitos 1 apresentaram, no geral, baixa aderência a matriz escolhida, enquanto os diamantes mais finos se aderiram bem a matriz, com poucas ressalvas. As amostras com diamantes mais finos novamente se destacaram, pois os pequenos diamantes, continuaram com boa retenção na matriz, mesmo após a propagação da trinca de flexão.

Capítulo 5: Conclusões

Após os resultados obtidos fica claro a possibilidade de utilização de Fe-Cu-Sn como matriz metálica para ferramentas de corte diamantadas para nanoglass e outros revestimentos cerâmicos. Outras conclusões que foram tiradas desse estudo e que também podem ajudar no avanço da produção dessas ferramentas foram:

- Observando os difratogramas de raios-X pode-se concluir que os diamantes não influenciaram nas fases formadas durante a sinterização. Bem como o tamanho de partícula do diamante também não tem influência nesse quesito.
- Com a matriz metálica de Fe-Cu-Sn com adição de diamantes é possível bom controle das dimensões, a variação medida foi de $\pm 0,1$ mm.
- O segmento é mais denso sem adição de diamantes, contudo se diamantes forem adicionados, os tamanhos dos mesmos não têm grande influência nesse parâmetro.
- A porosidade foi muito baixa como se espera de uma ferramenta, é importante frisar que um mínimo de porosidade é bem-vindo de forma ao líquido refrigerante usado na hora do corte se agragar a esses poros e tornar o corte mais limpo, ou seja, a linha de desgaste menos rugosa.
- Ao se avaliar as propriedades mecânicas, de módulo de elasticidade e de tensão de escoamento, o grupo de amostras 2 obteve os resultados mais satisfatórios, com baixo módulo de elasticidade e boa tensão de escoamento quando comparado com as outras amostras.
- A dureza teve uma grande variação indicando heterogeneidade na matriz metálica, algo indesejado. As fases formadas não foram tão duras como esperado e, um problema desta propriedade é a possível fratura de fases mais frágeis ou ainda dilatações térmicas variáveis que podem levar a ruptura.
- Em geral a blenda com maior vida útil é a blenda 1, de grão grosseiros.
- O diamante é um concentrador de tensões, induzindo a falha do material.
- Avaliando todos os resultados encontrados a blenda 3, de diamantes mais finos, se mostrou mais eficiente. Valores médios de tensão de escoamento, módulo de elasticidade, desgaste e densidade o tornam uma boa opção, porém foi sua capacidade de retenção de diamantes que leva esses compósitos a serem mais eficientes que os da blenda 1 e 2. Poucos diamantes extraídos,

boa protuberância, além da grande quantidade em sua superfície tornam essa granulometria, mais fina, de diamantes a melhor opção para a matriz escolhida.

Capítulo 6: Sugestões para trabalhos futuros

- Utilização da liga Fe-Cu-Sn em outras aplicações, como corte de porcelanato e rochas ornamentais.
- Utilizar uma combinação de diamantes, não só um único tamanho, em outras aplicações que exigem acabamento.
- Antes de se sinterizar os segmentos bate-los em moinho de alta energia.
- O tempo de sinterização pode ser maior para que haja difusão e a amostra possa ser homogênea.
- Teste de campo, com produção da serra e utilização em marmoraria para avaliar a verdadeira durabilidade dos segmentos.
- Avaliar a dureza do segmento após a inserção dos diamantes.
- Estudar o efeito que pode ter diferentes quantidades de Fe, Cu ou Sn.
- Estudar o efeito que a temperatura pode ter na eficiência do segmento
- Utilizar outros materiais duros como inclusão como B4C, CBN ou WC.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Almeida, L. L. P. (2012). Desenvolvimento de matrizes metálicas no sistema Ni-Fe-Cu-Sn com aditivos para aplicação em serras de corte de rochas ornamentais. Tese de doutorado.

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

Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimento – ANFACER. Disponível em: <http://www.anfacer.org.br>. Acesso em 14 de janeiro. 2017.

ASTM G40 (1996). Standard Terminology Relating to Wear and Erosion.

Agarwal, B. K. (1979). X-ray Spectroscopy. Springer Series in Optical Sciences, 15, 35-46.

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

Barba *et al.* Materias primas para la fabricacion de soportes de baldosas cerâmicas. Instituto de Tecnologia Cerâmica – AICE, 1ª Edicion, Castellon, España, 1997, 291p.
BENAVIDES, P. A.; SOTO, B.; PALMA, R. H. Liquid phase sintering of mechanically alloyed Mo-Cu powders. Materials Science and Engineering A, v. 701, n. June, p. 237–244, 2017.

Biffi, G. Il gres porcellanato: manuale de fabbricazione e tecniche di impiego, Faenza Editrice, Faenza, Italy, 1997, 221p.

Borowiecka-Jamrozek, J.; Lachowski, J. Modelling Of Retention Of A Diamond Particle in Matrices Based on Fe and Cu. Procedia Engineering, v. 177, p. 289–296, 2017.

Bose, S.; Samanta, T.; Chakraborty, A. Stress Analysis Criteria Of High Speed Steel Single Point Turning Tool. International Conference on Computing, Communication & Manufacturing, p. 300–306, 2014.

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

Campos, E., M., (2005), Estudo de propriedades físicas de nanomateriais produzidos por síntese mecânica. Tese de Doutorado - Universidade Federal de Santa Catarina, p.21-32.

Çavdar, U.; Ünlü, B. S.; Atık, E. Effect Of The Copper Amount In Iron-Based Powder-metal compacts. *Materiali in Tehnologije*, v. 48, n. 6, p. 977–982, 2014.

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. *Industrial Diamond Review*. N.3.p.177-182.

Costa, A., G., Campelo, M., S., Maciel, S., L., Calixto, C., Bezerra, J., E., (2002). Rochas Ornamentais e de Revestimento: proposta de classificação com base na caracterização tecnológica. III Simpósio de Rochas Ornamentais do Nordeste. Anais. Recife, pp. 55-59.

Cowley, J., M., (1975). *Diffraction physics*. North-Holland, Amsterdam. ISBN 0-444-10791-6.

Del Villar, M., (2001). Consolidation of diamond tools using Cu-Co-Fe based alloys as metallic binders. *Powder Metallurgy*, v. 44, n. 1, pp. 82-90.

Dhokey, N.B., Utpat, K., Gosavi, A., Dhoka, P., (2012). Hot-press sintering temperature response of diamond cutting tools and its correlation with wear mechanism. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 36, 289-293.

Dideikin, A. T. et al. Oriented-attachment growth of diamond single crystal from detonation nanodiamonds. *Diamond and Related Materials*, v. 75, p. 85–90, 2017.

Evans, T., Phaal, C., (1962). Dislocation loops in diamond. *Ibid*, 7, n. 77, pp. 843-846.

Field, J., E., (1979). *The Properties of Diamond*. Academic Press, New York.

FILGUEIRA, M.; BOBROVNITCHII, G.; PINATTI, D. G. A New Route to Process Diamond Wires. *Materials Research*, v. 6, n. 3, p. 327–333, 2003.

Frade, J., R., Paiva, A., T., (2006). Diferenciação de materiais baseada em medições de densidade. *Dep. Eng. Cerâmica e do Vidro. Universidade de Aveiro*, vol. 1, pp. 1-8.

FRANCA, L. F. P.; MOSTOFI, M.; RICHARD, T. Interface laws for impregnated diamond tools for a given state of wear. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, v. 73, p. 184–193, 2015.

German R., M., (1985). *Liquid Phase Sintering*, Plenum Press. *Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics*, vol. 1, pp. 10 – 54.

Gleiter, H. Nanoglasses: A New Kind Of Noncrystalline Materials. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, v. 4, n. 1, p. 517–533, 2013.

Grupo Setorial de Metalurgia do Pó (2009). *A Metalurgia do Pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental*. Metallum Eventos Técnicos, 1ª edição, São Paulo, SP. 209-228.

GUPTA, R. K.; ANIL KUMAR, V.; KHANRA, G. P. Reactive and liquid-phase sintering techniques. [s.l.] Elsevier Ltd., 2018.

Haliday, D., Resnick, R., Walker, J., Sotero, D. H. S., Costamilan, G. B., Monteiro, L. V., Dumke, V. R. 1996). Fundamentos da Física.

Hashimoto, M.; Kanda, K.; Tsubokawa, T. Reduction Of Diamond-Coated cutting tool wear during graphite cutting. Precision Engineering, v. 51, n. June 2017, p. 186–189, 2018.

Hu, Q.; Wu, J.; Zhang, B. Synthesis And Nanoindentation Behaviors Of Binary Cuti nanoglass films. Physica B: Condensed Matter, v. 521, n. June, p. 28–31, 2017.

Junior, A. J. S., (2013). Obtenção e Caracterização de Compósitos Diamantados para Aplicação em Serras de Corte de Gnaisses. Tese de doutorado.

Kamphuis, B., Serneels, A., (2004). Cobalt and nickel free bond powder for diamond tools: Cobalite CNF. Industrial Diamoond Review, n.1, pp. 26-32.

Kang, Suk-Joong, L., (2005). Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure. Elsevier Ltd. pp. 9–18.

Konstanty, J., (2003). Production of Diamond Sawblades for Stone Sawing Applications. University of Mining Metallurgy, vol. 30, pp. 30-59.

Konstanty, J., (1991). The Materials Science of Stone Sawing. Industrial Diamond Review, n.1, pp. 28-31.

Leriche, A.; Cambier, F.; Hampshire, S. Sintering Of Ceramics. In: Reference Module in Materials Science and Materials Engineering. [s.l.] Elsevier, 2017.

Liang. C., Li, W., C., Lin, S., T., (2002). Diamond and related materials. pp. 1363-1373.

Mamedov, V. Microstructure And Mechanical Properties Of Pm Fe–Cu–Sn Alloys containing solid lubricants. *Powder Metallurgy*, v. 47, n. 2, p. 173–179, 2004.

Marghussian, V., (2015). *Nano-Glass Ceramics : Processing, Properties and Applications*. Oxford.

Medvedovski, E., (2001). *Wear*, v. 249, pp. 821–828.

Meihua, H. et al. Studies on synthesis and growth mechanism of high quality sheet cubic diamond crystals under high pressure and high temperature conditions. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 48, p. 61–64, 2015.

Melchiades, F. G., (2011). Estudo Comparativo entre as tecnologias via úmida e via seca para preparação de massas de porcelanatos. Tese de doutorado.

Menegazzo, A. P. *et al.* Avaliação da Resistência Mecânica e módulo de Weibull de produtos tipo grês porcelanato e granito. *Cerâmica Industrial*, v. 7, n. 1, p. 24-32, 2002.

Menezes, R. R.; Neves, G. De A.; Ferreira, H. C. O Estado Da Arte Sobre O uso de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 6, n. 2, p. 303–313, 2002.

Miettinen, J. (2008) Thermodynamic description of the Cu–Fe–Sn system at the Cu–Fe side. *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, v. 32, p. 500–505.

Mostofi, M.; Richard, T.; Franca, L. Wear Response Of Impregnated Diamond Bits. *Wear*, 2018.

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

Mushtaq, S.; Wani, M. F. High-Temperature Friction And Wear Studies Of Fe-Cu-Sn alloy with graphite as solid lubricant under dry sliding conditions. *Materials Research Express*, v. 5, n. 2, p. 26504, 2018.

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

Oliveira, F.A.C., Anjinho, C.A., Coelho, A., Amaral, P.M., Coelho, M. (2016). PM materials selection: The key for improved performance of diamond tools. *Metal Powder Report*, v. 00, n. 00, special feature.

Oliveira, L., J., Bobrovnitchii, G., S., Filgueira, M., (2007). Processing and characterization of impregnated diamond cutting tools using a ferrous metal matrix. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 25, pp. 328-335

Okun, D. T. Et Al. Diamond Sawblades And Parts Thereof From China And Korea U . S . International Trade Commission. v. 1093, n. August, 2005.

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.

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

Raza, K.; Khalid, F. A. Optimization Of Sintering Parameters For Diamond-Copper composites in conventional sintering and their thermal conductivity. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 615, p. 111–118, 2014.

Reis, L. Amaral, P.M., Li, B., Freitas, M., Guerra Rosa, L. (2007) Evaluation of the residual stresses due to the sintering process of diamond–metal matrix hot-pressed tools. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, v. 49, p. 226–231.

Sánchez, E., García-Ten, J., Sanz, V., Moreno, A. (2010). Porcelain tile: Almost 30 years of steady scientific-technological evolution. *Ceramics International*, v. 36 831–845.

Silva, A., G., P., Alves Jr., C., (1998). Teoria de sinterização por fase sólida. Uma análise crítica de sua aplicação. *Cerâmica*, v.44, p.289.

Silva, A. G. (2000). Apostila do curso de sinterização da pós-graduação UENF.

ŞOPU, D. et al. From nanoglasses to bulk massive glasses. *Applied Physics Letters*, v. 94, n. 19, p. 10–13, 2009.

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

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

Tan, S. Et Al. A New Composite Impregnated Diamond Bit For Extra-Hard, Compact, and nonabrasive rock formation. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 43, p. 186–192, 2014.

Teisanu, C.; Gheorghe, S. Development Of New Pm Iron-Based Materials For self-lubricating bearings. *Advances in Tribology*, v. 2011, 2011.

Tonshoff, H., K., Hillmann-Apmann, H., (2002). *Diam. Relat. Mater.* V. 11, p. 742.

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

WANG, X. et al. Sample size effects on strength and deformation mechanism of Sc75Fe25 nanoglass and metallic glass. *Scripta Materialia*, v. 116, p. 95–99, 2016.

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

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

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

WEISSMÜLLER, J.; BIRNINGER, R.; GLEITER, H. Nanostructured Crystalline and Amorphous Solids. *Key Engineering Materials*, v. 77–78, p. 161–170, 1992.

Wensheng, L., Zhang, J., Wang, S., Dong, H., Yaming, L., Liu, Y., (2012). Characterizations and mechanical properties of impregnated Diamond segment using Cu-Fe-Co. Metal matrix. *Rare Metals*, vol. 31, p. 81.

Wu, Y., Funkenbusch, P., D., (2010). Microstructure and mechanical properties of commercial, bronze-bond, diamond-abrasive tool materials. *Journal Materials Science*, v. 45, p.251.

WU, M. W. et al. Liquid phase sintering mechanism and densification behavior of boron-alloyed Fe-Ni-Mo-C-B powder metallurgy steel. *Materials and Design*, v. 133, p. 536–548, 2017.

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

Xu, J.; Sheikh, A. H.; Xu, C. Interfacial Failure Modelling Of Diamond Bits Made Of Particulate Composites. *Composite Structures*, V. 155, P. 145–159, 2016.

Xu, J.; Sheikh, A. H.; Xu, C. 3-D Finite Element Modelling Of Diamond Pull-Out failure in impregnated diamond bits. *Diamond and Related Materials*, v. 71, p. 1–12, 2017.

Ye, X. et al. New utilization approach of microwave thermal energy: Preparation of metallic matrix diamond tool bit by microwave hot-press sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 748, p. 645–652, 2018.

Zeren, M., Karagoz, S., (2007). Sintering of polycrystalline diamond cutting tools. *Mater. Des.*, v. 28, p.1055.

Zhang, Q., Zhao, Q., To, S., Guo, B., Zhai, W. (2017) Diamond wheel wear mechanism and its impact on the surface generation in parallel diamond grinding of RB-SiC/Si. *Diamond & Related Materials*, v. 74, p. 16–23.

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

Zhou, M., OEL, HJ. Effects of iron on the whiteness of the porcelain, particularly in the case of dry preparation. *Ceramic Forum International*, v. 69, n. 10, p. 391-396, 1992.