



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA MECÂNICA**



**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE MICROABRASIVO DOS  
METAIS DUROS WC-Ni-Mo<sub>2</sub>C, WC-Ni-Al e WC-Ni-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>**

**ÁLVARO HENRIQUE CALAZANS GUEDES**

**Itajubá, Dezembro de 2022**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA MECÂNICA**



**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE MICROABRASIVO DOS  
METAIS DUROS WC-Ni-Mo<sub>2</sub>C, WC-Ni-Al e WC-Ni-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>**

**ÁLVARO HENRIQUE CALAZANS GUEDES**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica como parte dos requisitos para obtenção de Título de Mestre em Ciências em Engenharia Mecânica.

Área de Concentração: Materiais, Projetos e Processos.

Orientador: Prof. Dr. Edmilson Otoni Correa

**Itajubá, Dezembro de 2022**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA MECÂNICA**



**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE MICROABRASIVO DOS  
METAIS DUROS WC-Ni-Mo<sub>2</sub>C, WC-Ni-Al e WC-Ni-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>**

Álvaro Henrique Calazans Guedes

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica como parte dos requisitos para obtenção de Título de Mestre em Ciências em Engenharia Mecânica.

Área de Concentração: Materiais, Projetos e Processos.

Orientador: Prof. Dr. Edmilson Otoni Correa

Itajubá, 12 de Dezembro de 2022

**BANCA EXAMINADORA:**

**Prof. Dr. Edmilson Otoni Correa (Unifei)**

**Prof. Dr. Gilbert Silva (Unifei)**

**Prof<sup>a</sup>. Dra. Neide Aparecida Mariano (Unifal)**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a minha família por sempre me apoiar;

Ao meu orientador Prof. Dr. Edmilson Otoni Correa, pelo auxílio no desenvolvimento do tema, por todo o suporte estrutural e apoio de fontes externas, pela paciência e dedicação;

Aos técnicos Marcos e Claudemiro pelo apoio didático laboratorial;

A Clara J. Calazans pelo reforço didático em língua estrangeira;

Aos Drs. Nathan Fantecelle e Cherlio Scandian da UFES por disponibilizar o laboratório de tribologia da instituição para os ensaios de materiais. Ao técnico Carlos Alberto, Msc. Renan Magnol e IC. Paulo V. Vieira pelo apoio técnico;

A Mahle Itajubá pelo suporte de equipamento.

## RESUMO

O setor industrial brasileiro tem sofrido grandes prejuízos devido ao desgaste abrasivo, uma vez que este tipo de desgaste é um dos principais fatores de parada de máquinas e equipamentos. A fim de mitigar este problema, os metais duros têm sido cada vez mais utilizados em aplicações que envolvem desgaste abrasivo.

Metal duro convencional é um material de cobalto e WC, este, apresenta certas desvantagens, sendo uma das principais, a baixa resistência à corrosão devido o ligante cobalto. Assim pesquisas realizadas por Penrice (1987), Almond e Roebuck (1988), Tracey (1992), apontam o níquel como mais promissor e de menor custo.

O ligante níquel é um material menos oneroso, tem desempenho superior quanto a oxidação e corrosão em ambientes ácidos e meio aquoso comparados ao cobalto, porém perde em resistência ao desgaste por apresentar dureza inferior. Assim surge a combinação com carbonetos auxiliares para elevar a dureza do compósito.

Um fator importante com relação a fabricação do metal duro, que é pela metalurgia do pó, é o fato, de que o compósito produzido apresenta um certo nível de porosidade. Essa porosidade é responsável por perdas de desempenho ao desgaste abrasivo. Sendo assim um bom produto final deve ter baixo nível de porosidade.

A avaliação do desgaste abrasivo consistiu em submeter três corpos de prova com ligante níquel e carbonetos auxiliares distintos e um com ligante cobalto a um ensaio microabrasivo, monitorando a evolução do desgaste, os micromecanismos atuantes e posteriormente comparar os resultados entre ambos os corpos de prova.

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para avaliar a superfície desgastada e estudar os mecanismos de desgaste atuantes, onde foi possível observar a ação dos mecanismos de dois corpos e três corpos.

No teste de desgaste, comparado as amostras com o metal duro convencional 90WC-10Co, a amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al teve desempenho superior, a amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C desempenhou comportamento de desgaste similar e por fim a amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> que apresentou o menor desempenho.

Diante dos resultados é possível dizer que metais duros produzidos com níquel e acrescidos de carbonetos para melhorar desempenho são eficientes desde que mantenham qualidade na fabricação em relação a porosidade e assim podem ser uma excelente opção a substituir o metal duro convencional.

Palavras-chave: Metal duro, microabrasão, MEV, perfilometria, metalurgia do pó.

## ***ABSTRACT***

The Brazilian industrial sector has suffered great losses due to abrasive wear, since this type of wear is one of the main factors for machinery and equipment breakdown. In order to mitigate this problem, cemented carbides have been increasingly used in applications involving abrasive wear.

Conventional carbide is a cobalt and WC material, which has certain disadvantages, one of the main ones being the low corrosion resistance due to the cobalt binder. Thus, research conducted by Penrice (1987), Almond and Roebuck (1988), Tracey (1992), point to nickel as more promising and lower cost.

The nickel binder is a less expensive material, has superior performance regarding oxidation and corrosion in acidic and aqueous environments compared to cobalt, but loses in wear resistance by presenting lower hardness. Thus, the combination with auxiliary carbides arises to increase the hardness of the composite.

An important factor regarding the manufacture of carbide, which is by powder metallurgy, is the fact, that the composite produced presents a certain level of porosity. This porosity is responsible for performance losses to abrasive wear. Thus a good final product should have a low level of porosity.

The evaluation of abrasive wear consisted in subjecting three specimens with distinct nickel binder and auxiliary carbides and one with cobalt binder to a microabrasive test, monitoring the wear evolution, the acting micromechanisms, and later comparing the results between both specimens.

Scanning electron microscopy was used to evaluate the worn surface and study the actuating wear mechanisms, where it was possible to observe the action of the two-body and three-body mechanisms.

In the wear test, compared to the samples with the conventional carbide 90WC-10Co, sample 90WC-9.5Ni-0.5Al performed better, sample 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C performed similar wear behavior, and finally sample 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> showed the lowest performance.

Given the results it is possible to say that cemented carbides produced with nickel and added carbides to improve performance are efficient since they maintain quality in manufacturing in relation to porosity and thus can be an excellent option to replace conventional cemented carbide.

**Keywords:** Carbide, microabrasion, SEM, profilometry, powder metallurgy.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de fases W-C .....	20
Figura 2 - Efeito do ligante níquel nas propriedades antioxidantes dos metais duros.....	25
Figura 3 – Estágios da sinterização fase sólida .....	29
Figura 4 – Estágios da sinterização por fase líquida .....	31
Figura 5 - Representação esquemática de desgaste por riscamento (dois corpos) e rolamento (três corpos).....	36
Figura 6 – Configuração do microabrasômetro modelo esfera fixa .....	40
Figura 7 – a) Perfil da cratera de desgaste; b) Caminho percorrido pelas partículas; c) Contato esfera e amostra .....	41
Figura 8 – Representação esquemática do fenômeno scuffing.....	42
Figura 9 – a) Cratera com material acima da superfície, ocorrência de pile-up; b) Perfilometria da cratera.....	42
Figura 10 – Mapa do mecanismo de desgaste em função da carga normal aplicada e da fração volumétrica de abrasivos em amostras de aço ferramenta, para pastas: a) SiC, b) Diamante e c) Alumina. ....	45
Figura 11 - Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra 90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C, após ataque químico. Reagente: Murakami. Modo BSE.....	48
Figura 12 - Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra 90WC-10Co. Modo BSE.....	49
Figura 13 - Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al, após ataque químico. Reagente: Murakami. Modo SE .....	50
Figura 14 - Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra 90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> , após ataque químico. Reagente: Murakami. Modo SE .....	51
Figura 15 – Mapa do mecanismo de desgaste por microabrasão da cratera formada por esfera de aço e lama abrasiva SiC.....	54
Figura 16 – Aparato utilizado no ensaio microabrasivo.....	55
Figura 17 – Esfera aço martensítico AISI 52100 .....	55
Figura 18 – Gráfico de volume perdido ao longo das interrupções .....	58
Figura 19 - Micrografia eletrônica de varredura do pó de carboneto de silício (SiC).....	60
Figura 20 - Distribuição do tamanho das partículas abrasivas .....	61
Figura 21 – a) superfície 90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C, b) superfície 90WC-10Co, c) superfície 90WC-9,5Ni-0,5Al e d) superfície 90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> .....	62

Figura 22 – Superfície da cratera 1 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C .....	65
Figura 23 – Superfície da cratera 2 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C .....	65
Figura 24 – Superfície da cratera 3 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C .....	66
Figura 25 – Análise EDS da amostra 90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C .....	66
Figura 26 – Superfície da cratera 1 de desgaste da amostra 90WC-10Co .....	67
Figura 27 – Superfície da cratera 2 de desgaste da amostra 90WC-10Co .....	68
Figura 28 – Superfície da cratera 3 de desgaste da amostra 90WC-10Co .....	68
Figura 29 – Análise EDS da amostra 90WC-10Co .....	69
Figura 30 – Superfície da cratera 1 de desgaste da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al .....	70
Figura 31 – Superfície da cratera 2 de desgaste da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al .....	70
Figura 32 – Superfície da cratera 3 de desgaste da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al .....	71
Figura 33 – Análise EDS da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al .....	71
Figura 34 – Superfície da cratera 1 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> .....	72
Figura 35 – Superfície da cratera 2 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> .....	73
Figura 36 – Superfície da cratera 3 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> .....	73
Figura 37 – Análise EDS da amostra 90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> .....	74
Figura 38 – Perfil das crateras da amostra 90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C .....	78
Figura 39 – Perfil das crateras da amostra 90WC-10Co .....	78
Figura 40 – Perfil das crateras da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al .....	79
Figura 41 – Perfil das crateras da amostra 90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> .....	79
Figura 42 – Gráfico de volume perdido final medido por perfilometria .....	81

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 - Composição e propriedades do compósito WC-Co .....	23
Tabela 2 - Solubilidade de carbonetos em Co, Ni e Fe a 1250 °C .....	23
Tabela 3 – Intervalo de interrupções e aferição do diâmetro da cratera por distância deslizada .....	57

**LISTA DE QUADROS**

Quadro 1 – Parâmetros dos ensaios .....	54
Quadro 2 – Resumo do mecanismo de desgaste atuante na amostra.....	74
Quadro 3 – Resumo de elemento presente na amostra.....	74
Quadro 4 – Comparação do diâmetro por aferido por microscopia óptica e perfilometria .....	79

## LISTA DE SIGLAS

ACP	Agentes controladores de processo
Al	Alumínio
AlN	Nitreto de alumínio
BSE	Elétrons retroespalhados
C	Carbono
CFC	Cubica de face centrada
cm	Centímetro
Co	Cobalto
CP	Corpo de prova
Cr	Cromo
CrC	Carboneto de cromo
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva
HC	Hexagonal compacta
HV	Hardnesss vickers
m	Metro
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
mm	Milímetro
Mo	Molibdênio
MoC	Carboneto de molibdênio
N	Newton
NbC	Carboneto de nióbio
RPM	Rotação por minuto
SE	Elétrons secundários
SiC	Carboneto de silício
TaC	Carboneto de tântalo
TiC,	Carboneto de titânio
W	Tungstênio
WC	Carboneto de tungstênio
μm	Micron

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
1.1 Considerações iniciais .....	14
1.2 Justificativa.....	15
1.3 Objetivos.....	16
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>17</b>
2.1 Metal duro .....	17
2.1.1 Classificação dos metais duros .....	18
2.1.2 Carboneto de tungstênio (WC).....	19
2.1.3 Teor de carbono .....	20
2.1.4 Porosidade .....	21
2.2 Ligantes utilizados no metal duro a base de WC.....	22
2.2.1 Cobalto .....	22
2.2.2 Níquel .....	24
2.3 Metalurgia do pó e produção de metal duro .....	26
2.4 Sinterização .....	27
2.4.1 Sinterização por fase sólida .....	29
2.4.2 Sinterização por fase líquida.....	30
2.4.3 Granulação dos pós.....	32
2.4.4 Inibidores de crescimento de grão .....	32
2.4.5 Carboneto de molibdênio.....	33
2.4.6 Nitreto de alumínio.....	33
2.4.7 Carboneto de Cromo.....	34
2.4.8 Carboneto de silício .....	34
2.5 Desgaste abrasivo .....	35
2.5.1 Ensaios de desgaste microabrasivo.....	37
2.5.2 Normalização para ensaio microabrasivo.....	38

2.5.3 Princípio de funcionamento do equipamento microabrasômetro .....	40
2.5.4 Adversidades ligadas à aferição do diâmetro da cratera.....	40
2.5.5 Influência dos parâmetros no micromecanismo de desgaste.....	43
2.6 Metais duros à base de Níquel (material para ensaio).....	45
2.6.1 Processamento das amostras.....	46
2.6.2 Propriedades mecânicas das amostras .....	46
2.6.3 Metalografia das amostras .....	47
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>52</b>
3.1 Materiais .....	52
3.1.1 Amostras.....	52
3.1.2 Esfera.....	52
3.1.3 Abrasivo .....	52
3.1.4 Análise da distribuição das partículas abrasivas.....	52
3.1.5 Microscopia .....	52
3.1.6 Perfilometria .....	53
3.2 Métodos .....	53
3.2.1 Ensaio Microabrasivo (micro-scale abrasive test).....	53
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>57</b>
4.1 Avaliação do comportamento de desgaste das crateras.....	57
4.2 Caracterização granulométrica e morfológica das partículas abrasivas .....	59
4.3 Microscopia eletrônica de varredura das amostras ensaiadas .....	62
4.3.1 Micromecanismo de desgaste .....	63
4.3.2 Avaliação dos resultados do ensaio microabrasivo .....	75
4.3.3 Correlação dos mecanismos de desgaste das amostras .....	76
4.4 Perfilometria das crateras de desgaste .....	78
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	<b>82</b>
<b>6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>83</b>
<b>7 BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>84</b>

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Considerações iniciais

O desgaste abrasivo está presente nos mais diversos tipos de máquinas e equipamentos e é um dos principais responsáveis por interrupções e perdas na indústria, principalmente quando a mesma não tem um setor de manutenção preditiva que visa analisar e evitar danos. A proporção danificada ainda que não seja suficiente para parada total dos equipamentos, provocam uma perda energética (de eficiência), aumentam o consumo de insumos como os lubrificantes. O prejuízo causado pelo desgaste abrasivo, segundo informações da Agroindústria Açucareira do Estado de São Paulo, chega a 5% da receita bruta anual, com reparos dos equipamentos danificados (CORREA, 2005).

Devido a isto, diversas pesquisas têm sido direcionadas para o desenvolvimento e fabricação de ligas resistentes ao desgaste abrasivo tanto em temperatura ambiente quanto em temperaturas elevadas, aumentando assim a vida útil dos componentes sujeitos a condições abrasivas severas.

Dentre os materiais utilizados para este fim, os compósitos metais-cerâmicos, denominados “metais duros”, ocupam posição de destaque uma vez que estes apresentam uma excelente combinação de dureza a quente, resistência e tenacidade aliado a um relativo baixo custo (MACHADO, 2009). Dentre as aplicações do metal duro, podemos destacar as brocas de mineração e de perfuração de poços de petróleo, matrizes para conformação mecânica bem como diversos outros componentes que exigem uma boa resistência ao desgaste.

Formado por partículas de carbonetos de alta dureza e resistência à abrasão (WC, TiC, Mo<sub>2</sub>C, etc.) ligadas entre si por uma fase ligante que confere tenacidade ao conjunto, suas propriedades podem ser facilmente alteradas e ajustadas à aplicação pretendida, pela simples variação destas fases (TORRES, 2009).

O desenvolvimento de compósitos usando níquel é de interesse na área de metalurgia do pó, devido a suas propriedades como alto teor de pureza quase que em cem por cento, propriedades magnéticas e antioxidantes e excelente condutividade térmica (LIMA, 2017).

A metalurgia do pó é um processo que conforma pós-metálicos e não metálicos em produtos acabados, é uma das técnicas mais importantes no mercado atual e em relação a outros meios de processo possui fatores econômicos interessantes e ótima eficiência na produção, como o baixo custo para a produção em larga escala e baixo impacto ambiental. É um processo que permite uma combinação de elementos químicos variados, sendo possível obter microestruturas puras ou mistas (LIMA, 2017).

A sinterização é a última etapa da fabricação e se divide em sinterização em fase sólida e sinterização em fase líquida. Para metais duros a sinterização ocorre em fase líquida, onde a alta temperatura faz com que o níquel ou o cobalto, por exemplo, desempenhar o papel de ligante das partículas de carbonetos e esses apresentam solubilidade no líquido, o líquido então difunde as partículas sólidas de carbonetos gerando uma força capilar que une os grãos dando origem ao compósito (LIMA, 2017).

Carbonetos são metais refratários, extremamente resistentes ao calor, com alto ponto de fusão e tem dureza extremamente elevada e ótima resistência ao desgaste, são quimicamente inertes e possuem densidade relativa alta.

## **1.2 Justificativa**

O desenvolvimento de metais duros sem cobalto munidos em excelentes propriedades mecânicas se faz necessário para proporcionar soluções viáveis e de baixo custo à indústria no momento.

O uso do níquel como material ligante é, em maioria, visto em aplicações onde se deseja resistência a corrosão e oxidação bem como resistência a trincas térmicas. . Por ser um ligante mais dúctil que o cobalto tem-se perda reduzida de grãos de carbonetos por extrusão, assim evitando a exposição antecipada de grãos que podem ser arrancados do ligante (VALERIANO, 2017).

O custo com cobalto é uma variável a se analisar para justificar sua substituição pelo níquel, pesquisas de mercado e a classificação do cobalto como raro, propõem seu valor sempre superior ao níquel nas últimas décadas. Segundo o website Trading Economics, que faz atualização diária de valores (custo), para o mês de outubro de 2022, a tonelada do cobalto está superior a 51 mil dólares, já a tonelada do níquel está próximo a 22 mil dólares.

Por esta razão, metais duros sem cobalto têm sido desenvolvidos por diversos pesquisadores em um esforço para encontrar um ligante que substitua o cobalto e produza uma melhoria nas propriedades de tenacidade, e resistência à corrosão e resistência ao desgaste (TERRES, 2009).

Dentre os metais adequados como fase ligante para metais duros, o níquel tem se mostrado mais adequado como substituto, devido a suas propriedades, contudo, o níquel permite menores quantidades de dissolução de W e C na fase de sinterização durante o resfriamento comparado ao cobalto. Para agregar propriedades superiores ao compósito a base de níquel, é proposto adicionar outros elementos na forma de carbonetos, que somados ao W e C, venham conferir melhoras nas propriedades mecânicas, com intuito de obter alta

resistência ao desgaste, expandindo o campo de aplicação do material produzido (VALERIANO, 2017).

### **1.3 Objetivos**

#### *Objetivo principal:*

Este trabalho tem como objetivo estudar o comportamento microabrasivo em ligas de metal duro a base de níquel e comparar os resultados com a liga de metal duro convencional a base de cobalto.

#### *Objetivos específicos:*

- a) Avaliar o desempenho das ligas desenvolvidas ao desgaste abrasivo e comparar com a resistência ao desgaste de metais duros convencionais de 90WC-10CO;
- b) Fazer uma correlação entre a resistência ao desgaste abrasivo destas ligas e as suas microestruturas;
- c) Avaliar os mecanismos de desgaste presentes;
- d) Analisar a viabilidade de se desenvolver metais duros à base de níquel para substituição do cobalto.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Metal duro

Em um dado momento da história a indústria estava limitada ao uso do aço rápido em suas operações de usinagem. Foi então que realizando pesquisas, Karl Schröter, em 1914 produziu pós de WC e ao acumula-los obteve um material de alta dureza. Diante das propriedades apresentadas logo migrou para aplicação em usinagem, como ferramenta de corte, principalmente por conseguir conferir as essas ferramentas a capacidade de usinagem de materiais endurecidos (AMANCIO, 2018).

Um metal duro é composto por uma fase dura e uma fase ligante. O modelo (compósito) tradicional é constituído por carboneto de tungstênio (WC) e cobalto (Co). Eventualmente com o avanço tecnológico surgiram novos compósitos de metal duro com elementos de liga de alta dureza associados e mudança também na fase ligante. As propriedades obtidas no produto final dependerão da proporção dos elementos associados, dentre esses elementos pode-se citar os carbonetos refratários como o Tungstênio, Titânio, Tântalo, Nióbio, Molibdênio e Silício atendendo a fase frágil e cobalto, níquel e ferro que atendem a fase dúctil.

O carboneto que predomina a fase cerâmica (frágil) para a obtenção do metal duro é o carboneto de tungstênio (WC) onde predomina a alta dureza, além de suas excelentes propriedades, podemos mencionar que carbonetos são responsáveis por elevar dureza dos materiais (característica fisicoquímica) quando comparado a carbonetos como o de titânio ou tântalo, seu custo relativamente menor (LIU *et al.*, 2006). Com relação a estabilidade de dureza a quente, Kurlov & Gusev (2006) expressão que o WC puro tem vantagem nesse ponto em relação aos outros carbonetos (TiC, NbC, TaC), mantendo modulo elástico maior e coeficiente de expansão térmica menor.

O responsável por conferir tenacidade ao conjunto é o componente metálico cobalto (Co), que é a fase ligante predominante (se tratando de WC-Co é a única existente), e representa uma faixa que varia comumente de 3 a 30% em peso do compósito. (SANTOS, 1990; LIU *et al.*, 2006). Níquel e ferro também são utilizados na produção de metal duro (LEI e WU, 2009). As propriedades conferidas a esses compósitos estão ligadas e dependentes às propriedades mecânicas de seus componentes individuais e de sua interação como um conjunto quando submetido à sinterização, logo como um produto acabado (SANTOS, 1990). O conjunto de propriedades do compósito é determinado pela junção da fase cerâmica (WC) e da fase metálica ligante seja ela Co, Ni ou Fe, por exemplo, e variam em função da

porcentagem total de WC, do tamanho de partícula do WC e de adições de reforço dos metais refratários mencionados (TiC, TaC, Mo<sub>2</sub>C e NbC) em pequenas quantidades de 1% a 3% em peso (nesse caso o termo “puro” para o metal duro não se enquadra) que são adicionados para inibir ou mitigar o crescimento de grão do WC e modificar propriedades (GILLE *et al.*, 2000).

Estudos buscando um substituto para o cobalto vêm sendo desenvolvidos, isso devido à procura por alguns meios de aplicação e também fatores de mercado visando redução de custos. O níquel é um promissor candidato, pois condiciona ao produto resistência a corrosão, é uma fonte de menor valor agregado e abundante (BALBINO *et al.*, 2017).

O metal duro se tornou amplamente utilizado em processos de fabricação. As indústrias de usinagem, moldes e matrizes, petróleo e gás e mineradoras são pioneiras, pois exploram às propriedades de dureza e tenacidade, capazes de se manter a quente desses materiais, e também a excelente resistência ao desgaste abrasivo, baixo coeficiente de expansão térmica, boa condutividade elétrica e térmica (LIMA, 2017).

O processo de produção do metal duro é pela metalurgia do pó, que consiste em compactar os pós metálicos obtidos através de moagem controlada e leva-lo em forno para sinterização com temperatura controlada. O compósito obtido é um produto com geometria desejada, qualidade de acabamento, propriedades mecânicas e composição química bem distinguida (LIMA, 2017).

### **2.1.1 Classificação dos metais duros**

A combinação de um elemento cerâmico e um metálico na produção de um compósito de metal duro pode-se subdividir em dois grupos que apesar da tendência a pertencerem a mesma família, são distinguidos no mercado, são eles o *carboneto cementado* e o *cermet* (MARI *et al.*, 2001).

Quando se refere ao metal duro composto por WC-Co diz se carboneto cementado, que dispõem de boa dureza e elevada tenacidade. Quando se refere a um cermet, o composto possui em sua composição os metais de transição como o carboneto de titânio e/ou nitreto de titânio e também pode possuir níquel como ligante. Os cermets devido a essa característica ganham em suas propriedades maior dureza que o carboneto cementado bem como menor tenacidade (MARI *et al.*, 2001).

A característica microestrutural está relacionada ao tamanho das partículas de WC e demais carbonetos e nitretos quando houver, também associada a ligação interfacial entre as fases presentes e a proporção volumétrica do ligante. A combinação adequada dos elementos

irá conferir ao composto as melhores propriedades para aplicação do mesmo (AMANCIO, 2018; TORRES, 2009).

Segundo Amancio (2018) o tamanho de grão pode mostrar com antecedência o resultado final das características do composto. Grãos inferiores a 1 micrometro ( $1\ \mu\text{m}$ ), chamados de grãos ultra finos apresentam as maiores durezas e resistência ao desgaste e a compressão, faixa de Co presente entre 3 a 10% em peso. Grãos finos são da ordem de até  $3\ \mu\text{m}$ , agrega ao produto resistência a choque, reduzindo a fragilidade, com faixa de Co entre 6 e 30%. Grãos grosseiros da ordem acima de  $3\ \mu\text{m}$  provoca queda na dureza, a faixa de Co entre 6 e 15%, confere ao composto característica de resistência a altas tensões e impactos. Apesar das diferenças os metais duros produzidos são altamente resistentes ao desgaste abrasivo.

### **2.1.2 Carboneto de tungstênio (WC)**

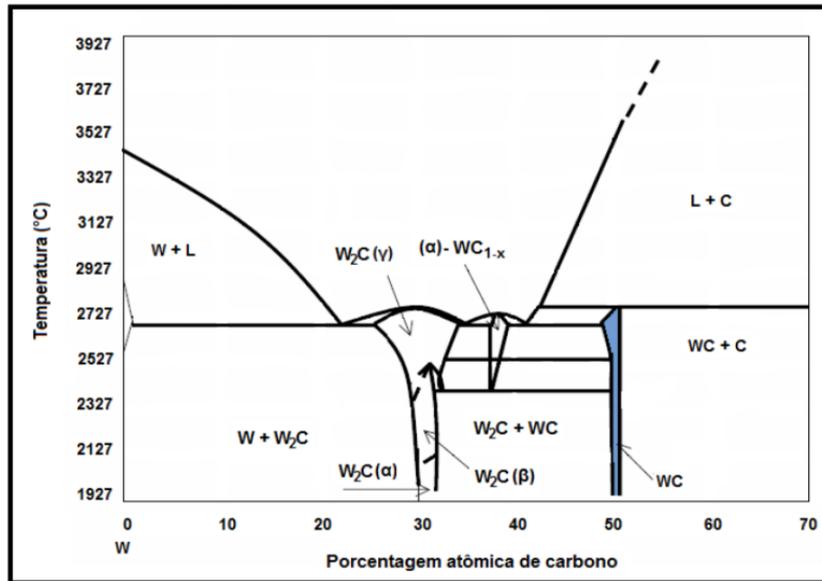
O WC é uma liga composta metal cerâmico de suma importância no desenvolvimento de materiais quando se deseja conferir-lhes propriedades no qual esse carboneto é rico, como dureza e propriedades térmicas. Ferramentas de para corte em usinagem, moldes e matrizes, rolamentos, brocas de perfuração, contato elétrico e também revestimento duro na área de soldagem são algumas das aplicações (VALERIANO, 2017).

O carboneto de tungstênio é um composto que apresenta estabilidade química, onde pode-se observar em sua estrutura cristalina a forma hexagonal, que lhe confere a condição de anisotropia refletidas na dureza e na propriedade de dilatação térmica onde essa irá variar com a orientação cristalográfica analisada (SANTOS, 1990). O WC tem elevada dureza que está entre 1300 e 2200 HV, graças a isso é um composto frágil. Outras propriedades desse composto são a resistência ao desgaste devido a dureza, tem alto ponto de fusão ( $2800\ ^\circ\text{C}$ ) e alta resistência ao choque térmico, tem boa condutividade térmica e é resistente a oxidação (KRISHNA *et al.*, 2002; NOLAN e SAMANDI, 1997). Outra característica desse carboneto é a capacidade de manter uma superfície lisa mesmo havendo variação de parâmetros de contato, contribuindo nas aplicações mencionadas (BONNY *et al.*, 2010).

O sistema de fases correspondente a liga tungstênio e carbono é apresentado na Figura 1. Observam-se duas formações principais de carbonetos o WC e o  $\text{W}_2\text{C}$  (TORRES, 2009). Segundo Lou *et al.* (2003) o tungstênio tem baixa entalpia (calor) de formação (quantidade de calor liberada ou absorvida para formar-se 1 mol de uma substância, com base em seus elementos constituintes), tal propriedade permite aos compostos WC serem dissolvidos facilmente em metais fundidos, tornando um ponto negativo para WC. Kaefer (2004) ao analisar o diagrama de fases W-C apresentado evidência que a faixa onde o carboneto de

tungstênio possui estequiometria suficiente para esse tipo de aplicação é uma faixa estreita, ilustrada pela área AZUL, desde temperaturas altas até temperaturas baixa, tornando o principal empecilho na obtenção de uma fase WC pura.

Figura 1 - Diagrama de fases W-C



Fonte: Adaptado de Lima (2017)

Kulov e Gusev (2006) mostram em seu estudo que a solubilidade máxima de 70% de carbono no tungstênio está na temperatura eutética de 2710 °C.

Se tratando de tamanho de partículas do pó de WC, estas são dependentes dos pós primários de produção e fatores como temperatura, atmosfera de controle e método de obtenção do pó. Esse tamanho de partícula tem relação direta com as propriedades mecânicas do produto final, partículas finas apresentam maior qualidade e melhora nas propriedades comparadas com as grosseiras, onde o produto com essas partículas essas tendem a concentrar tensões facilitando o início de trincas (BALBINO *et al.*, 2017).

### 2.1.3 Teor de carbono

O teor de carbono interfere nas propriedades do metal duro, existindo um limite estreito que garante a qualidade do produto. No caso de falta de carbono tem-se o surgimento de fases frágeis, conhecidas como fases-η, que é uma fase intermetálica com origem na descarbonetação da partícula dura de WC, é dura e resistente a abrasão, porém causa um prejuízo ao material com queda na tenacidade a fratura. Já com um excesso de carbono ocorre precipitação de grafita, que aparece distribuída na microestrutura e como consequência reduz a resistência a ruptura do material, reduzindo o teor de W presente na fase ligante e

contribui para uma queda na dureza. Está associada também ao crescimento de grão da partícula de WC, isso fará com que haja mais queda de dureza do material (CABRAL, 2014; LIMA, 2017).

Para garantir um controle de qualidade no produto final é importante se atentar ao controle de carbono dos materiais para que assim possa se obter um material de excelentes propriedades mecânicas.

#### **2.1.4 Porosidade**

Os poros são indesejáveis nos materiais, pois influenciará diretamente nas propriedades mecânicas do mesmo (SANTOS, 1990). No material compósito produzido por metalurgia do pó, é inevitável o surgimento de poros, pois já é conhecido por fazer parte do processo de fabricação.

Metais duros de alta qualidade apresentam densidade teórica de 99,5% e geralmente a porosidade residual é uniforme e bem distribuída, isso é muito importante, pois visa garantir boas propriedades mecânicas ao compósito. A resistência mecânica e dureza são dependentes da porosidade, pois, poros mal distribuídos, grande quantidade e/ou poros de maior proporção dimensional são regiões que tendem a formação de trincas (SANTOS, 1990; BALBINO, 2016).

O teor da fase ligante está associado a quantidade de poros do compósito, um baixo teor de ligante dificulta a eliminação dos poros por não ter matéria suficiente para preencher esses espaços, essa porosidade residual compromete o desempenho, logo a proporção desse fase deve ser bem dimensionada. O ligante não é o único responsável pela formação de poros, que podem surgir também a partir de misturas e moagem insuficiente, presença de impurezas, contaminações e gases aprisionados (SANTOS, 1990; RIBAS, 1991; BALBINO, 2016).

O controle de porosidade durante o processo de fabricação está ligado a fatores como pressão de compactação, temperatura e tempo de sinterização, tamanho e forma de partículas do pó, mistura e moagem otimizada (BALBINO, 2016).

Segundo Nordgren e Melander (1988) poros grosseiros tem uma forte influência sobre a ruptura transversal de compósitos e Vassen e Stover (2004) em seu experimento evidenciam que as propriedades mecânicas como dureza, tenacidade à fratura e resistência ao desgaste foram fortemente influenciados pelo nível de porosidade contida nos compósitos; influenciou também na tendência para a formação de partículas de desgaste durante a realização do experimento.

Deshpande e Lin (2006) observam em seu estudo que a porosidade tem influência direta na taxa de desgaste dos compósitos e evidenciam também que a taxa é acentuada em altas cargas aplicadas. Isso se deve a porosidade presente na superfície do compósito que reduz efetivamente a área da superfície de contato contra a superfície abrasiva oposta. É visto também que outra implicação da porosidade é o efeito entalhe, que é quando o limite irregular de um poro sugere a possível presença de cantos vivos próximos à superfície de desgaste no compósito ao redor do poro. A tensão nesses cantos vivos é elevada, sendo assim, o poro atua como fonte para origem de trincas quando uma carga de compressão normal é aplicada. Sendo assim, a área no entorno do poro vem a se tornar propensa a falhas com o aumento da carga normal aplicada.

## **2.2 Ligantes utilizados no metal duro a base de WC**

A fase ligante tem o objetivo de unir as partículas da fase dura predominante e conferir ductilidade ao metal duro. É uma fase contínua enriquecida pelos elementos (átomos) da fase frágil durante a sinterização pelo fenômeno de difusão. Formando uma solução sólida com dissolução dos carbonetos e com propriedades superiores ao ligante puro (VALERIANO, 2017).

Um ligante deve ter boa molhabilidade, boa solubilidade, formar a fase líquida em temperatura amena, ter comportamento dúctil para conferir tenacidade ao compósito e evitar formação de carbono livre.

O teor de ligante também influenciará nas propriedades. Um alto teor confere menor dureza e maior resistência a fratura por flexão do compósito, já um baixo teor, há um aumento da dureza com isso aumento da resistência ao desgaste e perde em tenacidade.

Uma má distribuição na fase ligante pode gerar ilhas de ligante, que são aglomerações localizadas e ocasionadas por mistura ou moagem deficiente (LIMA, 2017).

### **2.2.1 Cobalto**

O cobalto é o principal metal ligante nos compósitos de metal duro produzidos atualmente. Confere ao produto tenacidade, aumenta a resistência a fratura e contribui para a resistência ao desgaste abrasivo. Os valores das propriedades mecânicas do compósito WC-Co são expressos na Tabela 1, onde é possível observar que o teor de Co influencia na resistência a ruptura, sendo assim é uma variável de controle do processo e deve ser bem definido em relação a quantidade (AMANCIO, 2018)

Tabela 1 - Composição e propriedades do compósito WC-Co

Composição WC	Co (%pp)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Dureza HV30 [kg/mm <sup>2</sup> ]	Resistencia a Ruptura Transv. [Mpa]	Modulo Elasticidade (E) [GPa]
100	-	15.7	2000	500	722
97	3	15.4-15.2	1740	1440	670
94	6	14.8-15.0	1585	2070	630
91	9	14.5-14.7	1470	2680	590
85	15	13.8-14.0	1150	3070	540
80	20	13.1-13.3	1000	3380	500
-	100	8.7	125	-	180

Fonte: Adaptado de Amancio (2018)

Transformações alotrópicas acontecem no cobalto, uma delas aparece na forma hexagonal compacta (HC), chamada de fase  $\epsilon$ , estável em baixas temperaturas (inferiores a 417 °C) e a outra transformação é em forma cubica de face centrada (CFC), chamada fase  $\alpha$ , estável em temperaturas elevadas, até seu ponto de fusão (1495 °C) (VALERIANO, 2017; SANTOS, 1990).

A capacidade de manter em solução sólida altos teores de W em sua estrutura, confere ao cobalto a condição para uma sinterização a temperaturas brandas, a tensão superficial entre as interfaces do líquido e carboneto(s) é alta e boa molhabilidade na condição em que exposta a sinterização em fase líquida o cobalto líquido terá a capacidade de se manter em contato com as superfícies e formar interfaces com as superfícies sólidas. Com relação a solubilidade dos carbonetos em cobalto, níquel e ferro é apresentado na Tabela 2 alguns exemplos (SANTOS, 1990; VALERIANO, 2017).

Tabela 2 - Solubilidade de carbonetos em Co, Ni e Fe a 1250 °C

CARBONETO	Co (%pp)	Ni (%pp)	Fe (%pp)
WC	22	12	7
TiC	1	5	0,5
TaC	3	5	0,5
NbC	5	3	1
Mo <sub>2</sub> C	13	8	5

Fonte: Adaptado de Valeriano (2017)

Segundo Valeriano (2017) observa-se que a solubilidade do WC em Co é alta, porém a temperatura de sinterização pode variar essa solubilidade, já a solubilidade de Co no WC é irrisória e pode ser desprezada.

Para Ribas (1991) as propriedades mecânicas do cobalto estão ligadas ao processo no qual o mesmo foi obtido. A resistência a ruptura pode variar de 237 Mpa para o cobalto obtido por fundição a uma resistência de 690 Mpa para o mesmo obtido por forjamento.

Alto ponto de fusão e boa resistência mecânica são alguns dos motivos da utilização de compósitos a base de cobalto em revestimento de ferramentas de corte e superligas. Segundo Schwarzkopf e Kieffer (1986) a dureza do cobalto está em torno de 100 a 300 HV, variando de acordo com o meio obtido/produzido, como exemplo a produção via metalurgia do pó gera dureza em torno de 125 HV, fundido chega a 130 HV, enquanto o recozido não ultrapassa os 100 HV, já o eletrolítico pode passar dos 300 HV.

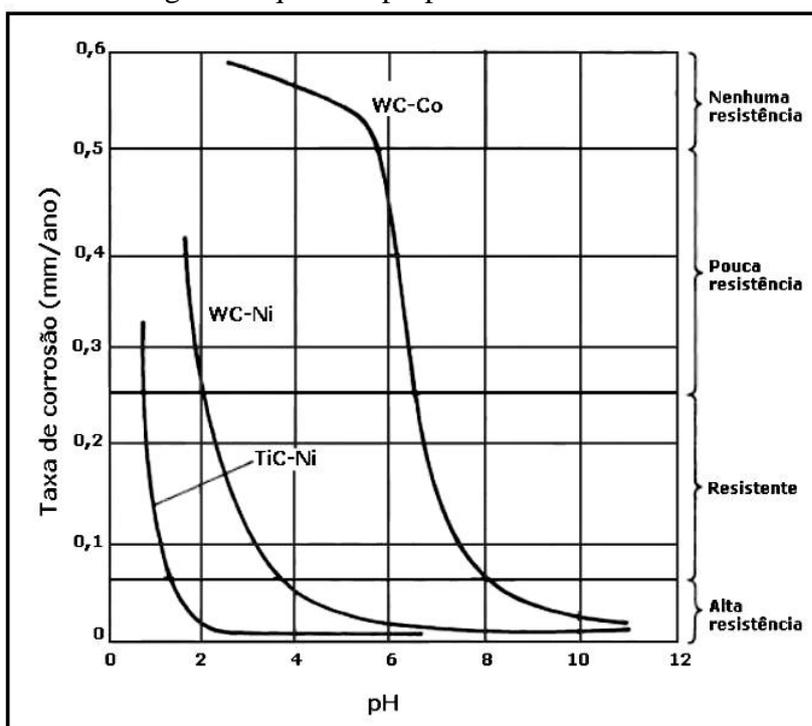
O cobalto é deficiente quando se trata de aplicação em meios ácidos (oxidantes), pois possui baixa resistência a corrosão, taxa que pode chegar a 25x mais alta que o Níquel. Daí a importância no estudo da sua substituição (KLEIN, SALCEDO e ARROYO, 1986).

### 2.2.2 Níquel

Graças ao avanço das pesquisas, dentre os elementos investigados para fase ligante (dúctil) o níquel tem se mostrado promissor, boa parte pelo preço relativamente menor que o cobalto, que tem custo maior por ser um metal raro, e principalmente pelo desempenho muito melhor no quesito resistência a oxidação e corrosão quando exposto a ambientes ácidos e meios aquosos (PLUCKNETT *et al.*, 1995), logo as aplicações são mais específicas, onde se deseja obter essa proteção (GUO *et al.*, 2008a). A microestrutura do níquel e o parâmetro de rede cúbico de face centrada (CFC) são menores que o parâmetro CFC do cobalto. As diferenças estão na estrutura do cobalto é meta estável podendo se transformar em hexagonal compacta (HC) e o cobalto é ferromagnético (SHI, 2013; FERNANDES e SENOS, 2011). Para Prakash *et al.* (1982) é viável a substituição do cobalto por níquel já que suas estruturas cristalinas são similares. Holleck (1981) também confirma a viabilidade da substituição e cita o ferro (Fe) como outro candidato.

A Figura 2 mostrou a taxa de corrosão em relação ao pH de um meio, no qual as ligas WC-Co, WC-Ni e TiC-Ni foram expostas e pode ser observado a superioridade do níquel na resistência a corrosão.

Figura 2 - Efeito do ligante níquel nas propriedades antioxidantes dos metais duros



Fonte: Adaptado de Torres (2009)

A alotropia disponível no cobalto não acontece no níquel, logo não há mudança da estrutura CFC para HC, o níquel mantém a microestrutura em toda faixa de temperatura que seja inferior à *linha solidus* (encontrada no diagrama de fases), assim a densificação completa das ligas de níquel apresenta dificuldade em ser obtida isso porque a força motriz na sinterização é baixa (VALERIANO, 2017).

O metal duro a base de níquel tem dureza inferior ao convencional, com isso a queda na resistência ao desgaste, essa propriedade inferior sugere um controle em sua aplicação (TORRES, 2009). A solubilidade dos carbonetos é baixa devido ao teor de carbono do mesmo aliado ao endurecimento insuficiente do níquel como fase ligante. Porém para melhorar as propriedades mecânicas é utilizado carbonetos auxiliares (TiC, Mo<sub>2</sub>C, SiC) melhorando a qualidade do compósito final, com o ganho em dureza (PENRICE, 1987; GUO *et al.*, 2008a; SANTOS, 1990b).

Devido densificação dificultosa do níquel, no processo de sinterização deve se trabalhar com temperatura superior a de fusão (1453 °C) e demanda mais tempo, fato este devido a temperatura eutética da liga de níquel ser 1342°C, superior a do cobalto que é 1280°C. A alta temperatura empregada na produção de WC-Ni, aumentam o teor de carbono e como consequência há a precipitação de grafita. Esse evento é mitigado diminuindo o teor de carbono dos pós na preparação, que permitirá o tungstênio agregar mais na solução de níquel,

reduzindo da fase líquida formada. Uma deficiência gerada pelo aumento da temperatura é a perda de níquel (ligante) pela alta pressão de vapor, em torno de 10% em peso, nas temperaturas de sinterização, logo se faz necessário um controle da pressão de trabalho (VALERIANO, 2017).

O níquel possui molhabilidade inferior ao cobalto, principalmente a baixas temperaturas de sinterização, prejudicando o espalhamento de líquido quando sinterizado. Durante a moagem dos pós, devido a ductilidade elevada o níquel é suscetível a aglomerar suas partículas, que vem a causar porosidade no composto sendo prejudicial para a densidade relativa. A boa formação da fase líquida é de suma importância no processo, pois deve garantir a união das partículas de carboneto de tungstênio (e auxiliares) que influenciará diretamente na microestrutura. O agente controlador de processo (ACP) visa inibir o crescimento das partículas da liga formada (WC-Ni) gera o refinamento da microestrutura, segundo estudos, prejudica o fluxo de líquido vindo a elevar a porosidade do composto sinterizado (RONG, 2011; RONG, 2012).

Segundo Taheri-Nassaj e Mirhosseini (2003), um meio para reduzir a porosidade no composto seria aumentar o teor de níquel, resultando em um aumento do livre caminho médio do ligante, que vira a aumentar a resistência à fratura. Valeriano (2017) ao mencionar sobre a perda em peso de níquel durante a sinterização a temperatura elevada, essa técnica complementar a percentagem em peso perdida.

### **2.3 Metalurgia do pó e produção de metal duro**

O metalurgia do pó é um processo de fabricação no qual utiliza uma mistura de pós metálicos e não metálicos afim de obter um produto composto com propriedades mecânicas excelentes. Permite a produção de peças de geometria complexa, entrega tolerância dimensional rígida e acabamento de qualidade.

O processo acontece em misturar e/ou moer pós seguido pela compactação em moldes metálicos e o final do processo é a sinterização que pode ocorrer via fase sólida ou fase líquida. A característica particular do processo é que a temperatura de trabalho permanece abaixo do ponto de fusão do elemento constituinte principal, os carbonetos. O resultado é um composto no formado desejado com composição química e microestrutura controlada (JIANG, ZHUANG e LI, 2003; JIANG, ZHUANG e LI, 2004).

Um diferencial no processo em relação a outros meios de produção com, por exemplo, a usinagem, é a economia de material, com perda mínima durante a fabricação, assim é possível obter peças com custo inferior, o que é bom para o mercado (SURYANARAYANA,

2013). Além disso, algumas peças e materiais só são possíveis de se fabricar com a tecnologia de consolidação dos pós como as ligas refratárias (W, Mo, Ta, Nb), materiais porosos sinterizados para aplicação automotiva (filtros, mancais lubrificantes e catalizadores) e compósitos particulados (metal duro, pastilhas de freio e embreagem) (SURYANARAYANA, 2001).

Se tratando da produção de metal duro, o pó de tungstênio (W) misturado ao pó ligante (Co, Ni), são moídos, geralmente em meio líquido, logo após é retirado por secagem, com o objetivo de evitar oxidação. Outros aspectos importantes com relação ao pó obtido é o tamanho médio da partícula, sua microestrutura, a morfologia e composição química. Durante a moagem as forças de impacto atuantes sobre as partículas maiores provocam a quebra destas por meio de soldagem e fratura, diminuindo o tamanho das partículas (BRAGA, FERRERA e CAIRO, 2007).

Durante a moagem acontece o fenômeno de soldagem frio, que une e aglomeram as partículas, agravado pelo fator ductilidade, então se faz necessário o uso de um ACP como os lubrificantes que iram atuar sobre a superfície das partículas, diminuindo a tensão superficial dos materiais e interferindo na soldagem a frio (MELO, 2013).

A compactação se dá por prensagem uniaxial ou isostática e o empacotamento será influenciado pela distribuição granulométrica do pó. O controle da granulometria é possível aperfeiçoar o empacotamento, partículas menores podem ocupar espaços vazios e a morfologia dessas partículas quanto mais irregular menor será a densidade de empacotamento (BRAGA, FERRERA e CAIRO, 2007).

A difusão atômica ocorre nos contornos de grão, no interior do grão e entre as partículas. A transferência de massa na etapa de sinterização se dá por escoamento (BRAGA, FERRERA e CAIRO, 2007).

Na etapa de sinterização controle de temperatura, tempo, atmosfera e pressão aplicada são variáveis de controle para determinar as propriedades do compósito finalizado. O início do processo se dá pelo aquecimento para eliminar fluidos lubrificantes e em seguida elevar a temperatura de sinterização eliminando parcialmente a porosidade, essa etapa é chamada fase sólida, ao atingir a temperatura eutética, entra para a chamada fase líquida e promove a união do material, eliminando a porosidade (VALERIANO, 2017).

## **2.4 Sinterização**

A sinterização é um processo que consiste em levar ao forno em temperatura controlada, pós metálicos, prensados a fim de promover a união das partículas. É um processo

físico e termicamente ativado que garante ao conjunto resistência mecânica (THUMMLER e OBERACKER, 1993). A redução da área superficial promove ao compactado uma estrutura sólida, resultado da formação de contornos de grão, crescimento de pescoço entre as partículas e posteriormente a união levando a uma contração volumétrica e uma densificação do material (SADANGI, VORONOV e KEAR, 1999).

O processo ocorre de duas maneiras, a sinterização por fase sólida e fase líquida. Para que ocorra uma sinterização a energia livre superficial do conjunto é diminuída, tal diminuição ocorre por meio do desaparecimento da interface do material com o poro e é substituída pela interface material com material quando a porosidade desaparece. Pelo método por fase sólida é possível obter uma estrutura com porosidade controlada. Já a fase líquida acontece o fechamento total dos poros (AMANCIO, 2018). Na fabricação de metal duro, o objetivo é que o composto sinterizado tenha tamanho de grão bem definido, livre de defeitos em com densidade máxima (TORRES, 2009).

Na sinterização não acontece fusão do material cerâmico, o responsável por unir o conjunto é o material ligante. A temperatura de trabalho deve ser suficiente para fundir a fase ligante e manter-se abaixo do ponto eutético do composto.

É importante que haja um controle da atmosfera de sinterização para manter a microestrutura do compacto adequada. Essa atmosfera tem como função conferir potencia de carbonização e oxidação correta, de modo a manter o equilíbrio termodinâmico (VALERIANO, 2017).

Upadhyaya (1998) descreve que com o processo acontecendo em altas temperaturas, interações químicas são comuns entre o compacto e a atmosfera do forno. Essas reações provocam variação no teor de carbono, como consequência um teor insuficiente provoca formação da fase  $\eta$ , e um elevado teor há precipitação de grafita.

Huang *et al.* (2008) afirma que a densidade do metal duro está ligada ao tamanho das partículas dos carbonetos, pela solubilidade desses carbonetos no ligante e pela molhabilidade. E para Rodrigues, Martins e Schaeffer (2009) a molhabilidade do WC pela fase ligante promove a grande contração do material durante a sinterização.

A solubilidade tem forte dependência do teor de carbono, velocidade de resfriamento e pureza. O tungstênio se dissolve melhor nas ligas com baixo carbono, onde a ganhos na resistência a ruptura, eleva a dureza e melhora o alongamento do material (RODRIGUES, MARTINS E SCHAEFFER, 2009).

Ainda não há na metalurgia do pó um modelo único (genérico) de sinterização, pois os parâmetros envolvidos são complexos (SILVA, 2008).

### 2.4.1 Sinterização por fase sólida

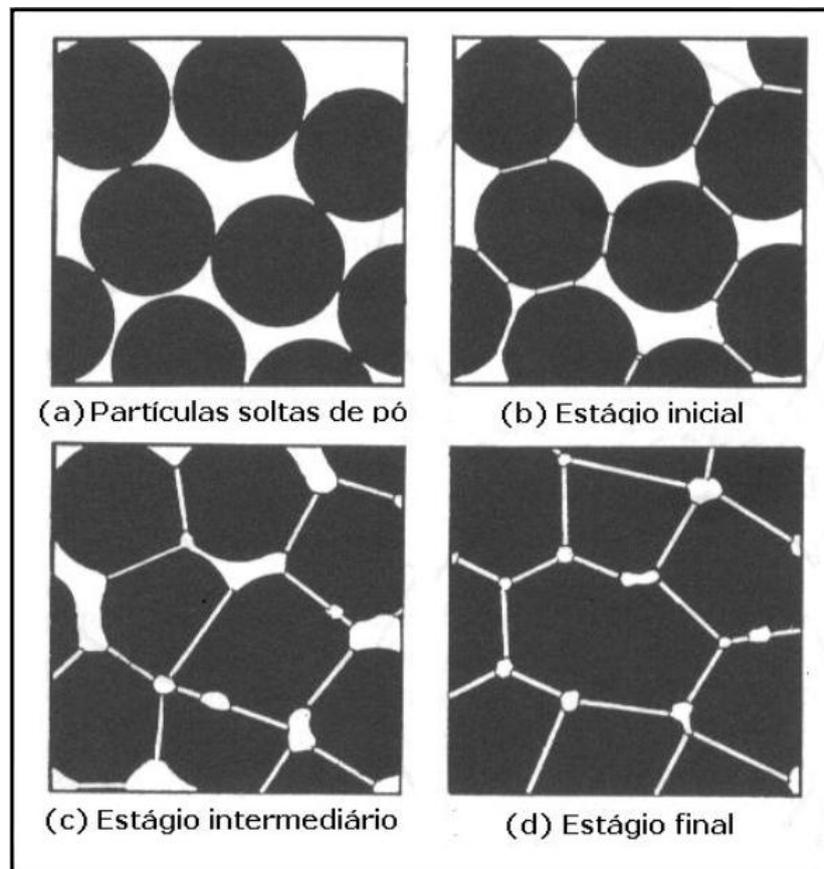
Nesta etapa do processo não há formação de líquido. A força motriz desse processo de sinterização é a energia livre superficial. As várias mudanças na microestrutura levam a caracterizar o processo em estágios (TORRES, 2009).

No primeiro estágio as partículas de pó são rearranjadas e ocorre a formação de um pescoço unindo as partículas que estão em contato entre si, com conseqüente redução da energia superficial (LIMA, 2017; TORRES, 2009).

No segundo estágio o tamanho dos contatos aumenta ocorrendo a diminuição da porosidade, assim as primeiras propriedades do sinterizado vão surgindo (TORRES, 2009).

No terceiro estágio tem-se a sinterização final, os poros se fecham, porém não por completo, poros isolados e fechados se contraem lentamente através da difusão de lacunas para o contorno de grão. Sua eliminação é lenta com pouca densificação e aumento do tamanho de grão. A Figura 3 ilustra os estágios da sinterização via fase sólida (TORRES, 2009).

Figura 3 – Estágios da sinterização fase sólida



Fonte: adaptado de Torres (2009)

### ***2.4.2 Sinterização por fase líquida***

A sinterização via fase líquida é adequada para produção de materiais onde é desejável a densificação completa, sem poros e na formação de uma estrutura onde se deseja englobar um material frágil com um dúctil (COSENTINO, 2006). É um sistema que engloba a partir de dois componentes, onde um exercerá a função ligante, esse tem ponto de fusão inferior aos outros materiais e irá unir o conjunto. O fato de haver líquido é que o mesmo é capaz de penetrar por toda a estrutura, sendo o responsável pela elevada densificação de forma rápida na produção (GERMAN, 1984).

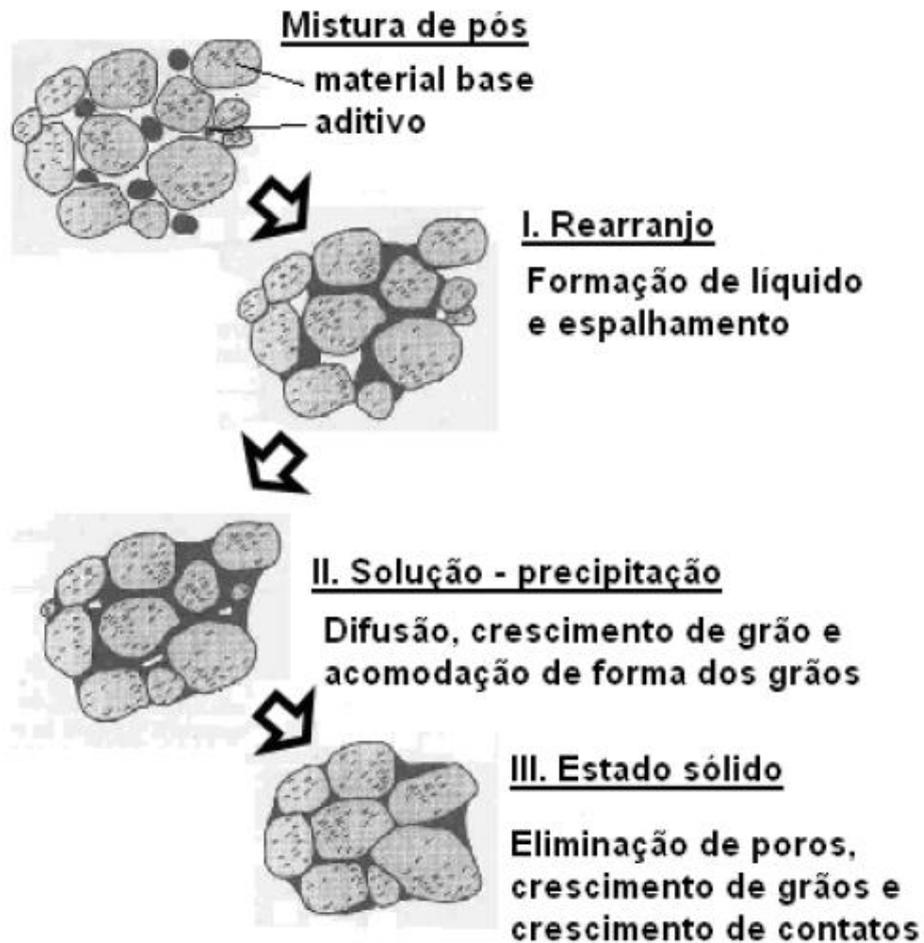
No setor industrial a produção da maioria dos materiais que utilizam a técnica da metalurgia do pó e sinterização, essa conta com a presença da fase líquida, por ter melhor qualidade de densificação em tempo e temperatura viáveis do ponto de vista econômico (OLIVEIRA, 2016).

O objetivo é desenvolver a microestrutura mantendo a temperatura acima da “ponto eutético” por tempo suficiente para a uniformidade da estrutura, com carbonetos envolvidos pela fase ligante dispersa e com mínima porosidade (HALE, 1998). Além disso, promover uma forte ligação na interface carboneto-ligante de forma a não haver um crescimento de grãos anômalos de WC, para o caso do metal duro, a fim de conjugar uma combinação de dureza, resistência ao desgaste e tenacidade (TRACEY, 1992).

Cosentino (2006) relata que a quantidade de líquido presente na estrutura é o responsável pela ótima densificação, mas que depende também da interação desse líquido com a fase sólida (molhabilidade, dissolução sólido-líquido, formação de novas fases por reação). As forças de capilaridade sempre estão presentes contribuindo no processo. É importante se atentar a molhabilidade do sólido no líquido, isso porque uma molhabilidade favorável as forças capilares promovem um forte e rápido rearranjo de partículas que leva a densificação. Já uma molhabilidade desfavorável, essas forças atuam em sentido oposto, impedindo a densificação e pode levar à estrutura a falha.

Segundo German (1984) a teoria por trás da sinterização em fase líquida pode ser dividida em três estágios, com atuação simultânea, onde cada estágio há um mecanismo dominante, no qual são ilustrados na Figura 4.

Figura 4 – Estágios da sinterização por fase líquida



Fonte: adaptado de German (1984)

O primeiro estágio é o rearranjo, onde o líquido recém-formado envolve as partículas sólidas, conduzindo ao rearranjo dessas partículas e à densificação da estrutura, que está ligada à quantidade de líquido, tamanho de partícula e solubilidade (LIMA, 2017; GERMAN 1984).

O segundo estágio é a solução-precipitação, que só ocorre caso haja solubilidade da fase sólida no líquido. É caracterizado pela dissolução das partículas sólidas pequenas no líquido com precipitação nas superfícies sólidas de partículas grandes. Acomodação dos grãos, achatamento de contornos, eliminação de poros e coalescimento de pescoços são observados nessa etapa (LIMA, 2017; GERMAN 1984).

O terceiro e último estágio é a densificação final, caso a estrutura não esteja completamente densa, ocorre a formação de pescoço entre as partículas sólidas que estão em contato entre si. Tem a finalidade de fechar os poros ainda existentes e conduz à contração da estrutura. Tem um tempo de processamento longo e é acompanhado por mudanças na forma das partículas (LIMA, 2017; GERMAN 1984).

### **2.4.3 Granulação dos pós**

Devido as diferentes granulações de partículas iniciais empregadas na metalurgia do pó, desde tamanhos micrométricos aos nanométricos, há mudança no comportamento e propriedades mecânicas do material na sinterização.

Na metalurgia do pó existem diferentes tamanhos de partículas empregados no processo, desde micrométricas a nanométricas. O tamanho de partícula principalmente quando se trata do WC provoca mudanças no comportamento e propriedades mecânicas quando o produto é sinterizado. Quanto mais fino é o grão maior é o valor de dureza e resistência a flexão e resistência a compressão, isso por que há uma maior área nos contornos de grãos e esses contornos são os responsáveis por formar uma barreira contra o movimento de discordâncias, ocasionando menor deformação no material, assim as propriedades mecânicas são dependentes do controle do tamanho de grão (VALERIANO, 2017; LIMA, 2017).

Os efeitos do tamanho de partícula no crescimento de grãos são minimizados adicionando inibidores que proporciona ao metal duro uma estrutura homogênea. Pós de carbonetos nanométricos são utilizados como inibidores, esses carbonetos são solúveis na fase ligante, podem segregar as interfaces WC-ligante, formando assim novos cristais e/ou novas fases reduzindo assim a força motriz de crescimento de grão (LIMA, 2017).

As condições de moagem e tamanho inicial de partículas são os responsáveis pela distribuição do tamanho de grão, alargando-se quando ocorre crescimento descontínuo dos grãos e quando os carbonetos grosseiros nucleiam acelerando o processo de crescimento de grão elevando a descontinuidade (VALERIANO, 2017).

### **2.4.4 Inibidores de crescimento de grão**

Compósitos constituídos por multi carbonetos apresentam propriedades mecânicas superiores ao carboneto individual, assim a substituição parcial do WC por carbonetos refratários apresentam um nível de melhora na resistência, dureza e tenacidade bem como a resistência ao desgaste do metal duro (WC+fase ligante). Esses carbonetos são adicionados ao WC para restringir o crescimento de grão durante a sinterização, uma vez que a concentração de tungstênio no líquido é reduzida por adição dos elementos de liga, assim a taxa de crescimento de grão é retardada pela adição desses elementos de liga (OLIVEIRA, 2016; KEMP e GERMAN, 1991; SUN *et al.*, 2008).

A inibição do crescimento de grão é relacionada com o atraso das reações de precipitação na solução nas interfaces do metal duro. Sua função é reduzir a energia

superficial das partículas sólidas de WC, resultando na alteração da força motriz para dissolução de grãos menores e do crescimento dos grãos maiores. Essa mudança da energia superficial inibe o crescimento contínuo de grãos de carboneto de tungstênio (SUN *et al.*, 2008; SUN *et al.*, 2011).

A eficiência de um inibidor depende do quão disponível ele estará na interface do metal duro. Quanto maior a disponibilidade maior o efeito sobre a energia livre e assim maior interrupção dos sítios de nucleação. A disponibilidade do inibidor é afetada pelo teor total do mesmo, pela solubilidade do inibidor na fase ligante, pelo teor de ligante, distribuição de inibidor e tamanho de partículas de WC (SUN *et al.*, 2008).

Segundo Gille *et al.* (2002), devido à composição química e teor dos inibidores, acontecem mudanças no início da concentração de tempera mais elevadas, diminuem a taxa de contração e reduzem o ponto de fusão do ligante eutético.

#### **2.4.5 Carboneto de molibdênio**

O carboneto de molibdênio ( $\text{MO}_2\text{C}$ ) é um eficaz inibidor de crescimento de grãos de WC em metais duros. Essa diminuição de crescimento é devido a redução da energia livre nas interfaces do grão devido a precipitação do inibidor nos contornos de grãos de WC. Graças a baixa solubilidade do  $\text{MO}_2\text{C}$  em WC o grão não crescerá para incorporar estes átomos que são considerados impurezas (GUO *et al.*, 2008a; GUO *et al.*, 2008b).

Adição de elementos de liga como  $\text{MO}_2\text{C}$  melhoram as propriedades mecânicas do material devido ao refino das partículas de WC e melhora também a molhabilidade de WC em Ni (GUO *et al.*, 2008a).

O  $\text{MO}_2\text{C}$  é um carboneto cúbico, esse tipo de carboneto quando usado como inibidor de grãos de WC, a quantidade adicionada no processo de produção do compósito deve estar na fronteira da fase ligante, evitando assim a precipitação elevada (grande quantidade) que se tornará prejudicial as propriedades mecânicas do compósito produzido (GUO *et al.*, 2008b).

#### **2.4.6 Nitreto de alumínio**

O nitreto de alumínio passou a ser estudado e desenvolvido para aplicação termomecânica devido a alta resistência mecânica e excelente estabilidade a temperaturas elevadas. Seu uso em pó com granulometria refinada como matéria prima, associado com alta temperatura e alta pressão durante a sinterização, irá conferir a produção de compósitos alta densificação e boas propriedades mecânicas (BALDACIM *et al.*, 2005).

Sousa (2012) em seu estudo comprova a elevada dureza obtida na aplicação de nitreto de alumínio em compósito de matriz alumínio.

O nitreto de alumínio (AlN) é um material que apresenta elevadas propriedades físicas, como dureza elevada, resistência a corrosão, resistividade, estabilidade em alta temperatura e condutividade térmica. Quanto à oxidação ao ar se inicia a 700 °C formando alumina e protegendo a superfície. É um material que se dissolve lentamente em ácidos minerais através do ataque do contorno de grão, e em álcalis fortes através do ataque aos grãos de nitreto de alumínio e hidrolisa lentamente em água (ACCURATUS, 2022)

#### ***2.4.7 Carboneto de Cromo***

Também pertencente ao grupo de inibidores de crescimento de grão o  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  possui propriedades mecânicas interessantes para junção ao metal duro, seus grãos com tamanho médio fino proporciona aumento na dureza e resistência ao desgaste do material. Sua utilização é muito eficiente para aumento da resistência a corrosão e oxidação quando se deseja um compósito com aplicações em ambientes corrosivos severos. Essa característica surge na formação de uma camada passiva de óxido de cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) que no estado estável e aderente, funciona como uma barreira impedindo o avanço da corrosão. Ao mesmo tempo o cromo na fase ligante proporciona endurecimento por solução sólida, assim tem-se melhoria elevada da resistência a corrosão (BALBINO, 2016).

Um controle no teor de cromo é necessário, pois o mesmo tem tendência de proporcionar porosidade excessiva o que leva a uma diminuição da tenacidade e resistência a abrasão do sinterizado (MARQUES, 2010). Para Fernandes e Senos (2011) deve se atentar ao cromo, pois é um elemento que facilmente forma carbonetos assim é limitado a sua solubilidade na fase líquida, restringe também a fase de precipitação (dissolução), sendo necessário aumento no tempo e temperatura de sinterização, assim segundo Marques (2010) o cromo é melhor aplicado apenas como complemento aos ligantes como Cromo e Níquel.

#### ***2.4.8 Carboneto de silício***

O carboneto de silício é um material da classe cerâmica que é empregado em projetos por possuir e conferir características de resistência mecânica elevadas como resistência ao desgaste, choques térmicos e oxidação. É dita também como cerâmica avançada por ser empregada em materiais que exijam qualidade elevada (SALEIRO, 2018).

A alta dureza do SiC em combinação com a boa resistência à oxidação e corrosão do silício e do SiC resulta em excelente resistência ao desgaste. Devido às suas boas

propriedades tribológicas, alta resistência em alta temperatura, baixo coeficiente de expansão térmica e excelente resistência ao choque térmico, esta cerâmica é usada em uma série de aplicações industriais diferentes, no entanto o principal fator limitante do uso desta cerâmica é a sua fragilidade (WILHELM, KORNFELD e WRUSS, 1999).

A cristalografia do SiC é variável devido ao fenômeno *politipismo* característico desse material, podendo se cristalizar em mais de 200 polítipos. Nesse fenômeno o material pode adotar diferentes estruturas cristalinas, que variam em uma dimensão, isso quer dizer que a mudança ocorre na sequência de empilhamentos dos planos cristalinos e não existe variação na sua composição química. Os sistemas dos polítipos são: Cubico, Hexagonal e Romboédrico (SALEIRO, 2018).

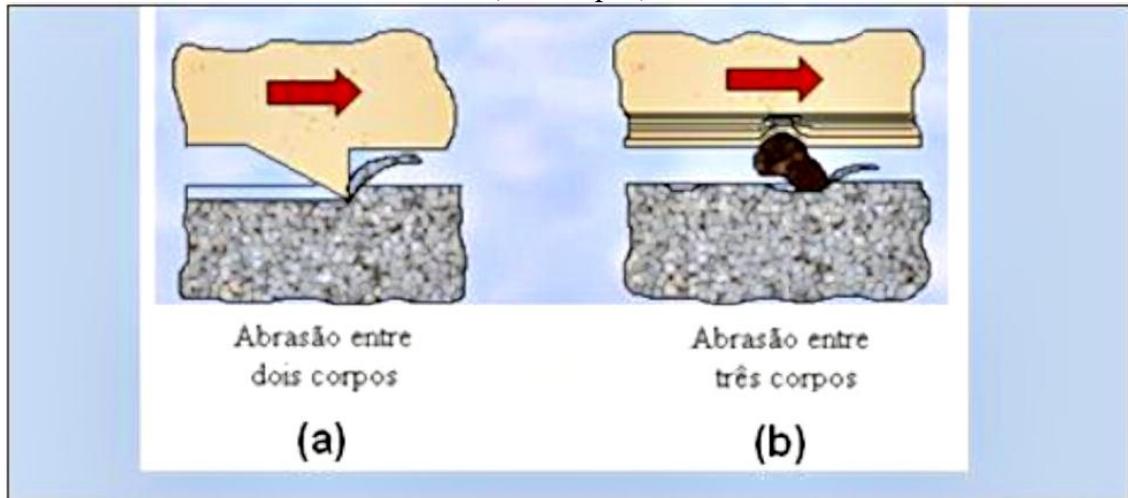
O diagrama de fase binário do silício indica que esse elemento pode causar efeito de endurecimento por solução sólida, fundamental para adição a fase ligante níquel. O carboneto de silício também tem a característica de ser solúvel no níquel em teores de até 5% em peso (CORREA, SANTOS e KLEIN, 2010).

## 2.5 Desgaste abrasivo

Pode-se definir basicamente o desgaste como a remoção ou deslocamento indesejado de material, de forma progressiva de uma superfície, normalmente por atuação mecânica. Vale destacar que o desgaste abrasivo é o mecanismo mais recorrente nos processos industriais, apontado como responsável por aproximadamente 63% dos custos de recuperação de componentes mecânicos (MINATTO *et al.*, 2020).

A classificação do desgaste é de acordo com o tipo e ambiente de contato, chamados de desgastes por dois corpos e desgaste por três corpos. O mecanismo a dois corpos acontece quando uma superfície com abrasivo engastada sobre ela desliza sobre a outra, já o mecanismo a três corpos acontece quando uma partícula abrasiva está “solta/livre” (aprisionada) entre meio duas superfícies sendo o rolamento a movimentação convencional. Esses movimentos são responsáveis por diferenças nas taxas de desgaste, constata-se que o desgaste abrasivo a dois corpos tem coeficiente de desgaste mínima de 10x em relação a abrasão a três corpos (CORREA, 2005). A Figura 5 ilustra esses mecanismos.

Figura 5 - Representação esquemática de desgaste por riscamento (dois corpos) e rolamento (três corpos)



Fonte: Adaptado pelo autor

Há uma divisão do desgaste quanto à tensão envolvida, sendo: Abrasão a baixa tensão, quando as tensões envolvidas são baixas, o processo de desgaste não envolve a fratura do material abrasivo. A consequência é remoção de material por riscamento da superfície, que é agravado pelos abrasivos com arestas vivas (CORREA, 2005).

Abrasão a alta tensão surge quando o material abrasivo é deslocado contra duas superfícies sujeitas a tensão e acabam ficando retidos pelas mesmas. A carga de alta tensão promove a penetração da partícula abrasiva nas superfícies de tensão e também a fragmentação do material abrasivo. Assim o dano causado na superfície do material é a junção de riscamento com deformação plástica (CORREA, 2005).

A abrasão por impacto (Goivagem) é o resultado da remoção de material de uma superfície quando esta é submetida a alta tensão e um impacto localizado decorrente da ação cortante de partículas abrasivas grandes, logo a avaria ocasionada pelo abrasivo são grandes fissuras e ranhuras na superfície desgastada (CORREA, 2005).

Analisando o aspecto da superfície é possível avaliar os diferentes tipos de avarias, sendo elas: o corte, onde a perda de material é o volume de resíduos produzidos. O lascamento que surgem devido à formação e propagação de trincas interligadas, o fragmento de desgaste é liberado da superfície. E o sulcamento (fissuras) que surge quando há uma concentração de partículas atuando simultaneamente e em grande escala, formando um canal entalhado para as laterais através de deformação plástica (SUSKI, 2004; CORREA, 2005; VALERIANO, 2017).

### **2.5.1 Ensaios de desgaste microabrasivo**

A microabrasão é um conceito que está ligado a abrasão, assim não há distinção entre si, mas sim, que envolve taxas de desgaste consideravelmente menores, menores coeficientes de desgaste e abrasivos atuantes com tamanho médio de partícula da ordem de micrometros (COZZA, 2011). O micro desgaste que ocorre nas superfícies que em geral são resultados de ensaios laboratoriais. Para Stachowiak *et al.* (2006) pequenas profundidades e volumes gerados na amostra a partir do contato com a esfera, tal esforço gera cavidades da ordem de micrometros. O ensaio microabrasivo foi fundamentalmente criado com o objetivo de medir a espessura de revestimentos metálicos e com o tempo seu uso foi estendido para medições de resistência ao desgaste de diversos tipos de superfícies. O conceito do experimento utiliza o princípio do desgaste abrasivo a três corpos, cujo modo de operação consiste em partículas livres abrasivas que se movem entre duas superfícies distintas (HUTCHINGS e SHIPWAY, 2017). Sendo possível a atuação do mecanismo de dois corpos, porém como se trata de estudos, o mecanismo que mais atua em campo é o de três corpos.

Trezona, Allsopp e Hutchings (1999), diz em seu estudo de ensaio microabrasivo que o mecanismo de desgaste de dois corpos ocorre quando a carga elevada e baixa concentração de suspensão abrasiva atuante, já o mecanismo de desgaste de três corpos ocorre em carga baixa e elevada concentração de suspensão abrasiva. Caso o tipo de desgaste seja de dois corpos ocorre o deslizamento das partículas, assim os abrasivos engastados no contra corpo riscam a superfície do material, em caso de desgaste a três corpos a superfície do material apresentará múltiplas indentações sem direção devido ao rolamento dos abrasivos. Dependendo da concentração da suspensão abrasiva, do tipo de abrasivo, da carga aplicada, assim como do material a ser testado, o tipo de desgaste pode ser alterado entre dois e três corpos.

O ensaio microabrasivo (pode ser conhecido como caloteste) se trata de um ensaio parcialmente destrutivo com proposito de mensurar a resistência à abrasão, estrutura e espessura de filme de revestimento fino. No ensaio uma esfera é pressionada contra uma amostra e submetida a giros sobre o próprio eixo com condições controladas. Simultaneamente, uma solução abrasiva de partículas finas (micrométricas) é adicionada ao sistema entre a amostra e a esfera, formando um sistema tribológico de três corpos, promovendo o desgaste abrasivo. Os parâmetros envolvidos no ensaio são; a carga, a velocidade tangencial, o número de revoluções, o diâmetro e material da esfera, a composição, morfologia, concentração e tamanho das partículas do abrasivo, taxa de alimentação do abrasivo e geometria da superfície (PIRES, 2018).

### 2.5.2 Normalização para ensaio microabrasivo

A norma BS EN 1071-6:2007 informa o conteúdo teórico, visando mostrar como experimentalmente são obtidos resultados utilizando o método microabrasão por esfera rotativa (*ball-cratering abrasion test* ou *micro-scale abrasive wear test* (ADACHI e HUTCHINGS, 2003). Trata-se de uma nomenclatura europeia, relativamente nova, que veio com o intuito de parametrizar resultados para melhor comparativo nos ensaios realizados.

#### 2.5.2.1 *Advanced technical ceramics - Methods of test for ceramic coatings - Part 6: Determination of the abrasion resistance of coatings by a microabrasion wear test*

Azevedo (2010) interpreta a norma em seu estudo e conclui que esta norma EN 1071-6:2007, parte 6 determina uma metodologia para aferição da taxa de desgaste para revestimentos cerâmicos por meio de ensaio microabrasivo, baseado em uma técnica conhecida como desgaste por esfera rotativa afim de determinar a espessura de revestimento (B.Standard EN 1071-6, 2007). A princípio tal ensaio foi desenvolvido com propósito de medir a espessura de revestimentos metálicos, dispôs-se, posteriormente do potencial do método para o estudo do comportamento do desgaste abrasivo de inúmeros materiais, daí o surgimento desta norma/seção e de artigos sobre este tipo de ensaios para determinação do comportamento à abrasão de materiais metálicos (ADACHI e HUTCHINGS, 2003; AZEVEDO, 2010). O ensaio microabrasivo pode ser aplicado em amostras com superfícies planares ou não plana, porém as análises de resultados descritas na norma somente são aplicadas em amostras planas (B.Standard EN 1071-6, 2007; ADACHI e HUTCHINGS, 2003; AZEVEDO, 2010).

Em geral, a esfera para aplicação no ensaio tem um diâmetro de uma polegada (25,4 mm) e são em aço endurecido. As esferas devem ser usadas na condição de polimento, caso contrário o comportamento do ensaio não é regular e são obtidos maus resultados. O desempenho das esferas deve ser verificado constantemente, afim de garantir que estas continuam a criar crateras de padrão regular. As esferas devem ser substituídas se quando verificadas houver indicio de anormalidade na formação das crateras (B.Standard EN 1071-6, 2007).

A suspensão abrasiva de carboneto de silício (SiC) ou outro abrasivo adequado (como alumina, mantendo tamanho médio inferior a 5 $\mu$ m) num líquido adequado, normalmente água destilada, são usados. A suspensão deve ser homogênea e decorrer por todo ensaio, pois se salienta que o tipo de desgaste promovido depende da concentração da suspensão abrasiva, assim é recomendado ensaios testes para definição de parâmetros.

A medida da cratera formada pode ser realizada por qualquer equipamento adequado, no entanto geralmente essa medida é feita a partir de imagens fotográficas, no qual também é adicionado uma referência de dimensão conhecidas nas imagens. O diâmetro de cada cratera é medido perpendicularmente à direção da rotação da esfera (AZEVEDO, 2010).

A precisão com que o diâmetro da cratera pode ser medido depende da superfície de acabamento da amostra e do tipo de abrasivo usado. Antes do início do ensaio, todo resíduo deve ser eliminado. Ao iniciar o ensaio deve-se garantir que a esfera seja completamente revestida pela suspensão abrasiva durante a primeira volta completa e mantenha se molhada pela suspensão abrasiva. No final de cada ensaio é necessário limpar as amostras. Recomenda-se a repetição de pelo menos três ensaios para cada amostra. A carga de trabalho recomendada é de 0,2 N, isso porque uma carga exagerada vira provocar má definição das crateras. Como prevenção de ocorrência desse tipo de situação, não ultrapassar os 0,4 N de carga. No final da execução dos ensaios de microabrasão, calcula-se o volume de desgaste e a taxa de desgaste através das seguintes fórmulas (B.Standard EN 1071-6, 2007; AZEVEDO, 2010):

$$Kc = \frac{\pi b^4}{64 R S N} \quad (1)$$

$$V = \frac{\pi b^4}{64 R} \quad (2)$$

V: Volume de desgaste (mm<sup>3</sup>);  
 Kc: Taxa de desgaste (mm<sup>2</sup> /N);  
 S: Extensão ou distância de escorregamento (mm);  
 N: Carga ou força nominal aplicada (N);  
 R: Raio da esfera (mm);  
 b: Diâmetro da cratera (mm).

#### 2.5.2.2 Profundidade de penetração da esfera (h)

Cozza (2011) em seu estudo deduziu uma formulação matemática para calculo da profundidade de penetração da esfera, sendo considerada uma esfera de 25,4 mm de diâmetro, onde o requisito é que o diâmetro da calota seja inferior ao diâmetro da esfera, que é o que acontece no ensaio microabrasivo. Essa profundidade pode ser calculada pela Equação 3.

$$h = 12,70 - \sqrt{161,29 - 0,25d^2} \quad (3)$$

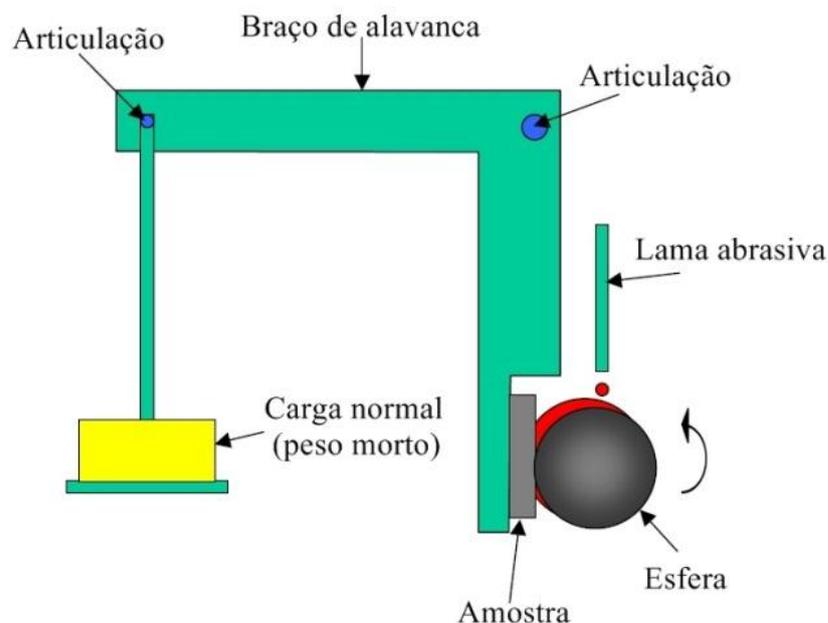
### 2.5.3 Princípio de funcionamento do equipamento microabrasômetro

Consiste em manter um contato de uma esfera que gira em torno do seu centro contra um CP que será ensaiado adicionando uma lama abrasiva por meio de gotas na região de contato. Ao sistema operante é atribuído uma carga normal (peso morto).

Os parâmetros do ensaio são definidos a partir da configuração da carga normal, concentração da lama abrasiva, velocidade de rotação da esfera e distância deslizada.

O modelo de microabrasômetro a ser utilizado é conhecido como *esfera fixa*, ilustrado pela Figura 6. Nesse modelo a esfera é fixa em um eixo de transmissão e gira em torno do seu próprio centro em uma única direção; a esfera é posicionada e pressionada contra o CP por meio de uma carga normal (peso morto) adicionada ao sistema.

Figura 6 – Configuração do microabrasômetro modelo esfera fixa



Fonte: Adaptado pelo autor de Gant e Gee (2011)

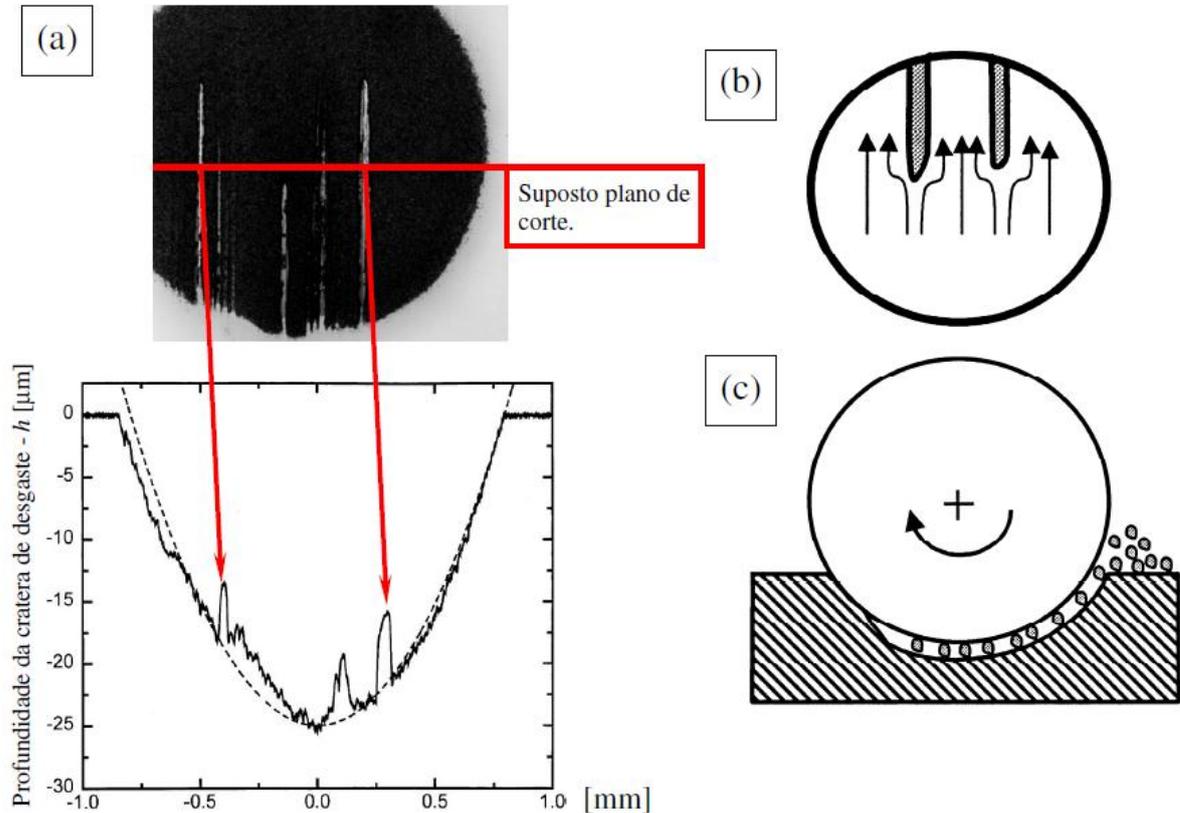
### 2.5.4 Adversidades ligadas à aferição do diâmetro da cratera

- Ridging

*Ridge* é o fenômeno no qual o material do CP toca diretamente na esfera. Os parâmetros como carga elevada, baixa concentração de abrasivos e dureza da amostra são os responsáveis pelo seu surgimento. São caracterizados pelos abrasivos não suportarem a carga normal aplicada sendo sustentado por ressalto da amostra/esfera ou pelo filme

hidrodinâmico (ESTEVEZ, 2018; COZZA, 2011; TREZONA e HUTCHINGS, 1999). O ridge é ilustrado pela Figura 7.

Figura 7 – a) Perfil da cratera de desgaste; b) Caminho percorrido pelas partículas; c) Contato esfera e amostra

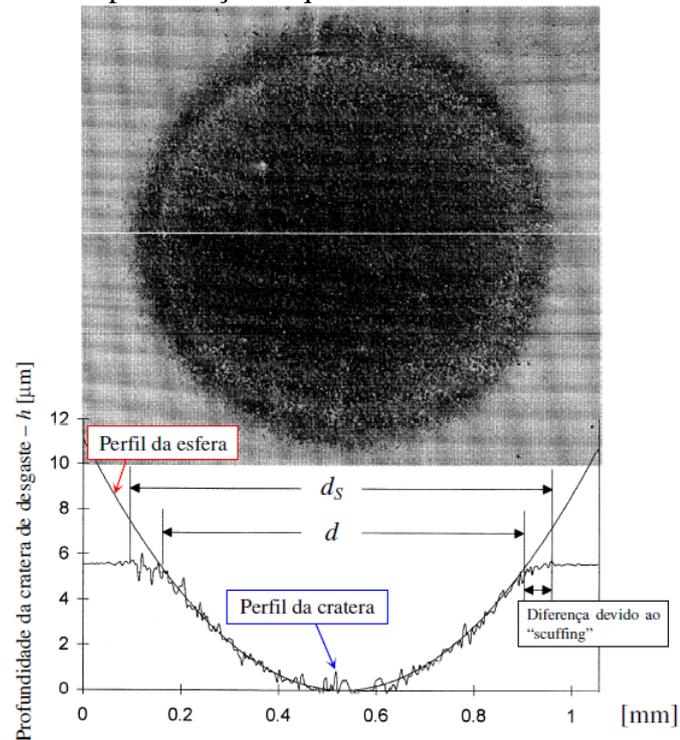


Fonte: Adaptado pelo autor de Cozza (2011)

- Scuffing

*Scuffing* é uma região de desgaste ao redor da borda cratera, sugerindo um falso tamanho da borda, que leva a um erro na medição do diâmetro da cratera quando analisada via microscópio óptico devido à elevada dificuldade de ser detectado no mesmo. Surge decorrente de partículas abrasivas maiores que não são prontamente arrastadas entre a esfera e a superfície da amostra como acontece com as partículas menores, mas rolam para fora da área de contato principal causando indentações (GEE *et al.*, 2003; KELLY e HUTCHINGS, 2001; COZZA, 2011). A representação esquemática do fenômeno pode ser observada na Figura 8.

Figura 8 – Representação esquemática do fenômeno scuffing

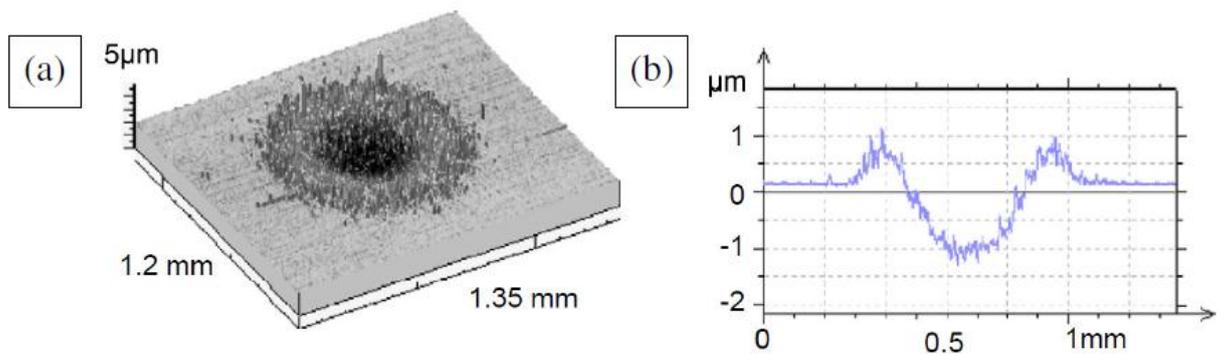


Fonte: Adaptado pelo autor de Cozza (2011)

- Pile-up

*Pile-up* é caracterizado por um acúmulo de material em volta da cratera de desgaste conforme Figura 9, oriundo da deformação plástica de amostras com dureza consideravelmente inferior a dureza da esfera, gerando grande dificuldade de identificar a verdadeira borda da cratera, sendo necessário uso de perfilometria para melhor aferição (SCHIFFMANN *et al.*, 2005; COZZA, 2011).

Figura 9 – a) Cratera com material acima da superfície, ocorrência de pile-up; b) Perfilometria da cratera



Fonte: Adaptado pelo autor de Cozza (2011)

### 2.5.5 Influência dos parâmetros no micromecanismo de desgaste

No ensaio microabrasivo, assim como outros ensaios do tipo teste de desgaste, existem grande variedade de parâmetros associados que podem afetar os resultados.

Os mecanismos de desgaste estão associados a esses parâmetros. Esses sejam independentes ou combinados sobre o resultado de desgaste no processo micro abrasivo são: O material da esfera e sua condição de rugosidade; a lama abrasiva, ao material abrasivo, sua forma e seu tamanho de partícula, a carga envolvida e a velocidade de rotação (GEE *et al.*,2003).

A menos que seja um estudo específico o material da esfera deve ser de aço endurecido, isso se deve ao fato de que a mudança do material da esfera irá mudar a dureza relativa. Esferas macias tendem a incorporar partículas abrasivas em seu corpo, reduzindo a distância entre as superfícies e aumentando o desgaste por ranhuras (GEE *et al.*,2003).

A elevada rugosidade da esfera, principalmente formada por pites após o condicionamento influenciam no arraste inicial das partículas de abrasivos. Uma vez que se forma a camada de abrasivos entre a esfera e o CP, mais fácil se torna a entrada das partículas e para que os abrasivos possam se movimentar na zona de contato, é necessário que haja uma rugosidade na superfície da esfera. O efeito da rugosidade está mais atrelado ao início do processo, pois uma vez que se iniciado, com o aumento da distância de deslizamento, há um aumento da rugosidade da esfera (ESTEVEES, 2018).

Para que ocorra o movimento dos abrasivos na zona de contato há certa dependência da rugosidade da esfera, assim, partículas angulares podem vir a engastar na esfera ou no CP. Para um corpo liso com baixa rugosidade os abrasivos podem indentar na entrada da zona de contato e permanecerem parados, já que não há rugosidade suficiente para coloca-los em movimento e arrasta-los para a zona de contato. Já na superfície condicionada os abrasivos podem fixar na superfície rugosa e assim serem arrastados. A influência da condição superficial da esfera varia com a dureza dos materiais ensaiados, sendo mais evidentes em materiais macios. O aumento da rugosidade tende a mudar o mecanismo das partículas de deslizamento (riscamento) para rolamento (indentação), isso graças ao auxílio que empurra as partículas para a superfície de contato, gerando um maior numero de abrasivos na região, reduzindo a carga suportada por cada partícula (ESTEVEES, 2018).

A dureza do material ensaiado é uma característica importante. A rugosidade inicial da esfera não tem influência no desgaste para CPs com dureza superior a esfera, já em materiais com dureza inferior o mesmo não ocorre, podendo haver formação de *ridge* (TREZONA e HUTCHINGS, 1999).

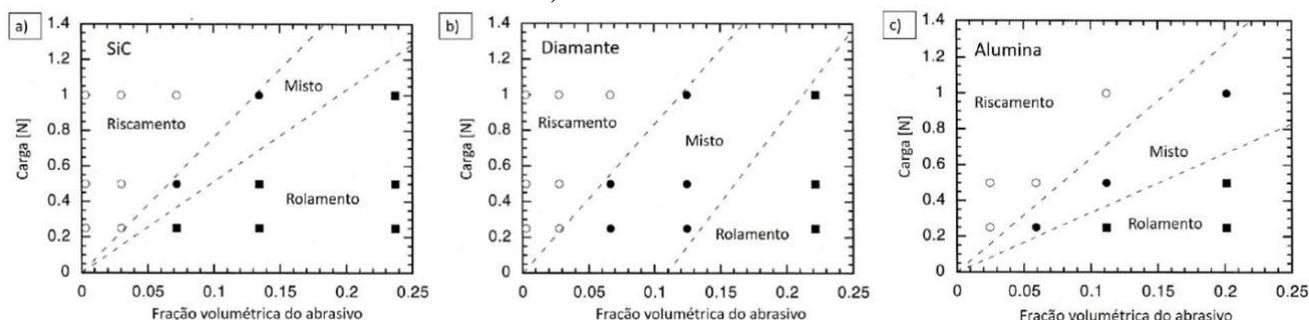
A participação do fluido de suspensão (lama abrasiva) está ligado a ocorrência de corrosão do corpo de prova, assim haveria variação na taxa de desgaste. Outra relação é quanto ao efeito hidrodinâmico, que ocorre mais em fluidos de alta viscosidade, já para fluidos práticos como a água destilada os efeitos de lubrificação hidrodinâmica são minimizados (em grande parte desprezado), pois, a velocidade do movimento relativo entre a esfera e a amostra é suficientemente baixa. Entretanto é sempre importante que durante o teste sempre haja suspensão de fluido na interface de desgaste, do contrario haveria efeito nos resultados, sendo assim até a dosagem deve ser mantida constante e com precisão (GEE *et al.*,2003).

A principal importância da condição do abrasivo está ligada a sua dureza que influenciará na taxa de desgaste. Assim o tipo de abrasivo utilizado em um ensaio conta muito. O tamanho da partícula abrasiva é sumamente importante, pois, existe um limite “superior” de tamanho de partícula que poderá ser arrastado para a interface de desgaste. Devido a isso o ensaio micro abrasivo é mais apropriado para uso com abrasivos finos (cerca de 5  $\mu\text{m}$  ). Quanto mais angular for a forma do abrasivo, maior será a carga quando forem pressionados e movidos contra a amostra, assim causarão mais danos no corpo de prova, e conseqüentemente o desgaste será maior (GEE *et al.*,2003).

Trezona, Allsopp e Hutchings (1999) em seu estudo observou que o efeito combinado dos parâmetros irão influenciar na transição entre riscamento e rolamento da partícula abrasiva, assim, elaboraram mapas de desgaste para diferentes tipos de abrasivos em relação a carga aplicada, ressaltando que houve diferente comportamento para abrasivos diferentes.

Para a elaboração dos mapas foram utilizadas esferas de aço martensítico de 1” (25,4mm) de diâmetro com dureza  $990\pm 40$  HV. As esferas foram condicionadas para ter pites finos na superfície, essa condição é necessária para obter resultados consistentes em estudos de materiais mais macios que a esfera, pois os pites auxiliam no arrastamento do abrasivo no contato (TREZONA, ALLSOPP e HUTCHINGS, 1999). Os mapas dos micromecanismos são representados na Figura 10.

Figura 10 – Mapa do mecanismo de desgaste em função da carga normal aplicada e da fração volumétrica de abrasivos em amostras de aço ferramenta, para pastas: a) SiC, b) Diamante e c) Alumina.



Fonte: Adaptado pelo autor de Trezona, Allsopp e Hutchings (1999)

Com o modelo de mapeamento produzido por Adachi e Hutchings (2003) a distribuição da carga normal aplicada pelo número de partículas atuantes no ponto de contato, chamado carga por partícula, é o principal fator que leva a transição do mecanismo, sendo que quando a carga por partícula é maior, resulta em indentações profundas e conduz ao riscamento (formando o desgaste a dois corpos). Com o aumento do número de partículas (aumento na fração volumétrica da lama abrasiva) resulta na melhor distribuição da carga, assim a carga que cada partícula tem que suportar é menor, resultando em indentações superficiais favorecendo o rolamento dos abrasivos (desgaste a três corpos).

### 2.5.5.1 Influência da Velocidade de rotação da esfera

Alguns estudos mostram que existe um efeito relacionado à rotação da esfera, evidenciando um efeito de atrito entre a esfera e as partículas abrasivas graças a uma ação hidrodinâmica.

Esteves (2018) em sua pesquisa relata algumas informações. A lama abrasiva combinada com tamanho de partícula abrasiva forma um efeito hidrodinâmico no contato durante o ensaio. O aumento da velocidade de rotação da esfera influenciará na espessura desse filme, podendo assim levar a redução do volume desgastado. O filme hidrodinâmico em alguns casos mostrou interferência nos resultados e em outros não. Assim não é possível afirmar com clareza a influência da velocidade, pois os estudos não são conclusivos com relação a influência da taxa e do micromecanismo de desgaste.

## 2.6 Metais duros à base de Níquel (material para ensaio)

As amostras utilizadas nos ensaios deste estudo tiveram sua produção de origem em estudos anteriores realizados por Correa et al. (2016), Valeriano (2017), Correa, Santos e

Klein (2011), Correa, Valeriano e Santos (2014). Era um material de acervo com proposito de realização de mais estudos na área de desgaste. O processamento de cada uma delas foi descrito em seu estudo anterior.

### **2.6.1 Processamento das amostras**

As amostras 1, 2 e 3 foram fabricadas utilizando um moinho de bolas convencional, com relação massa-esferas de 1:2. A atmosfera proteção foi de heptano com proporção pó-heptano de 2:1, a moagem convencional foi realizado a uma velocidade 50 rpm durante 80 horas. Após moagem 1,5% em peso de parafina foi adicionado a mistura para melhorar a compactação, em seguida prensadas a frio com carga de 130 Mpa por 3 minutos em uma matriz de aço inoxidável. O processo de pré-sinterização foi realizado em atmosfera de hidrogênio puro a 750 °C por 1 hora. A sinterização em fase líquida foi realizada a 1460 °C em uma atmosfera de alto vácuo para completar as ligações das partículas (CORREA *et al.*, 2016; VALERIANO, 2017; CORREA, SANTOS e KLEIN, 2011).

A amostra 4 foi fabricada em um moinho de bolas convencional, com relação massa-esfera 1:5, a moagem convencional foi realizada a uma velocidade de 50 rpm durante 70 horas. Após moagem 2% em peso de parafina em peso de parafina foi adicionado a mistura para melhorar a compactação, em seguida prensadas a frio com carga de 150 Mpa por 5 minutos, com pré-sinterização a 750 °C em atmosfera de hidrogênio. A sinterização foi realizada em atmosfera de alto vácuo a 1460°C (CORREA, VALERIANO e SANTOS, 2014).

Todas as amostras possuem dureza superior a esfera de desgaste, sendo assim há uma tendência de redução nos fenômenos ligados a aferição da cratera (seção 2.5.4).

### **2.6.2 Propriedades mecânicas das amostras**

As características das amostras foram coletadas nos estudos anteriores a elas relacionados.

1. Amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C possui tamanho médio de partículas de carboneto de tungstênio 2,5 µm, carbonyl Ni e carboneto de molibdênio de 4 µm e dureza Vickers 1221 ± 25 (HV), há uma presença considerável de poros, com densidade teórica de 95% (método Archimedes), apresenta boa uniformidade da distribuição do ligante e baixo índice de ilhas de aglutinante devido a boa molhabilidade oferecida pelo molibdênio (CORREA *et al.*, 2016).

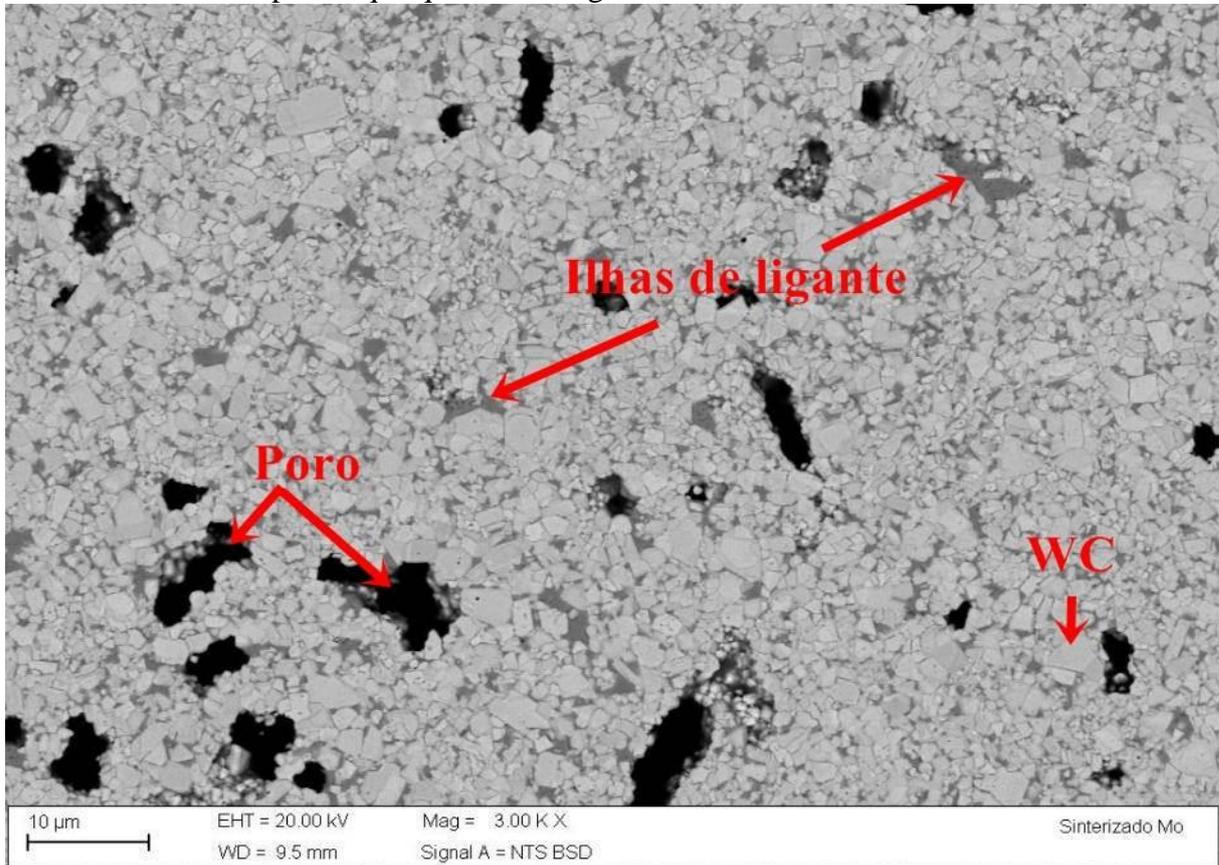
2. Amostra 90WC-10Co, é o metal duro convencional a ser comparado, com tamanho médio de partículas de WC de 2,5  $\mu\text{m}$ . Apresenta uma dureza Vickers de  $1461 \pm 76$  (HV). Graças a excelentes características do Co de molhabilidade superior apresenta uma densidade relativa de 99,2%, com boa uniformidade de pobre em poros (Valeriano, 2017).
3. Amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al, possui tamanho médio de partículas de carboneto de tungstênio, carbonyl Ni e nitreto de alumínio de 2,5  $\mu\text{m}$ , densidade teórica de 98% (método Archimedes) e dureza Vickers  $1280 \pm 17$  (HV). Apresenta baixa porosidade e ilhas de aglutinante, a presença dessas ilhas (lamelas) é comum em metal duro e não tem efeito deletério sobre as propriedades mecânicas (CORREA, SANTOS e KLEIN, 2011).
4. Amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, possui tamanho médio de partículas de carboneto de tungstênio de 4  $\mu\text{m}$ , densidade 13.85 g/cm<sup>3</sup> e dureza Vickers  $1090 \pm 35$  (HV) (BALBINO, CORREA e VALERIANO, 2018). O aspecto de alta porosidade observado na imagem do material surge devido ao processo de fabricação, como a formação e propagação de fase líquida não foi suficiente, o metal ligante Ni que foi misturado e moído sofreu deformação e aglomeração de partículas e a molhabilidade relativa do Ni (CORREA, VALERIANO e SANTOS, 2014).

### **2.6.3 Metalografia das amostras**

A Figura 11 mostra a micrografia de superfície da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C após ataque químico. Nas regiões onde não há ilhas de aglutinante, se tem um menor caminho livre médio (aproximadamente 0,75  $\mu\text{m}$ ) e uma dispersão mais fina, semelhante à observada em metais duros WC-Co. Uma análise por espectrometria dispersiva de energia (EDS) revelou que a composição química da fase aglutinante de Ni foi de aproximadamente 88,3 (p/o) Ni, 8,65 (p/o) W e 3,05 (p/o) Mo. Por meio dos resultados EDS, há quantidades consideráveis de elementos Mo e W que estavam em solução sólida na fase de Ni. Não foi detectado a presença de fases intermetálicas na microestrutura. A ausência destas fases na indica que houve uma partição satisfatória dos elementos. Pode-se também observar a boa uniformidade na distribuição de ligante na microestrutura sendo bastante semelhante ao observado nos metais duros a base de cobalto. Isto pode ser atribuído à presença de molibdênio, que melhora a

molhabilidade entre WC e Ni, diminuindo consideravelmente a presença de ilhas de aglutinante (CORREA *et al.*, 2016).

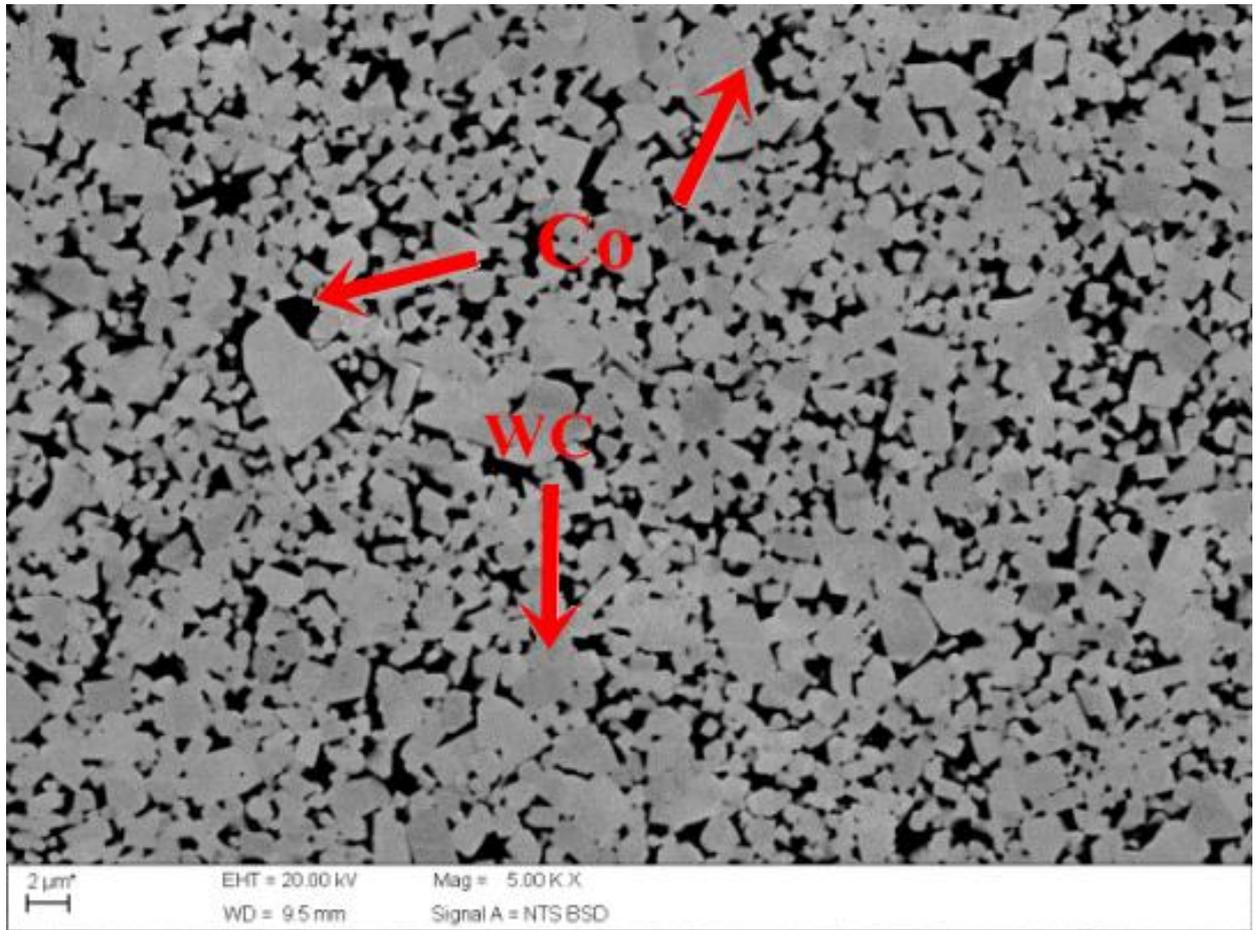
Figura 11 - Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C, após ataque químico. Reagente: Murakami. Modo BSE



Fonte: Adaptado de Correa *et al.* (2016)

A Figura 12 mostra a micrografia óptica do metal duro 90WC-10Co. São observados grãos de WC com formato facetado, englobados na matriz de ligante, observa-se também que há pequena região com presença de crescimento de grãos de WC e não evidencia presença de poros. Além disso, não foi observada a presença das fases  $\eta$  e grafita nas microestruturas. O Cobalto está bem distribuído na amostra sinterizada, pois o WC tem boa solubilidade no mesmo. Os grãos de WC apresentam coloração clara, enquanto que, a fase escura é o ligante de Co (Valeriano, 2017).

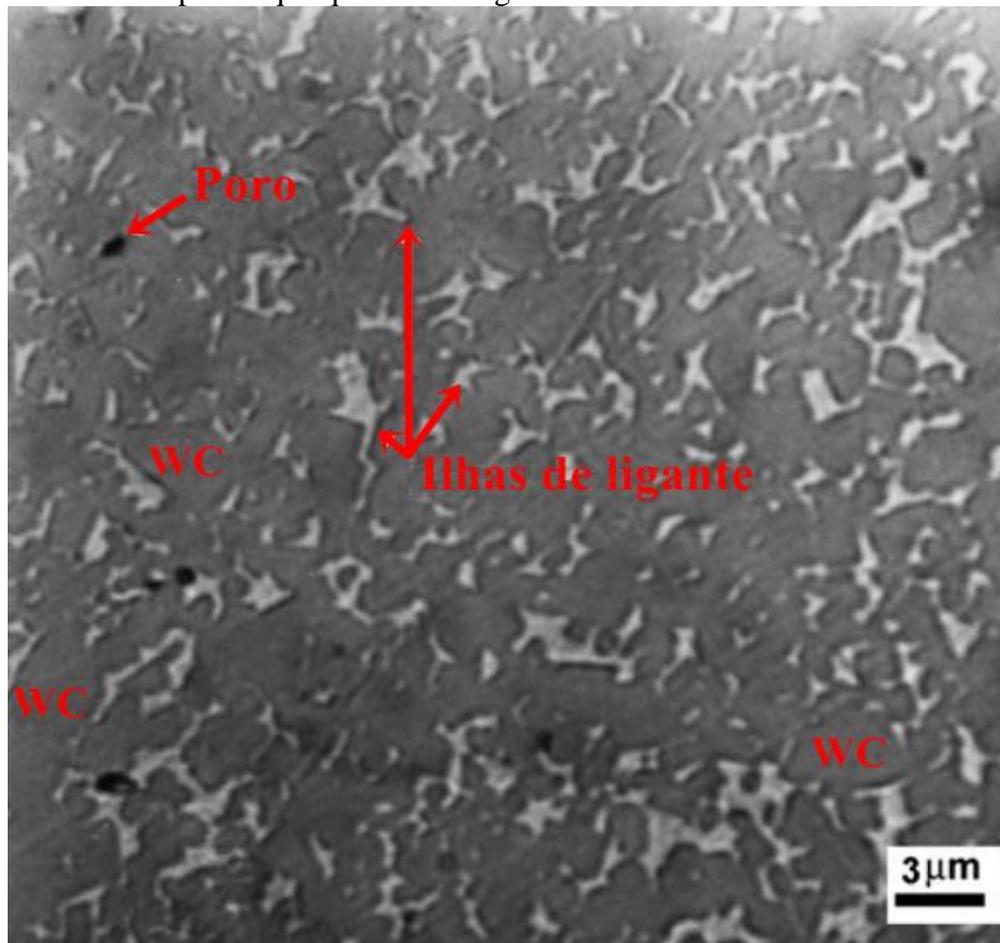
Figura 12 - Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra 90WC-10Co. Modo BSE



Fonte: Adaptado de Valeriano (2017)

A Figura 13 mostra a micrografia da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al, após ataque químico, no qual se nota que não houve presença significativa de poros. Sua microestrutura tem semelhança ao metal duro a base de cobalto, no entanto possui uma menor uniformidade na distribuição do ligante níquel, evidenciando um leve acúmulo da fase ligante em regiões bem dispersas. Isto se deve a menor molhabilidade do aglutinante de Ni nas partículas de WC quando comparado com o aglutinante de Co, levando a uma distribuição deficiente da fase líquida de Ni entre os grãos de WC.

Figura 13 - Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al, após ataque químico. Reagente: Murakami. Modo SE

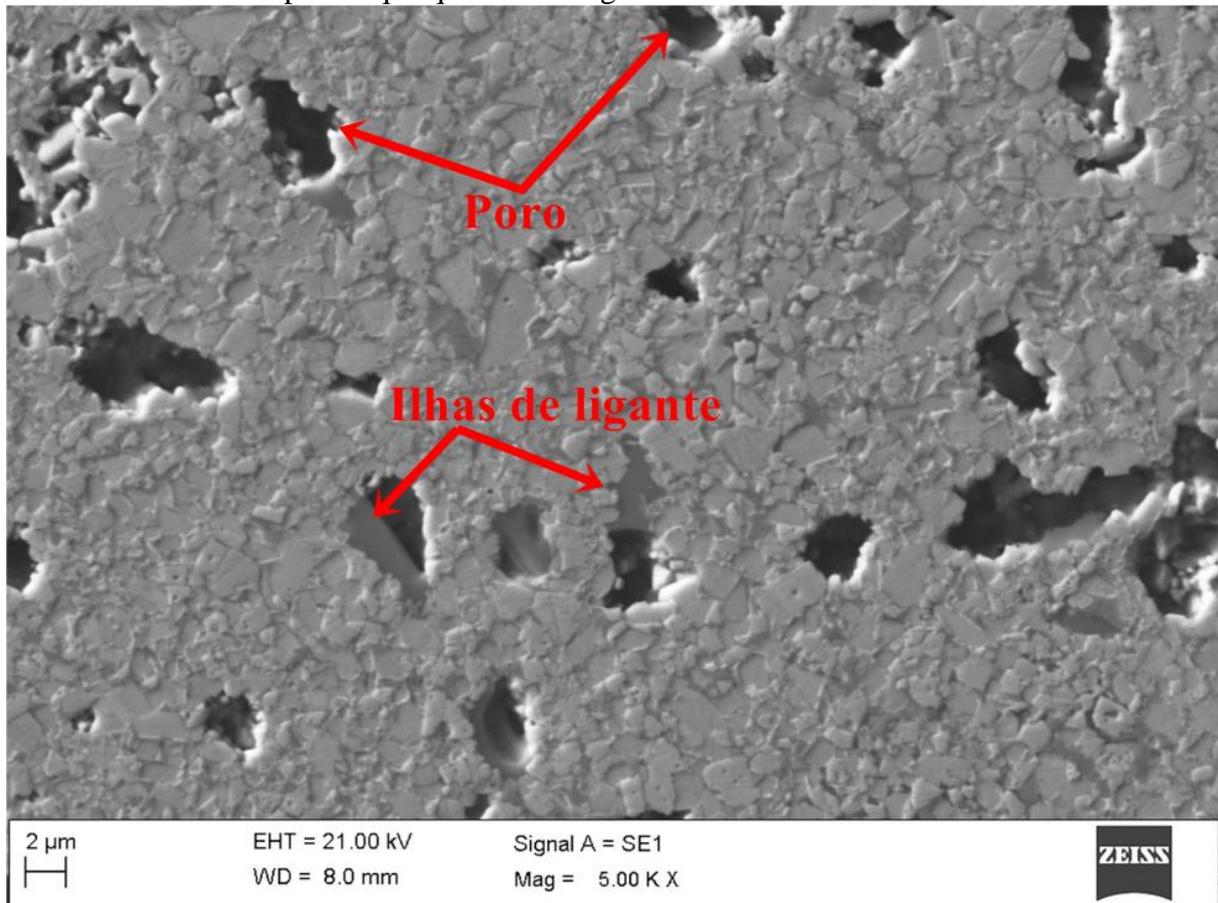


Fonte: Correa, Santos e Klein (2011)

A Figura 14 mostra a micrografia da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, após ataque químico. É observado a presença significativa de poros, são alongados e uniformemente distribuídos ao longo da microestrutura. O resultado da porosidade pode ser atribuído a prensa de compactação e o tempo de sinterização adotado, o método de adição de Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> e a baixa molhabilidade do WC e do Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> pelo níquel fundido na atmosfera de hidrogênio durante a pré-sinterização (CORREA, VALERIANO e SANTOS, 2014).

A adição do Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> nos metais duros (WC-Co e WC-Ni) aumenta a porosidade. Isto porque o Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> e/ou as adições do Cr aumentam a energia de ativação da sinterização, exigindo maior temperatura para a densificação e diminuição da contribuição do estado sólido para a contração total. Como resultado, o estágio de solução-reprecipitação é restrito e a porosidade aumentada. Além disso, a presença de grandes poros alongados está associada viscosidade da fase líquida contendo Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> e, conseqüentemente, à menor capacidade de preenchimento das porosidades (CORREA, VALERIANO e SANTOS, 2014).

Figura 14 - Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, após ataque químico. Reagente: Murakami. Modo SE



Fonte: Adaptado de Balbino, Correa e Valeriano (2018)

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Materiais

#### 3.1.1 Amostras

1. 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C, Dureza:  $1221 \pm 25$  HV
2. 90WC-10Co, Dureza: Dureza:  $1461 \pm 76$  HV
3. 90WC-9,5Ni-0,5Al, Dureza:  $1280 \pm 17$  HV
4. 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, Dureza:  $1090 \pm 35$  HV

#### 3.1.2 Esfera

Foi utilizado uma esfera de aço martensítico AISI 52100 de dureza  $798 \pm 69$  HV e diâmetro  $25,392 \pm 0,001$  mm.

A esfera foi fornecida pela UFES, por faz parte do acervo, entrava-se em condição usada. Assim foi necessário fazer o condicionamento da mesma com areia, este método visa garantir um desgaste superficial mantendo geometria esférica. Sua dureza foi aferida por três indentações na superfície com carga de 10 kgf em um durômetro *Wolpert*.

#### 3.1.3 Abrasivo

O abrasivo utilizado para a produção da lama abrasiva utilizada nos ensaios foi o Silicon Carbide Powder (SiC), 1000 Grit, com tamanho médio de partícula 5  $\mu$ m e estrutura cristalina hexagonal, dureza 2480HK (knoop100), cor cinza escuro, pH 6,8, forma de bloco com bordas afiadas e fratura conchoidal, fornecido por Logitech materiais technologists e engineers.

O tamanho e distribuição das dessas partículas foram avaliados por um granulômetro a laser da marca Microtrac SDC modelo S3500 Bluewave.

#### 3.1.4 Análise da distribuição das partículas abrasivas

A distribuição do tamanho das partículas do pó de carboneto de silício (SiC) puro e da lama abrasiva foram caracterizadas por um analisador por difração a laser *MICROTAC S3500* do laboratório de caracterização de materiais (LCE) da Unifei.

#### 3.1.5 Microscopia

A microscopia óptica foi realizada por um microscópio ótico vinculado (fixo) no microabrasômetro Plint TE 66.

Para a MEV e EDS foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura da Carls Zeiss Modelo EVO MA 15 do laboratório de caracterização de materiais (LCE) da Unifei.

### **3.1.6 Perfilometria**

O perfil das crateras de desgaste foram traçados por um perfilômetro a laser da Mahr, modelo Perthometer Concept, da empresa Mahle Metal Leve S.A..

## **3.2 Métodos**

### **3.2.1 Ensaio Microabrasivo (*micro-scale abrasive test*)**

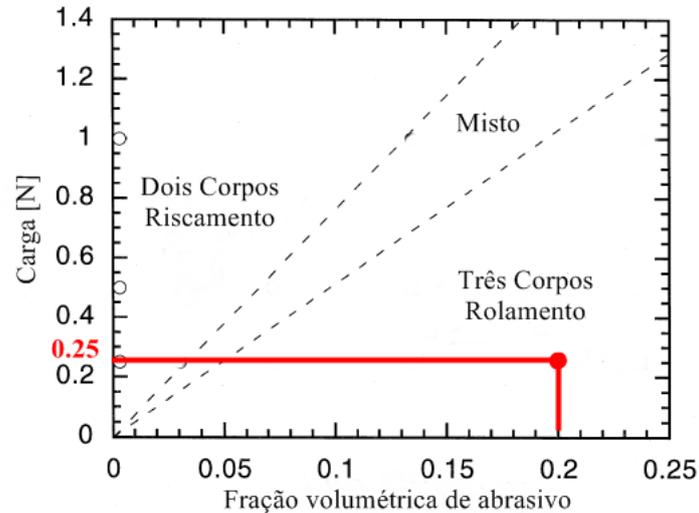
Os ensaios foram realizados, em sequência aleatória das amostras visto que estatisticamente elimina o vício da seleção, onde minimizará o erro humano nos ensaios, devido aos vários fatores por ser um processo não totalmente automatizado.

Foi utilizado nos ensaios o microabrasômetro Plint and Partners TE 66 produzido sobre licença pela Phoenix Tribology pertencente ao Laboratório TRICORRMAT da UFES.

A esfera de ensaio foi condicionada antes do início dos procedimentos em solução de água com areia, os condicionamentos posteriores foram feitos após três ensaios realizados. Ao realizar os testes, trilhas de desgastes foram sobrepostas na mesma esfera, sendo assim há certa influência da topografia do contra corpo no comportamento de desgaste das partículas (ARDILA, COSTA e DE MELLO, 2020).

A definição dos parâmetros foi baseada nos estudos desenvolvidos por Trezona, Allsopp e Hutchings (1999), no qual para o objetivo desses ensaios é trabalhar no campo de atuação do mecanismo de desgaste a três corpos, por ser o mecanismo mais atuante no cotidiano industrial. A Figura 15 é um mapa de referencia desenvolvido para o uso de SiC como abrasivo de ensaio.

Figura 15 – Mapa do mecanismo de desgaste por microabrasão da cratera formada por esfera de aço e lama abrasiva SiC.



Fonte: Adaptado de Trezona, Allsopp e Hutchings (1999)

O Quadro 1 mostra os parâmetros utilizados nos ensaios. Esses parâmetros foram iguais para todas as amostras e todos os ensaios.

Quadro 1 – Parâmetros dos ensaios

<b>CARGA NORMAL</b>	<b>0,25 N</b>
<b>VELOCIDADE ANGULAR DA ESFERA</b>	<b>40 RPM</b>
<b>DISTÂNCIA TOTAL DESLIZADA</b>	<b>311,11 m</b>
<b>CONCENTRAÇÃO DA SOLUÇÃO ABRASIVA</b>	<b>0,2 g/cm<sup>3</sup></b>
<b>TAXA DE GOTEJAMENTO</b>	<b>24 gotas/min</b>

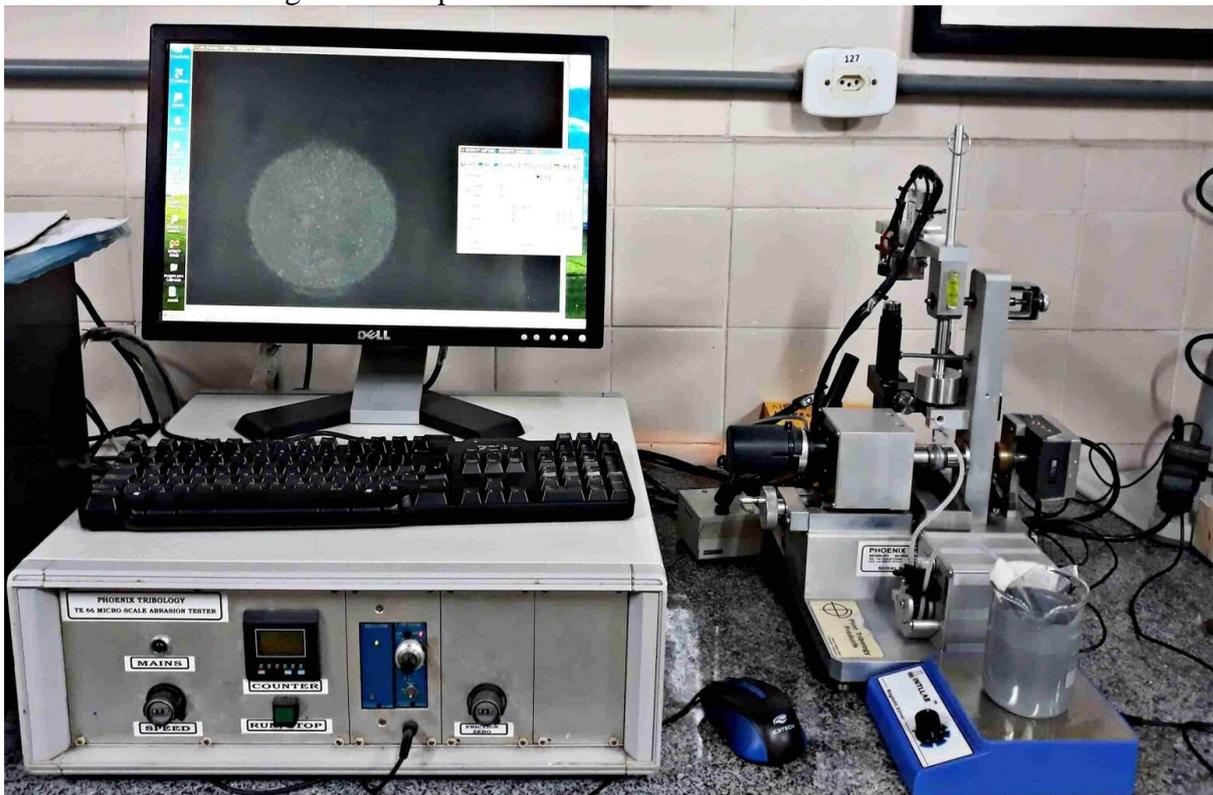
Fonte: Autor

Procedimento prático de ensaio:

A Figura 16 mostra o aparato utilizado no ensaio microabrasivo neste trabalho. Dispõe-se de um microabrasômetro, computador para controle e automação do equipamento, agitador magnético para evitar a decantação da solução abrasiva e bomba peristáltica de alimentação da lama abrasiva que a conduz até a região de contato através de uma mangueira.

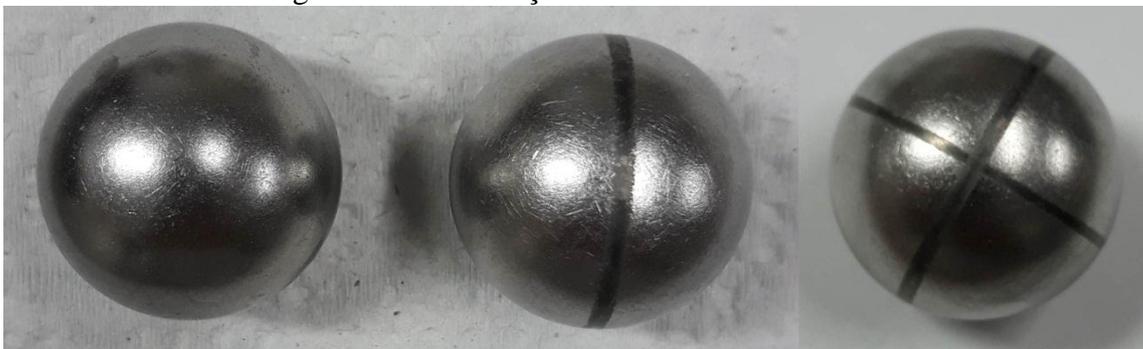
A Figura 17 mostra as esferas de aço martensítico AISI 52100, antes e durante o ensaio. As linhas escuras formadas são a trajetória de contato esfera-CP. Os carbonetos envolvidos no processo são os responsáveis pela cor escura, vale ressaltar que existe um desgaste na esfera no qual tende a formar planos sobre as linhas, assim é recomendado utilizar posições da esfera de maneira que não acumule grandes sobreposições. Neste trabalho foi realizado três posições da esfera até um novo condicionamento da mesma.

Figura 16 – Aparato utilizado no ensaio microabrasivo



Fonte: Autor

Figura 17 – Esfera aço martensítico AISI 52100



Fonte: Autor

Para o controle dos parâmetros de velocidade de rotação e número de revoluções da esfera foi utilizado o software Compend 2000 V2.23.

O ensaio foi iniciado fixando a esfera e o CP no porta amostras, faz-se seu posicionamento e equilibra o sistema com um contra peso (nesse equipamento foi de 0,2N), então adicionou-se a carga de trabalho de 0,25N como peso morto no tribosistema de ensaio.

Os ensaios foram interrompidos após 100, 300, 500, 1000, 1000, 1000 rotações, totalizando seis interrupções para aferir o tamanho da cratera gerada. Com um sistema de iluminação, microscópio embutido no microabrasômetro, softwares Infinity Capture®-v.4 e

Infinity Analyzer®-v.4 foi possível medir o diâmetro da cratera de desgaste. Estas interrupções foram feitas para traçar o comportamento da evolução do desgaste em cada ensaio para os diferentes tipos de materiais.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Avaliação do comportamento de desgaste das crateras

O objetivo foi mensurar a capacidade de resistência ao desgaste microabrasivo a três corpos dos metais duros com ligante níquel e compará-los com o metal duro convencional, para isso foi comparado o volume perdido de cada material ao fim de cada ensaio. Para o cálculo do volume perdido foi utilizado a Equação 2. A descrição dos intervalos e medidas realizadas, diâmetro e volume da cratera são exibidos na Tabela 3, já o comportamento de desgaste pode ser observado na Figura 18.

Tabela 3 – Intervalo de interrupções e aferição do diâmetro da cratera por distância deslizada

"WC-Ni-Mo2C"								
AMOSTRA:	90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C		ENSAIO 01		ENSAIO 02		ENSAIO 03	
INTERRUPÇÃO	DISTÂNCIA DESLISADA (m)	REVOLUÇÃO ACUMULADA	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )
0	0	0	0,0000	0,00E+00	0,0000	0,00E+00	0,0000	0,00E+00
1ª	7,98	100	0,7207	1,04E-03	0,7339	1,12E-03	0,6812	8,32E-04
2ª	23,94	400	0,9885	3,69E-03	0,8693	2,21E-03	0,9673	3,38E-03
3ª	71,82	900	1,1771	7,42E-03	0,9566	3,24E-03	1,1090	5,85E-03
4ª	151,61	1900	1,3190	1,17E-02	1,0298	4,35E-03	1,2704	1,01E-02
5ª	231,41	2900	1,4053	1,51E-02	1,1305	6,31E-03	1,3990	1,48E-02
6ª	311,21	3900	1,4552	1,73E-02	1,2997	1,10E-02	1,4718	1,81E-02

"WC-Co"								
AMOSTRA:	90WC-10Co		ENSAIO 01		ENSAIO 02		ENSAIO 03	
INTERRUPÇÃO	DISTÂNCIA DESLISADA (m)	REVOLUÇÃO ACUMULADA	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )
0	0	0	0,0000	0,00E+00	0,0000	0,00E+00	0,0000	0,00E+00
1ª	7,98	100	0,7113	9,89E-04	0,7305	1,10E-03	0,6971	9,13E-04
2ª	23,94	400	0,9232	2,81E-03	0,8642	2,16E-03	0,9039	2,58E-03
3ª	71,82	900	0,9332	2,93E-03	1,0940	5,54E-03	1,0820	5,30E-03
4ª	151,61	1900	1,0255	4,27E-03	1,2127	8,36E-03	1,2096	8,27E-03
5ª	231,41	2900	1,1339	6,39E-03	1,3423	1,25E-02	1,3903	1,44E-02
6ª	311,21	3900	1,2010	8,04E-03	1,4592	1,75E-02	1,5086	2,00E-02

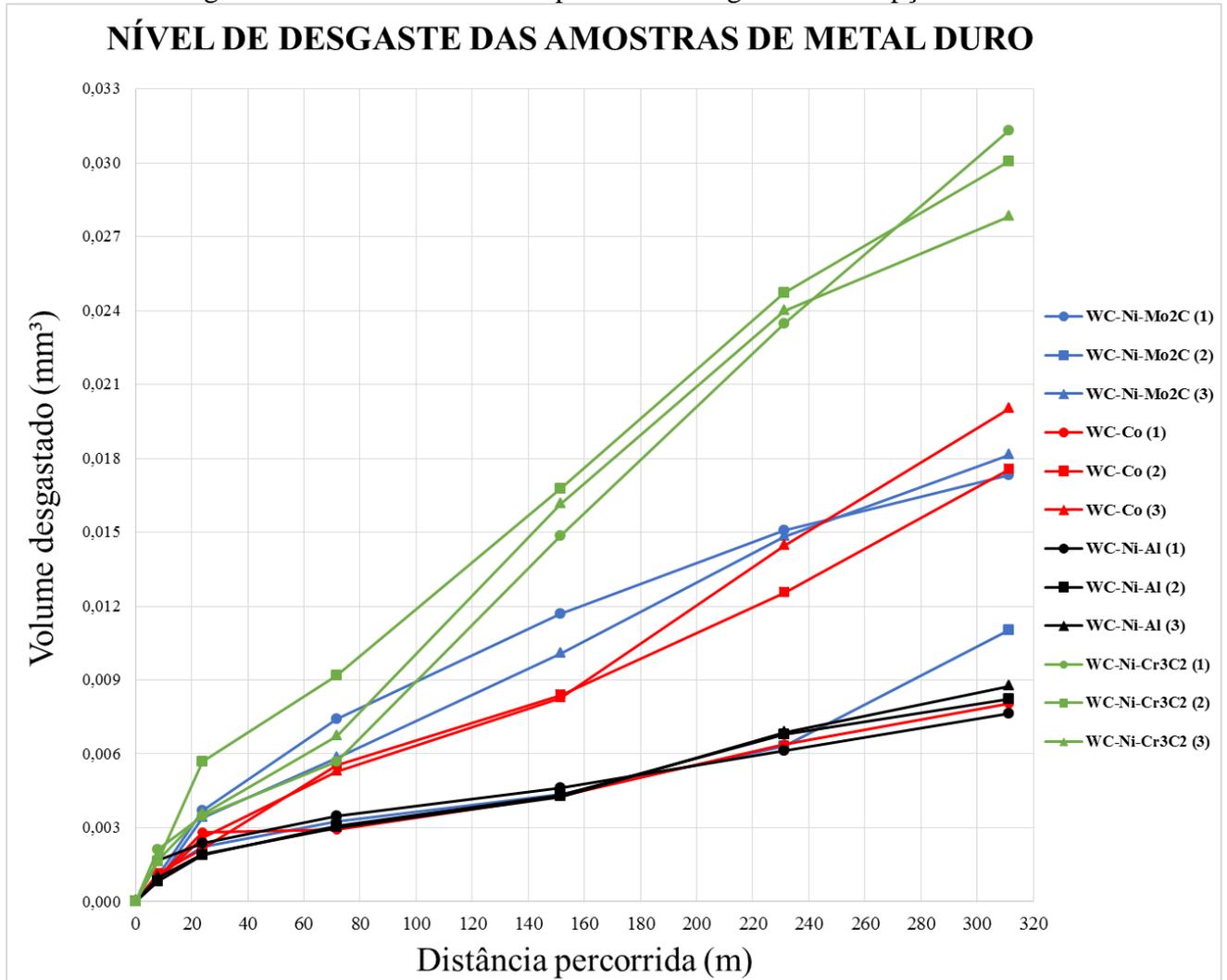
"WC-Ni-Al"								
AMOSTRA:	90WC-9,5Ni-0,5Al		ENSAIO 01		ENSAIO 02		ENSAIO 03	
INTERRUPÇÃO	DISTÂNCIA DESLISADA (m)	REVOLUÇÃO ACUMULADA	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )
0	0	0	0,0000	0,00E+00	0,0000	0,00E+00	0,0000	0,00E+00
1ª	7,98	100	0,8114	1,68E-03	0,6831	8,42E-04	0,7092	9,78E-04
2ª	23,94	400	0,8850	2,37E-03	0,8380	1,91E-03	0,8400	1,92E-03
3ª	71,82	900	0,9728	3,46E-03	0,9445	3,08E-03	0,9391	3,01E-03
4ª	151,61	1900	1,0454	4,62E-03	1,0290	4,33E-03	1,0230	4,23E-03
5ª	231,41	2900	1,1220	6,12E-03	1,1513	6,79E-03	1,1546	6,87E-03
6ª	311,21	3900	1,1858	7,64E-03	1,2077	8,22E-03	1,2268	8,75E-03

"WC-Ni-Cr3C2"								
AMOSTRA:	90WC-8Ni-Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>		ENSAIO 01		ENSAIO 02		ENSAIO 03	
INTERRUPÇÃO	DISTÂNCIA DESLISADA (m)	REVOLUÇÃO ACUMULADA	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )	DIÂMETRO DA CRATERA (mm)	VOLUME DA CRATERA (mm <sup>3</sup> )
0	0	0	0,0000	0,00E+00	0,0000	0,00E+00	0,0000	0,00E+00
1ª	7,98	100	0,8596	2,11E-03	0,8043	1,62E-03	0,8086	1,65E-03
2ª	23,94	400	0,9737	3,47E-03	1,1017	5,69E-03	0,9801	3,57E-03
3ª	71,82	900	1,1012	5,68E-03	1,2410	9,17E-03	1,1485	6,73E-03
4ª	151,61	1900	1,3998	1,48E-02	1,4434	1,68E-02	1,4295	1,61E-02
5ª	231,41	2900	1,5696	2,35E-02	1,5900	2,47E-02	1,5783	2,40E-02
6ª	311,21	3900	1,7553	3,67E-02	1,6698	3,01E-02	1,6379	2,78E-02

Fonte: Autor

Figura 18 – Gráfico de volume perdido ao longo das interrupções



O resultado do teste micro abrasivo revela a eficiência de cada material quando submetido ao teste. Pode ser visto que existe uma relação quase linear entre o volume de desgaste e a distância de deslizamento percorrida pela esfera rotativa, esse comportamento foi observado em estudo anterior por Stachowiak e Stachowiak (2010).

Nota-se que a porosidade, descrita na seção 2.1.4 deste estudo e a dureza, de cada material foi fundamental para seu desempenho. Como resultado a liga 90WC-9,5Ni-0,5Al apresentou a melhor resistência ao desgaste com o menor volume perdido de material comparado a todas as ligas ensaiadas. Isso se deve a sua dureza superior que está associada a condição de resistência quando sujeita a um contato direto e/ou prolongado e porosidade mais fina. Pode-se dizer que essas características dessa amostra contribuem na redução da ação de mecanismos mais severos de desgaste como a microusinagem.

Batista, Godoy e Matthews (2002) observaram em estudo anterior, a partir de padrões que a capacidade das partículas abrasivas de SiC de “riscar” a superfície do compósito diminui com o aumento da dureza do mesmo.

A liga 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> apresentou pior resultado, o que era esperado por se tratar da liga com menor dureza e alta porosidade. Essas características de quantidade, acrescidas da presença de um possível poro com maior dimensão aumenta consideravelmente o efeito de arrancamento de partícula, assim aumentando consideravelmente a taxa de desgaste microabrasivo. Li *et al.* (2020) em estudo anterior usando esse tipo de liga, nota que as características de porosidade de certa maneira elevada, e queda na dureza, se deve principalmente pela quantidade em peso de carboneto de cromo (Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>) adicionada ao compósito,

A liga 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C apresentou comportamento similar ao 90WC-10Co. Esse comportamento pode ser explicado com base na dureza dos materiais, foi visto também por Stachowiak e Stachowiak (2010) em estudo anterior, que são próximas e também através da análise do perfil da cratera obtido por perfilometria, descrita na seção 4.4 deste trabalho, onde esses perfis das superfícies dessas duas amostras tiveram comportamento próximo, ambos os perfis com tendência lisa e se nota uma leve rugosidade e não apresentam amplitudes pontiagudas. Esse efeito foi observado em estudo anterior por Vilhena *et al.* (2016) a análise morfológica das marcas de desgaste microabrasivo dos compósitos é influenciada pela interação entre as partículas da lama abrasiva com o corpo de prova. A rugosidade da superfície interna das crateras aumentou com a diminuição da dureza do material. O corpo de prova com maior dureza apresentou uma menor cratera de desgaste e uma superfície mais lisa, já os CPs com dureza inferior apresentam uma superfície rugosa com muitos recortes pontiagudos. É importante dizer que a condição de operação dos ensaios pode ter influência sobre o resultado.

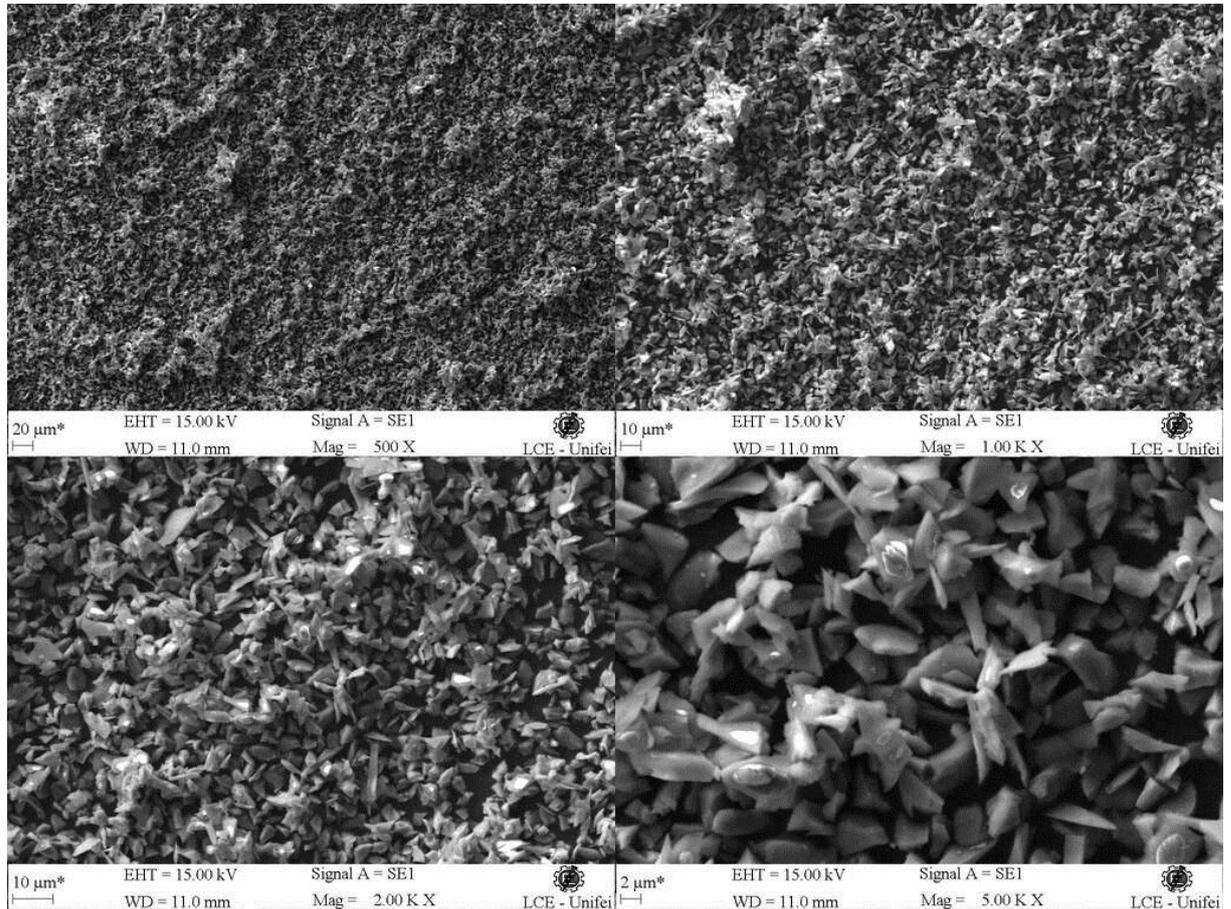
#### **4.2 Caracterização granulométrica e morfológica das partículas abrasivas**

O abrasivo utilizado foi carboneto de silício preto (SiC) com tamanho médio de partícula de 5 µm.

A escolha desse material se deu, pois existem vários estudos de teste microabrasivo utilizando partículas de SiC, adotando esse material para composição da lama abrasiva, é possível avaliar o desempenho de novos materiais e comparar os resultados obtidos com as características de outros materiais similares (VILHENA *et al.*, 2016).

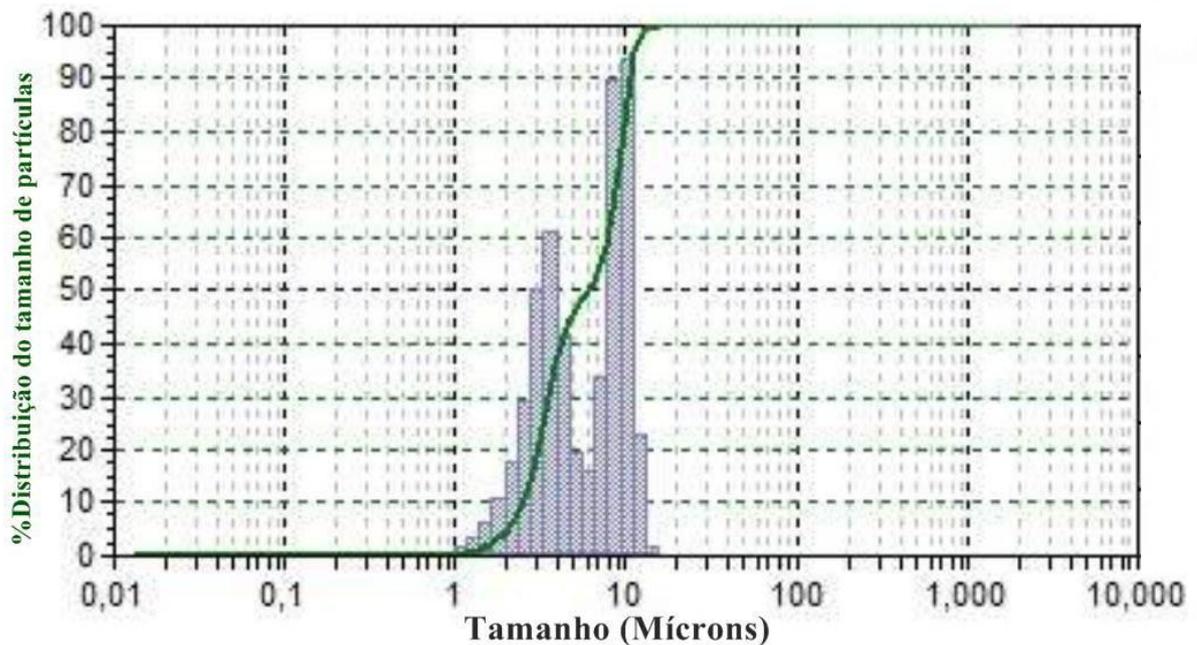
A Figura 19 apresenta uma micrografia das partículas abrasivas e a Figura 20 a distribuição de tamanho de partícula. A pasta abrasiva foi preparada como uma mistura de 20% de SiC em água destilada.

Figura 19 - Micrografia eletrônica de varredura do pó de carboneto de silício (SiC)



Fonte: Autor

Figura 20 - Distribuição do tamanho das partículas abrasivas



Fonte: Autor

A micrografia do SiC apresenta parâmetro de forma alongada com arestas e ângulos agudos formando pontas afiadas.

Marques (2018) em seu estudo diz que a severidade no qual uma partícula consegue remover material de uma superfície está ligada a sua forma. Quanto mais arestas com ângulos agudos, maior será a remoção quando comparado com partículas de ângulos arredondados em um desgaste do tipo abrasivo.

O gráfico de distribuição granulométrica das partículas abrasivas na Figura 15 mostra que as partículas de SiC apresentam uma curva de distribuição (frequência) com dois picos. O primeiro pico em torno de 5  $\mu\text{m}$  conforme tamanho médio de grão informado pelo fabricante e também um segundo pico indicando um grande numero de partículas em torno de 10  $\mu\text{m}$ , que são consideradas grandes partículas e tem participação na produção de ranhuras na superfície.

Adachi e Hutchings (2003) utilizaram em seus ensaios o abrasivo de SiC, e a análise do mesmo revelou que a forma das partículas era altamente irregular e angular, com tamanho médio 4,3  $\mu\text{m}$ . Já o estudo feito por Cozza, Tanaka e Souza (2009) apresenta as partículas de SiC com características similares a deste estudo, sendo elas no formato alongado e com arestas de ângulo agudo, apresentou também em sua curva de distribuição dois picos incidentes, em 3 e 7  $\mu\text{m}$ .

### 4.3 Microscopia eletrônica de varredura das amostras ensaiadas

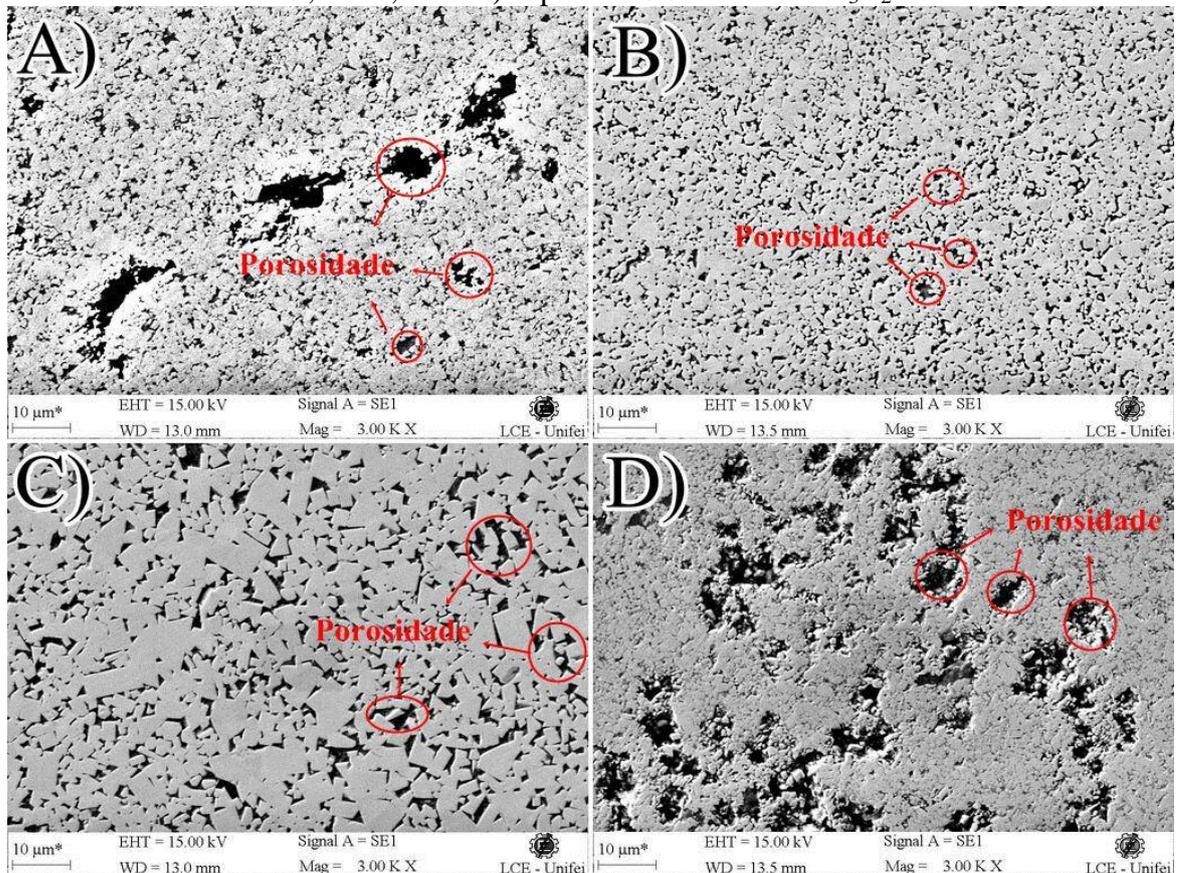
As amostras foram analisadas via MEV por meio de algumas resoluções. Foram feitas imagens via MEV da superfície da amostra em uma região próxima as crateras de ensaio. Posteriormente foram feitas imagens, da cratera como um todo e dentro da cratera de desgaste com ampliações para analisar o micromecanismo de desgaste atuante.

A análise por EDS (Espectroscopia por energia dispersiva) foi realizada para caracterização química elementar das amostras.

A Figura 21 mostra à análise superficial da região plana próxima as crateras. Foi possível observar grande diferença na estrutura de cada amostra, principalmente a porosidade representada pela região escura e a qualidade com relação à molhabilidade e agrupamento das partículas.

A condição morfológica de cada compósito está ligada aos seus elementos constituintes e seu processo de fabricação.

Figura 21 – a) superfície 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C, b) superfície 90WC-10Co, c) superfície 90WC-9,5Ni-0,5Al e d) superfície 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>



Fonte: autor

Foi observado na região da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C, presença de porosidade distribuída e uma porosidade de maior magnitude concentrada para a resolução definida. Segundo Correa *et al.* (2016) o compósito após fabricação apresentou a maioria dos poros relativamente pequeno e bem distribuídos. A ocorrência desses poros pode está liga a sinterabilidade da liga que foi afetada pela aglomeração excessiva e localizada do pó durante o tempo de moagem, a possível leve oxidação do aglutinante de Ni em pó e menor homogeneidade por mistura insuficiente.

A região da amostra 90WC-10Co foi observado uma quantidade significativa de poros, porém de mínima dimensão e bem distribuídos ao longo de toda a superfície.

Foi observado na região da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al poros pequenos e uniformemente distribuídos ao longo da matriz, indicando excelência na sinterização (produção).

A amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> foi observado grande presença de poros estendidos e uniformemente distribuídos na estrutura. Para Balbino, Correa e Valeriano (2018) essa condição pode ser atribuída a prensa de compactação, tempo de sinterização adotado e método de adição de Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> na produção do compósito.

As imagens a seguir são da superfície das crateras de desgaste das amostras em diferentes ampliações.

Análise química foi realizada por EDS, onde foi possível observar e confirmar a presença dos elementos que compõem as amostras.

#### **4.3.1 Micromecanismo de desgaste**

Nas crateras da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C, Figuras 22, 23 e 24, foi observado pequena quantidade de ranhuras ao longo da cratera de desgaste, o que evidencia a atuação do mecanismo de riscamento. Ao ampliar a imagem se nota que os sulcos formados são rasos, o mesmo foi visto por Allen *et al.* (2001). A formação de sulcos se deve principalmente por conta das partículas maiores que engastam na esfera, visto que há uma distribuição gaussiana do tamanho de partícula abrasiva conforme Figura 15 e também tem relação com o formato das partículas que são angulares conforme figura 14. Nota-se também um grande quantidade de indentações ao longo de toda a superfície da cratera, caracterizando um desgaste por rolamento, vindo a ser o principal mecanismo de desgaste atuante nesse corpo de prova, com particularidade também da presença dessas indentações ao longo das fendas, caracterizando um desgaste por micro-rolamento, esses fenômenos foram vistos por Cozza *et al.* (2007), Cozza, Takana e Souza (2009) e Gomez *et al.* (2015) em estudo anterior.

É possível notar um desgaste nas partículas de carbonetos pelo formato arredondado em que essas partículas se apresentam, condição vista também por Shipway e Hogg (2005) e Chen *et al.* (2005) em estudo anterior.

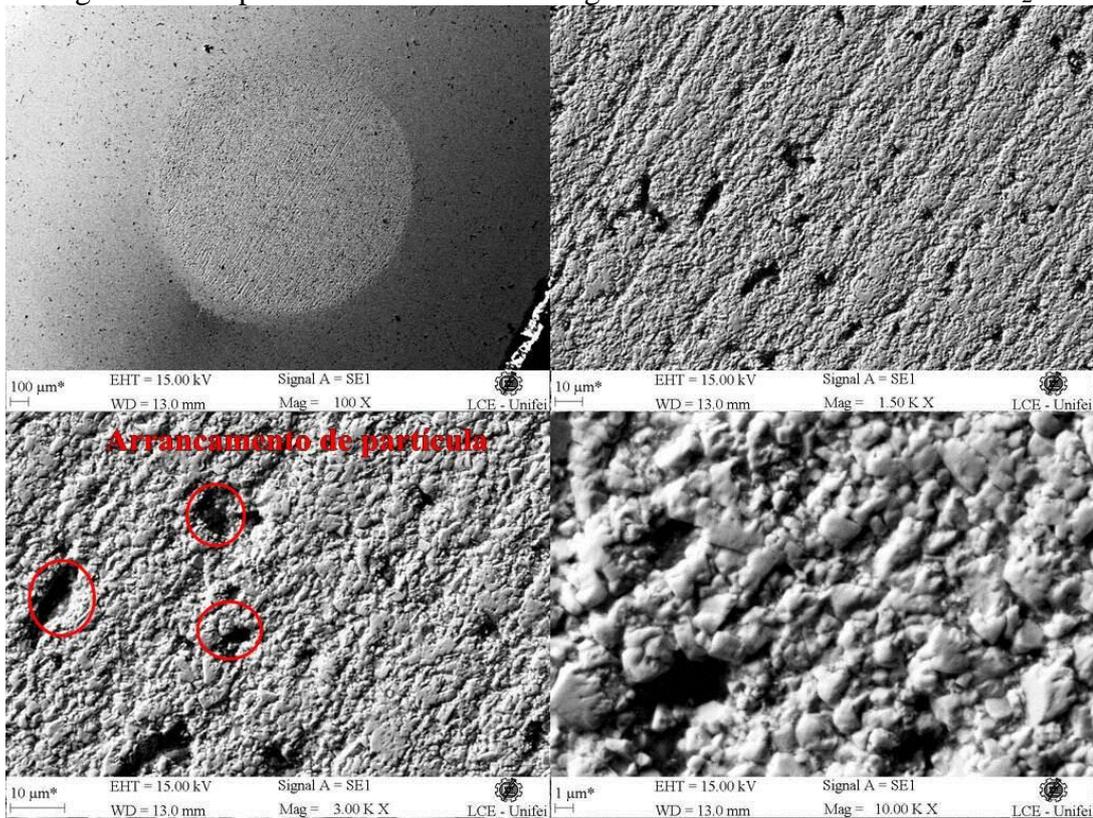
Ouve formação de crateras (fendas) caracterizadas pelo arrancamento da partícula dura de tamanho maior num ponto localizado, que acontece devido ao desgaste do ligante na região.

Devido a diferenças de durezas, o desgaste da fase ligante é mais rápido que a fase de carbonetos. A fase ligante é removida pelas partículas abrasivas menores, seguido pelo descolamento das partículas de carboneto levando ao seu arrancamento. O carboneto maior tem uma quantidade de ligante com espessura maior, sendo assim, a fase ligante deve ser removida a uma profundidade maior antes que a própria partícula de carboneto possa ser removida. Uma vez que o acesso das partículas abrasivas à fase ligante é restringido pela presença das partículas de carboneto não desgastadas, essas partículas maiores são mais resistentes ao arrancamento, essas condições foram vistas em estudo anterior por Shipway e Hogg (2005) e Chen *et al.* (2005).

As partículas abrasivas de SiC com arestas vivas seriam capazes de penetrar nas regiões entre os grãos de WC e causar a remoção preferencial do ligante, condição observada também por Vilhena *et al.* (2016) e essa observação por ele se estende e podendo dizer que as camadas de superfície precisam ser expostas a várias distâncias de deslizamento antes que uma quantidade significativa de material seja removida.

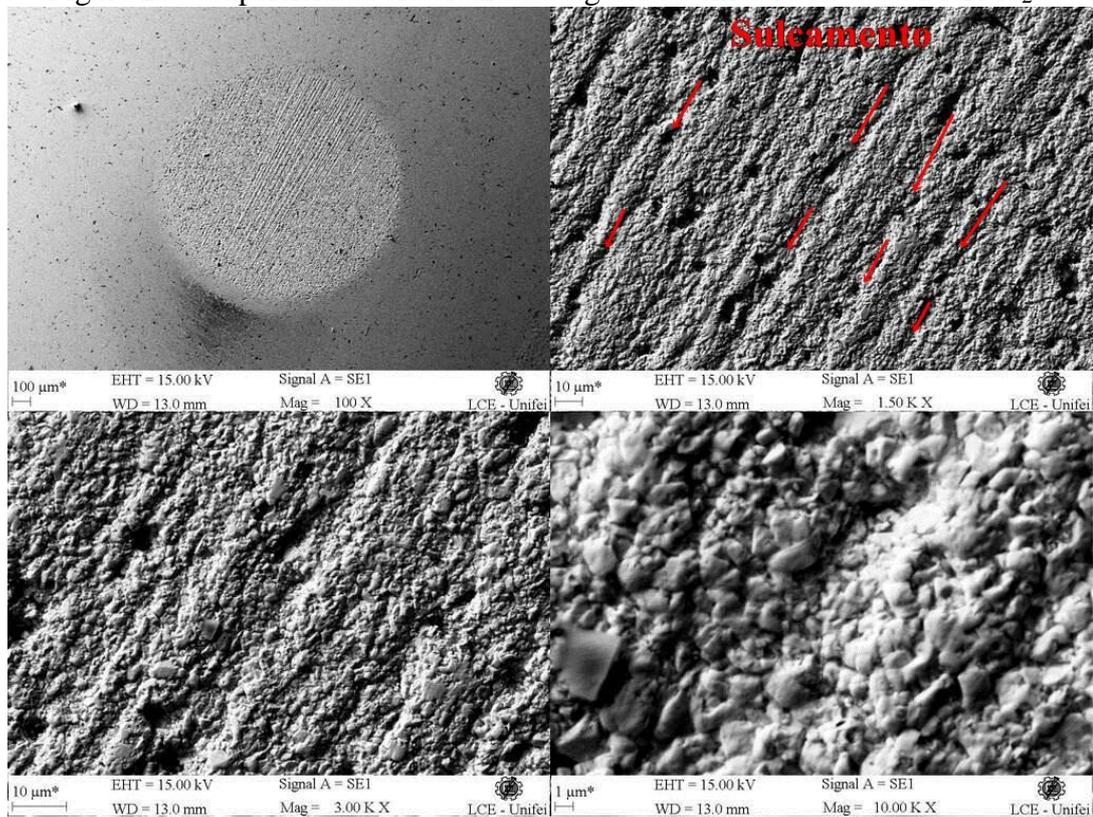
Por meio da análise EDS, feita dentro da cratera de desgaste, observando a Figura 25, nota-se que os materiais que fazem parte do compósito são bem distribuídos, apresentando pequenas ilhas de Níquel (fase ligante).

Figura 22 – Superfície da cratera 1 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C



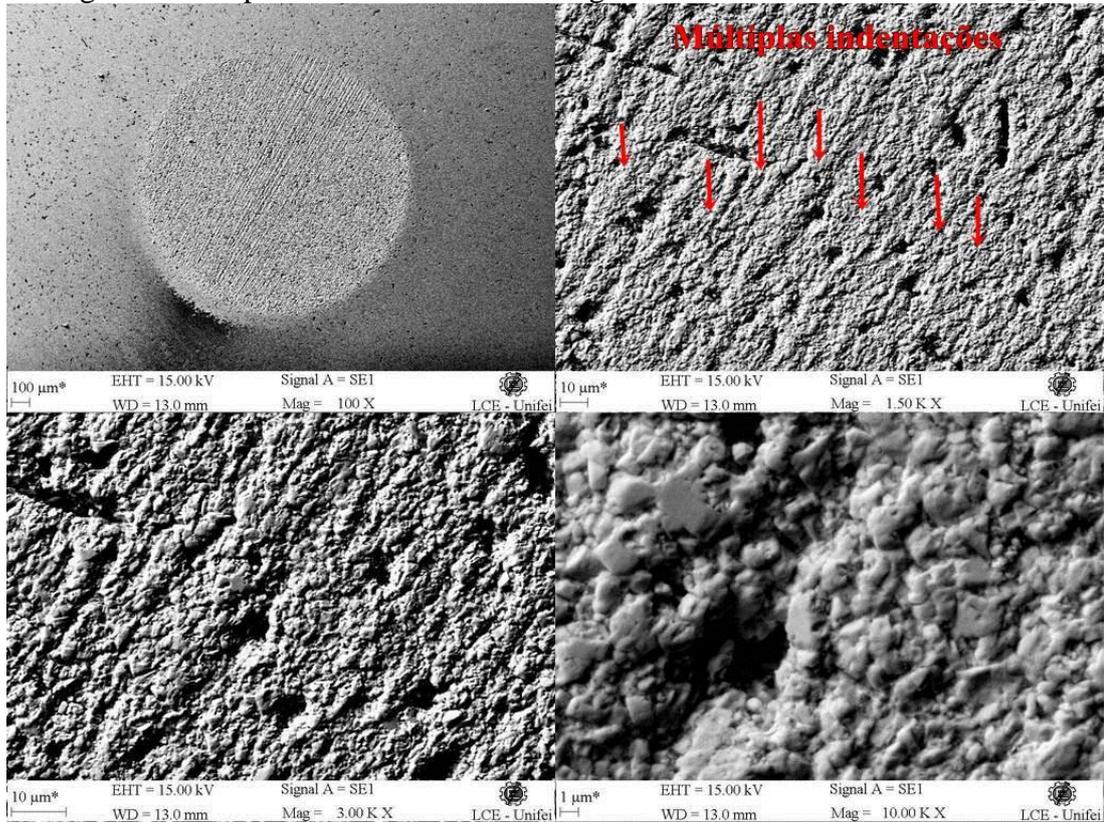
Fonte: Autor

Figura 23 – Superfície da cratera 2 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C



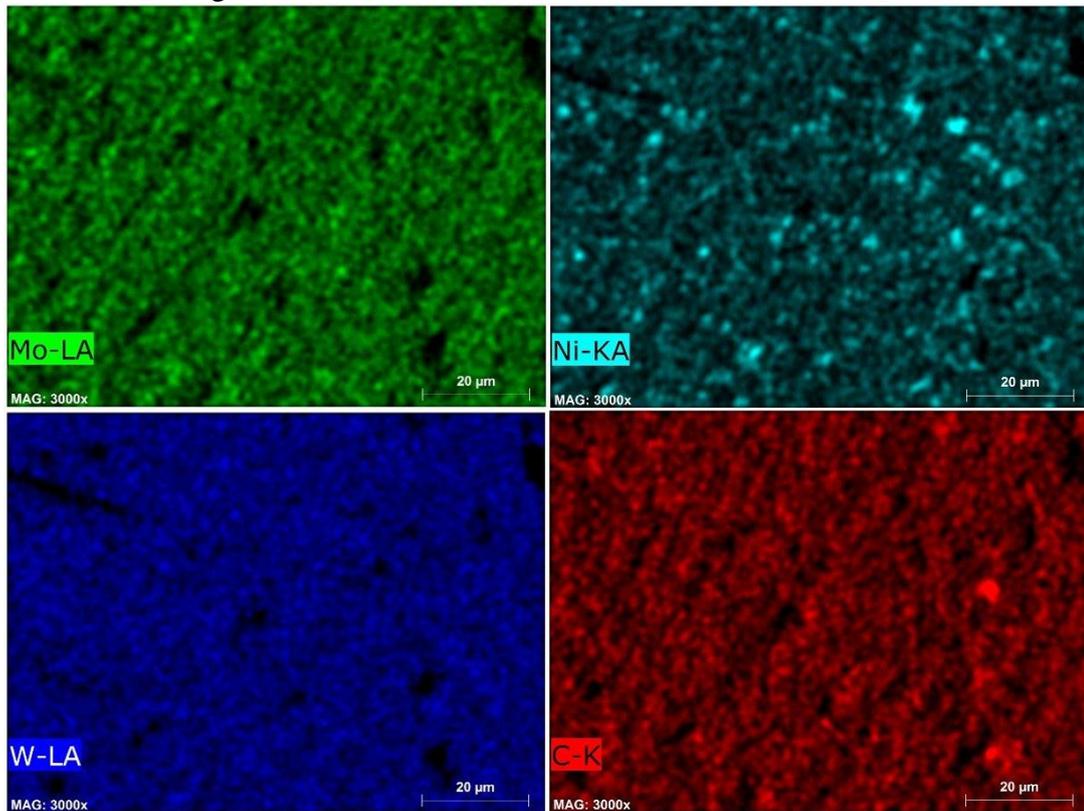
Fonte: Autor

Figura 24 – Superfície da cratera 3 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C



Fonte: Autor

Figura 25 – Análise EDS da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C



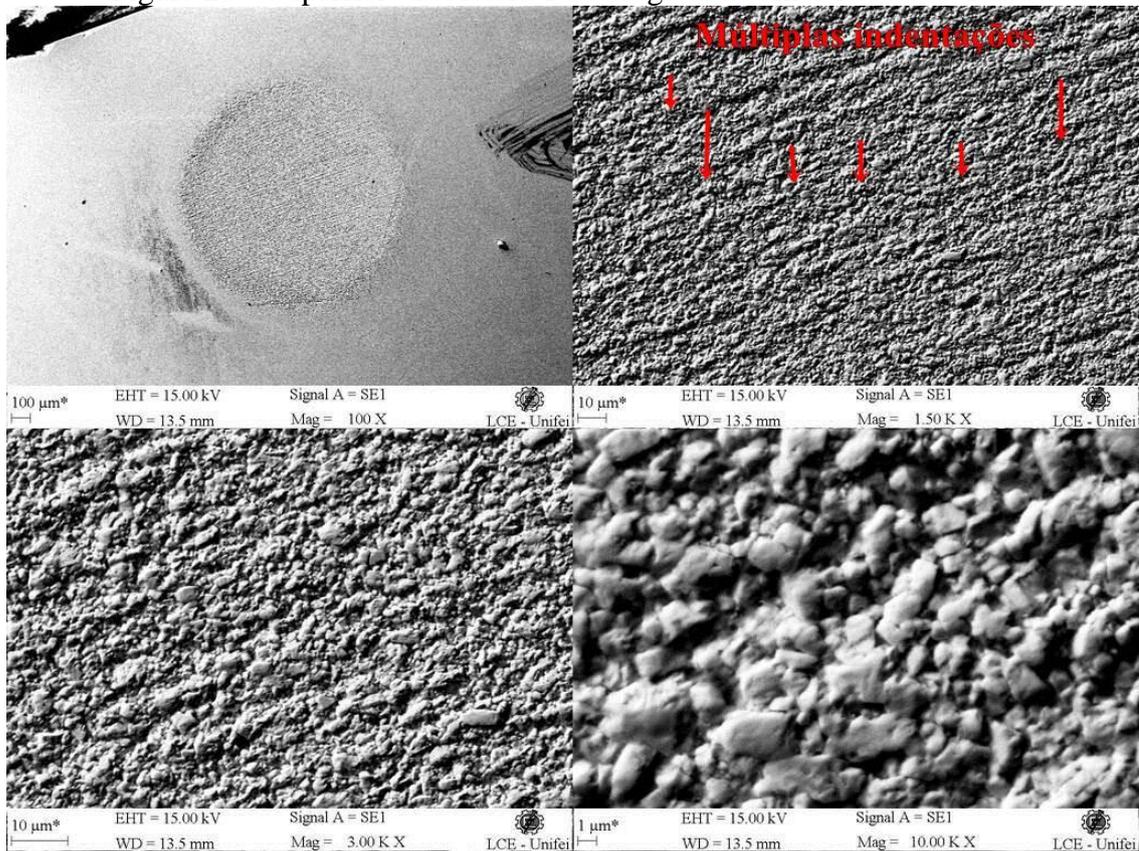
Fonte: Autor

Nas crateras da amostra 90WC-10Co, Figuras 26, 27 e 28, apresentam pequena presença de sulcos na região de análise, e é mais evidente a condição de indentação ao longo de toda superfície, incluindo dentro dos sulcos. Assim o mecanismo mais atuante foi, rolamento e o micro-rolamento.

O desgaste parece ser concentrado na superfície das partículas duras devido ao arredondamento das mesmas e tem uma condição de desgaste bem uniforme ao longo da região de análise.

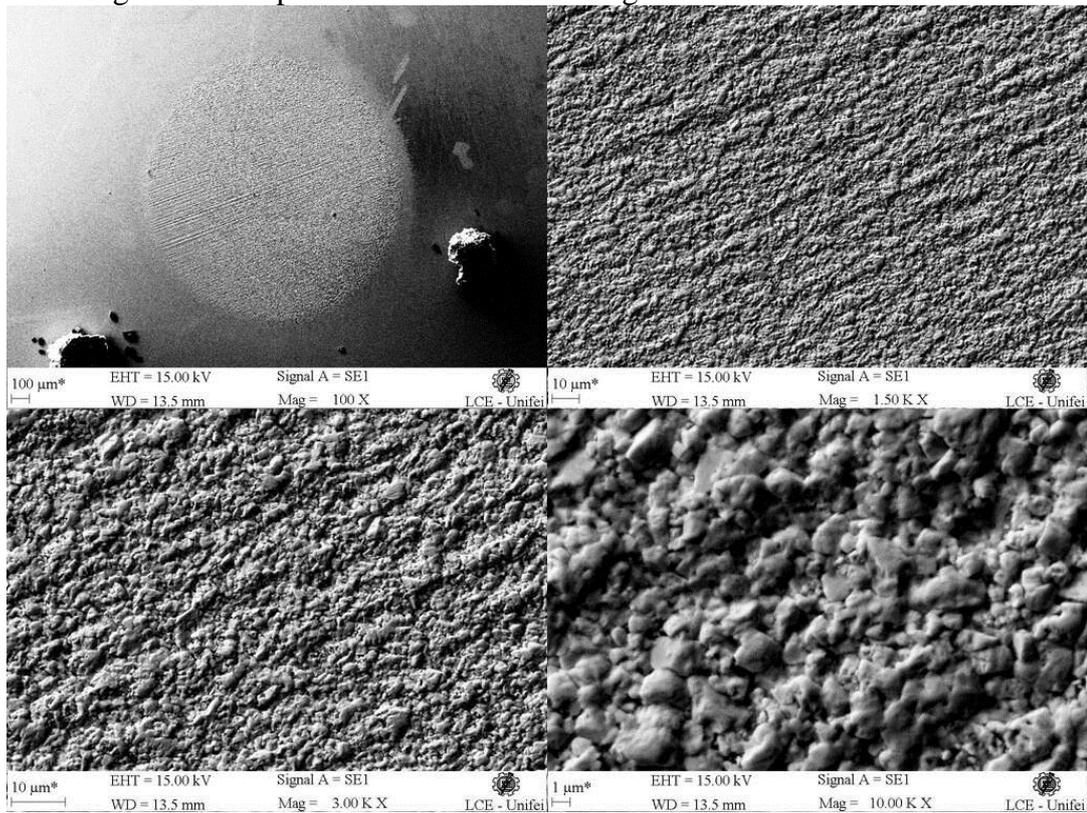
Por meio da análise EDS, feita dentro da cratera de desgaste, observando a Figura 29, nota-se que a composição do compósito é bem distribuída, sem presença de aglomerado de material.

Figura 26 – Superfície da cratera 1 de desgaste da amostra 90WC-10Co



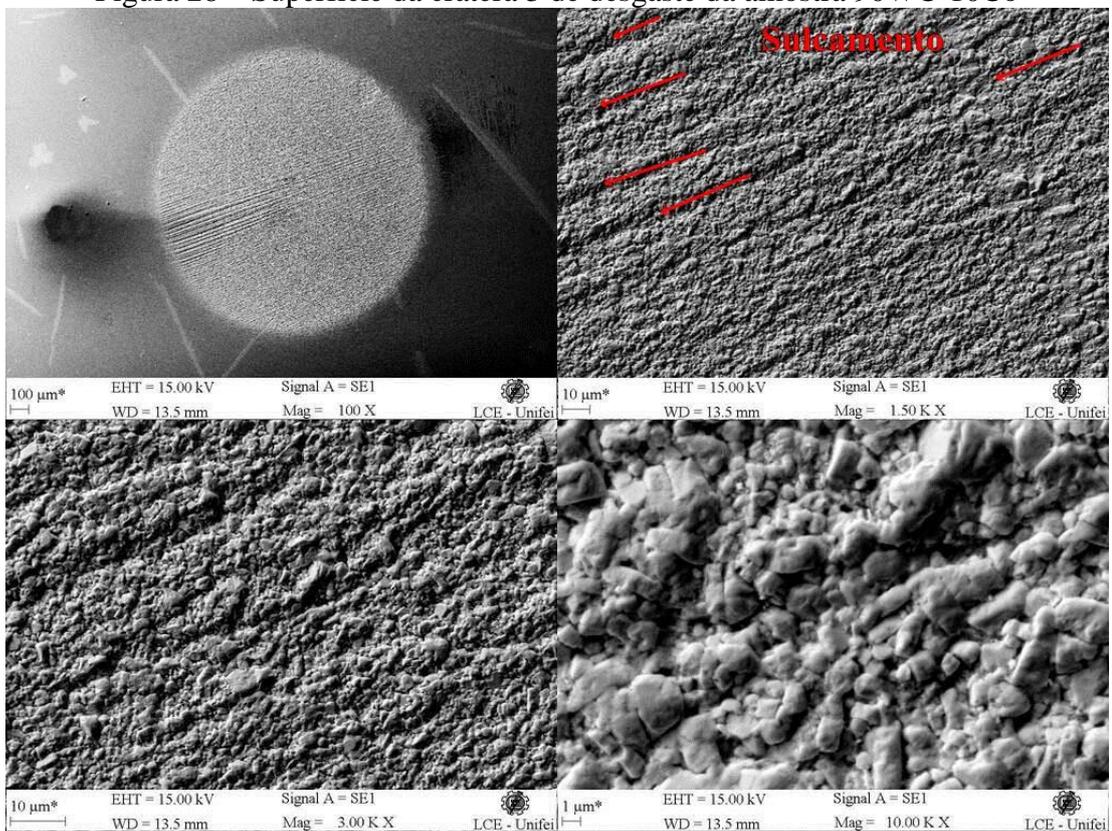
Fonte: Autor

Figura 27 – Superfície da cratera 2 de desgaste da amostra 90WC-10Co



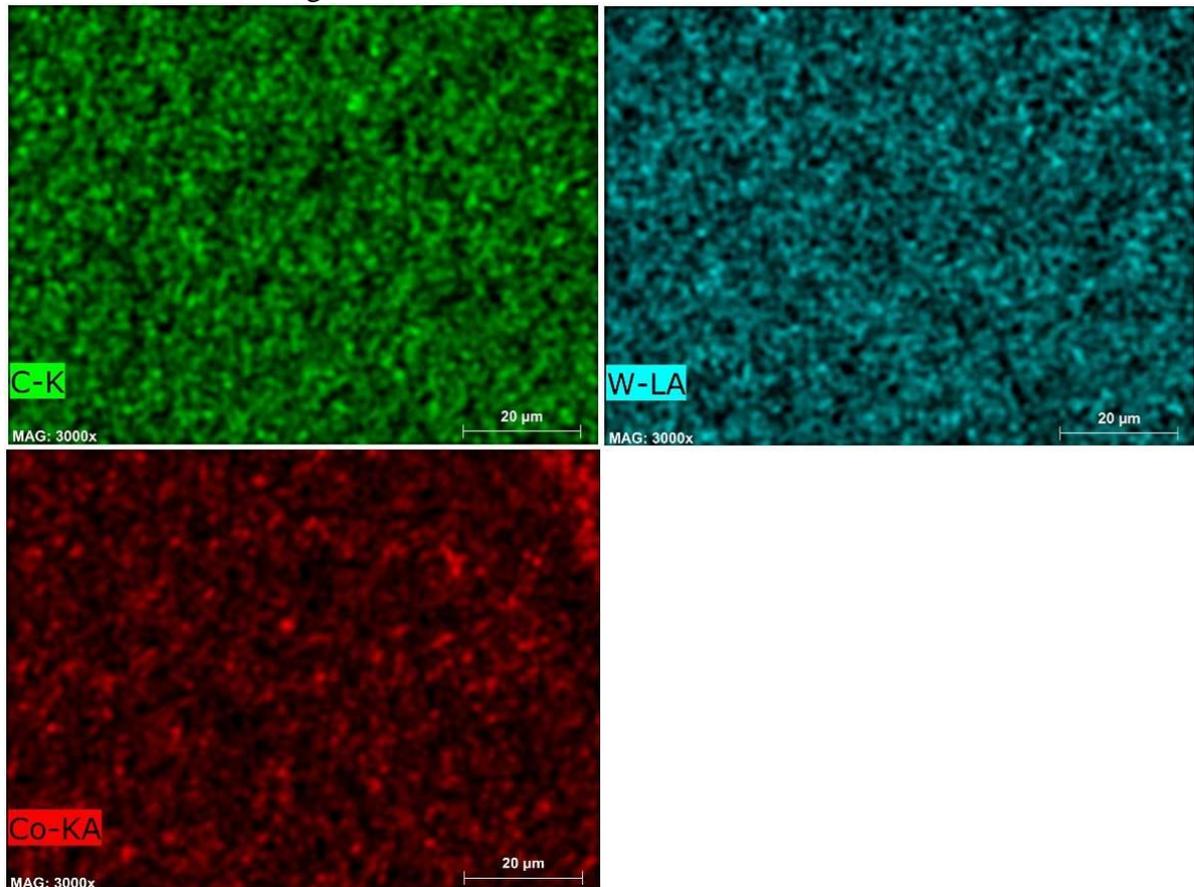
Fonte: Autor

Figura 28 – Superfície da cratera 3 de desgaste da amostra 90WC-10Co



Fonte: Autor

Figura 29 – Análise EDS da amostra 90WC-10Co



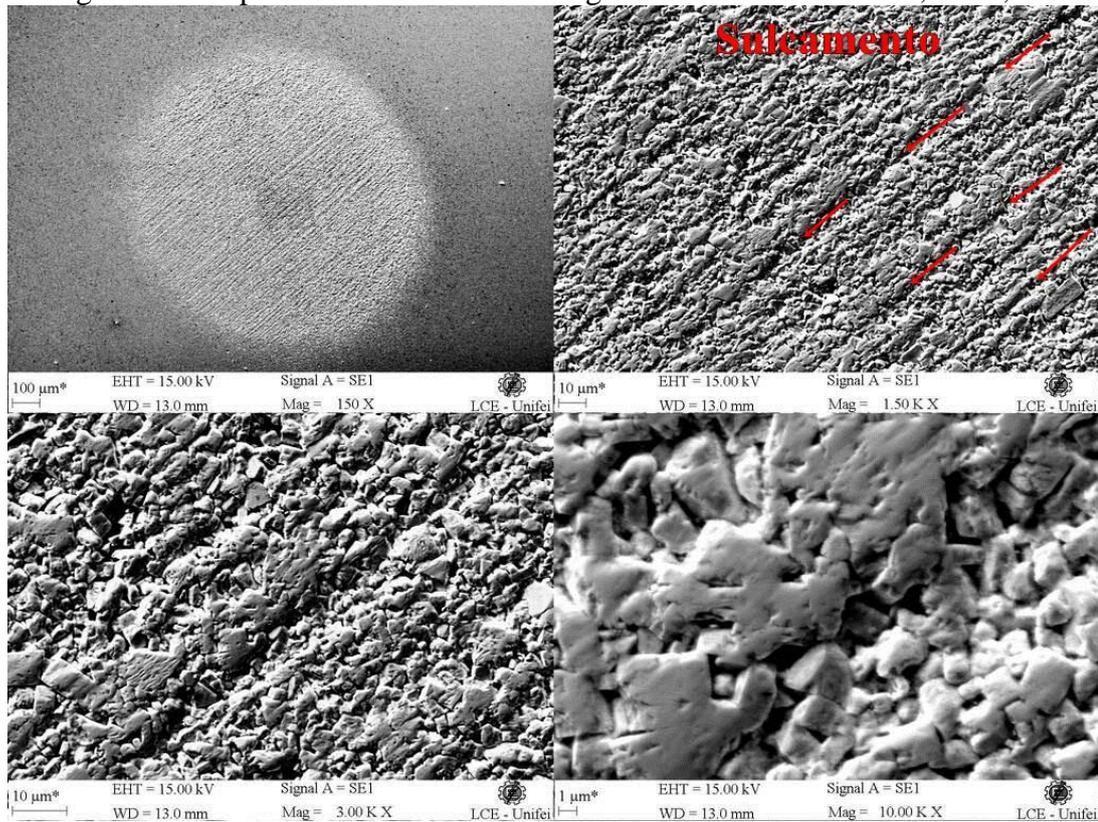
Fonte: Autor

Nas crateras da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al, Figuras 30 ,31 e 32, foi observado um comportamento superficial semelhante a amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C. Apresenta sucros e indentações pela região de análise, sugerindo a presença do mecanismo de riscamento, rolamento e também o micro-rolamento.

É evidente o desgaste das partículas duras devido ao seu formato arredondado. Esse formato sugere que as partículas podem ter um tamanho maior, estão mais próximas devido ao caminho livre médio menor, pouca ou nenhuma presença de poros. Condições essas proporcionadas pelo reforço de alumínio. Nota-se que houve o desgaste da fase ligante, porém apresenta pouca evidência de arrancamento de partícula. Sugerindo que o conjunto se sobressaiu em desempenho.

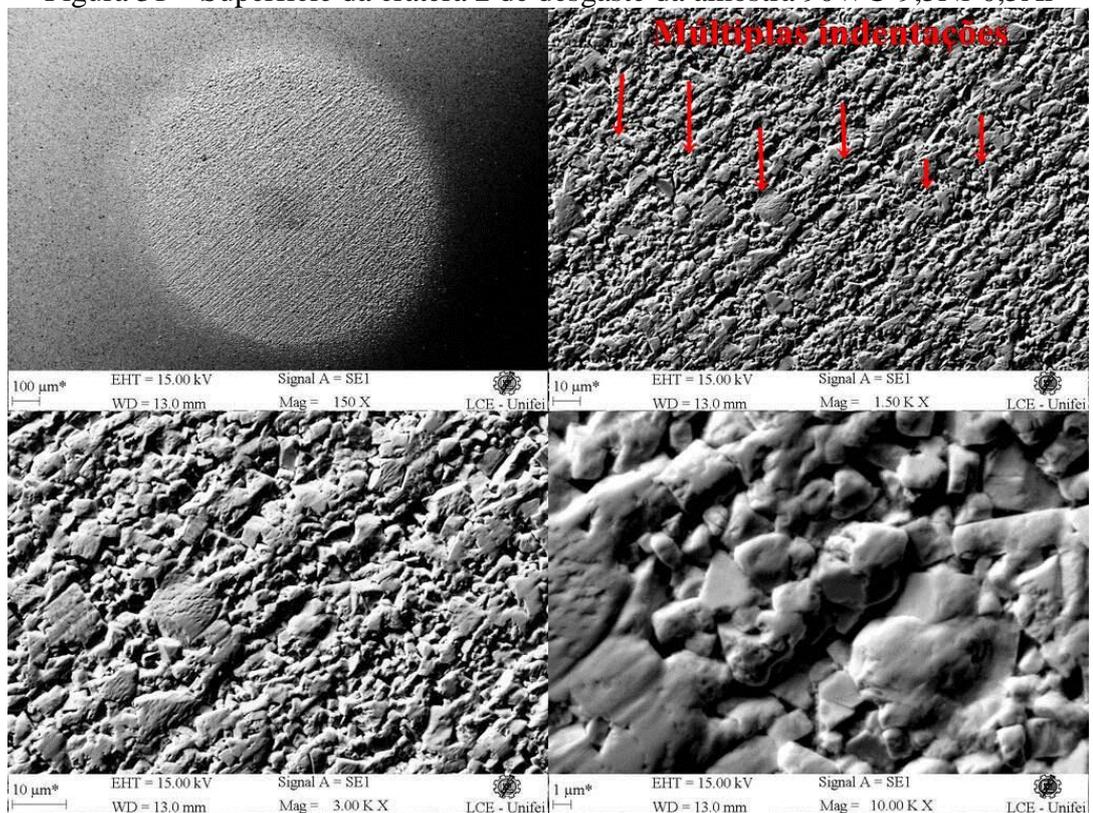
Por meio da análise EDS, feita dentro da cratera de desgaste, observando a Figura 29, nota-se que a composição do compósito é bem distribuída, com presença pontual de um aglomerado de alumínio.

Figura 30 – Superfície da cratera 1 de desgaste da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al



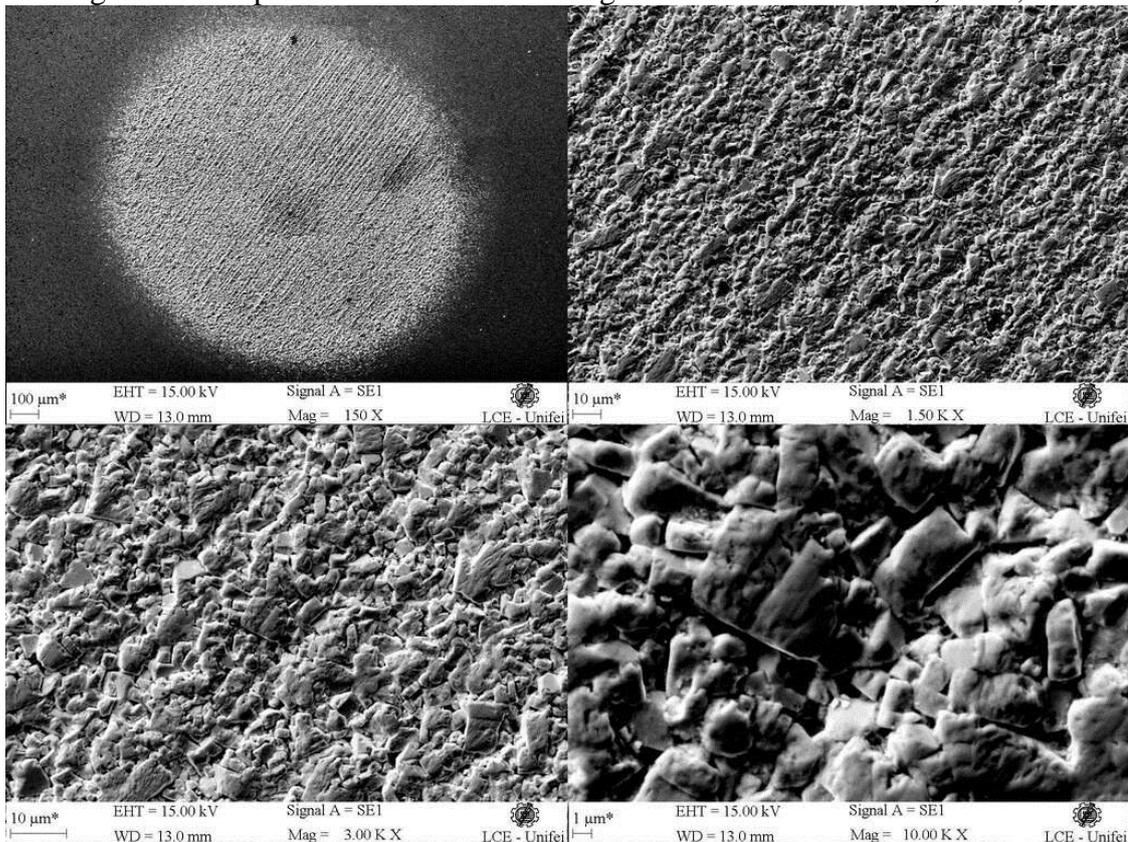
Fonte: Autor

Figura 31 – Superfície da cratera 2 de desgaste da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al



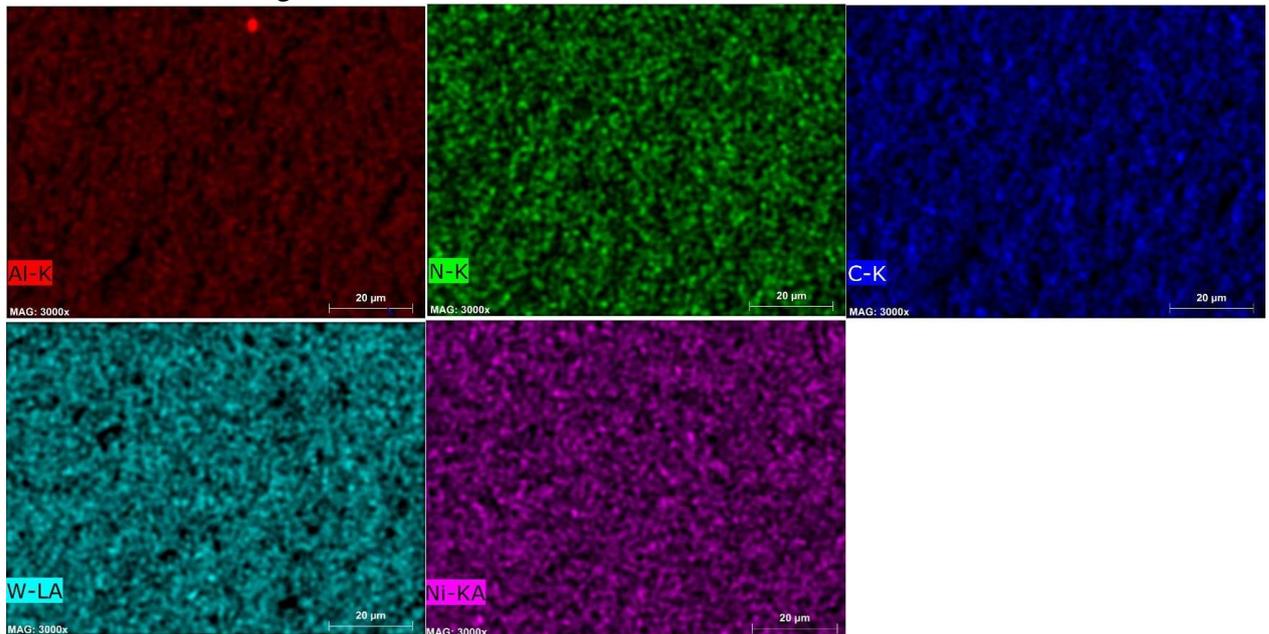
Fonte: Autor

Figura 32 – Superfície da cratera 3 de desgaste da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al



Fonte: Autor

Figura 33 – Análise EDS da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al



Fonte: Autor

Nas crateras da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, Figuras 34, 35 e 36, apresenta pouca evidência do mecanismos de riscamento, sendo acentuado por indentações severas e mais profundas, com alto índice de crateras devido ao arrancamento de partícula dura.

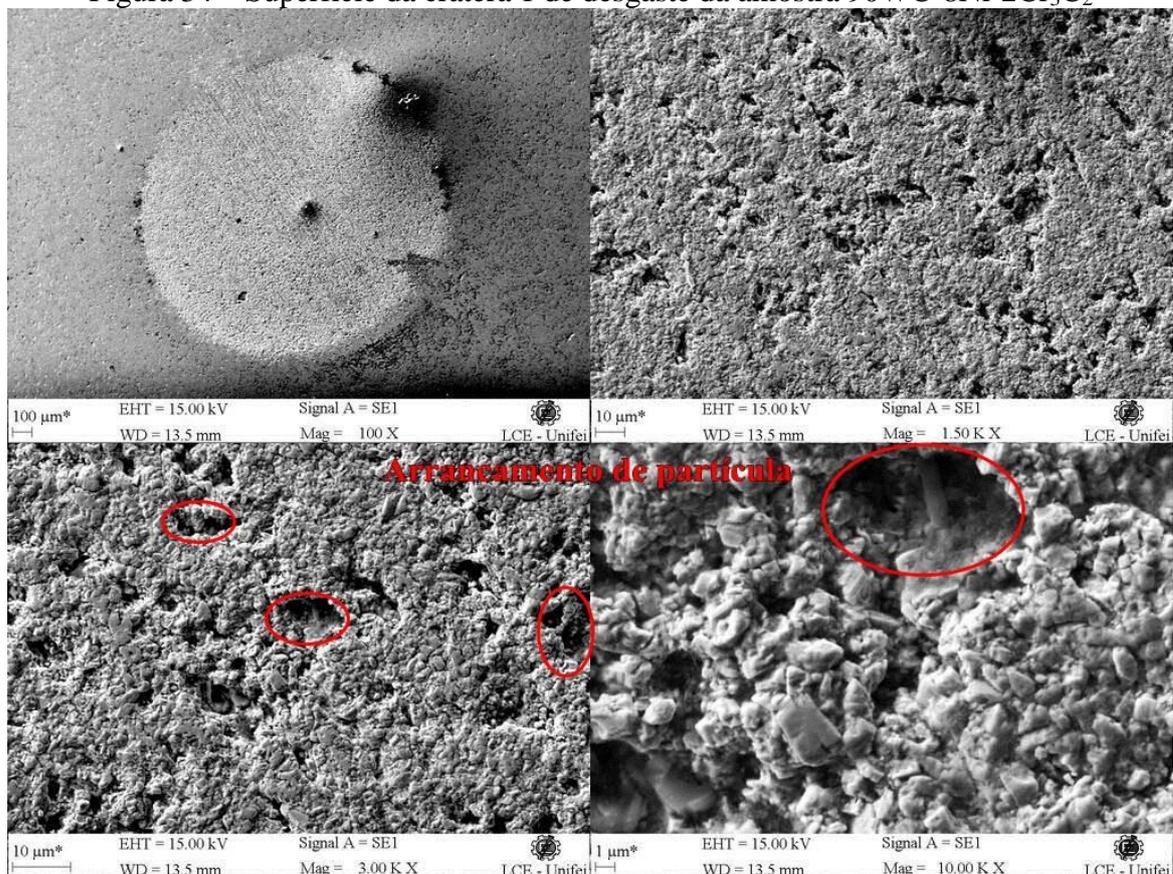
A fase ligante foi removida até uma profundidade maior, devido ao fato das partículas de carbonetos terem tamanho maior nessa amostra, assim foi necessário um desgaste mais profundo do ligante até que a própria partícula de carboneto seja arrancada.

Por meio da análise EDS, feita dentro da cratera de desgaste, observando a Figura 37, nota-se que a composição do compósito é bem distribuída, porém apresenta uma quantidade significativa de ilhas de Níquel (fase ligante) e de Cromo.

O Quadro 2 exibe de forma sucinta os mecanismos de desgaste presentes nas amostras ensaiadas.

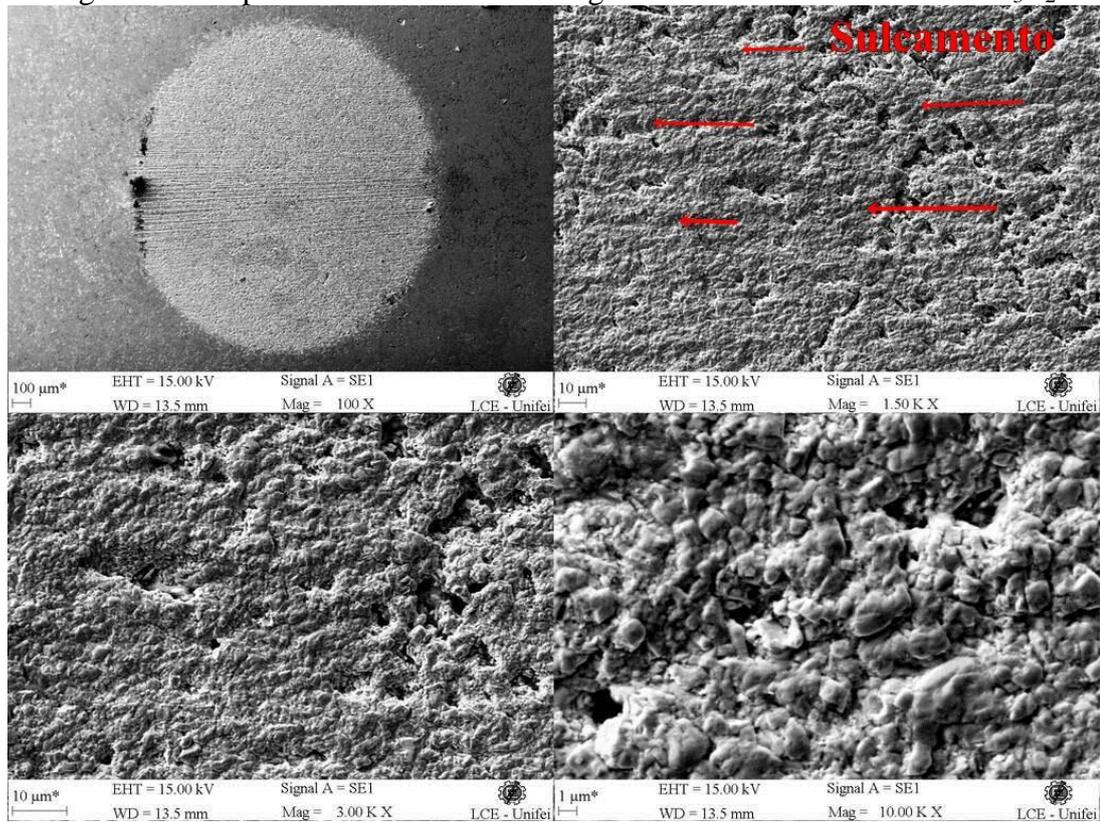
O Quadro 3 exibe os elementos de liga, evidenciados por EDS, presente em cada amostra.

Figura 34 – Superfície da cratera 1 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>



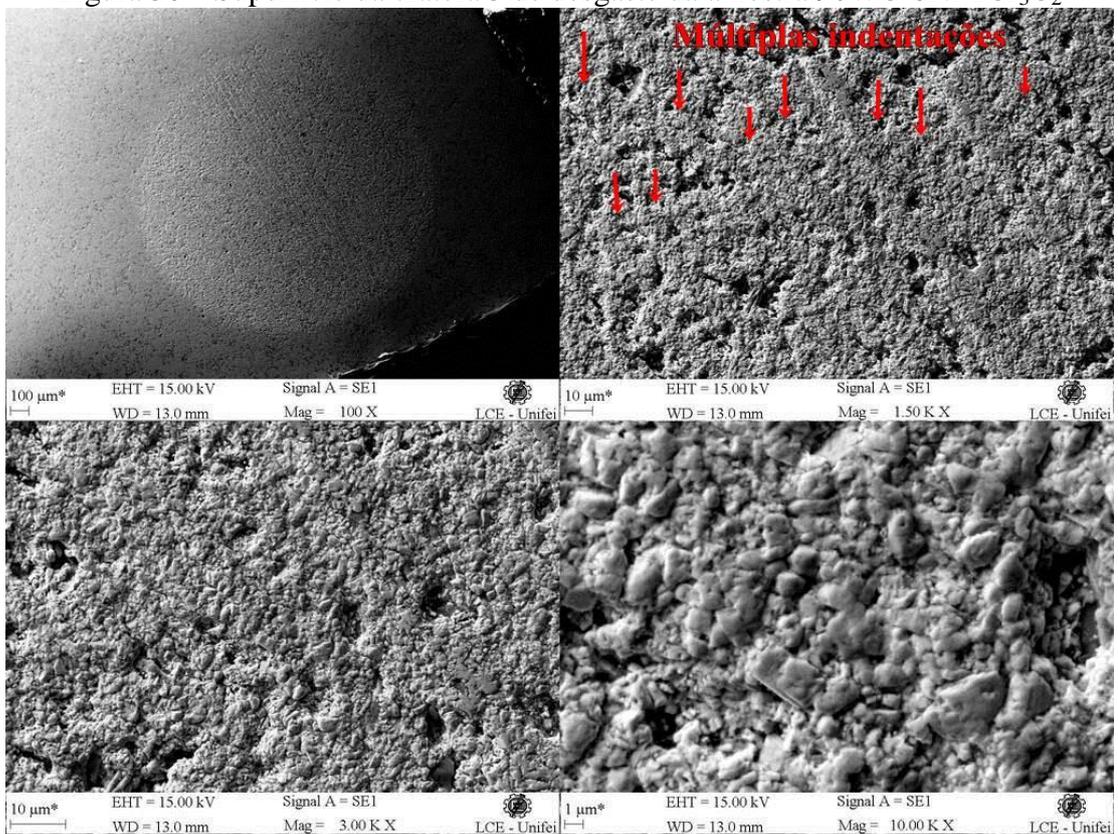
Fonte: Autor

Figura 35 – Superfície da cratera 2 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>

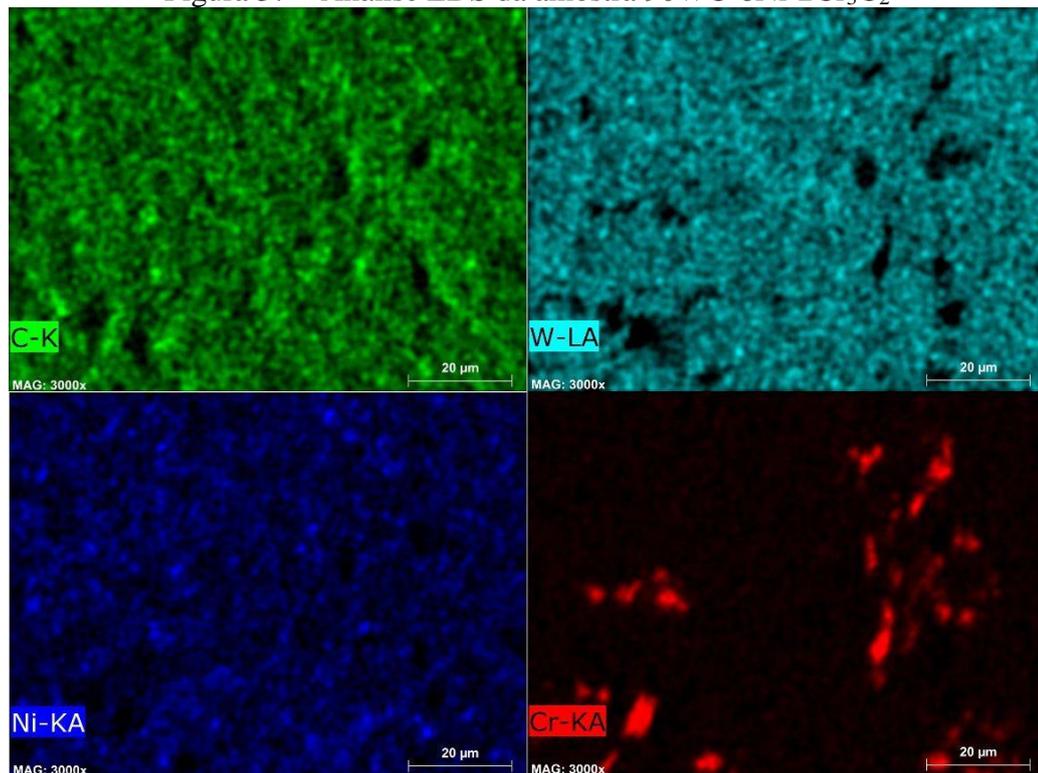


Fonte: Autor

Figura 36 – Superfície da cratera 3 de desgaste da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>



Fonte: Autor

Figura 37 – Análise EDS da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>

Fonte: Autor

Quadro 2 – Resumo do mecanismo de desgaste atuante na amostra

AMOSTRA	EVIDÊNCIA	CARACTERÍSTICA PRESENTE POUCO EVIDENTE	MECÂNISMO DE DESGASTE PRINCIPAL
90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C	Sulcamento, Múltiplas indentações, Arrancamento de partículas	Microusinagem por perda de partículas	Riscamento, Rolamento e micro-rolamento
90WC-10Co	Sulcamento, Múltiplas indentações	Riscamento, Microusinagem por perda de partículas	Rolamento e micro-rolamento
90WC-9,5Ni-0,5Al	Sulcamento, Múltiplas indentações	Microusinagem por perda de partículas	Riscamento, Rolamento e micro-rolamento
90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	Sulcamento, Múltiplas indentações, Arrancamento de partículas	Riscamento	Rolamento e micro-rolamento

Fonte: Autor

Quadro 3 – Resumo de elemento presente na amostra

AMOSTRA	ELEMENTOS ANÁLISE EDS
90WC-8Ni-2Mo <sub>2</sub> C	Tungstênio, Carbono, Níquel, Molibdênio
90WC-10Co	Tungstênio, Carbono, Cobalto
90WC-9,5Ni-0,5Al	Tungstênio, Carbono, Níquel, Nitrogênio, Alumínio
90WC-8Ni-2Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	Tungstênio, Carbono, Níquel, Cromo

Fonte: Autor

#### ***4.3.2 Avaliação dos resultados do ensaio microabrasivo***

Foi possível avaliar os resultados do ensaio microabrasivo de maneira geral, com base nas análises dos parâmetros inerentes aos ensaios, descritos na seção 2.5.5 deste trabalho, e posteriormente foi possível avaliar de maneira individual o micromecanismo de desgaste atuantes em cada corpo de prova.

Uma análise da superfície dos compósitos por meio de imagens obtidas via MEV, revela que há um efeito combinado entre abrasão por ranhura e abrasão por rolamento, porém em análise minuciosa dessas imagens revelou também a ocorrência de abrasão por rolamento ao longo das ranhuras. Esse fenômeno foi descrito por Cozza (2014) como “abrasão de micro-rolamento” que é estudado como o terceiro modo de desgaste abrasivo.

Os resultados de desgaste observados nas amostras seguiram as condições esperadas com base na escolha das condições de contorno do ensaio baseadas no mapa do estudo de Trezona, Allsopp e Hutchings (1999).

No micro-rolamento ambos os métodos de desgaste por ranhura e rolamento agem juntos e sobrepostos na mesma área, Cozza (2014) relata que a ocorrência desse fenômeno acontece caso haja partículas que estejam encrustadas na esfera, ocasionando ranhuras, e partículas livres para rolar, causando indentações. Outra relação é quanto ao tamanho das partículas, as indentações produzidas são derivadas das partículas abrasivas que rolaram ao longo das ranhuras, que essas foram produzidas por partículas abrasivas maiores. Partículas abrasivas maiores quando aderidas a superfície da esfera são submetidas a uma força normal de maior intensidade, assim essas partículas tendem a adquirir apenas o movimento de translação, formando as ranhuras. Em contrapartida partículas abrasivas menores que são submetidas à força normal de menor intensidade, apresentam o movimento combinado de translação e rotação. A união desses comportamentos produz a “abrasão por micro-rolamento”.

A pressão de contato para os ensaios realizados diminuem de maneira contínua ao longo do tempo do experimento, pois a força normal exercida é constante, e a área de desgaste só aumenta com o tempo de teste e distância deslizada. Cozza, Takana e Souza (2009) em seu experimento concluem que o grau de microabrasão por rolamento é maior quando a força normal é baixa, quando comparado com uma força mais alta. Assim no início do ensaio se houver evidência de ranhuramento e rolamento simultâneo o grau de micro-rolamento é menor e vem a aumentar com a distância deslizada.

Quanto maior essa área desgastada, maior será a quantidade de partículas abrasivas entre a esfera e o corpo de prova e que a força normal atuante em cada partícula diminui, favorecendo a ocorrência de abrasão por rolamento.

A pressão de contato e a velocidade de deslizamento são definidas como severidade de teste. Definido que a pressão diminui ao longo do ensaio já que a força normal se manteve constante, a diminuição da pressão de contato é responsável pela diminuição gradual da severidade de teste. Isso tem efeito na ocorrência dos modos de desgaste abrasivo e suas transições. Uma menor severidade no ensaio tende a favorecer a ocorrência de abrasão por rolamento e maior severidade favorece a abrasão por ranhura (COZZA *et al.*, 2007).

Ouve uma tendência geral para os casos, onde se observa que as crateras apresentam ranhuras e indentações, o mesmo foi observado por Cozza *et al.* (2007) em estudo anterior.

A evolução do teste está associada à diminuição da fração de área com ranhuras até o surgimento da região de rolamento. Considerando que o início do ensaio a pressão de contato é relativamente alta, nesta condição é mais difícil para as partículas abrasivas rolarem do que em condições com baixa pressão. Assim a fração de abrasão do canal é maior no início do teste do que no final (COZZA *et al.*, 2007).

Uma redução na pressão pode ter proporcionado uma maior mobilidade das partículas abrasivas no vão entre a esfera e o corpo de prova, favorecendo o modo de abrasão por rolamento. A tendência também ocorre com o aumento da distância de deslizamento. Fatores predominantes na determinação do modo de desgaste abrasivo estão relacionados com a força normal e a pressão no contato “esfera – partículas abrasivas – corpo de prova”, como relatado também por Cozza (2015) em seu estudo.

#### **4.3.3 Correlação dos mecanismos de desgaste das amostras**

As amostras foram produzidas de maneira similar, cada uma com suas características de pós e processamento, onde desenvolveram características particulares com relação à porosidade e dureza do produto acabado.

Ouve uma severidade com que o mecanismo de abrasão atuante agiu sobre a amostra, e esse comportamento de resistência ao desgaste está relacionado à dureza e porosidade individual de cada amostra, onde em análise foi evidenciado que essa porosidade teve influência no processo de arrancamento da partícula dura. Quanto mais poroso, mais fácil e evidente, em questão de quantidade, foi o surgimento de crateras.

Todas as amostras apresentaram um nível de riscamento, mais ou menos evidentes.

Todas as amostras apresentaram múltiplas indentações ao longo de toda a superfície, indicando que o mecanismo de desgaste por rolamento é o principal meio de desgaste.

A dureza das amostras permitiu que as partículas de carbonetos resistissem ao desgaste, onde é possível observar em todas as amostras, um formato arredondado das partículas de carbonetos, evidenciando esse desgaste.

Dentre as amostras, a 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> apresentou um maior nível de desgaste devido a grande presença de poros e dureza inferior as demais e por apresentar aglomerado de carboneto de cromo, assim o mecanismo de desgaste facilmente arrancou as partículas do material, bem como maior foi a severidade do mecanismo de rolamento.

A amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C, apesar de apresentar uma porosidade relativamente muito evidente, teve bom comportamento em resistência ao desgaste, que pode ser atribuído ao reforço de molibdênio ao aglutinante níquel, que pode ter contribuído para a resistência a remoção preferencial do níquel, bem como sua boa dureza.

A amostra de metal duro convencional 90WC-10Co apesar do baixo índice de poros, e bem distribuídos, teve um comportamento de desgaste próximo a amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C, que pode ser atribuído ao fato de que a remoção preferencial do ligante cobalto resultou em inúmeras perdas de partículas duras ao longo da distância deslizada, com ação severa do mecanismo de rolamento, porém foi resistente ao mecanismo de riscamento que é menos evidente na superfície de desgaste se comparado a amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C.

A amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al, obteve melhor desempenho a resistência ao desgaste, sofrendo a mesma ação dos mecanismos das demais amostras. Pouco foi observado alguma presença de arrancamento de partículas com formação de cratera, os mecanismos de riscamento e rolamento são evidentes e esse comportamento de resistência está ligado a qualidade que essa amostra tem, com baixo índice de porosidade, bem distribuído e boa dureza. Segundo Correa, Santos e Klein (2016) esta liga apresentou regiões onde não há acúmulo de aglutinante assim apresentaram caminho livre médio menor e uma dispersão mais fina. Sendo o caminho livre médio a espessura média do ligante entre os grãos de WC, esse será mais resistente ao dano causado pelo abrasivo (VILHENA *et al.*, 2016). A análise EDS para esta liga não foi observado acúmulo de aglutinante, assim essa característica pode ter contribuído para o aumento na resistência ao desgaste evitando o desgaste preferencial do níquel, evitando assim a formação de crateras caracterizada pelo arrancamento de grandes proporções de partículas dura.

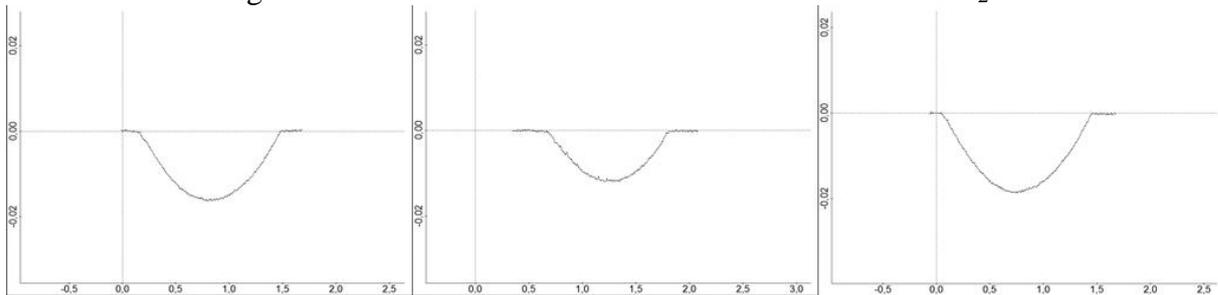
#### 4.4 Perfilometria das crateras de desgaste

Foi elaborado um estudo complementar através de imagens do perfil da cratera, no intuito de comprovar a precisão das medidas. Sabe-se que na microscopia óptica usada no Tribometro TE66 junto com o software *Infinity Analyze* podem apresentar dificuldade de precisão conforme descrito na seção 2.5.4. Essas imagens foram obtidas após o procedimento de microabrasão, por meio do perfilômetro a laser Perthometer Concept, assim foi obtido perfis da cratera final de desgaste.

As medidas da profundidade e diâmetro final das crateras de desgaste foram feitas utilizando o software *Image J*, na Figura 38, Figura 39, Figura 40 e Figura 41 obtidas por perfilometria e comparadas com o diâmetro aferido via microscopia óptica. Os resultados se encontram no Quadro 4.

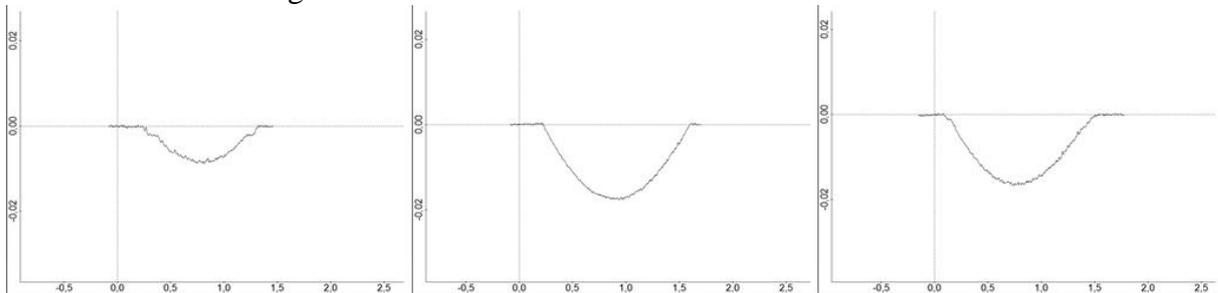
A profundidade das crateras foi obtida utilizando o software *Image J* nas medidas de perfilometria. Essa profundidade pode ser calculada teoricamente utilizando a Equação 3.

Figura 38 – Perfil das crateras da amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C



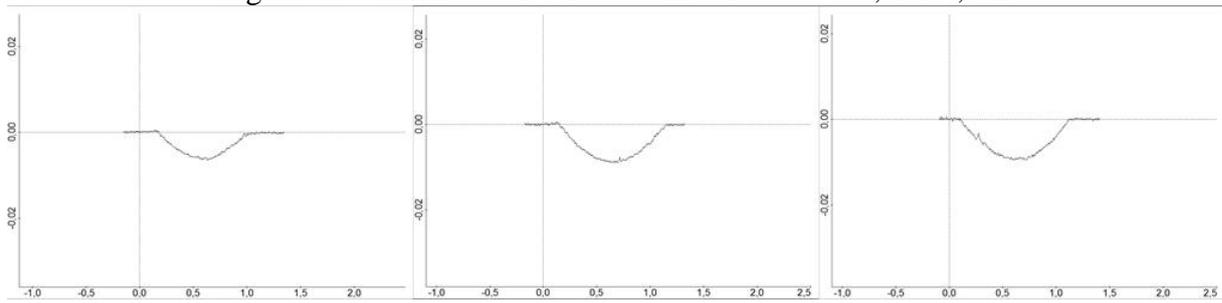
Fonte: Autor

Figura 39 – Perfil das crateras da amostra 90WC-10Co

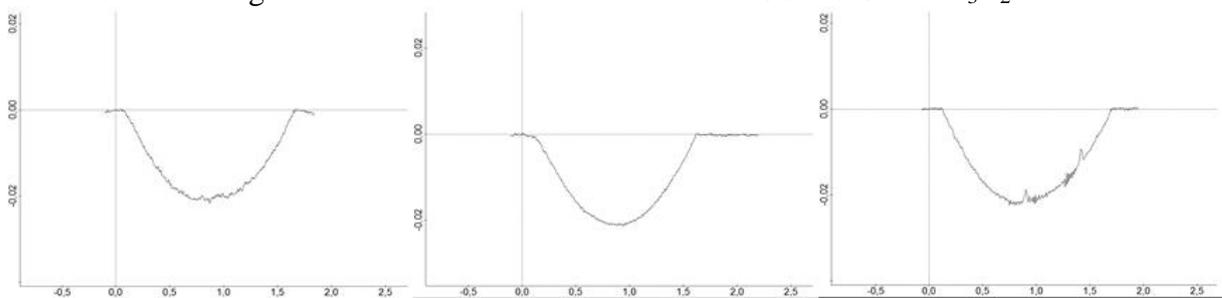


Fonte: autor

Figura 40 – Perfil das crateras da amostra 90WC-9,5Ni-0,5Al



Fonte: autor

Figura 41 – Perfil das crateras da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>

Fonte: autor

Quadro 4 – Comparação do diâmetro por aferido por microscopia óptica e perfilometria

AMOSTRA	DIÂMETRO MICROSCOPIA ÓPTICA (mm)	DIÂMETRO PERFILOMETRIA (mm)	VARIAÇÃO PERCENTUAL DO DIÂMETRO (%)	PROFUNDIDADE PERFILOMETRIA (mm)
90WC-8Ni-2Mo2C "MOLIBDÊNIO"	1,4552	1,3220	9,2	0,016
	1,2997	1,1520	11,4	0,012
	1,4718	1,3980	5,0	0,019
90WC-10CO "METAL DURO CONVENCIONAL"	1,2010	1,0690	11,0	0,009
	1,4592	1,3750	5,8	0,018
	1,5086	1,3870	8,1	0,017
90WC-9,5Ni-0,5Al "ALUMÍNIO"	1,1858	0,8360	29,5	0,007
	1,2077	1,0110	16,3	0,009
	1,2268	1,0080	17,8	0,009
90WC-8Ni-2Cr2C3 "CROMO"	1,7553	1,5830	9,8	0,022
	1,6698	1,4870	11,0	0,021
	1,6379	1,5690	4,2	0,022

Fonte: Autor

A análise perfilométrica das crateras indica grande semelhança entre elas. A profundidade da cratera evidencia a penetração da esfera no qual resulta em maior profundidade quando maior também for diâmetro da cratera. Porém um fator importante nesse processo deve ser levado em consideração, que é a planicidade da superfície da esfera

conforme seu uso, o que pode estar ligado a profundidade da cratera, podendo a mesma ser menos profunda e apresentar diâmetros semelhantes (próximos), isso acontece, pois um plano formado na superfície da esfera resultará em uma menor penetração no corpo de prova.

Wang *et al.* (2019) em seu estudo mostra que a largura e a profundidade das crateras medidas por perfilometria estão ligadas a granulometria do metal duro ensaiado, onde os compósitos fabricados com grãos mais refinados tiveram menor diâmetro de cratera e menor profundidade de penetração comparado aos compósitos fabricados com granulometria menos refinadas. Esse fato se relaciona a dureza do material que aumenta com o refino de grão.

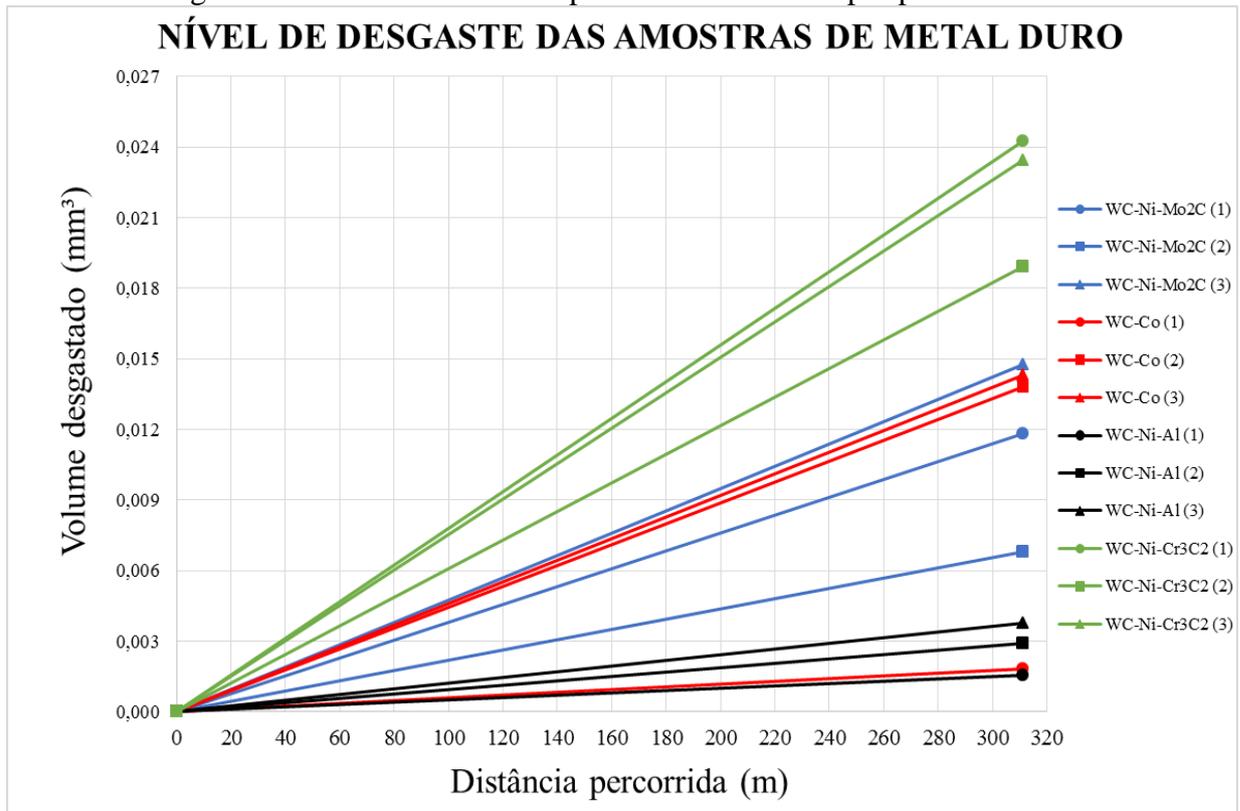
É possível observar que em todas as situações ocorre a presença do fenômeno scuffing que é uma pequena erosão na borda da calota, que induz ao erro na aferição do diâmetro real, porém as aferições deste trabalho foram levadas em consideração esse fenômeno ao medir. Contudo, a aferição das crateras é manual e varia de operador para operador. O scuffing para Cozza (2011) em seu estudo diz ser um fenômeno ainda pouco compreendido pela comunidade acadêmica.

Observam-se também linhas de rugosidade ao longo de toda a curvatura, mais acentuadas no centro e em uma das extremidades da cratera, o que indica observando as imagens em microscopia eletrônica de varredura (MEV) a posição do riscamento, onde se nota rugosidade por inspeção visual em todas as amostras, essas marcas também são notadas em estudos anteriores por Cozza (2015), Esteves (2018) e Marques (2018), se trata então da rugosidade superficial formada pelo desgaste abrasivo. A cratera 3 da amostra 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> se destaca por apresentar picos com amplitude elevadas, esses picos são associados ao fenômeno ridging, que pode ser descrito como uma elevação. Em estudo anterior feito por Cozza (2011) diz que em certo momento as partículas da lama abrasiva seguem por caminhos preferenciais, assim deixando de atuar entre a esfera e a amostra, levando a um contato direto entre os mesmos, assim formando os ridges.

Os diâmetros medidos por perfilometria de todas as crateras resultaram em menor tamanho que os medidos por microscopia óptica. O Quadro 4 os relaciona. Devido aos erros inerentes do processo óptico, pode-se dizer que a perfilometria é um meio com melhor precisão dimensional para constatar essas medidas.

Avaliando o desempenho pelo volume perdido, que é calculado em função do diâmetro da cratera, as amostras mantiveram os mesmos resultados de comportamento comparadas as aferições por microscopia óptica e desempenho comparadas entre si, como mostra a Figura 42.

Figura 42 – Gráfico de volume perdido final medido por perfilometria



Fonte: autor

## 5 CONCLUSÃO

Este trabalho avaliou o desempenho ao desgaste abrasivo severo em ligas de metal duro a base de níquel e relacionou a resistência ao desgaste com o metal duro convencional a base de cobalto. O emprego do ligante níquel em questão visou avaliar a viabilidade de ser usado como substituto do cobalto.

O Ensaio microabrasivo se mostrou um ensaio eficiente para avaliar amostras de metal duro submetidas a um teste de desgaste do tipo abrasivo.

As amostras apresentaram micromecanismos de desgaste de acordo com o esperado, para as condições impostas. Os mecanismos de desgaste presente foram o riscamento, rolamento e arrancamento de partículas;

A amostra que apresentou melhor desempenho quando comparada ao 90WC-10Co foi a 90WC-9,5Ni-0,5Al, isso se deve a qualidade do compósito, com baixo índice de porosidade, dureza relativamente alta e pequeno caminho livre médio. Já a amostra que apresentou menor desempenho foi a 90WC-8Ni-2Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, por conter alto índice de porosidade, menor dureza e tamanho de partícula maior que favoreceu no desgaste. A amostra 90WC-8Ni-2Mo<sub>2</sub>C apresentou um comportamento de resistência bem próximo, apesar de conter certo nível de porosidade seu carboneto auxiliar colaborou na contenção do desgaste.

Diante de desempenho apresentado foi possível provar a viabilidade da substituição do cobalto por níquel em metais duros desde que acrescidos de carbonetos e controle de porosidade para melhorar o desempenho do produto.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Comparar os efeitos dos mecanismos de desgaste em ensaio microabrasivo nos metais duros utilizando lama abrasiva com alumina e lama abrasiva com diamante;
- Avaliar a influência e o efeito hidrodinâmico no ensaio microabrasivo de metais duros utilizando lama abrasiva com alteração de viscosidade;
- Avaliar efeitos na variação de carga e variação da concentração de abrasivos na lama em ensaio microabrasivo de metais duros.
- Avaliar a severidade dos mecanismos de desgaste com a distância de deslizamento para carga normal constante;
- Avaliar a influência do material da esfera de desgaste com variação de dureza em ensaios microabrasivo em metais duros;
- Avaliar influência de revestimento de alta dureza como um material nitretado na esfera de desgaste e a resposta dos mecanismos de desgaste de metais duros usando ensaio microabrasivo;
- Realizar as condições de desgaste desse estudo alterando o processamento dos metais duros, para um processo com melhor viabilidade, empregando a moagem de alta energia.

## 7 BIBLIOGRAFIA

ACCURATUS. Nitreto de alumínio, Material Características AIN. Disponível em: <[accuratus.com/alumni.html](http://accuratus.com/alumni.html)> Acesso em: 8 jun 2022 às 9:53.

ADACHI, K., HUTCHINGS, I. M. Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. *Wear*, 23 – 29, 255, 2003.

ALLEN, C.; M. SHEEN; J. WILLIAMS; V.A. PUGSLEY. The wear of ultrafine WC–Co hard metals. *Wear*, v. 250, n. 1-12, p. 604-610, 2001.

ALMOND, E. A.; ROEBUCK, B. Identification of Optimum Binder Phase Compositions for Improved WC Hard Metals. *Materials Science and Engineering A*, v. 105/106, p. 237-248, 1988.

AMANCIO, Daniel Assis. PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO METAL DURO – CARBONETO DE TUNGSTÊNIO (WC) COM ADIÇÃO DE AÇO INOXIDÁVEL AISI316L COMO SUBSTITUINTE DO COBALTO. 2018. 161 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2018.

ARDILA, M. A. N.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B. Influence of the ball material on friction and wear in microabrasion tests. *Wear*, v. 450, p. 203266, 2020.

ASM Internacional. *Metals Handbook - Powder Metal Technologies and Applications*. Materials Park, Ohio : ASM Internacional, Vol. 7, 1990.

ASTM G99-05: Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus. American Society for Testing and Materials. ASM Society. Estados Unidos, 5 p, 2010.

AZEVEDO, Luís André Xavier Pinto de. Desenvolvimento de um ferro fundido branco fortemente ligado ao Vanádio e ao Manganês resistente ao desgaste e ao choque. 2010. 76 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado Integrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, 2010.

B. Standard, Advanced technical ceramics - Methods of test for ceramic coatings, in "Part 6: Determination of the abrasion resistance of coatings by a micro-abrasion wear test" (BS EN 1071-6, 2007) p. 4-13.

BALBINO, N. A. N.; CORREA, E. O.; VALERIANO, L. C.; AMÂNCIO, D. A. Microstructure and mechanical properties of 90WC-8Ni-2Mo2C cemented carbide developed by conventional powder metallurg. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, v. 68, p.49-53, 2017.

BALBINO, Nádia Alves Nery. Caracterização Microestrutural e Mecânica dos Metais Duros WC-Ni-Mo e WC-Ni-Cr. 2016. 90 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2016.

BALBINO, Nádia Alves Nery; CORREA, Edmilson Otoni; VALERIANO, Lívio de Carvalho. Development of the 90WC-8Ni-2Cr3C2 cemented carbide for engineering applications. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 99, n. 5, p. 1653-1660, 2018.

BALDACIM, S. A. *et al.* Estudo do nitreto de alumínio para aplicações termo-mecânicas. Cerâmica, v. 51, p. 349-353, 2005.

BATISTA, J. C. A.; GODOY, C.; MATTHEWS, A. Micro-scale abrasive wear testing of duplex and non-duplex (single-layered) PVD (Ti, Al) N, TiN and Cr-N coatings. Tribology international, v. 35, n. 6, p. 363-372, 2002.

BONNY, K.; DE BAETS, P.; PEREZ, Y.; VLEUGELS, J.; LAUWERS, B. Friction and wear characteristics of WC-Co cemented carbides in dry reciprocating sliding contact. Wear 268 (2010) 1504–1517, v. 268, p. 1504–1517, 2010.

BRAGA, N. A.; FERREIRA, N. G.; CAIRO, C. A. A. Obtenção de Titânio Metálico com Porosidade Controlada por Metalurgia do Pó. Química Nova, v. 30, n. 2, p. 450-457, 2007.

CABRAL, André Bittencourt. Avaliação da influência de adições de molibdênio, ferro e cromo no comportamento de sinterização e nas propriedades mecânicas do metal duro à base de níquel. Universidade Federal de Santa Catarina. Dissertação de Mestrado. Florianópolis. 2014.

CHEN, H.; C. XU; Q. ZHOU; I. M. HUTCHINGS; P. H. SHIPWAY; J. Liud. Micro-scale abrasive wear behaviour of HVOF sprayed and laser-remelted conventional and nanostructured WC–Co coatings. *Wear*, v. 258, n. 1-4, p. 333-338, 2005.

CORREA Edmilson Otoni. AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE DE LIGAS DESENVOLVIDAS PARA SOLDA DE REVESTIMENTO DURO PARA USO SOB CONDIÇÕES ALTAMENTE ABRASIVAS. 2005. 171 f. Tese (Doutorado em Engenharia dos Materiais) - Universidade Federal De São Carlos, São Carlos, SP, 2005.

CORREA, Edmilson Otoni *et al.* DESENVOLVIMENTO DE METAIS DUROS WC-Ni-Si PARA APLICAÇÕES DE ENGENHARIA. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, [S.L.], v. 6, n. 3, p. 162-166, 2010.

CORREA, Edmilson Otoni. AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE DE LIGAS DESENVOLVIDAS PARA SOLDA DE REVESTIMENTO DURO PARA USO SOB CONDIÇÕES ALTAMENTE ABRASIVAS. 2005. 171 f. Tese (Doutorado em Engenharia dos Materiais) - Universidade Federal De São Carlos, São Carlos, SP, 2005.

CORREA, Edmilson Otoni; SANTOS, Júlio Navarro; KLEIN, Aloisio Nelmo. DESENVOLVIMENTO DE METAIS DUROS WC-Ni-Si PARA APLICAÇÕES DE ENGENHARIA. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, [S.L.], v. 6, n. 3, p. 162-166, 2010.

CORREA, Edmilson Otoni; SANTOS, Júlio Navarro; KLEIN, Aloisio Nelmo. Microstructure and mechanical properties of WC–Ni–Al based cemented carbides developed for engineeri. *Journal International Journal Of Materials Research*, München , 102 (2011), p. 1369-1373, ago. 2011.

CORREA, Edmilson Otoni; VALERIANO, Lívio de Carvalho; BALBINO, Nádia Alves Nery; SANTOS, Júlio Navarro. Microstructure and Mechanical Properties of WC-Ni-Mo<sub>2</sub>C Cemented Carbide Developed by Powder Metallurgy. In: 16TH INTERNATIONAL CONFERENCE METAL FORMING, 16., 2016, Krakow. Researchgate, 2016.

CORREA, Edmilson Otoni; VALERIANO, Lívio de Carvalho; SANTOS, Júlio Navarro. SINTERIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO METAL DURO 90WC-8Ni-2Cr3C2 OBTIDO POR METALURGIA DO PÓ CONVENCIONAL. In: CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA, 8., 2014, Uberlândia. ANAIS CONEM 2014. [S.L.]: Abcm, 2014.

COSENTINO, Pedro Augusto de Souza Lopes. Efeito de Carbonetos Metálicos na Sinterização do Carboneto de Boro por Prensagem a Quente. Tese. COPPE:UFRGS, 2006.

COZZA, R. C. A study on friction coefficient and wear coefficient of coated systems submitted to micro-scale abrasion tests. Surface and Coatings Technology, v. 215, p. 224-233, 2013.

COZZA, R. C. Estudo do desgaste e atrito em ensaios micro-abrasivos por esfera rotativa fixa em condições de força normal constante e pressão constante. 2011. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

COZZA, R.C.; MELLO, J.D.B. de; TANAKA, D.K.; SOUZA, R.M.. Relationship between test severity and wear mode transition in micro-abrasive wear tests. Wear, [S.L.], v. 263, n. 1-6, p. 111-116, set. 2007.

COZZA, R.C.; TANAKA, D.K.; SOUZA, R.M.. Friction coefficient and abrasive wear modes in ball-cratering tests conducted at constant normal force and constant pressure—Preliminary results. Wear, [S.L.], v. 267, n. 1-4, p. 61-70, jun. 2009.

COZZA, Ronaldo Câmara. Effect of pressure on abrasive wear mode transitions in micro-abrasive wear tests of WC-Co P20. Tribology International, [S.L.], v. 57, p. 266-271, jan. 2013.

COZZA, Ronaldo Câmara. Effect of sliding distance on abrasive wear modes transition. *Journal Of Materials Research And Technology*, [S.L.], v. 4, n. 2, p. 144-150, abr. 2015.

COZZA, Ronaldo Câmara. Third abrasive wear mode: is it possible?. *Journal Of Materials Research And Technology*, [S.L.], v. 3, n. 2, p. 191-193, abr. 2014.

DESHPANDE, P. K.; LIN, R. Y. Wear resistance of WC particle reinforced copper matrix composites and the effect of porosity. *Materials Science and Engineering: A*, v. 418, n. 1-2, p. 137-145, 2006.

ESTEVEZ, Pâmella Jureves. INFLUÊNCIA DA NATUREZA DO CONTRA CORPO, DA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DAS PARTÍCULAS ABRASIVAS E DA VEL. 2018. 111 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2018.

FERNANDES, C. M.; SENOS, A. M. R. Cemented carbide phase diagrams: A review. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 29, p. 405–418, 2011.

GANT, A. J.; GEE, M. G. A review of micro-scale abrasion testing. *Journal of Physics D: Applied Physics*, v. 44, n. 7, p. 073001, 2011.

GEE, M.G.; GANT, A.; HUTCHINGS, I.M.; BETHKE, R.; SCHIFFMAN, K.; VAN ACKER, K.; POULAT, S.; GACHONF, Y.; VON STEBUT, J. progress towards standardisation of ball cratering. *Wear*, p. 1-13, 2003.

GERMAN, R.M. *Powder Metallurgy Science*. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, p.113-144, 1984.

GILLE, G. *et al.* Submicron and ultrafine grained hardmetals for microdrills and metal cutting inserts. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v. 20, p. 3-22, 2002.

GILLE, G.; BREDTHAUER, J. GRIES, B.; MENDE, B.; HEINRICH, W., Advanced and new grades of WC and binder powder - their properties and application. *Refractory Metals and Hard Materials*, V.18, p. 87-102, 2000.

GOMEZ, V. A.; MACÊDO, M. C.; SOUZA, R. M.; SCANDIAN, C. Effect of abrasive particle size distribution on the wear rate and wear mode in micro-scale abrasive wear tests. *Wear*, v. 328, p. 563-568, 2015.

GUO, Zhixing. *et al.* Effect of Mo<sub>2</sub>C on the microstructure and properties of WC–TiC–Ni cemented carbide. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v. 26, p. 601–605, 2008a.

GUO, Zhixing. *et al.* WC–TiC–Ni cemented carbide with enhanced properties. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 465, p. 157–162, 2008b.

HALE, T. E. Sintering of cemented carbides. *ASM Metals Handbook*, v. 7, p. 385, 1998.

HARTSTARK. Níquel ou cobalto? Saiba qual é o melhor ligante para o ‘metal duro’. Disponível em: <https://hartstark.com/2019/07/19/metal-duro-qual-ligante-escolher-ni-ou-co/>. Acesso em: 1 dez. 2020.

HOLLECK, H. Constitutional Aspects in the Development of New Hard Materials. *Science of Hard Materials*. Ed. Plenum Press, New York, p 849-858, 1981.

HUANG, S. G. *et al.* NbC as grain growth inhibitor and carbide in WC–Co hardmetals. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v. 26, p. 389–395, 2008.

HUTCHINGS, I; SHIPWAY, Philip. *Tribology: friction and wear of engineering materials*. Butterworth-Heinemann, 2017.

JIANG, G.; ZHUANG, H.; LI, W. Field-activated, pressure-assisted combustion synthesis of tungsten carbide–nickel composites. *Materials Letters*, v. 58, p. 2855–2860, 2004.

JIANG, G.; ZHUANG, H.; LI, W. Parameters investigation during simultaneous synthesis and densification WC/Ni composites by field-activated combustion. *Materials Science and Engineering A*, v. 360, p. 377-384, 2003.

KAEFER, Lígia Fernanda. Análise do Comportamento Eletroquímico de Revestimento de carboneto de Tungstênio Cimentado Obtido por Aspersão Térmica. Dissertação. Universidade Federal do Paraná, 2004.

KELLY, D. A.; HUTCHINGS, I. M. A new method for measurement of particle abrasivity. *Wear*, p. 76-80, 2001.

KEMP, P. B.; GERMAN, R. M. Grain growth in liquid-phase-sintered W-Mo-Ni-Fe alloys. *Journal of the Less-Common Metals*, v. 175, p. 353-368, 1991.

KLEIN, A. N.; SALCEDO, R.; ARROYO, I. K. Aços sinterizados de Elevada Resistência Contendo Nb, Mo, Mn e Si. 7º CBECIMAT. Florianópolis. 1986. p. 351 – 355.

KRISHNA, B. V.; MISRA, V. N.; MUKHERJEE, P. S.; SHARMA, P. Microstructure and properties of flame sprayed tungsten carbide coatings. *Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 20, p. 355-374, 2002.

KULOV, A.; GUSEV, A. Phase Equilibria in the W-C System and Tungsten Carbides. *J. Phys. Cs.*, Vol. 75, p. 687-708, 2006.

KURLOV A.S. AND A. I. GUSEV, Tungsten Carbides and W–C Phase Diagram. *Inorganic Materials*, 42: p. 121–127, (2006).

LEI, Y.; WU, E. Sintering characteristics and microstructure of WC-Co-VC/Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> ultrafine cemented carbides. *Rare Metals*, v. 28, n. 5, p. 482-486, 2009.

LI, G., PENG, Y., YAN, L., XU, T., LONG, J., & LUO, F. Effects of Cr concentration on the microstructure and properties of WC-Ni cemented carbides. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 9, n. 1, p. 902-907, 2020.

LIMA, Maria José Santos. Síntese de pós compósitos nanoestruturais WC-Ni por carborredução do apt com  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e sua sinterização em forno a vácuo e via sps. 2017. 183 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017.

LIU, Y.; WANG, H.; LONG, Z.; LIAW, P. K.; YANG, J.; HUANG, B. Microstructural evolution and mechanical behaviors of graded cemented carbides. *Materials Science and Engineering - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, v. 426, p. 346-354, 2006.

LOU, D.; HELLMAN, J.; LUHULIMA, D.; LIIMATAINEN, J. E LINDROOS, V. K. Interactions between tungsten carbide (WC) particulates and metal matrix in WC-reinforced composites. *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 340, p. 155-162, 2003.

MACHADO, Álisson Rocha. Teoria da usinagem dos materiais. São Paulo: Editora Edgard Blucher Ltda, 2009.

MARI, D.; BOLOGNINI, S.; VIATTE T. e BENOIT, W. Study of Mechanical Properties of TiCN-WC-Co Hardmetals by the Interpretation of Internal Friction Spectra. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 19, p. 257-265, 2001.

MARQUES, B. J. J. O aço inoxidável como ligante no metal duro. Universidade de Aveiro. Dissertação de mestrado. Aveiro. 2010.

MARQUES, Flávio Parreiras. Comportamento tribológico de três superligas de cobalto em ensaios de microabrasão. 2018. 139 f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Engenharia Metalúrgica e Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

MELO, P. S. *et al.* Efeito do tipo de solvente na morfologia do compósito WC-Co. 68º Congresso Anual da ABM - Internacional. Belo Horizonte- MG: [s.n.]. p. 1077-1081. 2013.

MINATTO, R. M. *et al.* Estudo comparativo da resistência ao desgaste abrasivo de baixa tensão de três ligas metálicas aplicadas em revestimento duro sobre aço manganês hadfield. *Brazilianjournal Of Development*. Curitiba, v 6, p. 84267-84278. nov. 2020.

NOLAN, D. J.; SAMANDI, M. Revealing True Porosity in WC-Co Thermal Spray Coatings. *Journal of Thermal Spraying Technology*, Vol. 4, No. 6, p. 422- 424, 1997.

NORDGREN, A.; MELANDER, A.. Influence of Porosity on Strength of WC–10%Co Cemented Carbide. *Powder Metallurgy*, [S.L.], v. 31, n. 3, p. 189-200, jan. 1988. Informa UK Limited.

OLIVEIRA, Gerlânea Silva de. Estudo e Caracterização de Compósitos de Metal Duro com Adição de Ni (WC-Ni). 2016. 83 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2016.

PENRICE, T. W. Alternative Binders for Hard Metals. *Journal Materials Shaping Technology*, New York, v. 5, n. 1, p. 35-39, 1987.

PIRES, Soraia Sandra. ASPECTOS TRIBOLÓGICOS DE REVESTIMENTO DIAMOND-LIKE CARBON SOBRE A SUPERFÍCIE DE AÇO RÁPIDO AISI M2. 2018. 113 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2018.

PLUCKNETT, K. P.; TIEGS, T. N.; ALEXANDER, K. B.; BECHER, P. F.; SCHNEIBEL, J. H.; WATERS, S. B. e MENCHHOFER, P. A. Intermetallic Bonded Ceramic Matrix Composite. Metals and Ceramics Division. International Symposium on Advanced Ceramics for Structural and Tribological Applications, Vancouver, Canadá, 1995.

PRAKASH, L.; HOLLECK H.; THÜMMLER, F. e SPRIGGS, G. E. WC Cemented Carbides with Improved Binder Alloys. Towards Improved Performance of Tool Materials. *The Metals Society*, p. 118-121, 1982.

RIBAS, H I. Resistência ao Desgaste Abrasivo de Metais Duros Sem Cobalto. 1991. 63 f. Dissertação de Mestrado (Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 1991.

RODRIGUES, W. C.; MARTINS, V.; SCHAEFFER, L. Influência da temperatura de sinterização nas propriedades do compósito WC-6%Co. 64° Congresso Anual da ABM. Belo Horizonte, MG, Brasil: Anais do 64° Congresso Anual da ABM. 2009. p. 1-10.

RONG, H. *et al.* Microstructure and mechanical properties of ultrafine WC–Ni– VC–TaC–cBN. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 29, p. 733–738, 2011.

RONG, H. *et al.* Ultrafine WC–Ni cemented carbides fabricated by spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering A*, v. 532, p. 543– 547, 012.

SADANGI, R. K.; VORONOV, O. A. e KEAR, B. H. WC-Co-Diamond Nano- Composites. *Nanostructured Materials*, Vol. 12, p. 1031-1034, 1999.

SALEIRO, Gisele Teixeira; GONÇALVES, Danilo Correa; COSTA, Célio Albano da; CAMPOS, José Brant de; LIMA, Eduardo de Sousa. COMPORTAMENTO MECÂNICO DO SIC ADITIVADO COM  $Al_2O_3$  E  $Y_2O_3$  PRODUZIDOS PELA SÍNTESE POR COMBUSTÃO AUTOSSUSTENTÁVEL À ALTA TEMPERATURA. *Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração*, [S.L.], v. 15, n. 2, p. 96-102, 2018. Editora Cubo.

SANTOS, J. N. Desenvolvimento de metais duros sem cobalto. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1990.

SANTOS, J. N.; KLEIN, A. K.; SNOEIJER, B. Desenvolvimento de metal duro sem cobalto. Parte I - Características básicas da fase ligante. *Anais do 9º CBECIMAT. Águas de São Pedro - SP: [s.n.]. 1990b. p. 812-815*

SCHIFFMANN, K. I.; BETHKE, R.; KRISTEN, N. Analysis of perforating and non-perforating micro-scale abrasion tests on coated substrates. *Surface and Coatings Technology*, v. 200, n. 7, p. 2348-2357, 2005.

SCHWARZKOPF, P.; KIEFFER, R. Cemented carbides. Annual Review of Materials Science New York, 1986.

SHI, Kai-hua *et al.* Effect of adding method of Cr on microstructure and properties of WC–9Ni–2Cr cemented carbides. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 38, p. 1–6, 2013.

SHIPWAY, P. H.; HOGG, J. J. Dependence of microscale abrasion mechanisms of WC-Co hardmetals on abrasive type. *Wear*, v. 259, n. 1-6, p. 44-51, 2005.

SILVA, José Ferreira. Estudo da Síntese de Pós Compósitos do Sistema Ta-Cu. Dissertação. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2008.

SOUSA, Marcio Marcelo Sampaio de. Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio AA6061 por Metalurgia do Pó via Moagem de Alta Energia e Sinterização a Vácuo. 2012. 129 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2012.

STACHOWIAK, G. B.; STACHOWIAK, G. W. Tribological characteristics of WC-based claddings using a ball-cratering method. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 28, n. 1, p. 95-105, 2010.

STACHOWIAK, G. B.; STACHOWIAK, G. W.; BRANDT, J. M. Ball-cratering abrasion tests with large abrasive particles. *Tribology international*, v. 39, n. 1, p. 1-11, 2006.

SUN, Lan. *et al.* doped ultrafine WC–Co cemented carbides prepared by spark. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 29, p. 147–152, 2011.

SUN, Lan. *et al.* Effects of Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> additions on the densification, grain growth and properties of ultrafine WC–11Co composites by spark plasma sintering. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v. 26, p. 357–361, 2008.

SURYANARAYANA C. AND N. A. AQEELI, Mechanically alloyed nanocomposites. *Progress in Materials Science*, 58: p. 383 – 502, 2013.

SURYANARAYANA C., Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46: p. 1 - 184, 2001.

SUSKI, C. A. Estudo do efeito de tratamentos e revestimentos superficiais na vida de ferramentas de conformação mecânica à frio. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 88. 2004.

TAHERI-NASSAJ, E.; MIRHOSSEINI, S. H. An in situ WC–Ni composite fabricated by the SHS method. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 142, p. 422–426, 2003.

THUMMLER, F.; OBERACKER, R., An Introduction to Powder Metallurgy. Michigan: The Institute of Materials, 1993, p. 332.

TORRES, Camila dos Santos. ESTUDO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA E SINTERIZAÇÃO DE METAL DURO WC-NI. 2009. 81 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009

TRACEY, V. A. Nickel in hardmetals. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 11, p. 137-149, 1992.

TRACEY, V. A. Nickel in Hardmetals. *Refractory Metals and Hard Materials*, Solihull, West Midlands, UK, p. 137-149, 1992.

TREZONA R. I.; ALLSOPP, D.N.; HUTCHINGS, I.M. Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test; *Wear*, V. 225, p. 205-214, 1999.

TREZONA, R. I.; HUTCHINGS, I. M. Three-body abrasive wear testing of soft materials. *Wear*, v. 233, p. 209-221, 1999.

UPADHYAYA G. S. Cemented tungsten carbides - Production, properties and testing. Noyes Publications, Westwood, NJ, 1998.

VALERIANO, Lívio de Carvalho. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE DE METAIS DUROS WC-Ni. 2017. 103 f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Materiais Para Engenharia, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2017.

VASSEN, Robert; STÖVER, Detlev. Processing and Properties of Nanograin Silicon Carbide. Journal Of The American Ceramic Society, [S.L.], v. 82, n. 10, p. 2585-2593, 21 dez. 2004. Wiley.

VILHENA, L. M., FERNANDES, C. M., SOARES, E., SACRAMENTO, J., SENOS, A. M. R., & Ramalho, A. (2016). Abrasive wear resistance of WC-Co and WC-AISI 304 composites by ball-cratering method. Wear, 346, 99-107.

WANG, H. GEE, M. QIU, Q. ZHANG, H. LIU, X. NIE, H. SONG X. NIE, Z. Grain size effect on wear resistance of WC-Co cemented carbides under different tribological conditions. Journal of Materials Science & Technology, v. 35, n. 11, p. 2435-2446, 2019.

WILHELM, Matthias; KORNFELD, Martin; WRUSS, Werner. Development of SiC-Si composites with fine-grained SiC microstructures. Journal Of The European Ceramic Society, [S.L.], v. 19, n. 12, p. 2155-2163, out. 1999.