



UFES – UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO  
CT – CENTRO TECNOLÓGICO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**GABRIEL HADDAD SOUZA GAVA**

**MICROPENETRAÇÃO INSTRUMENTADA EM COMPÓSITOS  
DE MATRIZ METÁLICA À BASE DE TUNGSTÊNIO  
EMPREGADOS EM COROAS DE PERFURAÇÃO  
UTILIZADAS EM SONDAÇÃO MINERAL**

VITÓRIA, 2010

Dados Internacionais de Catalogação-na-publicação (CIP)  
(Biblioteca Central da Universidade Federal do Espírito Santo, ES, Brasil)

---

G279m Gava, Gabriel Haddad Souza, 1986-  
Micropenetração instrumentada em compósitos de matriz metálica à base de tungstênio empregados em coroas de perfuração utilizadas em sondagem mineral / Gabriel Haddad Souza Gava. – 2010.  
123 f. : il.

Orientador: Cherlio Scandian.  
Coorientador: Roberto Martins de Souza.  
Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) –  
Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Resinas compostas. 2. Tungstênio - Minas e mineração.  
3. Microabrasão (Engenharia). I. Scandian, Cherlio. II. Souza, Roberto Martins de. III. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Tecnológico. IV. Título.

CDU: 621

---

- i -

## **DEDICATÓRIA**

A José Augusto Gava, Vera Maria Haddad Souza, Clara Haddad Souza Gava e Camille Lopes Negreiros.

- ii -

## **AGRADECIMENTOS**

A Cherlio Scandian, Marcelo Camargo Severo de Macêdo, Maria José Soares, Roberto Martins de Souza, Leandro Justino de Paula, María Cristina Moré Farias e Fernanda Peruzzo Benincá.

## RESUMO

Este trabalho tem o objetivo de avaliar uma possível relação entre as propriedades mecânicas calculadas a partir dos dados de micropenetração instrumentada e o comportamento sob desgaste microabrasivo dos compósitos à base de tungstênio (W) infiltrados por latão, usados em coroas diamantadas utilizadas em sondagem mineral. As amostras dos compósitos de tungstênio foram sinterizadas com combinações de diferentes tamanhos de partículas W e adições de ligas à base de outros elementos, além de adições de abrasivos secundários (SiC). Após a preparação metalográfica, as amostras foram analisadas em um micropenetrador instrumentado com um penetrador do tipo Vickers. As fases foram penetradas com uma carga de 30 mN, exceto o carbeto de silício, com carga de 250 mN. As curvas geradas a cada penetração permitiram calcular a microdureza e o módulo de elasticidade para cada fase. Estes resultados foram comparados com os coeficientes de desgaste microabrasivo dimensionais obtidos em um trabalho anterior, através de ensaios de microabrasão com lamas abrasivas à base de carbeto de silício, sílica e hematita, efetuados com equipamento do tipo Calowear. Foi observada uma diminuição na microdureza conforme o tamanho dos grãos de tungstênio aumenta. Para a lama abrasiva contendo SiC, uma diminuição no coeficiente de desgaste microabrasivo se seguiu à diminuição na microdureza do tungstênio. O oposto foi observado com a lama de SiO<sub>2</sub>, enquanto, para a lama de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, nenhuma correlação clara foi obtida. Também é importante dizer que o efeito da dureza do latão infiltrado (fase aglutinante) tornou-se mais significativa nos ensaios com as pastas de SiO<sub>2</sub> e de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Quando as ligas à base de outros elementos são adicionadas, para o abrasivo SiC, o aumento da plasticidade do latão aumenta o desgaste, porque as deformações plásticas são aumentadas, levando em consideração a relação  $H_{abr.}/H_{fase}$  muito alta. A plasticidade da fase W parece não interferir no desgaste. Ocorre o contrário para o abrasivo SiO<sub>2</sub>. Para ambos os abrasivos, o cobre adicionado aumenta a fração volumétrica de fase “macia”, proporcionando um desgaste ainda maior. Para o abrasivo Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, o aumento na plasticidade do latão aumenta o coeficiente de desgaste, pois leva a indentações maiores, ou seja, a maiores deformações plásticas. Dependendo do tipo do

abrasivo, os mecanismos observados foram riscamento e rolamento de partículas (múltiplas indentações), além da ocorrência de ambos simultaneamente, embora dissociados.

**Palavras-chave:** micropenetração instrumentada, microdureza, microabrasão, compósitos, tungstênio, latão.

## ABSTRACT

This work intends to evaluate a possible relationship between the mechanical properties calculated from instrumented microindentation data and the microabrasive wear behavior of infiltrated tungsten (W) composites used in impregnated diamond bits for rock drilling. Specimens of brass-infiltrated W composites were sintered with combinations of different W particle sizes, and additions of alloys based on other elements, as well as additions of secondary abrasives. After metallographic preparation, the specimens were analyzed in an instrumented microindenter with a Vickers indenter. All phases were indented with a load of 30 mN, except the silicon carbide, with a load of 250 mN. The indentation curves allowed the calculation of microhardness and Young's modulus for each phase. Those results were compared with dimensional microabrasive wear coefficients obtained in a previous work, by testing microabrasion with abrasive slurries based on silicon carbide, silica and hematite, performed with Calover equipment. It was observed a decrease in microhardness as the tungsten grains size increase. For the SiC abrasive slurry, a decrease in microabrasive wear coefficient followed the decrease in tungsten microhardness. The opposite was observed with the SiO<sub>2</sub> slurry, whereas, for the Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> slurry, no clear correlation was obtained. It is also important to say that the effect of infiltrated brass (binder phase) hardness became more significant in the tests with the SiO<sub>2</sub> and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> slurries. When the alloys based on other elements are added, to the SiC abrasive, the increase of the brass plasticity increases its wear, because the plastic deformations are increased, taking into account the very high  $H_{abr.}/H_{phase}$  relation. The plasticity of the W phase seems not to interfere in wear. The opposite is true for the SiO<sub>2</sub> abrasive. For both abrasives, the copper added increases the "soft" phase volumetrical fraction, providing an additional wear. For the Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> abrasive, the increase in the brass plasticity increases the wear coefficient, since it leads to larger indentations, i. e., to larger plastic deformations. Depending on the abrasive type, the observed mechanisms were grooving and particles rolling (multiple indentations), besides the occurrence of both simultaneously, although, dissociated.

Keywords: instrumented microindentation, microhardness, microabrasion, brass-infiltrated tungsten composites, brass.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Obtenção da amostra cilíndrica no processo de sondagem diamantada (LOZZER, 2008).....	21
Figura 2 – Elementos estruturais e funcionais de uma coroa impregnada de diamantes (LOZZER, 2008).....	22
Figura 3 – Preenchimento dos poros durante o processo de infiltração, adaptado de German (1996).....	24
Figura 4 – Microscopia eletrônica de varredura característica para deslizamento de partículas, adaptado de Trezona (1999).....	28
Figura 5 – Microscopia eletrônica de varredura característica para rolamento de partículas, adaptado de Trezona (1999).....	28
Figura 6 – Esquema de funcionamento do equipamento de microabrasão tipo Calowear (LOZZER, 2008).....	29
Figura 7 – Esquema de formação do perfil esférico na amostra, vista frontal (a) e da aparência da calota desgastada, vista superior (b) (LOZZER, 2008).....	30
Figura 8 – Região de onde foram retiradas as amostras (a) e as amostras já devidamente preparadas para os ensaios (b) (LOZZER, 2008).....	32
Figura 9 – Esquema de lixamento para a preparação das amostras (LOZZER, 2008).....	33
Figura 10 – Esquema do posicionamento das medições de dureza (LOZZER, 2008).....	33
Figura 11 – Detalhamento do equipamento de microabrasão tipo Calowear (LOZZER, 2008).....	34
Figura 12 – Micrômetro acoplado à luneta (a) e sistema de iluminação da luneta (b) (LOZZER, 2008).....	35
Figura 13 – Posições do micrômetro para medição da dimensão da calota de desgaste (LOZZER, 2008).....	36
Figura 14 – Transmissão de movimento do eixo para a esfera livre (LOZZER, 2008).....	36
Figura 15 – Representação gráfica do regime permanente (LOZZER, 2008).....	39

Figura 16 – Micromecanismo de desgaste por indentações múltiplas gerados com lama abrasiva de SiC, MEV – elétrons secundários – amostra “4-SiC” (LOZZER, 2008).....	41
Figura 17 – Micromecanismo de desgaste por deslizamento de partículas gerados com lama abrasiva de SiO <sub>2</sub> , MEV – elétrons secundários – amostra “16” (LOZZER, 2008).....	42
Figura 18 – Micromecanismos duplos de desgaste gerados com lama abrasiva de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MEV – elétrons secundários – amostra "16" (LOZZER, 2008).....	43
Figura 19 – Faixas de cargas do ensaio de penetração.....	44
Figura 20 – Representação esquemática dos componentes básicos de um ensaio de penetração instrumentada, adaptado de Hay e Pharr (2000).....	47
Figura 21 – Típica curva carga-deslocamento, adaptado de Li e Bhushan (2002)....	49
Figura 22 – Padrão de deformação de uma amostra elasto-plástica durante e depois de uma penetração, adaptado de Li e Bhushan (2002).....	50
Figura 23 – Micrografia de microscopia eletrônica de varredura de um indentador tipo Vickers (RODRÍGUEZ, 2010).....	56
Figura 24 – Representação da forma ideal e real de um indentador cônico, adaptado de Meza <i>et al.</i> (2008).....	57
Figura 25 – Representação esquemática de (a) pile-up (formação da borda) e (b) sink-in (retração), adaptado de Giannakopoulos e Suresh (1999).....	58
Figura 26 – Microscopia ótica para caracterização da amostra "4-Fe-SiC".....	60
Figura 27 – Amostras após a preparação metalográfica.....	62
Figura 28 – Representação esquemática do cabeçote de um microdurômetro instrumentado Fischerscope H100V: 1) atuador eletromagnético; 2) carga; 3) sensor de deslocamento; 4) motor; 5) penetrador; 6) anel de referência; e 7) amostra. Adaptado de Meza <i>et al.</i> (2007).....	63
Figura 29 – Microdurômetro Fischerscope H100V utilizado nos ensaios.....	64
Figura 30 – Mesa de controle do microdurômetro.....	64
Figura 31 – Sequência de carga x tempo dos testes de penetração instrumentada, adaptado de Meza <i>et al.</i> (2007).....	65
Figura 32 – Exemplo de curvas carga-deslocamento retornadas pelo programa para a fase tungstênio da amostra “4-SiC”.....	70
Figura 33 – Exemplo de curvas carga-deslocamento retornadas pelo programa para a fase latão da amostra “4-SiC”.....	71

Figura 34 – Exemplo de curvas carga-deslocamento retornadas pelo programa para a fase carbeta de silício da amostra “4-SiC” .....	71
Figura 35 – Marcas de microindentação na amostra 4-Fe-SiC para as fases latão, tungstênio e carbeta de silício.....	72
Figura 36 – Microdureza do tungstênio em função do tamanho médio das partículas de tungstênio.....	75
Figura 37 – Microdureza do tungstênio em função dos elementos secundários adicionados à matriz, com SiC.....	75
Figura 38 – Microdureza do latão em função do tamanho médio das partículas de tungstênio.....	76
Figura 39 – Microdureza do latão em função dos elementos secundários adicionados à matriz, com SiC.....	77
Figura 40 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo SiC e o tamanho médio das partículas de tungstênio na matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão.....	80
Figura 41 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo SiC e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão.....	81
Figura 42 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo SiC e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a relação $H/E$ das fases W e latão.....	82
Figura 43 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo $SiO_2$ e o tamanho médio das partículas de tungstênio na matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão.....	83
Figura 44 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo $SiO_2$ e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão.....	84
Figura 45 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo $SiO_2$ e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a relação $H/E$ das fases W e latão.....	85
Figura 46 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo $Fe_2O_3$ e o tamanho médio das partículas de tungstênio na matriz, juntamente com a relação $H/E$ das fases W e latão.....	86

Figura 47 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo  $Fe_2O_3$  e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão.....87

Figura 48 – Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional (k) com o abrasivo  $Fe_2O_3$  e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a relação  $H/E$  das fases W e latão.....87

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Identificação e composição dos matrizes ensaiadas.....	31
Tabela 2 – Parâmetros operacionais dos ensaios de microabrasão (LOZZER, 2008).....	38
Tabela 3 – Dados de macrodureza Vickers e coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional para abrasivos à base de SiC, SiO <sub>2</sub> e Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	40
Tabela 4 – Microdurezas (30 mN, exceto SiC) obtidas para cada fase das amostras.....	73
Tabela 5 – Módulos de elasticidade obtidos para cada fase das amostras.....	74
Tabela 6 – Relações $H_{\text{abrasivo}}/H_{\text{fase}}$ , dureza média dos abrasivos, mecanismos de desgaste e relação entre os coeficientes de desgaste médios para cada abrasivo, adaptado de Lozzer (2008).....	78
Tabela 7 – Resumo das discussões apresentadas nas seções 4.3.1, 4.3.2 e 4.3.3.....	89

## LISTA DE SÍMBOLOS

$H$	Dureza
$E$	Módulo de elasticidade
$P$	Carga
$H$	Profundidade de penetração ou deslocamento do penetrador
$h_{máx}$	Profundidade de penetração na força máxima
$P_{máx}$	Carga máxima
$h_c$	Profundidade de contato
$h_f$	Profundidade final após o descarregamento
$S$	Rigidez de contato elástica sob descarregamento
$h_s$	Quantidade de retração da amostra ( <i>sink-in</i> )
$C_f$	Flexibilidade da máquina
$C_u$	Flexibilidade da amostra
$C_T$	Flexibilidade total
$\beta$	Fator de correção da equação de Sneddon
$S_u$	Rigidez da amostra
$A_c$	Área de contato projetada
$E_r$	Módulo de elasticidade reduzido
$E_i$	Módulo de elasticidade do penetrador
$\nu$	Coefficiente de Poisson da amostra
$\nu_i$	Coefficiente de Poisson do penetrador
$h_T$	Deslocamento total do penetrador
$h_0$	Deslocamento inicial do penetrador
$TD$	Coefficiente de expansão térmica da estrutura do equipamento
$t$	Tempo
$B$	Coefficiente da curva de descarregamento
$m$	Expoente da curva de descarregamento
$S_T$	Rigidez total
$\varepsilon$	Fator de correção da equação de profundidade de contato de Oliver e Pharr (1992)

$A_{OP}$	Área de contato projetada corrigida
$h_b$	Diferença entre a profundidade de indentação do cone arredondado e o cone ideal
$h_t$	Profundidade de tangência esfera-cone
$\theta$	Semi-ângulo do indentador cônico
$R$	Raio do penetrador

# SUMÁRIO

VITÓRIA, 2010.....	1
1 INTRODUÇÃO.....	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	20
2.1 BROCAS DE PERFURAÇÃO DIAMANTADAS.....	20
2.1.1 Sondagem mineral testemunhada .....	20
2.1.2 Coroa impregnada de diamantes .....	21
2.1.3 Matriz impregnada de diamantes .....	22
2.1.4 Matriz metálica.....	23
2.1.5 Fabricação das ferramentas .....	23
2.1.6 Tipos de matrizes metálicas .....	24
2.1.7 Desgaste da broca .....	26
2.2 MICROABRASÃO .....	27
2.2.1 Ensaios de Lozzer (2008) .....	31
4.....	31
W (tamanho médio de 3,5 µm) .....	31
4-Cu.....	31
W (tamanho médio de 3,5 µm) + 60Cu-25Co-15Fe (% em peso).....	31
4-Fe .....	31
W (tamanho médio de 3,5 µm) + 72Fe-25Co-3Cu (% em peso).....	31
4-Fe-SiC.....	31
W (tamanho médio de 3,5 µm) + 72Fe-25Co-3Cu (% em peso) + SiC.....	31
4-Mo .....	31
W (tamanho médio de 3,5 µm) + 100Mo.....	31
4-SiC.....	31
W (tamanho médio de 3,5 µm) + SiC .....	31
6-16.....	31
W (tamanho médio de 6 µm) + W (tamanho médio de 16 µm) .....	31
6.....	31
W (tamanho médio de 6 µm) .....	31
6-SiC.....	31
W (tamanho médio de 6 µm) + SiC .....	31
16.....	31

W (tamanho médio de 16 $\mu\text{m}$ ) .....	31
2.2.1.1 Preparação da amostras .....	32
2.2.1.2 Determinação da dureza .....	33
2.2.1.3 Ensaio de microabrasão (tipo Calowear) .....	33
2.2.1.4 Medição da dimensão calota desgastada (“b”).....	35
2.2.1.5 Determinação da distância percorrida (“S”).....	36
2.2.1.6 Parâmetros dos ensaios de microabrasão.....	37
Rotação do eixo motor .....	38
150 a 180 [rpm] .....	38
Ângulo de inclinação do suporte .....	38
70 [°] .....	38
Força normal estática .....	38
0,22 $\pm$ 0,02 [N] .....	38
Abrasivos .....	38
SiC: granulometria média < 5 $\mu\text{m}$ .....	38
SiO <sub>2</sub> : granulometria média < 5 $\mu\text{m}$ .....	38
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : granulometria média < 5 $\mu\text{m}$ .....	38
Concentração do abrasivo .....	38
0,1 [mg/cm <sup>3</sup> ] .....	38
Gotejamento do abrasivo .....	38
1 gota a cada 3 segundos .....	38
2.2.1.7 Coleta do valor da força normal sobre o contato (“N”) .....	38
2.2.1.8 Determinação do regime permanente de desgaste.....	38
2.2.1.9 Microscopia eletrônica de varredura .....	39
<b>2.2.2 Resultados de Lozzer (2008) .....</b>	<b>39</b>
4 .....	40
4-Cu.....	40
4-Fe .....	40
4-Fe-SiC.....	40
4-Mo .....	40
4-SiC.....	40
6-16.....	40
6.....	40
6-SiC.....	40

16.....	40
2.3 DUREZA.....	43
2.3.1 Penetração instrumentada.....	45
2.4 RELAÇÃO “H/E” NO CONTROLE DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE .....	59
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	60
3.1 MATERIAIS UTILIZADOS.....	60
3.2 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA DAS AMOSTRAS .....	61
3.2.1 Embutimento.....	61
3.2.2 Lixamento e polimento .....	61
3.3 ESPECIFICAÇÃO DO MICRODURÔMETRO INSTRUMENTADO .....	62
3.4 AJUSTES DO EQUIPAMENTO .....	65
3.4.1 Verificação de paralelismo das amostras.....	65
3.4.2 Ajuste dos pontos de penetração .....	65
3.4.3 Definição da carga.....	66
3.5 ENSAIOS DE MICRODUREZA .....	68
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	70
4.1 OBSERVAÇÕES INICIAIS .....	70
4.2 PROPRIEDADES OBTIDAS – MICRODUREZA (“H”) E MÓDULO DE ELASTICIDADE (“E”) .....	73
4.3 CORRELAÇÕES ENTRE COEFICIENTES DE DESGASTE MICROABRASIVO DIMENSIONAIS E MICRODUREZA, RELAÇÃO “H/E” E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FASE MACIA ADICIONADA.....	77
Mecanismo de desgaste predominante.....	78
$K_{SiC}/K$ .....	78
$K_{SiO_2}/K$ .....	78
$K_{Fe_2O_3}/K$ .....	78
4.3.1 Abrasivo à base de SiC.....	79
4.3.2 Abrasivo à base de SiO <sub>2</sub> .....	82
4.3.3 Abrasivo à base de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	85
5 CONCLUSÕES .....	90
6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	92
7 ANEXOS.....	98
Anexo B: Curvas carga-deslocamento .....	103

# CAPÍTULO I

## 1 INTRODUÇÃO

Na prospecção mineral, uma importante etapa é a sondagem mineral testemunhada. Para a realização desta etapa, empregam-se, normalmente, coroas diamantadas, ou, também chamadas, brocas de perfuração. Essas coroas são fabricadas através do processo de sinterização por infiltração, constituindo-se basicamente de uma matriz metálica com dispersão de pequenos diamantes de forma aleatória – isto é, um compósito. As matrizes metálicas, formadas por um amálgama compacto de pós de tungstênio unidos por uma liga metálica infiltrante (neste caso, o latão), têm por objetivo dar sustentação aos diamantes e ao mesmo tempo ser desgastada, a fim de expô-los durante a utilização da ferramenta. Contudo, este desgaste não pode ser muito elevado, pois os diamantes seriam arrancados facilmente e a ferramenta perderia, assim, a capacidade de cortar.

É conhecido que um dos mais importantes parâmetros no controle do comportamento de um material em relação ao desgaste abrasivo é a dureza. Quanto maior sua dureza, em geral maior a resistência ao desgaste abrasivo (FANG, 1997).

Em um trabalho anterior, Lozzer (2008) utilizou dez amostras de matrizes metálicas – cujas diferenças residem no tamanho dos pós de tungstênio, além de algumas adições de pós de ligas com outras composições e abrasivos secundários – em ensaios de macrodureza e correlacionou os resultados aos coeficientes de desgaste microabrasivo dimensionais de cada uma, obtidos por microabrasão com três tipos de lama abrasiva. Não obstante, isto revelou, por vezes, a falta do vínculo esperado entre macrodureza e desgaste microabrasivo.

Simultaneamente, Lozzer (2008) identificou, através de microscopia eletrônica de varredura, os micromecanismos atuantes em cada fase quando se utilizava cada uma das lamelas abrasivas – carbetos de silício, sílica e hematita. Este estudo mostrou que, para o carbetos de silício, o micromecanismo predominante a atuar era o

rolamento de partículas, ou indentações múltiplas. No caso da sílica, houve outro micromecanismo predominante, o deslizamento de partículas, ou riscamento. Por outro lado, no caso da hematita, houve o aparecimento de um mecanismo duplo de desgaste, que apresenta riscamento leve na fase muito dura (tungstênio) e indentações múltiplas na fase macia, isto é, o latão.

Sabendo, pois, que as amostras apresentam microestruturas multifásicas e mecanismos de desgaste em escala micrométrica, com características diversas, opta-se no presente trabalho pela técnica de micropenetração instrumentada para ensaio, a fim de que se analise uma possível relação entre a microdureza das fases latão e tungstênio das amostras e os coeficientes de desgaste microabrasivos dimensionais para cada lama abrasiva, obtidos por Lozzer (2008), possibilitando que se separem efeitos da dureza de cada fase no combate ao desgaste.

Para os ensaios de microdureza, utiliza-se um microdurômetro instrumentado, com a correspondente técnica de análise de dados, que permite medir dureza, módulo de elasticidade, tensões residuais e tenacidade à fratura, entre outras grandezas (BHUSHAN e LI, 2003). No entanto, atém-se, aqui, somente às duas primeiras propriedades citadas, obtidas através do levantamento de curvas carregamento x deslocamento do penetrador.

Assim, visto que a micropenetração oferece também o módulo de elasticidade como propriedade do material ensaiado, e tendo em mente que somente a microdureza não ofereceu relação plausível a todos os casos, opta-se também por correlações entre a rigidez de cada fase dos materiais, indicada pelo índice  $H/E$ , e o desgaste.

Há uma amostra (que contém pós à base de cobre adicionados), no entanto, que necessitou de explicação através de outro caminho. Trata-se da quantidade de cobre adicionada, que aumenta a fração volumétrica de fase macia, mudando o comportamento sob desgaste, algo que nem a dureza nem a rigidez conseguiram explicar.

Concomitantemente, tentativas foram feitas no sentido de conectar as informações deste trabalho com as do trabalho anterior, de modo a enxergar similitudes e diferenças. Ao final, uma tabela com os principais resultados é mostrada, como forma de resumir as discussões desenvolvidas.

# CAPÍTULO II

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 BROCAS DE PERFURAÇÃO DIAMANTADAS

#### 2.1.1 Sondagem mineral testemunhada

Todo projeto de prospecção mineral ou mapeamento geológico desenvolve-se por etapas que se justificam por meio de resultados obtidos a partir de amostras, sejam elas espécimes físicos (rocha, minério, sedimento de drenagem, concentrado de bateia, água, rejeito de mina, e assim por diante), dados estatísticos (medidas estruturais, teores químicos e geoquímicos, medidas geofísicas, percentagens de composição mineralógica, entre outros) ou informações qualitativas (descrições de regiões, afloramentos e amostras) (ARIOLI, 2006).

A coleta de amostras litológicas por meio da sondagem mineral testemunhada é uma importante etapa da prospecção mineral. As diferentes litologias exigem também brocas constituídas de materiais diferentes, adequados a estas.

A sondagem com ferramentas diamantadas é um método de perfuração convencional rotativa por ação combinada, onde o trabalho se deve à ação de várias formas de ataque à rocha, em que as principais são esmagamento e abrasão (HUANG e WANG, 1997).

O objetivo da sondagem diamantada é extrair uma amostra cilíndrica da rocha, podendo ser empregada em qualquer rocha, desde a mais macia à extra-dura, como o quartzo puro, com aproximadamente 1000 HV (DWAN, 1998a).

Para a execução da sondagem, uma broca de perfuração, ou simplesmente coroa, é acoplada à coluna de perfuração, que por sua vez está conectada a uma máquina perfuratriz, denominada sonda. A coluna de perfuração é composta de

vários elementos tubulares que transmitem a rotação da sonda para a coroa, aplicam a força de avanço sobre a mesma e permitem a circulação do fluido de perfuração até a coroa.

Enquanto a ferramenta gira e avança no furo, pela ação dos diamantes e remoção dos detritos, a amostra entra no tubo, como pode ser visto no esquema simplificado da Figura 1.

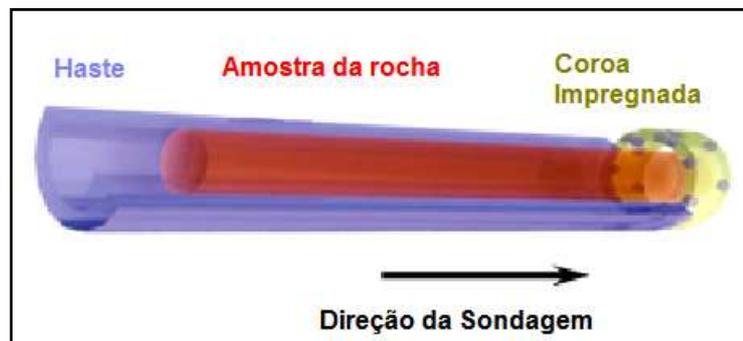


Figura 1: Obtenção da amostra cilíndrica no processo de sondagem diamantada (LOZZER, 2008)

### 2.1.2 Coroa impregnada de diamantes

As coroas impregnadas de diamantes emergiram como o tipo de ferramenta mais comumente utilizado na indústria de exploração mineral. As vantagens de sua utilização em relação às coroas com outro tipo de mecanismo de corte incluem:

- Ampla faixa de aplicação
- Menos susceptíveis a danos durante o processo (geometria simples)
- Maior vida útil (DIMATEC, 2001)

Um dos elementos fundamentais do processo de perfuração é a ferramenta ou coroa impregnada de diamantes. A face de corte da coroa consiste de um compósito formado por diamantes industriais distribuídos aleatoriamente dentro de uma matriz metálica (DWAN, 1998a).

A Figura 2 detalha as principais partes da coroa impregnada, dotadas de vários elementos funcionais em sua estrutura, inicialmente dividida em duas partes: corpo de aço e corpo sinterizado.

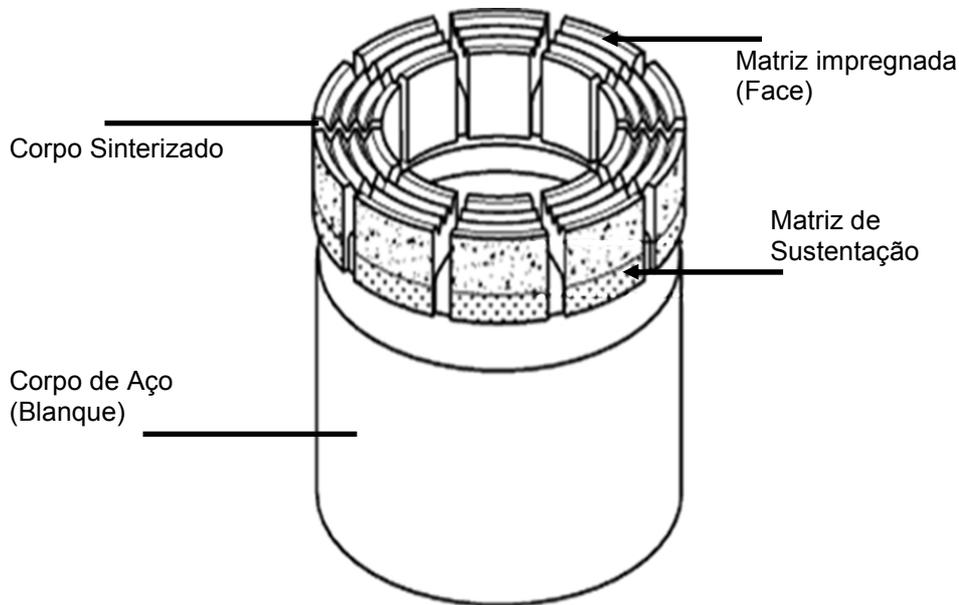


Figura 2: Elementos estruturais e funcionais de uma coroa impregnada de diamantes (LOZZER, 2008)

As propriedades mecânicas da matriz, o tamanho e a quantidade dos diamantes podem ser variados de acordo com a rocha que deve ser perfurada. Seu mecanismo de funcionamento é baseado no desgaste equilibrado da matriz e dos diamantes, proporcionando uma exposição constante de diamantes durante a perfuração (DWAN, 1998a).

A constituição, em peso, aproximada do corpo sinterizado das coroas é de 1/3 pós de tungstênio, 1/3 liga infiltrante e 1/3 diamantes (RANDALL, 1996; DWAN, 1998a).

### 2.1.3 Matriz impregnada de diamantes

A matriz impregnada, também chamada de face de corte da coroa, é responsável pelo ataque à rocha. É composta pela mistura de diamantes e pós de tungstênio, ferro, cobre, cobalto, níquel ou suas ligas, podendo conter abrasivos secundários como SiC ou WC (DWAN, 1998a).

A liga infiltrante, ou metal ligante, deve ser desgastada progressivamente de modo que novos diamantes, dispersos aleatoriamente na matriz, sejam continuamente expostos durante a vida da ferramenta, contudo este desgaste não pode ser muito rápido para evitar que os diamantes sejam arrancados facilmente (DWAN, 1998a).

O mecanismo de funcionamento é tal que enquanto a ferramenta corta a rocha, a matriz é lentamente desgastada pela ação abrasiva da rocha e erosão acarretada pelo fluido de perfuração, fazendo com que novos diamantes sejam continuamente expostos durante a vida útil da ferramenta. Adicionalmente, a matriz deve fornecer suporte suficiente para evitar que o diamante seja embutido quando a carga aumenta durante o corte. Uma escolha incorreta da matriz metálica pode levar a uma ferramenta que desgaste excessivamente rápido ou simplesmente fique cega, parando de cortar (DWAN, 1998a).

#### **2.1.4 Matriz metálica**

Matriz metálica é a denominação dada ao esqueleto de pós à base de tungstênio unidos por uma liga infiltrante. Uma combinação destes constituintes, junto a modificações nos parâmetros do processo de fabricação, permitem um produto com certas propriedades mecânicas, suscetíveis a determinados processos de desgaste e, conseqüentemente, a uma faixa do campo de aplicações para a ferramenta (LOZZER, 2008).

#### **2.1.5 Fabricação das ferramentas**

Na fabricação dessas ferramentas os pós de diamante são misturados aos pós que formam a parte estrutural da ferramenta, neste caso os pós de tungstênio. Na seqüência, são compactados e inseridos num forno com pequenos bastões do material da liga infiltrante dispostos na parte superior. Após a fusão destes bastões o material percola por entre as porosidades do compactado alcançando o formato final do componente. A seqüência dos procedimentos está mostrada na Figura 3. A técnica de misturar diamantes a pós metálicos seguida da sinterização do

compactado da mistura deu origem ao termo ferramentas “impregnadas de diamantes”.

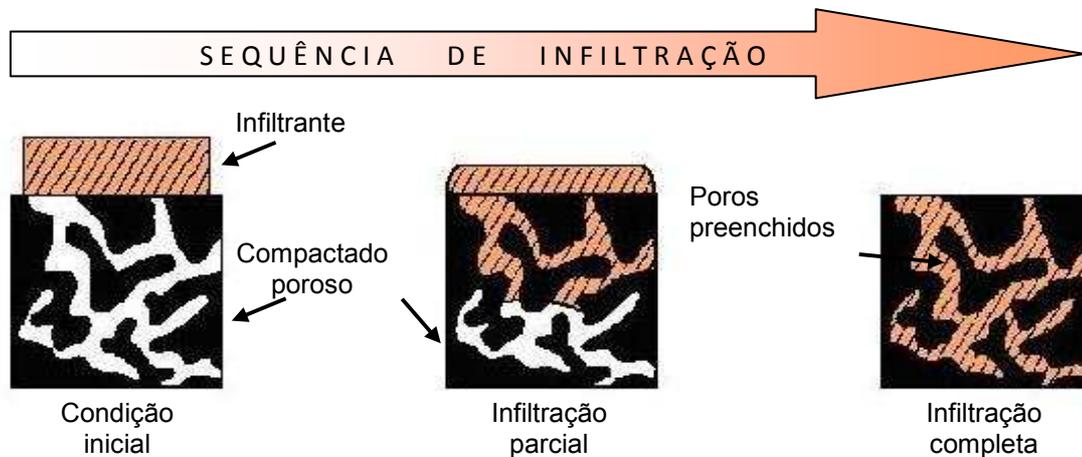


Figura 3: Preenchimento dos poros durante o processo de infiltração, adaptado de German (1996)

Na fabricação de ferramentas impregnadas de diamantes os dois processos mais empregados são: prensagem simultânea ao aquecimento (“*hot pressing*”) e infiltração livre (DWAN, 1998b; DWAN, 1999). Tais processos não serão detalhados neste texto, pois fogem de seu escopo.

### 2.1.6 Tipos de matrizes metálicas

As matrizes são baseadas em elementos como tungstênio, ferro, cobre, cobalto, níquel ou suas ligas. Aditivos como grafite, fósforo, titânio, molibdênio, estanho, cromo e nióbio e, também, abrasivos secundários como SiC, WC, SiO<sub>2</sub> podem ser adicionados à matriz (CACERES, 2002). Sua principal função é dar sustentação aos diamantes e o propósito da infiltração do pó de tungstênio por uma liga é formar uma forte ligação entre o diamante e a matriz (STOCKWELL, 2000).

A densidade da matriz depende do percentual de tungstênio e do tipo de infiltrante. Ligas infiltrantes pesadas, como 60Cu-40Ag, resultam em matrizes com maiores densidades. Similar ao caso das ligas infiltrantes, abrasivos secundários pesados, com teores abaixo de 2% em volume, implicam em matrizes com maiores densidades (CACERES, 2002).

Características como composição química dos pós metálicos da matriz, granulometria, distribuição granulométrica, fase da partícula, dentre outras, influenciam significativamente nas propriedades finais das ferramentas (GASIK *et al.*, 1999).

Matrizes compostas por pós que apresentam partículas de tamanhos e formas irregulares e uma ampla faixa de distribuição granulométrica provocam um efeito de entrelaçamento ou travamento dos grãos, tornando-as mais resistentes à erosão se comparadas às matrizes produzidas com pós de formato regular ou de mesma distribuição granulométrica (KONSTANTY, 1991).

Devido à complexidade dos mecanismos de desgaste atuantes na perfuração de rochas, as composições das ferramentas são desenvolvidas empiricamente e guardadas em segredo pelos fabricantes (DING *et al.*, 1998).

A presença de mecanismos de desgaste como abrasão, erosão e fadiga térmica sugere que outras propriedades, além de dureza, devem ser consideradas, tais como ductilidade, condutividade térmica e coeficiente de expansão térmica (BESTE *et al.*, 2001).

Compósitos de tungstênio e cobre possuem uma combinação única de alta densidade, ductilidade, condutividade térmica, resistência mecânica e tenacidade, enquadrando-se perfeitamente no perfil de propriedades supracitado (EROGLU e BAYKARA, 2000).

É sabido que a ductilidade da matriz pode ter um efeito positivo na resistência ao desgaste da mesma. Quanto maior a capacidade da liga infiltrante manter as partículas de tungstênio unidas, maior será a quantidade de deformação plástica antes da remoção de debris da matriz (HOUCK e SPENCER, 1995).

A importância da condutividade térmica se encontra na dissipação do calor gerado durante a perfuração, que reduz a capacidade de retenção do diamante bem como a resistência ao desgaste, principalmente quando nenhum líquido refrigerante for utilizado (CLARK e DEVRIES, 1990).

Se uma liga transfere mais calor, ela aquecerá menos e suas propriedades mecânicas serão mais estáveis, o que, provavelmente, resultaria numa melhora tanto na velocidade de avanço como na vida útil da ferramenta (KRAR e RATTERMAN, 1990).

Dependendo da temperatura de sinterização, da composição química da matriz e do tamanho e da distribuição das partículas, os diamantes podem se degradar. Esta degradação começa por volta de 800 °C e a grafitização é a principal causa da degradação térmica dos produtos de diamante sinterizados. Isto vale tanto para os sintéticos quanto para os naturais. Reações superficiais severas podem afetar drasticamente as propriedades do cristal de diamante. Co, W, Ni e Fe são formadores de carbonetos e quando estes metais são usados como matrizes, a integridade dos cristais de diamante é afetada pela grafitização durante a sinterização (NAIDICH *et al.*, 1984).

Entretanto, quando se usa cobre, estanho ou bronze a integridade não é afetada por causa da baixa afinidade química entre o diamante e estes metais. Os diamantes sintéticos começam a perder resistência a partir de 800 °C. Devido à presença de inclusões metálicas nos cristais, o declínio é relativamente rápido em temperaturas acima de 1000 °C. Isto indica que quanto maior o nível de inclusões metálicas, mais baixa é a temperatura e o tempo de degradação desses diamantes. Os fatores principais da redução da resistência de ligação matriz-diamante são difusão, porosidade e grafitização da superfície do diamante (NAIDICH *et al.*, 1984).

O uso de partículas de abrasivo secundário na matriz tem se mostrado um método muito eficaz na melhoria da resistência ao desgaste de matrizes. Partículas duras como TiB<sub>2</sub>, TiC, TiN e SiC adicionadas ao pó de titânio causaram um aumento significativo da resistência ao desgaste do compósito estudado (HAWK e ALMAN, 1997).

### **2.1.7 Desgaste da broca**

O desgaste de ferramentas diamantadas para perfuração de rochas depende fortemente do comportamento em desgaste dos diamantes (devido à possibilidade

de sua grafitização a altas temperaturas) e da matriz metálica (MILLER e BALL, 1991). Os principais mecanismos de desgaste apresentados nas ferramentas diamantadas, utilizadas em perfuração rotativa são: abrasão, erosão, fadiga e fadiga térmica. Estes mecanismos não acontecem isoladamente e, simultaneamente, podem elevar brutalmente o nível de desgaste do material (BESTE *et al.*, 2001).

Sob ensaio padronizado de abrasão em matrizes duras e matrizes dúcteis, mudanças no comportamento de desgaste dos compósitos estudados estão relacionadas a processos competitivos de delaminação, microsulcamento e microtrincamento. O primeiro acontece em matrizes muito dúcteis e é acompanhado por estrias de fadiga. Microtrincamento, por outro lado, acontece em compósitos mais duros, onde há deformação plástica limitada, manifestada por microsulcamentos curtos e finas lâminas de delaminação de pequeno comprimento (CACERES, 2002).

## 2.2 MICROABRASÃO

A microabrasão é uma técnica utilizada para produzir desgaste abrasivo em escala micrométrica. Recentemente vem sendo utilizada para avaliar a resistência ao desgaste, assim como estudar mecanismos de desgaste, tanto de materiais duros quanto de materiais macios (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997).

A técnica de microabrasão tem um de seus principais usos quando há a presença de mecanismos de desgaste em escala micrométrica no processo de desgaste real dos materiais submetidos ao trabalho de campo. Este ensaio é bastante utilizado também pela sua grande repetibilidade, facilidade e rapidez na obtenção de resultados. O equipamento de microabrasão é flexível, e permite reproduzir diversos micromecanismos de desgaste a partir da variação de seus parâmetros de ensaios, como mostrado a seguir, para alguns deles.

A utilização de cargas normais elevadas e/ou lama abrasiva com baixas concentrações de abrasivos geralmente provocam, predominantemente, um mecanismo de deslizamento de partículas. Na interface de contato há poucas partículas abrasivas, gerando altas pressões de contato e conseqüentemente

deslizamento das partículas, como na micrografia eletrônica de varredura característica representada na Figura 4. Entretanto, em baixas cargas e/ou lama abrasiva com altas concentrações as partículas abrasivas não ficam engastadas e rolam entre as duas superfícies produzindo deformação localizada, caracterizando o desgaste por indentações múltiplas, como mostrada na Figura 5 (TREZONA *et al.*, 1999).

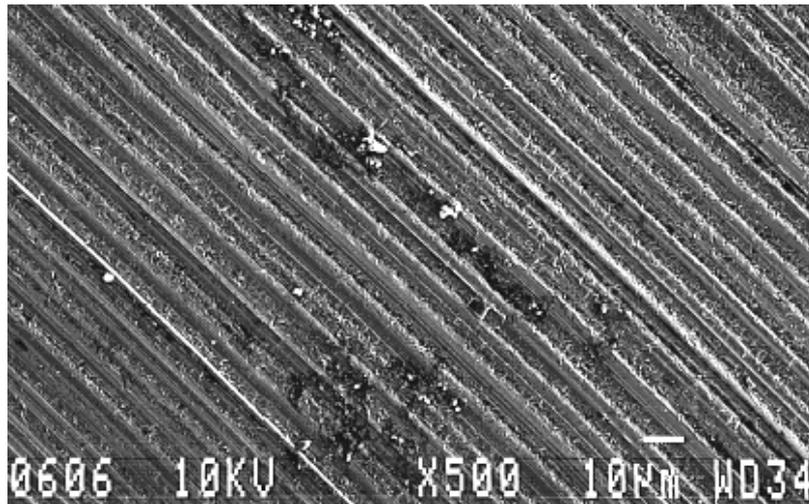


Figura 4: Microscopia eletrônica de varredura característica para deslizamento de partículas, adaptado de Trezona (1999)

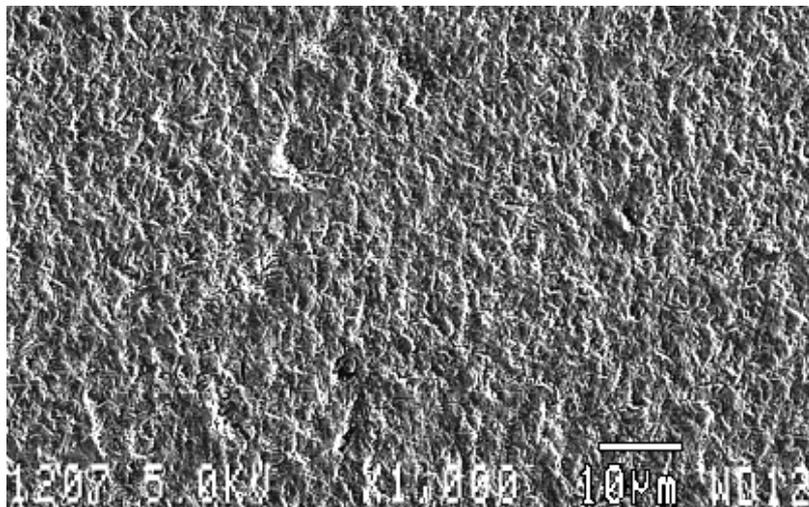


Figura 5: Microscopia eletrônica de varredura característica para rolamento de partículas, adaptado de Trezona (1999)

Em um equipamento de reprodução de desgaste microabrasivo do tipo Calowear, a geometria da impressão de desgaste formada sobre o corpo é a reprodução da geometria do contra-corpo esférico durante todo o ensaio. Existem evidências experimentais que o desgaste da esfera é insignificante. A análise foi feita

comparando-se a superfície, por interferometria a laser, da esfera em dois casos, quando nova e depois de usada. A análise comprovou que os perfis foram coincidentes (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997; LOZZER, 2008).

O desgaste é gerado pela rotação de uma esfera de raio “R” sobre um corpo de prova fixo, tendo como meio de contato entre elas uma lama contendo pequenas partículas abrasivas. Neste método o desgaste é decorrente da variação da geometria da impressão formada, podendo ser aplicado em materiais revestidos ou não, e amostras com superfície planas ou cilíndricas (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1995). O esquema de funcionamento do equipamento de microabrasão tipo Calowear pode ser visualizado na Figura 6.

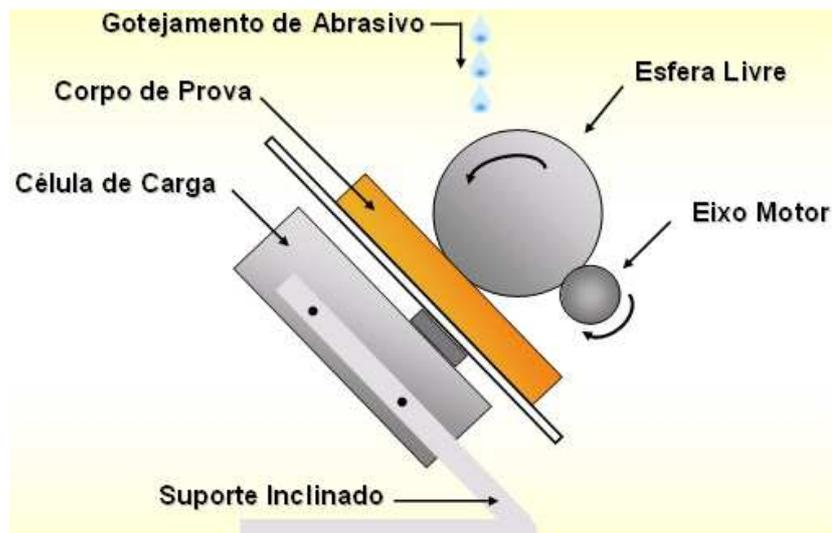


Figura 6: Esquema de funcionamento do equipamento de microabrasão tipo Calowear (LOZZER, 2008)

Em materiais homogêneos e não revestidos, o volume desgastado (“V”) pode ser calculado em função da distância total deslizada (“S”) e da força normal sobre o contato (“N”). Este modelo simples de desgaste abrasivo equivale à equação de Archard para desgaste por deslizamento, mostrada na Equação 1 (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997).

$$Q = \frac{V}{S} = \frac{K.N}{H} \quad (1)$$

Nesta expressão, “Q” representa a relação entre o volume de material desgastado e a distância deslizada, “N” a força normal sobre o contato, “H” a dureza do material, e a constante “K” o coeficiente de desgaste adimensional (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997).

Deste modo, se a relação “K/H” é considerada igual a coeficiente de desgaste dimensional (“k”), obtém-se a Equação 2:

$$V = k. S. N \rightarrow \frac{V}{S.N} \quad (2)$$

em que “k” representa o coeficiente de desgaste dimensional, cuja unidade é dada em [m<sup>2</sup>/N] (TREZONA *et al.*, 1999).

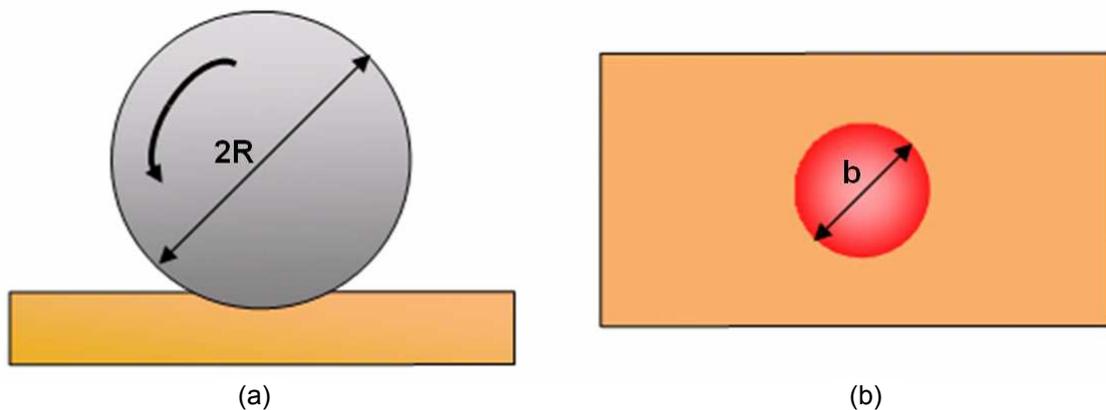


Figura 7: Esquema de formação do perfil esférico na amostra, vista frontal (a) e da aparência da calota desgastada, vista superior (b) (LOZZER, 2008)

Além disso, também é possível determinar o volume de material desgastado (“V”) a partir do raio da esfera (“R”) e do diâmetro da calota desgastada (“b”), mostrados na Figura 7 através da Equação 3 (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997; TREZONA *et al.*, 1999).

$$V \approx \frac{\pi.b^4}{64.R} \quad , \text{ para } b \ll R \quad (3)$$

### 2.2.1 Ensaios de Lozzer (2008)

Algumas amostras de matrizes de coroas diamantadas foram usadas anteriormente por Lozzer (2008) a fim de investigar possíveis relações entre suas macrodurezas e coeficientes de desgaste dimensionais ( $k$ ) obtidos por microabrasão. Essas amostras são compostas de pós de tungstênio metálico sinterizados através de infiltração por latão (composição: 56%Cu-43%Zn-1%Sn em peso) em um forno tipo mufla sob temperatura de 1050 °C, cujas diferenças residem, basicamente, no tamanho dos pós de tungstênio e na quantidade relativa destes, em algumas adições de pós de ligas à base de outros metais, além da presença de abrasivos secundários (carbeto de silício), em alguns casos. Por isso, as matrizes foram identificadas segundo estes parâmetros, o que pode ser observado na Tabela 1. As adições são feitas da seguinte forma: quando há a adição de ligas à base de outros elementos, seu percentual adicionado é de 10% em peso, ao passo que as adições de abrasivos secundários são de 5%, também em peso. É importante ressaltar que as adições à matriz são feitas misturando-as aos pós de tungstênio, ou seja, a fração volumétrica de tungstênio diminui após os acréscimos, sem qualquer alteração na quantidade de latão.

Tabela 1: Identificação e composição das matrizes ensaiadas (LOZZER, 2008)

<b>Amostras</b>	<b>Constituição</b>
<b>4</b>	W (tamanho médio de 3,5 $\mu\text{m}$ )
<b>4-Cu</b>	W (tamanho médio de 3,5 $\mu\text{m}$ ) + 60Cu-25Co-15Fe (% em peso)
<b>4-Fe</b>	W (tamanho médio de 3,5 $\mu\text{m}$ ) + 72Fe-25Co-3Cu (% em peso)
<b>4-Fe-SiC</b>	W (tamanho médio de 3,5 $\mu\text{m}$ ) + 72Fe-25Co-3Cu (% em peso) + SiC
<b>4-Mo</b>	W (tamanho médio de 3,5 $\mu\text{m}$ ) + 100Mo
<b>4-SiC</b>	W (tamanho médio de 3,5 $\mu\text{m}$ ) + SiC
<b>6-16</b>	W (tamanho médio de 6 $\mu\text{m}$ ) + W (tamanho médio de 16 $\mu\text{m}$ )
<b>6</b>	W (tamanho médio de 6 $\mu\text{m}$ )
<b>6-SiC</b>	W (tamanho médio de 6 $\mu\text{m}$ ) + SiC
<b>16</b>	W (tamanho médio de 16 $\mu\text{m}$ )

Os ensaios de microabrasão foram realizados pela metodologia tradicional, considerando como calota desgastada a reprodução da geometria de um contra-corpo esférico ideal durante todo o teste. Nesses ensaios, efetuados com um

equipamento do tipo Calowear (configuração esfera livre), cujo esquema de funcionamento está detalhado na Figura 6, seção 2.2, foram utilizados três tipos diferentes de lama abrasiva: SiC, SiO<sub>2</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, cujas durezas médias são, respectivamente, 2600 HV (HUTCHINGS, 1992), 1100 HV (ZUM GAHR, 1987) e 800 HV (SKOCZYNSKI *et al.*, 1997).

Também foram feitas microscopias das regiões desgastadas via microscópio eletrônico de varredura (MEV), e isto permitiu identificar diferentes tipos de mecanismos de desgaste microabrasivos para cada tipo de lama abrasiva utilizada.

### 2.2.1.1 Preparação da amostras

Três amostras de cada matriz foram retiradas de uma coroa sinterizada sem diamantes para a realização dos ensaios. A Figura 8 mostra a região de onde foram retiradas as amostras (a) e as amostras já devidamente preparadas para os ensaios (b) (LOZZER, 2008).

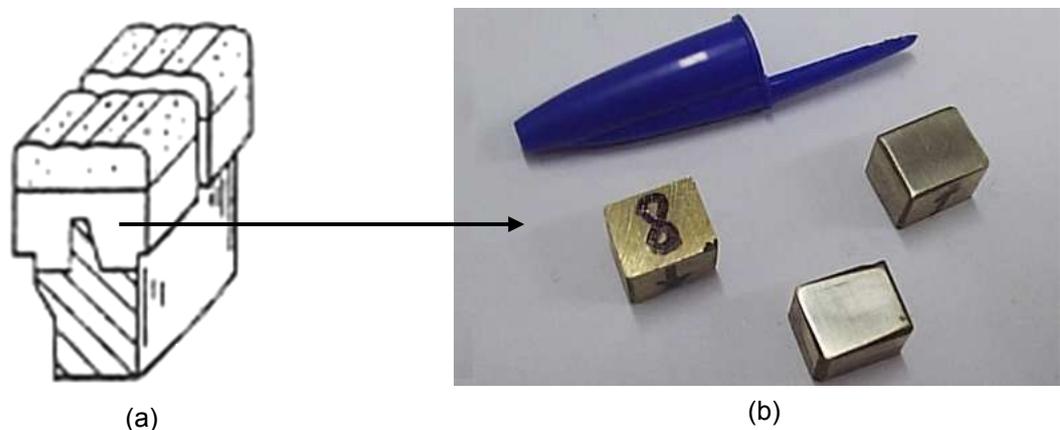


Figura 8: Região de onde foram retiradas as amostras (a) e as amostras já devidamente preparadas para os ensaios (b) (LOZZER, 2008)

As amostras foram preparadas manualmente com lixas d'água com granulometria inicial de 180, dentre outras, até alcançar 600. O esquema de lixamento pode ser visto com detalhes na Figura 9 (LOZZER, 2008).



Figura 9: Esquema de lixamento para a preparação das amostras (LOZZER, 2008)

### 2.2.1.2 Determinação da dureza

Os ensaios de dureza foram realizados num durômetro Vickers, fabricante WPM, modelo HPO10, com carga de 10 kgf, por 30 segundos (LOZZER, 2008).

O valor médio de dureza para cada tipo de matriz foi obtido a partir de 24 medições, onde para cada amostra foram tomadas oito medições. As medições foram efetuadas na direção radial das amostras em duas linhas imaginárias passantes pela matriz, as linhas L1 e L2, mostradas na Figura 10 (LOZZER, 2008).



Figura 10: Esquema do posicionamento das medições de dureza (LOZZER, 2008)

### 2.2.1.3 Ensaios de microabrasão (tipo Calowear)

Nesse ensaio, a esfera é rotacionada por um eixo motor e rola sobre o corpo de prova fixo num suporte inclinado que, através de uma célula de carga, mede

continuamente a força normal sobre o contato durante todo o teste. A esfera é de aço inoxidável martensítico com um diâmetro de 30 mm e seu contato com o corpo de prova é feito em um meio abrasivo em fluxo contínuo, conforme o esquema de funcionamento apresentado na Figura 6 (LOZZER, 2008).

O equipamento também possui um agitador magnético para misturar continuamente a lama abrasiva, para evitar sedimentação, uma luneta com fonte de iluminação para medição das dimensões da calota desgastada, além de controles de velocidade e tempo, visores do contador de número de rotações realizadas e valor da força normal sobre o contato. O detalhamento do equipamento pode ser visto na Figura 11 (LOZZER, 2008).

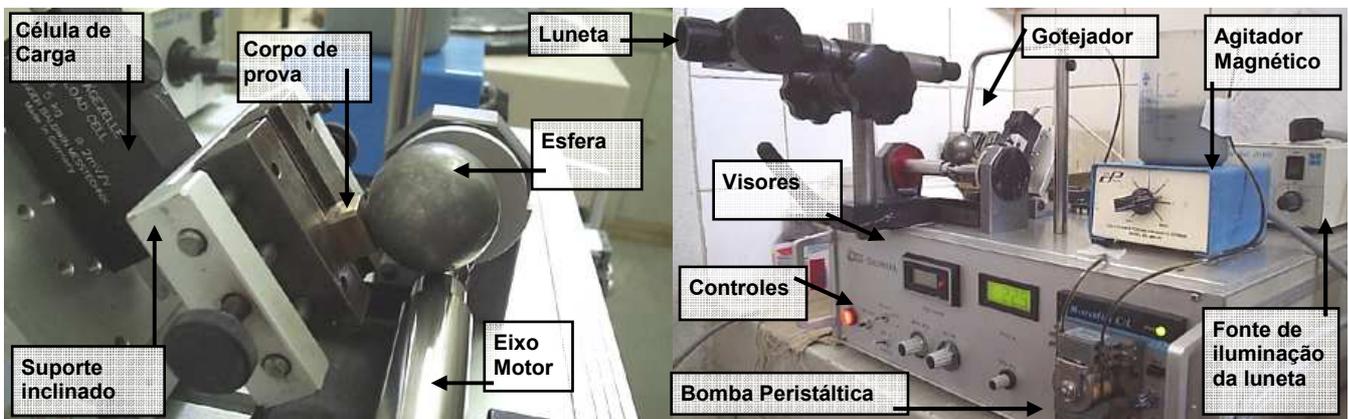


Figura 11: Detalhamento do equipamento de microabrasão tipo Calowear (LOZZER, 2008)

No ensaio de microabrasão admite-se que a região desgastada possui o mesmo perfil geométrico do contra-corpo, conforme mostrado no esquema da Figura 7, raio da esfera (“R”) (a – vista frontal) e da calota de desgaste (“b”) (b – vista lateral). Assim, é possível determinar o volume de material desgastado (V) através da Equação 3 (LOZZER, 2008).

Deste modo, unindo a Equação 3 à Equação 2, encontra-se a Equação 4, para o coeficiente de desgaste dimensional (“k”) em função da geometria da calota desgastada (“b”), diâmetro da esfera livre (“ $\varnothing_{\text{esfera}}$ ”), distância percorrida (“S”) e da força normal sobre o contato (“N”) (LOZZER, 2008).

$$k = \frac{\pi \cdot b^4}{32 \cdot \Phi_{\text{esfera}} \cdot S \cdot N}, \text{ para } b \ll \varnothing_{\text{esfera}} \quad (4)$$

#### 2.2.1.4 Medição da dimensão calota desgastada (“b”)

Com a luneta dispendo de um micrômetro acoplado é possível determinar a dimensão média da calota a partir de duas medidas: horizontal e vertical. Com isso é possível avaliar a circularidade da região desgastada e estimar seu volume (LOZZER, 2008).

A Figura 12 mostra a luneta que é utilizada para observação e coleta de dados. Ela possui um sistema de iluminação por fibra ótica e um suporte que permite que seja ajustado o foco para uma visualização nítida da região desgastada (LOZZER, 2008).

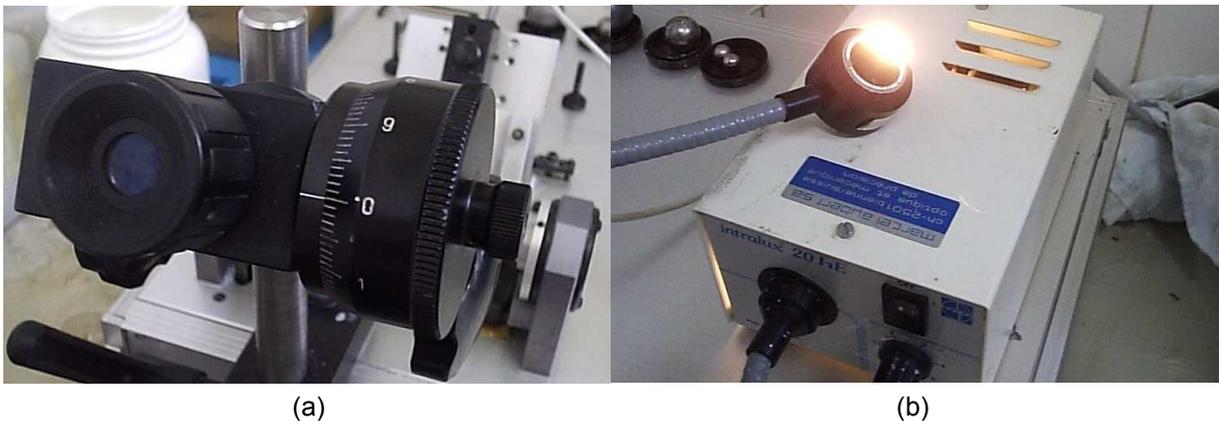


Figura 12: Micrômetro acoplado à luneta (a) e sistema de iluminação da luneta (b) (LOZZER, 2008)

O sistema óptico possui um aumento de duas vezes; assim, para obter a dimensão real da calota de desgaste, a média da dimensão horizontal (posição 4 subtraído da posição 1 na Figura 13) e vertical (posição 3 subtraído da posição 2 Figura 13) é multiplicada por dois (valores em micrometros) (LOZZER, 2008).

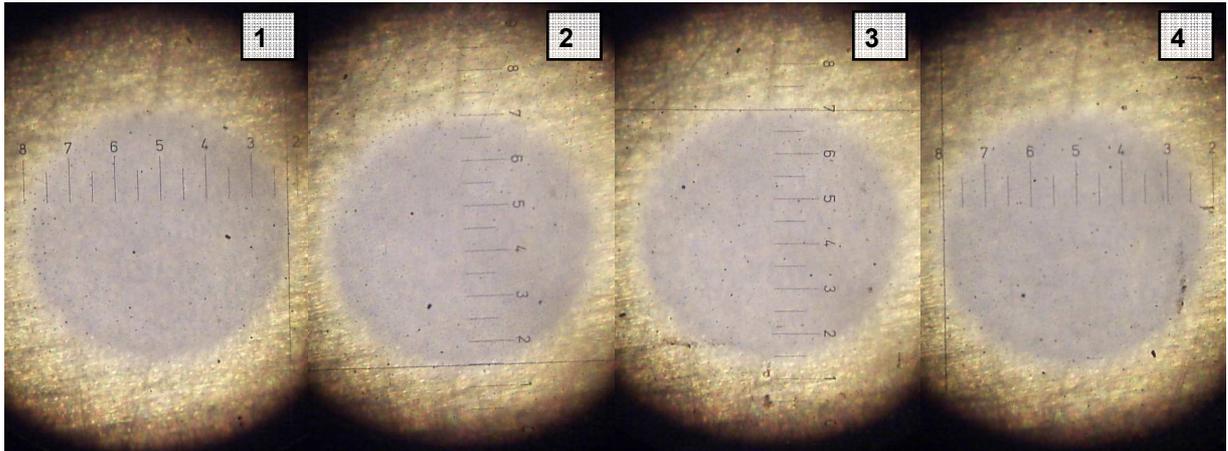


Figura 13: Posições do micrômetro para medição da dimensão da calota de desgaste (LOZZER, 2008)

### 2.2.1.5 Determinação da distância percorrida (“S”)

O equipamento de microabrasão tipo Calowear possui um contador de revoluções para o eixo motor; sendo assim, é necessário determinar a distância percorrida pela esfera livre durante os ensaios a partir das dimensões do eixo e da esfera livre utilizada para os ensaios. A Figura 14 detalha a transmissão de movimento do eixo motor – esfera livre movida onde “R” é o raio da esfera que está em contato com o eixo motor.

$$S = \Phi_{\text{esfera}} \cdot \pi \cdot n_{\text{esfera}} \quad (5)$$

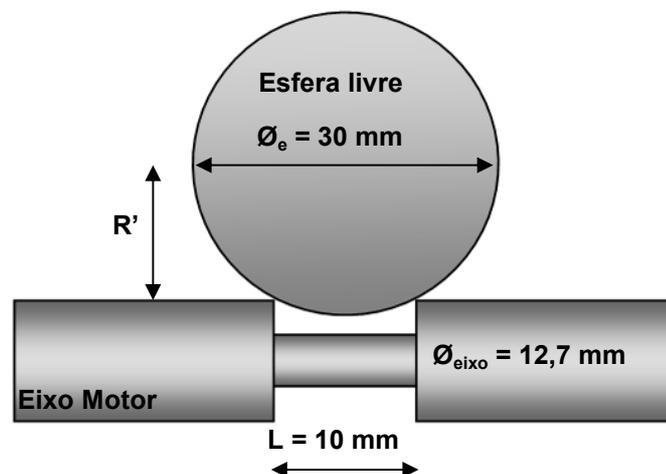


Figura 14: Transmissão de movimento do eixo para a esfera livre (LOZZER, 2008)

Considerando-se não haver deslizamento entre o eixo motor e a esfera livre, podem-se utilizar as Equações 6 a 8 (LOZZER, 2008).

$$S' = 2 \cdot R' \cdot \pi \cdot n_{\text{esfera}} = \Phi_{\text{eixo}} \cdot \pi \cdot n_{\text{eixo}} \quad (6)$$

$$n_{\text{esfera}} = \frac{\Phi_{\text{eixo}} \cdot n_{\text{eixo}}}{2 \cdot R'} \quad (7)$$

$$\left(\frac{\Phi_{\text{esfera}}}{2}\right)^2 = R'^2 + \left(\frac{L}{2}\right)^2 \rightarrow R' = \frac{1}{2} \sqrt{(\Phi_{\text{esfera}}^2 - L^2)} \quad (8)$$

Assim, substituindo Equação 8 na Equação 7 e a resultante na Equação 5, obtém-se a Equação 9 (LOZZER, 2008):

$$S = \frac{\Phi_{\text{esfera}} \cdot \Phi_{\text{eixo}} \cdot \pi \cdot n_{\text{eixo}}}{\sqrt{(\Phi_{\text{esfera}}^2 - L^2)}} \quad (9)$$

Em que:

$S \rightarrow$  distância percorrida [mm]

$\emptyset_{\text{esfera}} = 30$  mm (diâmetro da esfera)

$\emptyset_{\text{eixo}} = 12,7$  mm (diâmetro do eixo)

$L = 10$  mm (distância entre os pontos de contato da esfera com o eixo)

E, então, encontra-se a Equação 10 (LOZZER, 2008):

$$S = 42,32 \cdot n_{\text{eixo}} \text{ [mm]} \quad (10)$$

#### 2.2.1.6 Parâmetros dos ensaios de microabrasão

Os parâmetros operacionais adotados para a realização dos ensaios de microabrasão estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2: Parâmetros operacionais dos ensaios de microabrasão (LOZZER, 2008)

Rotação do eixo motor	150 a 180 [rpm]
Ângulo de inclinação do suporte	70 [°]
Força normal estática	0,22 ± 0,02 [N]
Abrasivos	SiC: granulometria média < 5 µm SiO <sub>2</sub> : granulometria média < 5 µm Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : granulometria média < 5 µm
Concentração do abrasivo	0,1 [mg/cm <sup>3</sup> ]
Gotejamento do abrasivo	1 gota a cada 3 segundos

#### 2.2.1.7 Coleta do valor da força normal sobre o contato (“N”)

É necessário que o valor na força normal dinâmica sobre o contato seja registrada alguns instantes antes que seja feita a interrupção para mensurar a dimensão da calota desgastada, pois este valor é utilizado nos cálculos para a determinação do coeficiente de desgaste, vistos na Equação 4. Entretanto, para os pontos subsequentes da mesma calota de desgaste, o valor a ser considerado nos cálculos é a média de todos os anteriores (LOZZER, 2008).

#### 2.2.1.8 Determinação do regime permanente de desgaste

Um dos fatores que causam complexidade nos ensaios tribológicos é a determinação do regime permanente de desgaste. A partir de sua obtenção, é possível coletar dados confiáveis do comportamento do sistema (LOZZER, 2008).

Para o caso de microabrasão em compósitos de matriz metálica à base de tungstênio, o regime permanente foi considerado o regime em que o coeficiente de desgaste apresentou uma variação inferior a 7% para baixo ou para cima ao longo dos ensaios. Todos os valores de coeficiente de desgaste utilizados neste trabalho pertencem ao regime permanente. A Figura 15 mostra uma representação gráfica de tal regime (LOZZER, 2008).

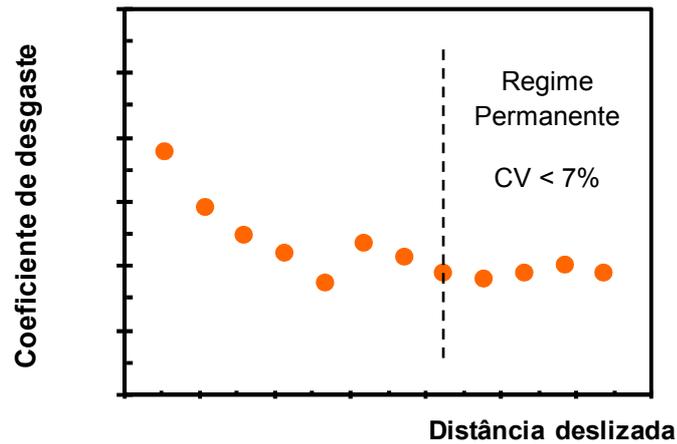


Figura 15: Representação gráfica do regime permanente (LOZZER, 2008).

#### 2.2.1.9 *Microscopia eletrônica de varredura*

As observações por microscopia eletrônica de varredura foram realizadas num equipamento marca LEICA-OXFORD, modelo S440i, em parceria com a ArcelorMittal Tubarão (CST) (LOZZER, 2008).

### 2.2.2 **Resultados de Lozzer (2008)**

#### 2.2.2.1 *Macro dureza e coeficientes de desgaste microabrasivo dimensionais*

Os resultados dos ensaios de macro dureza e dos ensaios de microabrasão utilizando as lamas abrasivas à base de SiC, SiO<sub>2</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> podem ser vistos na Tabela 3, com os respectivos coeficientes de variação.

Tabela 3: Dados de macrodureza Vickers e coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional para abrasivos à base de SiC, SiO<sub>2</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, com respectivos coeficientes de variação (LOZZER, 2008)

Amostras	Dureza		Coeficientes de Desgaste					
			Abrasivo – SiC		Abrasivo – SiO <sub>2</sub>		Abrasivo – Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
	HV <sub>10</sub>	CV%	K x 10 <sup>-12</sup> [m <sup>2</sup> /N]	CV%	K x 10 <sup>-13</sup> [m <sup>2</sup> /N]	CV%	K x 10 <sup>-14</sup> [m <sup>2</sup> /N]	CV%
<b>4</b>	335	3,5%	4,82	2,3%	5,61	4,1%	7,45	10,1%
<b>4-Cu</b>	290	6,3%	5,44	5,9%	6,21	11,8%	6,53	8,3%
<b>4-Fe</b>	340	4,9%	4,17	7,7%	5,09	3,6%	6,63	7,8%
<b>4-Fe-SiC</b>	332	3,1%	4,70	6,1%	4,91	7,0%	8,26	5,7%
<b>4-Mo</b>	341	1,8%	4,63	2,8%	4,36	7,5%	9,09	8,3%
<b>4-SiC</b>	332	1,7%	3,85	5,3%	5,29	10,1%	5,29	7,8%
<b>6-16</b>	311	2,5%	4,13	7,5%	7,91	5,7%	5,82	4,0%
<b>6</b>	348	2,6%	4,36	3,8%	6,36	6,9%	6,42	7,6%
<b>6-SiC</b>	358	1,1%	4,72	4,9%	4,05	10,4%	5,73	11,9%
<b>16</b>	288	3,5%	3,99E <sup>-12</sup>	4,7%	7,10E <sup>-13</sup>	13,4%	6,96E <sup>-14</sup>	5,3%

### 2.2.2.2 Microscopia eletrônica de varredura

#### 2.2.2.2.1 Lama abrasiva à base de SiC

De modo geral, os micromecanismos de desgaste predominantes atuantes nas matrizes submetidas ao desgaste com lama abrasiva à base de carбето de silício são indentações múltiplas, vistas na amostra “4-SiC”, que está representada na Figura 16. Porém, as marcas de indentações e deformação plástica na matriz com maior coeficiente de desgaste, mais macia, são de proporções maiores.



Figura 16: Micromecanismo de desgaste por indentações múltiplas gerados com lama abrasiva de SiC, MEV – elétrons secundários – amostra “4-SiC” (LOZZER, 2008)

#### 2.2.2.2.2 *Lama abrasiva à base de SiO<sub>2</sub>*

Comparando os micromecanismos de desgastes predominantes, com a lama de sílica, é visível que estes são riscamento por partículas, como pode ser visto na Figura 17, para a amostra “16”.

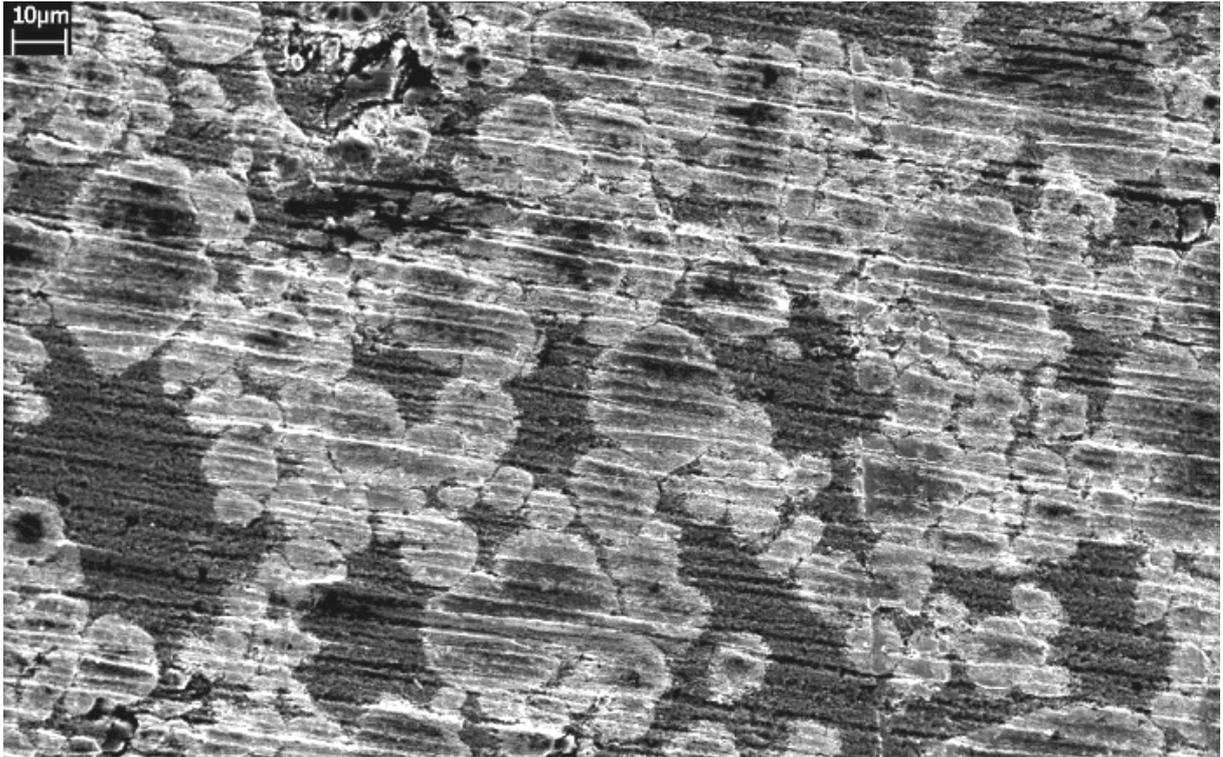


Figura 17: Micromecanismo de desgaste por deslizamento de partículas gerados com lama abrasiva de  $\text{SiO}_2$ , MEV – elétrons secundários – amostra “16” (LOZZER, 2008)

#### 2.2.2.2.3 *Lama abrasiva à base de $\text{Fe}_2\text{O}_3$*

O desgaste provocado pela lama abrasiva de hematita apresenta uma situação interessante, que o difere, em parte, dos mecanismos encontrados para as outras lamas.

Pela própria constituição das matrizes, que contêm duas fases bem diferentes, uma dura formada pelo esqueleto de tungstênio e outra macia formada pela liga infiltrante, é possível encontrar, no mesmo material, submetidos ao mesmo processo de desgaste, micromecanismos de deslizamento de partículas na fase dura e indentações múltiplas na fase macia sem que ocorra sobreposição desses mecanismos em cada fase.

As partículas abrasivas, quando presentes na interface contra-corpo/fase dura apresentam um comportamento de engaste no contra-corpo e provoca riscamento leve – certo “polimento” – na fase dura; ao encontrar a fase mais macia, que oferece menor resistência à penetração, as partículas indentam com maior facilidade,

provocando uma rotação, e posteriormente acontecerão outras indentações, caracterizando o micromecanismo de indentações múltiplas. Este comportamento é mostrado na Figura 18.

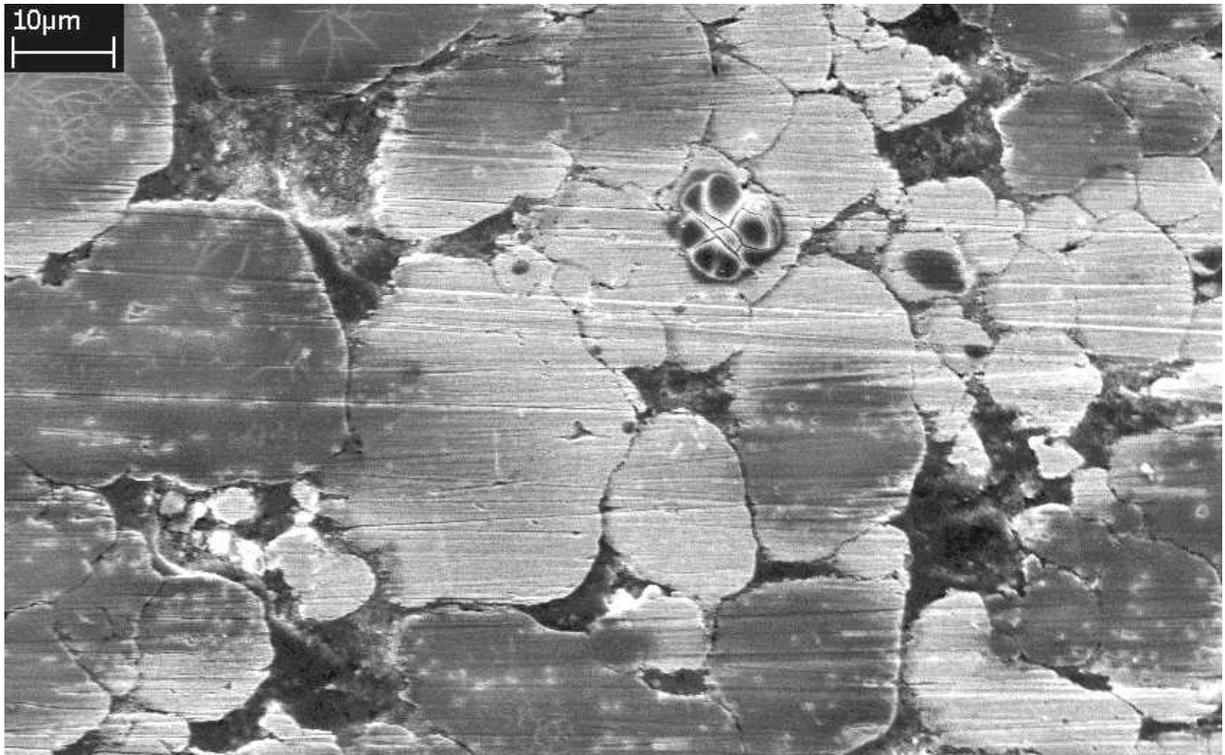


Figura 18: Micromecanismos duplos de desgaste gerados com lama abrasiva de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , MEV – elétrons secundários – amostra "16" (LOZZER, 2008)

As demais micrografias, obtidas para todas as amostras, com as respectivas lamas abrasivas, encontram-se anexadas.

### 2.3 DUREZA

Os ensaios de penetração têm sido uma das técnicas mais utilizadas para medir propriedades mecânicas de materiais, devido, principalmente, à facilidade e à rapidez na obtenção de resultados. No início do século XX, Brinell realizou os primeiros testes de penetração para determinar propriedades plásticas de materiais, utilizando para tal uma esfera como penetrador. Tradicionalmente, os ensaios de penetração envolvem a visualização, por meios óticos, das impressões deixadas pelo penetrador na superfície do material, o que impõe uma limitação de escala para a utilização desta técnica. No entanto, nas últimas décadas, tornou-se possível a realização de ensaios de penetração em escala micro e nanométrica devido ao

desenvolvimento de instrumentos capazes de medir continuamente o carregamento/descarregamento e a profundidade de penetração durante o ensaio (SANTOS, 2009).

A propriedade Dureza (*H - Hardness*) é um parâmetro de resistência mecânica e, como tal, deve medir a resistência à deformação plástica, ou seja, à deformação irreversível, espontaneamente. Desta forma, todos os procedimentos de medição de dureza envolvem necessariamente a produção de deformação plástica no material. O método mais comum de obtenção do valor de dureza é através de ensaios de penetração, em que se mede a profundidade ou a área da impressão deixada por um penetrador de formato específico sobre o material, após a aplicação de uma força específica, por um tempo pré-definido (SANTOS, 2009).

A dureza por penetração pode ser dividida em três tipos de acordo com a carga e com a profundidade da penetração: macrodureza, microdureza e nanodureza. A Figura 19 mostra os limites de carga e deslocamento do penetrador para cada tipo.

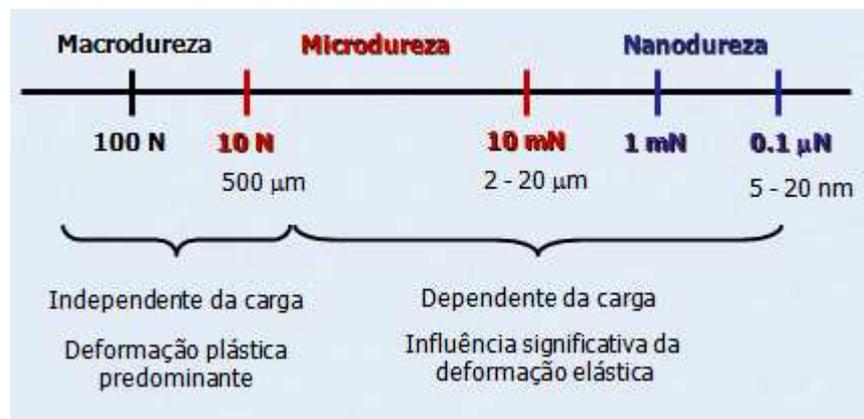


Figura 19: Faixas de cargas do ensaio de penetração.

Para medidas realizadas em escala macro a dureza é determinada pela razão entre a força aplicada e a área de deformação plástica da impressão, enquanto as durezas em escala micro e nano em geral são calculadas a partir de dados extraídos da curva força, ou carga, versus profundidade de penetração.

As formulações e parâmetros de ensaio utilizados na medição da macrodureza diferenciam-se dos utilizados na micro e na nanodureza, sendo semelhantes nestas.

Em vista disso, uma breve revisão sobre a técnica de penetração instrumentada está exposta nos tópicos seguintes.

### **2.3.1 Penetração instrumentada**

Por mais de um século, pesquisadores da área de mecânica do contato reconhecem que os contatos superficiais entre materiais dependem fortemente de suas propriedades mecânicas. Vários ensaios diferentes de penetração foram desenvolvidos com o intuito de avaliar estas propriedades. Nas últimas duas décadas, no entanto, uma verdadeira revolução ocorreu em tais experimentos, devido ao desenvolvimento de novos sensores e atuadores que permitiram que se fizessem, rotineiramente, ensaios por penetração instrumentada (EPI) em escalas submicrométricas. A técnica resultante se tornou onipresente em medições de propriedades mecânicas em superfícies (SCHUH, 2006).

O EPI tem sido, recentemente, bastante usado como forma de caracterizar mecanicamente os materiais, desde metais e cerâmicos até polímeros e biomateriais (VAN LANDINGHAM, 2003). Em geral, este ensaio é empregado para a medição de dureza, mas, teoricamente, outros dados podem ser obtidos, tais como módulo de elasticidade, limite de escoamento e coeficiente de encruamento de materiais metálicos, tenacidade à fratura de materiais frágeis, visco-elasticidade de polímeros, adesão de filmes a substratos e tensões residuais (PHARR, 1998; SURESH e GIANNAKOPOULOS, 1998; DAO *et al.*, 2001; VAN LANDINGHAM, 2003; LEPIENSKI *et al.*, 2004; RODRÍGUEZ, 2010). Isto faz com que o estudo da técnica seja muito vantajoso porque diversas informações poderiam ser obtidas a partir de ensaios em apenas um corpo-de-prova, em oposição a ensaios individuais que frequentemente necessitam da preparação de grupos de amostras com dimensões padronizadas (RODRÍGUEZ, 2010).

Os valores de dureza encontrados em ambos os métodos de medição – dureza instrumentada e dureza convencional – são praticamente iguais, desde que impressões puramente plásticas sejam produzidas. Para o caso em que o contato é predominantemente elástico, a área residual de contato é quase nula, causando grandes distorções de medida para o método tradicional. A importância desta

técnica resulta do fato de que é possível utilizar os dados de carga-deslocamento para definir as propriedades mecânicas sem precisar obter imagens das impressões do penetrador nas amostras, o que é determinante para medições em escalas muito pequenas (HAY e PHARR, 2000).

Dependendo dos detalhes específicos do sistema de ensaio, cargas da ordem 1 nN podem ser aplicadas e deslocamentos de 0,1 nm (1 Å) podem ser medidos. Isto permite uso do EPI para a determinação de propriedades mecânicas de revestimentos e filmes finos e de superfícies modificadas por tratamentos superficiais, com significativamente pouca interferência do substrato (HAY e PHARR, 2000; FISCHER-CRIPPS, 2000). Adicionalmente, cargas e deslocamentos com grandes faixas de aplicação permitem que um único instrumento seja usado para caracterizar aproximadamente todos os tipos de sistemas de materiais (VAN LANDINGHAM, 2003).

#### 2.3.1.1 *Instrumentação*

No EPI, a força, ou carga (“P”), e o deslocamento, ou profundidade de penetração (“h”) são medidos simultânea e continuamente durante um ciclo completo de aplicação e remoção de força (carregamento e descarregamento) (VAN LANDINGHAM, 2003). Na Figura 20, apresenta-se um esquema do equipamento utilizado no ensaio. Na configuração usual, o indentador encontra-se montado numa coluna (HAY e PHARR, 2000; RODRÍGUEZ, 2010) – vertical ou horizontal (VAN LANDINGHAM, 2003) – por intermédio da qual se transmite o carregamento, que é aplicado por um atuador (HAY e PHARR, 2000), frequentemente por acionamento eletromagnético ou eletrostático (VAN LANDINGHAM, 2003). O sistema inclui um sensor para medir o deslocamento em algum ponto intermediário entre o indentador e o atuador (HAY e PHARR, 2000; RODRÍGUEZ, 2010). Alguns equipamentos utilizam o mesmo transdutor para medir força e deslocamento, enquanto outros usam medidores distintos para cada uma dessas grandezas (VAN LANDINGHAM, 2003). Apesar de muitos equipamentos serem orientados por um histórico de deslocamento, a maioria dos equipamentos de penetração instrumentada são mecanismos orientados pela carga. Nestes, o histórico da carga é mais facilmente

controlado através do controle de deslocamento, conseguido com o uso de sinal de retroalimentação (VAN LANDINGHAM, 2003).

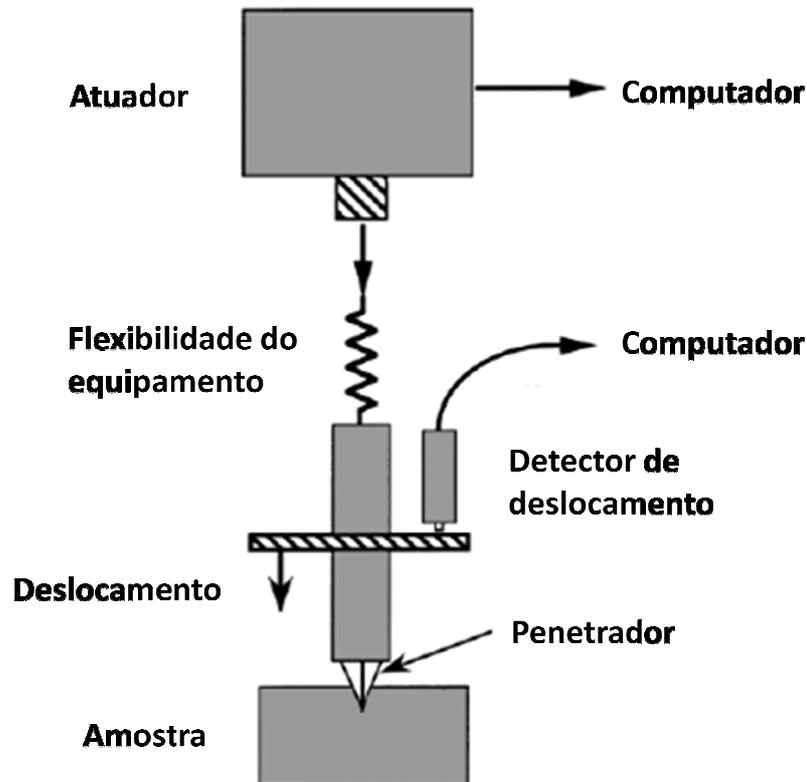


Figura 20: Representação esquemática dos componentes básicos de um ensaio de penetração instrumentada, adaptado de Hay e Pharr (2000)

Em qualquer estágio do carregamento ou descarregamento, o deslocamento, como medido pelo sensor, é a soma do deslocamento verdadeiro do penetrador (“h”) e as deformações do equipamento sob carregamento. A flexibilidade do equipamento (*compliance*) pode contribuir significativamente na medida total do deslocamento, o que obriga a realização de sua calibração, para correção dos dados obtidos (OLIVER e PHARR, 1992; RODRÍGUEZ, 2010).

### 2.3.1.2 Técnicas de análise

Durante o ensaio de penetração, um penetrador é pressionado contra a amostra e ocorrem deformações elásticas e plásticas, o que resulta na formação de uma impressão sobre sua superfície, conforme a geometria do penetrador: piramidal

(Vickers, Knoop, Berkovich), *cube-corner* (extremidade de um cubo), esférico, cônico, entre outros. Durante a retirada do penetrador apenas a porção elástica da deformação é recuperada. Para impressões em escalas micro ou nanométricas, é extremamente difícil medir, por meios ópticos, a área da impressão formada após a retirada da carga e, desta forma, a técnica de penetração instrumentada é a mais indicada para determinação de propriedades mecânicas (SANTOS, 2009).

Uma metodologia simples para a medição da dureza, “H”, e do módulo de elasticidade, “E”, foi desenvolvida, desde que os materiais ensaiados sejam isotrópicos e não exibam dependência do tempo – isto é, não apresentem viscoelasticidade ou fluxo plástico com o tempo (*creep*) (HAY e PHARR, 2000). Assume-se, também, que a deformação durante o carregamento é elástica e plástica, enquanto o comportamento da amostra durante o descarregamento é caracterizado somente pela recuperação elástica, sem plasticidade reversa, embora para a maioria dos materiais esta seja mínima (OLIVER e PHARR, 2004).

Esta análise, proposta originalmente Doerner e Nix (1986), e que leva em conta como penetrador um penetrador plano, foi, em seguida, desenvolvida para outras geometrias de indentadores, como os de tipo Berkovich, por Oliver e Pharr (1992). Estes autores propuseram um método que utiliza dados de carga e deslocamento obtidos durante um ciclo de carregamento e descarregamento, obtidos através de ensaio por um penetrador piramidal tipo Berkovich, mas que, posteriormente, mostrou-se válido também para penetradores axissimétricos em geral, como a esfera, e também para o de tipo Vickers – também um penetrador piramidal. Para o caso de penetradores piramidais, o modelo os substitui por cones com determinados semi-ângulos, por transformar a modelagem necessária, em 3D, por uma modelagem 2D, mais simples e com tempo de processamento menor, facilitando o trabalho (OLIVER e PHARR, 1992; HAY e PHARR, 2000; VAN LANDIGHAM, 2003; OLIVER e PHARR, 2004; RODRÍGUEZ, 2010). Uma representação esquemática de uma curva típica produzida em um ensaio com penetrador tipo Berkovich é apresentada na Figura 21:

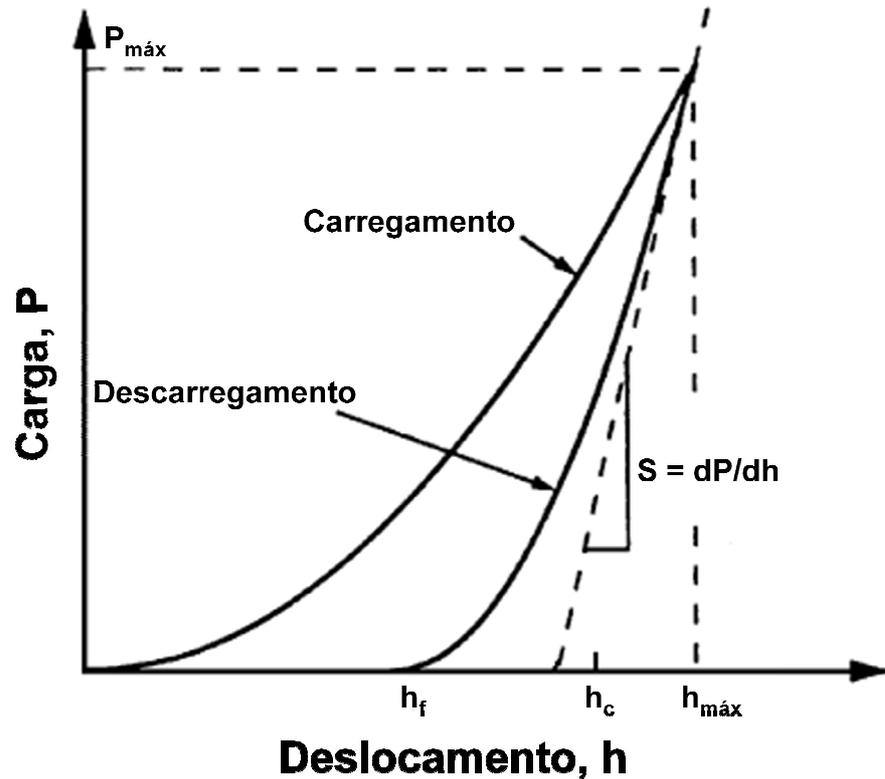


Figura 21: Típica curva carga-deslocamento, adaptado de Li e Bhushan (2002)

em que " $h_{\text{máx}}$ " representa a profundidade de penetração na força máxima, " $P_{\text{máx}}$ "; o termo " $h_c$ " é a profundidade de contato, definida como a profundidade do penetrador efetivamente em contato com a amostra sob carga; " $h_f$ " é a profundidade final após o descarregamento; " $S=dP/dh$ " é a rigidez de contato elástica sob descarregamento – também chamada de rigidez de contato, definida como a inclinação da porção superior da curva de descarregamento, durante seus estágios iniciais; na Figura 22, " $a$ " é o raio do círculo de contato e " $h_s$ " é a quantidade de retração da amostra (*sink-in*).

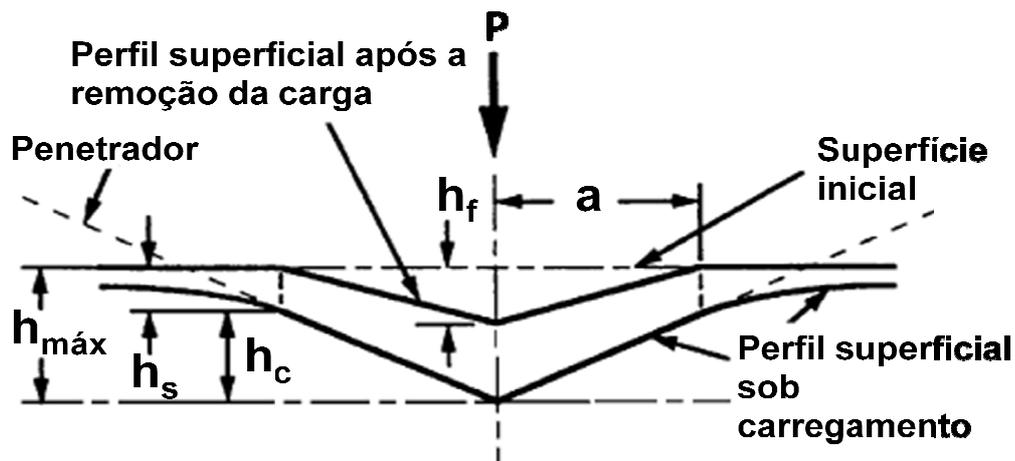


Figura 22: Padrão de deformação de uma amostra elasto-plástica durante e depois de uma penetração, adaptado de Li e Bhushan (2002)

O método proposto por Oliver e Pharr (método de O&P), iterativo, permite a consecução da função de área, que relaciona a área da seção transversal do penetrador à distância de sua extremidade, e da flexibilidade (*compliance*) do equipamento. O método é baseado na medição da rigidez de contato e não requer a obtenção da imagem da penetração (MEZA *et al.*, 2007).

Este método exhibe o instrumento e a amostra como duas molas em série, em que a flexibilidade da máquina, “ $C_f$ ”, e a flexibilidade da amostra, “ $C_u$ ”, se relacionam através da Equação 11:

$$(11)$$

em que “ $C_T$ ” é a flexibilidade total.

A rigidez da amostra pode ser calculada utilizando-se a teoria de elasticidade (PHARR, OLIVER, BROTZEN, 1992; MEZA *et al.*, 2007) através da Equação 12:

$$(12)$$

Esta equação foi obtida da equação original de Sneddon (1951), que utiliza como penetrador uma geometria que se aproxima de um cone. Para aproximá-la das condições reais de penetração (RODRÍGUEZ, 2010), e penetradores de outras geometrias, insere-se “ $\beta$ ” – um parâmetro adimensional, que depende da geometria do penetrador e, ligeiramente, das propriedades do material penetrado. Além disso, corrige a falta de simetria dos penetradores piramidais em relação ao penetrador cônico ideal (MEZA *et al.*, 2008). É usado, ademais, para levar em conta desvios na rigidez de contato causados pela falta de axissimetria em penetradores piramidais (OLIVER E PHARR, 1992; OLIVER E PHARR, 2004; MEZA *et al.*, 2008), consistindo em 1,034 para penetradores Berkovich e 1,012 para penetradores tipo Vickers (KING, 1987). “ $S_u$ ” refere-se à rigidez da amostra e “ $A_c$ ” à área de contato projetada, que relaciona a área da seção transversal do penetrador com a profundidade de contato.

O cálculo de “ $E_r$ ”, ou módulo reduzido, que leva em conta os deslocamentos elásticos tanto da amostra como do penetrador, é dado por:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (13)$$

Na expressão acima, “ $E_i$ ” e “ $\nu_i$ ” são o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson, respectivamente, do penetrador, e “ $E$ ” e “ $\nu$ ” são o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson, respectivamente, do material da amostra.

Após corrigir os dados pela folga da máquina, a rigidez de contato da amostra, “ $S_u$ ”, pode também ser obtida diretamente pela inclinação da curva de descarregamento, como ilustrado na Figura 21.

Uma estimativa da flexibilidade da máquina e a função de área podem ser obtidas através de um procedimento iterativo (procedimento que é usado no equipamento), que está mostrado abaixo:

Carregam-se, inicialmente, os dados brutos, seguindo como mostrado abaixo:

Corrigem-se os dados: ponto de referência inicial (“ $h_0$ ”) e o coeficiente de expansão térmica da estrutura do equipamento, (*thermal drift*,  $TD$ ),

$$h = h_T - h_0 - TD \times t \quad (14)$$

em que “ $h_T$ ” é o deslocamento total do penetrador e “ $t$ ” é o tempo.

Durante o descarregamento, a curva carga-deslocamento fornece a seguinte expressão:

$$P = B(h_{\text{máx}} - h_f)^m \quad (15)$$

em que “ $P$ ” é a carga, “ $B$ ” é o coeficiente da curva de descarregamento e “ $m$ ” é seu expoente, determinados experimentalmente, juntamente com a profundidade residual “ $h_f$ ”.

Calcula-se, então, a rigidez total (“ $S_T$ ”) no descarregamento à carga máxima:

$$S_T = \frac{dP}{dh} = Bm(h_{\text{máx}} - h_f)^{m-1} \quad (16)$$

Através de

$$h_c = h_{\text{máx}} - h_s \quad (17)$$

e

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{\text{máx}}}{S} \quad (18)$$

produz-se

$$h_c = h_{\text{máx}} - \varepsilon \frac{P_{\text{máx}}}{S} \quad (19)$$

Nas primeiras análises, “ $\varepsilon$ ” foi considerado um parâmetro geométrico (OLIVER e PHARR, 1992), mas posteriormente descobriu-se que, mesmo para uma dada geometria de indentador, “ $\varepsilon$ ” pode ter diferentes valores, sendo melhor estimá-lo como uma função do expoente da curva de descarregamento “ $m$ ” mostrado na Eq. 15 (PHARR e BOLSHAKOV, 2002; RODRÍGUEZ, 2010). Ademais, “ $\varepsilon$ ” geralmente vale de 0,72 a 0,78 para um penetrador do tipo Vickers (MEZA *et al.*, 2007).

Avalia-se a área de contato através da área ideal de contato (para um penetrador tipo Berkovich):

$$A_c = f(h_c) = 24,5h_c^2 \quad (20)$$

Estimam-se a flexibilidade da máquina, “ $C_f$ ”, e o módulo de elasticidade reduzido, “ $E_r$ ”, plotando-se “ $C_T$ ” como função de “ $A_c$ ”:

$$\frac{1}{S_T} = C_T = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta E_r} \frac{1}{\sqrt{A_c}} \quad (21)$$

Finalmente, a Eq. 21 pode ser reescrita como

$$A_c = \frac{\pi}{4\beta^2 E_r^2 (C_T - C_f)^2} \quad (22)$$

o que permite calcular a área de contato corrigida.

Assim, ajusta-se a profundidade de contato como uma função da área de contato corrigida, através da equação abaixo:

$$A_{O\&P} = A_0 h_c^2 + A_1 h_c + A_2 h_c^{1/2} + \dots + A_8 h_c^{1/128} \quad (23)$$

em que “ $A_i$ ” são parâmetros de ajuste e “ $A_{O\&P}$ ” é a área de contato projetada corrigida.

Corrigem-se os dados da penetração para a flexibilidade do equipamento, através da equação abaixo:

$$h_{i+1} = h_i - P \times C_f \quad (24)$$

Utilizando-se a nova função de área, Equação 23, o procedimento de calibração iterativo é repetido várias vezes até que a convergência seja alcançada.

O método segue conduzindo-se uma série de penetrações em um material mais duro, como a safira, para que se obtenham informações a profundidades menores, mas, neste caso, a flexibilidade do equipamento é primeiramente obtida para um material macio (alumínio). Os dados produzidos para os materiais duros e macios, profundidade de contato “ $h_c$ ” e área de contato “ $A_c$ ” são então usados juntamente para estabelecer uma única função de área para todos os níveis de profundidade (MEZA et al., 2007).

Porém, sabe-se que

$$H = \frac{P_{\text{máx}}}{A_c}, \quad (25)$$

em que “ $H$ ” é a dureza do material da amostra, de acordo com a definição geral de dureza – uma das propriedades que se quer encontrar.

O módulo de elasticidade da amostra, “ $E$ ”, é calculado usando a Eq. 21, com o módulo de elasticidade reduzido, “ $E_r$ ”, obtido da Eq. 13, e inserindo-se os valores para os coeficientes de Poisson nesta.

O método acima mostrado, iterativo, permite conhecer a função de área e a flexibilidade do equipamento sem o conhecimento do módulo de elasticidade do material penetrado.

Outras técnicas para a determinação da função de área e da flexibilidade do equipamento incluem a visualização das impressões residuais das penetrações, através de microscopia ótica, de força atômica, etc. No entanto, tais técnicas tomam muito tempo e custam muito, além de serem de difícil aplicação, dadas as escalas a que podem chegar as penetrações.

O método iterativo pode ser simplificado se materiais de referência cujos módulos de elasticidade são conhecidos; nesta técnica, uma vez que a flexibilidade do equipamento é conhecida, não é necessária a iteração em outros materiais (MEZA *et al.*, 2007).

Outro método alternativo foi desenvolvido recentemente por Oliver e Pharr (2004), e baseia-se na razão carga máxima pela rigidez da amostra (" $P_{\text{máx}}/S_u^2$ ") para determinar a relação " $H/E^2$ " sem a necessidade de definir a função de área. De acordo com Oliver e Pharr (2004), este método, definido como Método da Dureza e Módulo de Elasticidade Constantes, só é válido caso o módulo de elasticidade e a dureza da amostra não variem com a profundidade.

### 2.3.1.3 Principais fontes de erro no cálculo das propriedades

A validade dos valores obtidos através do método descrito acima depende de uma série de considerações e correções realizadas sobre os dados brutos, entre as quais estão:

- Ponto de penetração inicial
- Coeficiente de expansão térmica da estrutura da máquina
- Flexibilidade do equipamento
- Arredondamento da ponta do penetrador
- Formação de borda do material na indentação (*pile-up*)

Os três primeiros parâmetros já haviam sido considerados no método supracitado, mas não os dois últimos, que vão ser abordados em mais detalhes.

#### 2.3.1.3.1 *Arredondamento da ponta do penetrador*

Um defeito geométrico comum dos indentadores é a perda da “agudeza” da ponta. Na Figura 23 apresenta-se a imagem de um indentador tipo Vickers onde se observa arredondamento da ponta. Das medições realizadas nas imagens concluiu-se que há um raio de aproximadamente  $1,3\ \mu\text{m}$  na ponta, quando deveria ser zero para melhores medições (RODRÍGUEZ, 2010).

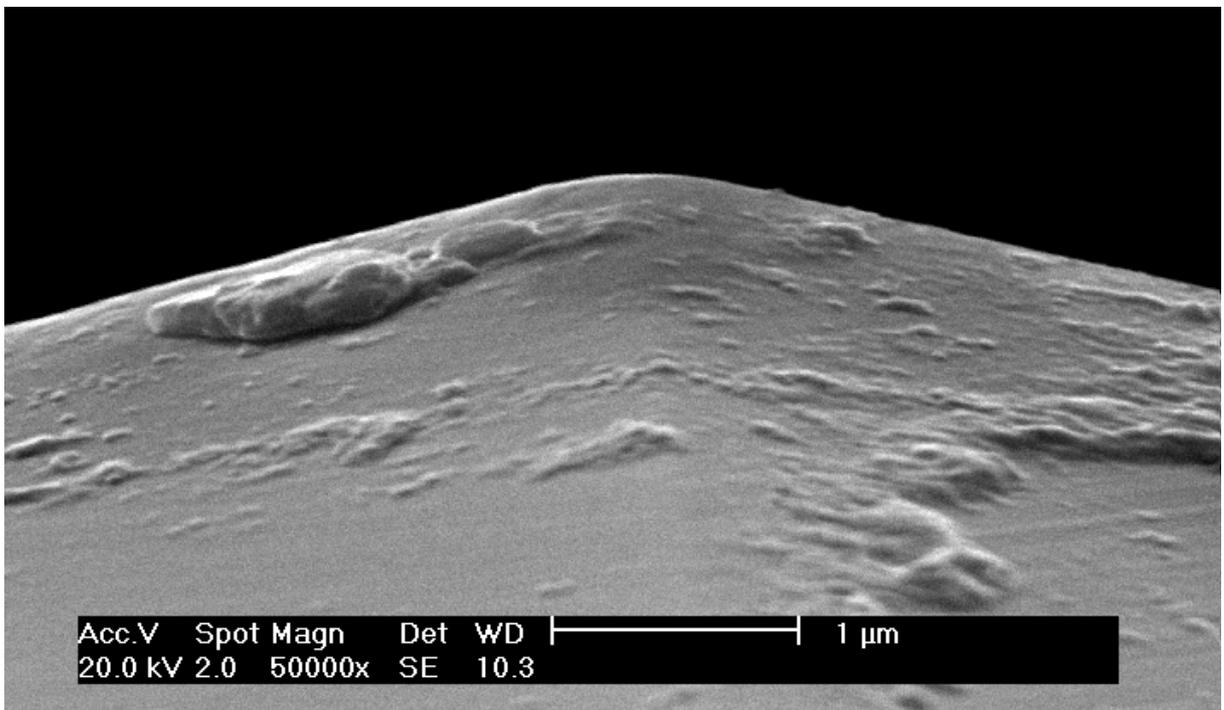


Figura 23: Micrografia de microscopia eletrônica de varredura de um indentador tipo Vickers (RODRÍGUEZ, 2010)

Essa imperfeição pode ser representada com a geometria descrita na Figura 24, onde “ $R$ ” é o raio da ponta do indentador, “ $h_b$ ” é a diferença entre a profundidade de indentação do cone arredondado e o cone ideal e “ $h_t$ ” é a profundidade de tangência esfera-cone.

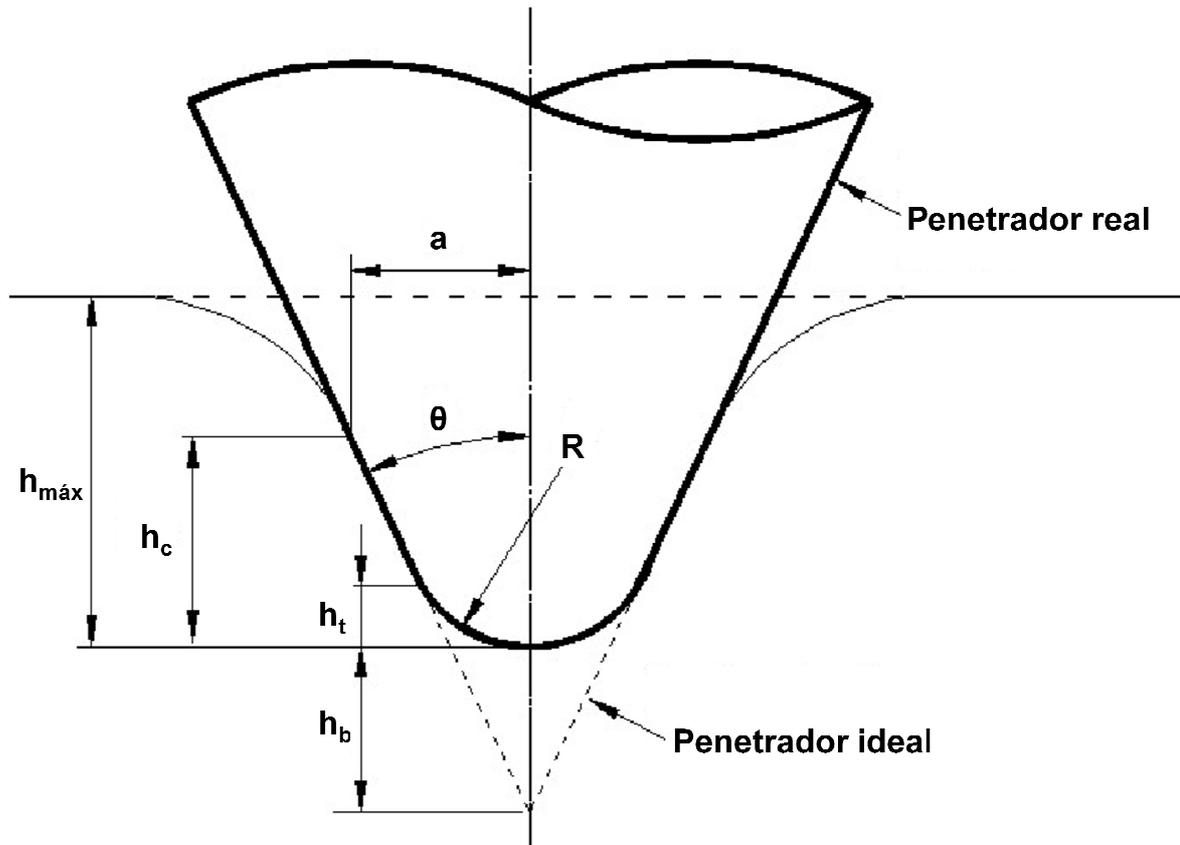


Figura 24: Representação da forma ideal e real de um indetador cônico, adaptado de Meza *et al.* (2008)

Este arredondamento deve ser levado em consideração no cálculo da função de área, para melhores resultados.

#### 2.3.1.3.2 Formação de borda (*pile-up*) e retração (*sink-in*) do material na indentação

Os procedimentos para a medição de dureza e módulo de elasticidade listados até agora se baseavam apenas em contato elástico. No entanto, quando são utilizados penetradores agudos como Berkovich e Vickers, os contatos se tornam elasto-plásticos, e o componente plástico às vezes produz consequências importantes que não podem ser explicadas apenas por modelos elásticos. O mais importante fenômeno plástico é a formação de borda (*pile-up*), em que o material forma uma espécie de borda em volta da impressão de contato, como mostrado na Figura 25. Nem sempre o *pile-up* ocorrerá nos materiais que apresentem deformação plástica. No entanto, quando ocorre, a área de contato é maior que a

área predita pela teoria de contato elástico, e “H” e “E” ficam superestimados, pois seu cálculo depende da área. Simulações por elementos finitos com penetradores cônicos do tipo Berkovich e Vickers mostram que a dureza pode ser superestimada em 60% e o módulo de elasticidade, em 30% (HAY e PHARR, 2000). A Figura 25 mostra, esquematicamente, os fenômenos de *pile-up* e *sink-in*.

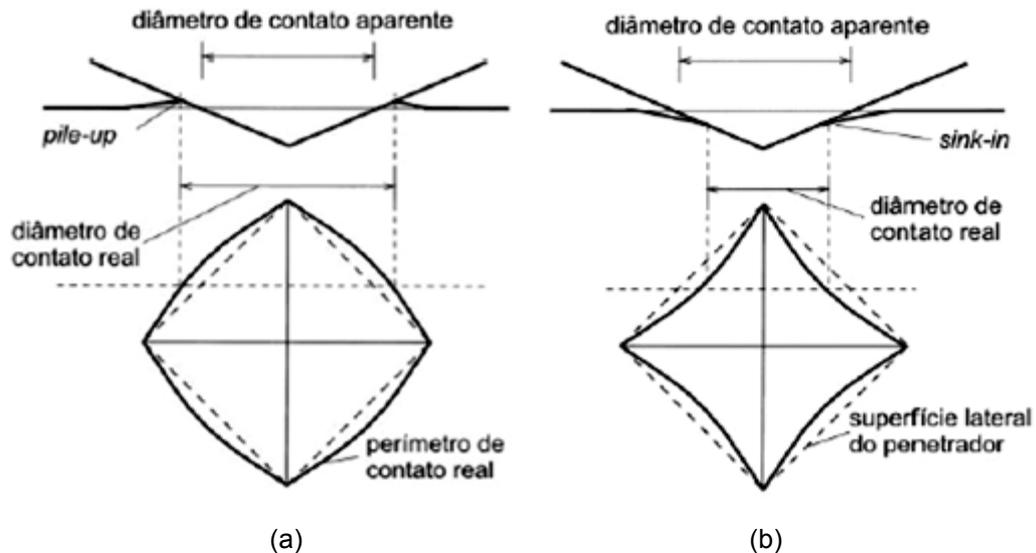


Figura 25: Representação esquemática de (a) *pile-up* (formação da borda) e (b) *sink-in* (retração), adaptado de Giannakopoulos e Suresh (1999)

Simulações por elementos finitos indicam que há um parâmetro facilmente mensurável em ensaios de penetração instrumentada que pode ser utilizado para determinar quando o *pile-up* é importante. Trata-se da relação “ $h_f/h_{máx}$ ”, ou a profundidade final do penetrador pela sua penetração máxima que, quando maior que 0,7, fornece indícios de que provavelmente haverá *pile-up*, como no caso de materiais muito dúcteis. Por outro lado, é baixa a probabilidade de haver *pile-up* quando este índice é menor que 0,7, como ocorre com cerâmicos e metais muito duros (HAY e PHARR, 2000).

Caso haja a suspeita de que o material apresente *pile-up*, baseado na investigação do parâmetro acima citado ou de outro parâmetro independente das propriedades do material, imagens das penetrações devem ser examinadas. Microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica são meios bastante usados.

## 2.4 RELAÇÃO “H/E” NO CONTROLE DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE

Apesar de a dureza ter sido durante muito tempo considerada como a propriedade mais importante ao se definir a resistência ao desgaste, há fortes evidências que sugerem que o módulo de elasticidade também pode ter uma grande influência no comportamento sob desgaste. Em particular, a deformação elástica até a falha do material, que está relacionada à relação dureza por módulo de elasticidade (“H/E”), mostrou-se, através de estudos de muitos autores, um parâmetro mais apropriado na avaliação da resistência ao desgaste do que somente a dureza (LEYLAND e MATTHEWS, 2000).

Essa relação pode ser descrita de outra forma, de acordo com a teoria de Greenwood e Williamson (1966), em que a capacidade de um material ser plastificado pode ser descrita de acordo com a equação abaixo,

$$\Psi = \frac{E}{H} \left( \frac{\sigma^*}{r} \right)^{1/2} \quad (26)$$

em que  $\sigma^*$  é o desvio-padrão da distribuição das alturas das asperidades da superfície do material. A relação “ $(\sigma^*/r)^{1/2}$ ” é aproximadamente igual à média das inclinações das asperidades. Este índice prediz a proporção dos contatos entre as asperezas que entraram em fluxo plástico. Em princípio, a proporção de contatos entre asperidades que é plástica depende do índice de plasticidade e da carga nominal aplicada na superfície, mas na prática é o índice de plasticidade que determina tal comportamento. Para valores menores que 0,6, o fluxo plástico nas asperidades irá ocorrer somente a altíssimas cargas, enquanto para valores de “ $\psi$ ” maiores que 1, a maioria das asperidades se deformará plasticamente, mesmo a cargas muito baixas. Para superfícies metálicas, “ $\psi$ ” geralmente se encontra entre 0,1 e 100; para cerâmicos e polímeros, este valor é de cerca de um décimo do valor para metais, proporcionando muito mais contatos elásticos do que plásticos (HUTCHINGS, 1992).

# CAPÍTULO III

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

As matrizes analisadas neste trabalho são as mesmas utilizadas por Lozzer (2008), e citadas no item 2.2.1. Os resultados encontrados em ensaios de microabrasão por Lozzer (2008) também já foram descritos em 2.2.2 e serão objeto de análise neste trabalho.

A Figura 26 apresenta uma imagem obtida por microscopia ótica com aumento de 1000x da amostra "4-Fe-SiC", em que as regiões amarelas representam a liga infiltrante, o cinza claro representa os pós de tungstênio e as regiões mais escuras, os abrasivos secundários. Pode-se notar que houve certo coalescimento das partículas de tungstênio durante o processo de sinterização.

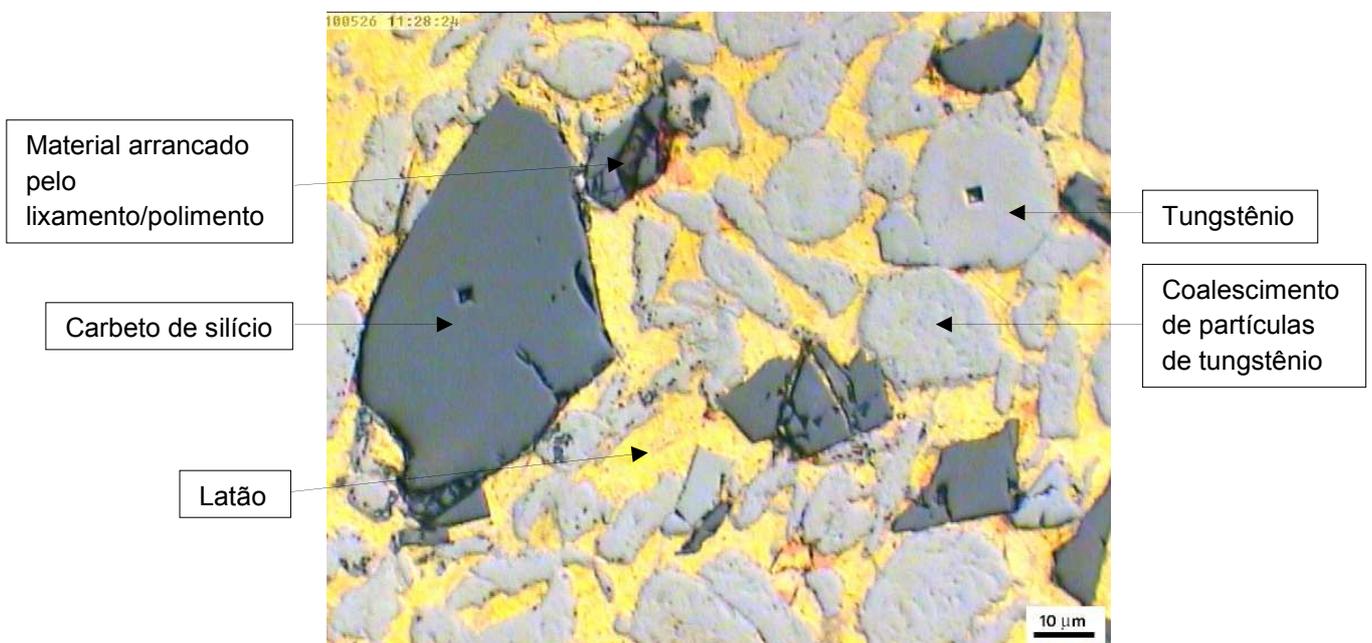


Figura 26: Microscopia ótica para caracterização da amostra "4-Fe-SiC" (LFS/USP)

## 3.2 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA DAS AMOSTRAS

Para a preparação metalográfica das amostras, que abarca o embutimento, lixamento e polimento, todos os aparelhos utilizados foram cedidos pelo Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS), do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de São Paulo (USP).

### 3.2.1 Embutimento

As dez amostras foram embutidas para facilitar seu manuseio durante o lixamento e para ficar com as faces mais paralelas possível. Utilizou-se uma embutidora automática da marca Buehler, modelo Simplimet 3000 - Automatic Mounting Press. O tempo de aquecimento para cada amostra é de 2 minutos, a temperatura chega a 160°C e a pressão de embutimento é de 290 bar.

Antes do início do lixamento das amostras, retiraram-se as rebarbas da baquelite (cantos vivos) com uma lixa de granulometria 320 para facilitar o manuseio e também para não danificar o pano de polimento.

### 3.2.2 Lixamento e polimento

Para esta etapa de preparação das amostras utilizou-se uma lixadeira automática da marca Struers modelo TEGRA POL 25. Entretanto, efetuou-se o lixamento manualmente, pois a menor carga que a lixadeira poderia aplicar sobre as amostras (10 N em cada peça) ainda era alta o suficiente para causar seu encruamento.

Assim, utilizando-se a velocidade de 250 rpm na lixadeira/politriz manual Fortel modelo PLF, foram usadas cinco lixas, na seguinte ordem de granulometria: 220, 320, 400, 600 e 1200. Cada uma das dez amostras foi lixada em cada uma das cinco lixas. Ao passar por cada lixamento, as amostras eram lavadas com água e álcool e secadas com o auxílio de um secador.

O polimento foi realizado com a mesma máquina descrita acima, tendo o cuidado de limpá-la muito bem antes de seu início. Utilizou-se, como abrasivo, Metadi Monocrystalline Diamond Suspension de 1  $\mu\text{m}$ , da Buehler, com pano MD NAP 200 mm. Cada uma das dez amostras foi polida até que as marcas do lixamento não fossem mais visíveis quando observadas ao microscópio óptico com aumento de 200x. Após o polimento, as amostras eram lavadas com água e álcool, secadas com o auxílio do secador e guardadas dentro de um dessecador, como se pode visualizar na Figura 27.

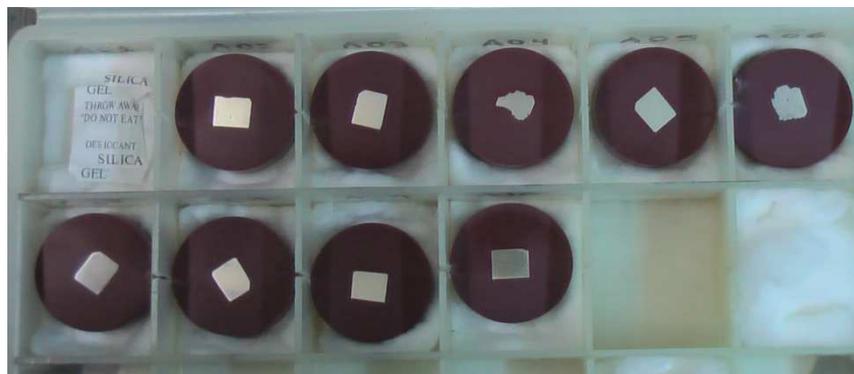


Figura 27: Amostras após a preparação metalográfica

### 3.3 ESPECIFICAÇÃO DO MICRODURÔMETRO INSTRUMENTADO

Neste trabalho, os ensaios também foram realizados no LFS/USP, em um microdurômetro instrumentado da marca Fischerscope, fabricado por Helmut Fischer GmbH e equipado com penetrador piramidal de quatro lados e semi-ângulo entre as faces opostas de 136° (tipo Vickers), com faixa de aplicação de cargas de 10 mN a 1000 mN, cuja ilustração esquemática está disposta na Figura 28.

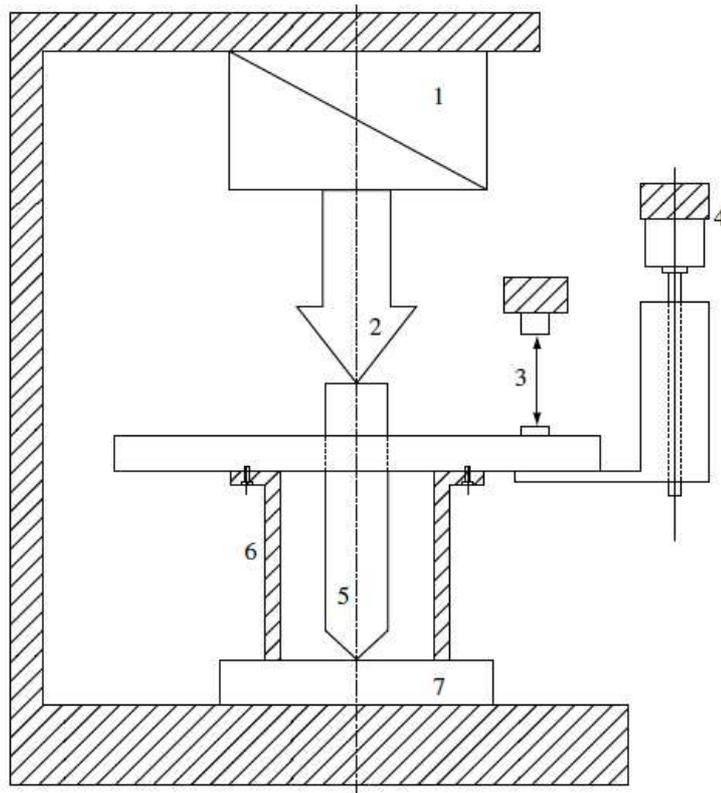


Figura 28: Representação esquemática do cabeçote de um microdurômetro instrumentado Fischerscope H100V: 1) atuador eletromagnético; 2) carga; 3) sensor de deslocamento; 4) motor; 5) penetrador; 6) anel de referência; e 7) amostra. Adaptado de Meza *et al.* (2007)

A ampliação máxima do microscópio óptico de visualização acoplado ao equipamento é de 800x; entretanto, utilizou-se um aumento de 400X para a marcação dos pontos de penetração nas amostras, para que se pudesse ter uma visão mais ampla das fases presentes.

Quanto à instrumentação, o equipamento utiliza o programa “Microindentation Program H100-HCU”, versão 2.1E de 20 de março de 1998, fornecido pela empresa Helmut Fischer GmbH. A Figura 29 apresenta o microdurômetro instrumentado utilizado nos ensaios e a Figura 30 mostra a mesa de controle do equipamento.



Figura 29: Microdurômetro Fischerscope H100V utilizado nos ensaios (LFS/USP)



Figura 30: Mesa de controle do microdurômetro (LFS/USP)

As penetrações são conduzidas com a carga especificada, de acordo com a sequência mostrada na Figura 31. A cada ciclo carregamento/descarregamento, dados são adquiridos para 160 pontos, com passo de 0,1s a uma relação “ $dP/dt$ ” constante. Um tempo de parada de 60 s é feito com carga máxima com o intuito de diminuir possíveis efeitos de *creep*. Após o descarregamento, uma carga de 0,4 mN é deixada por 60 s, com o objetivo de acomodar tensões no material.

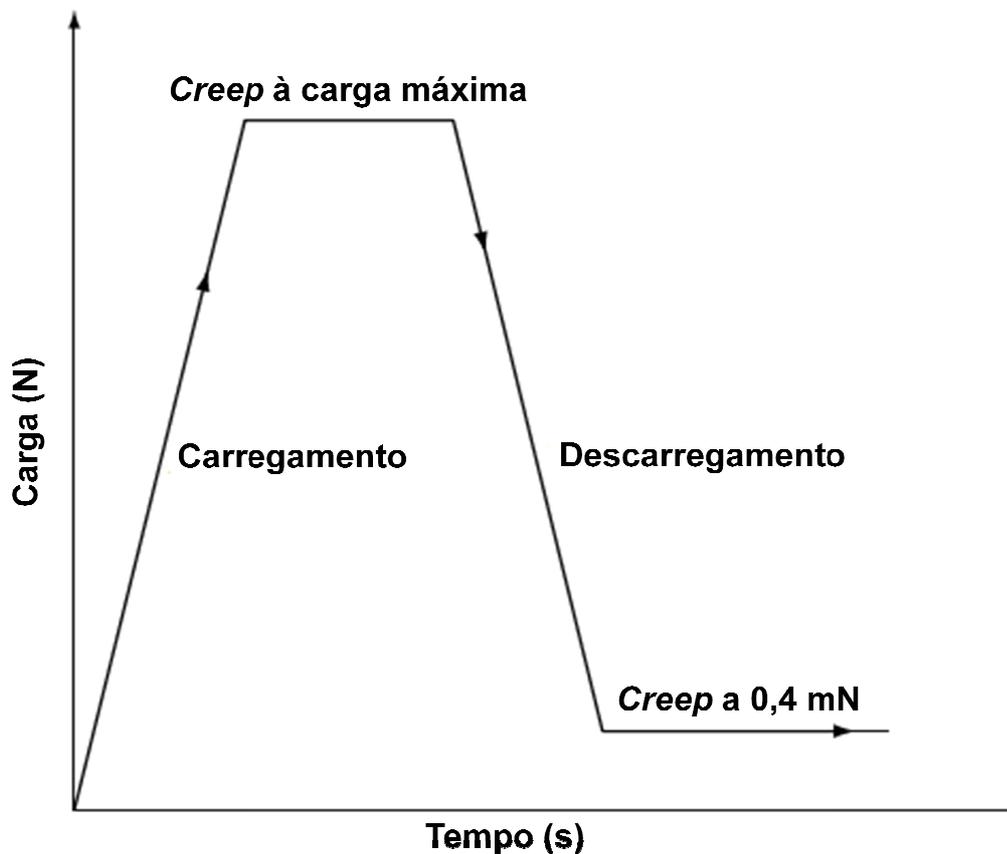


Figura 31: Sequência de carga x tempo dos testes de penetração instrumentada, adaptado de Meza *et al.* (2007)

### 3.4 AJUSTES DO EQUIPAMENTO

#### 3.4.1 Verificação de paralelismo das amostras

Deve-se verificar o paralelismo da amostra em relação a seu suporte antes do início dos ensaios. A máquina faz isso automaticamente.

A amostra “4” foi a primeira a ser testada e passou pelo teste de paralelismo. A cada amostra faz-se uma nova verificação. Todas as amostras passaram pelo teste. A máquina adota um ponto de referência (zero) a partir destes valores.

#### 3.4.2 Ajuste dos pontos de penetração

Para ajustar a precisão do ponto em que está sendo feita a penetração, este é marcado com o auxílio de uma tela com marcação de centro, um controlador para

mover a mesa sobre a qual está a amostra e um microscópio com aumento de 400x. A resolução do controlador é de 10  $\mu\text{m}$ , ou seja, o deslocamento mínimo do ponto a ser penetrado sob o penetrador é 0,01 mm. Quantas marcações forem necessárias são feitas, de acordo com os objetivos dos ensaios.

### **3.4.3 Definição da carga**

#### *3.4.3.1 Latão e tungstênio*

Para a definição da carga a ser usada nos ensaios, verificou-se, o tamanho das penetrações com cargas de 10 mN a 200 mN. A distância entre a marca da penetração e a borda da partícula de tungstênio – para penetrações na fase W – deve ser de no mínimo 2,5x a diagonal da marca de penetração para que se garanta que não há grande influência da extremidade da partícula ou mesmo de outra fase nas propriedades medidas, de acordo com a norma ISO/FDIS 14577:2002.

Esta mesma distância foi respeitada ao se penetrar a liga infiltrante. Deve-se dizer que o tamanho das penetrações nesta fase foi utilizado para determinar a carga porque esta fase apresenta regiões menores. Com cargas maiores, como 200 mN e mesmo 100 mN, torna-se difícil encontrar quantidades suficientes de regiões que atendam àquele requisito. As cargas abaixo de 50 mN facilitam a escolha dos pontos para penetração.

Escolhem-se pontos em “lagos” de latão não muito grandes, pois se fossem definidos para as maiores regiões encontradas eles poderiam não atender aos requisitos de distância caso fosse necessário penetrar “lagos” de latão menores posteriormente, já que estes existem em maior quantidade nas amostras. A carga foi definida para o latão por ser esta a fase de menor dureza. As fases de menor dureza apresentam maiores diagonais na impressão de penetração; portanto, determinando uma carga para o latão, certamente esta também poderia ser utilizada na fase W.

Foram feitas cinco penetrações no latão para cada uma das seguintes cargas: 10 mN, 30 mN e 50 mN. Expurgaram-se os resultados que divergiram muito da média

com o auxílio de um programa em Matlab desenvolvido no LFS/USP para tal finalidade (MEZA *et al.*, 2007).

Verificou-se que as durezas médias encontradas com as cargas de 10 mN e 30 mN estavam próximas uma da outra, mas a encontrada com a de 50 mN se distanciava das outras duas. Concluiu-se que se poderiam utilizar tanto a carga de 10 mN como a de 30 mN. Não obstante, optou-se pela de 30 mN, já que com cargas maiores os resultados são menos influenciados por condições do meio (vibração, choque, temperatura, etc.).

#### 3.4.3.2 Carbetto de silício (SiC)

Por apresentar uma dureza muito superior à dos outros constituintes do compósito, o carbetto de silício teve que ser penetrado com uma carga maior. Os resultados obtidos quando o ensaio foi realizado com carga de 30 mN mostraram-se incoerentes, apresentando uma dureza média próxima a 9000 HV. Uma possível explicação para a incoerência verificada reside no fato de que a área do penetrador utilizada nos equacionamentos considera penetrações um pouco mais profundas do que as observadas no SiC. Talvez para penetrações pouco profundas não se consiga uma função de área que corresponda à realidade, o que acarreta este erro no valor das propriedades encontradas.

Penetrou-se uma partícula de SiC com a carga máxima do equipamento, 1000 mN. A penetração ficou bem visível e se puderam observar trincas em suas extremidades. A dureza obtida neste ensaio foi de cerca de 300 HV, mas não se pode considerar este valor como válido para a dureza devido à formação de trincas, o que ocasiona dissipação de energia. Além disso, a curva carga-deslocamento apresentou histerese na parte do carregamento, diferindo das curvas esperadas para materiais cerâmicos, em que há muita recuperação elástica.

Assim, mais duas partículas de carbetto de silício da mesma amostra foram penetradas, com cargas de 500 mN e de 250 mN. As penetrações ficaram com diagonais menores que a anterior e não foram observadas trincas. Optou-se pela utilização da carga de 250 mN, pois esta apresentou uma menor diagonal de

penetração, acarretando em maior facilidade para encontrar pontos sobre as partículas que respeitem a distância de 2,5 diagonais da impressão até o limite da fase na matriz.

A dureza medida com os ensaios propostos é classificada como microdureza, já que as cargas utilizadas são de 30 mN e 250 mN, o que pode ser verificado na classificação apresentada na Figura 19.

### 3.5 ENSAIOS DE MICRODUREZA

Para as amostras que apresentavam apenas duas fases (latão e tungstênio) foram selecionados 30 pontos para penetração: de 1 a 15 no latão e de 16 a 30 no tungstênio, com carga de 30 mN. E para as amostras que continham carbetto de silício, além de latão e tungstênio, selecionaram-se 45 pontos para penetração: de 1 a 15 no latão e de 16 a 30 no tungstênio com carga de 30 mN, e de 31 a 45 no carbetto de silício, com carga de 250 mN. Cuidados foram tomados no intuito de escolher pontos que respeitassem a distância de 2,5 diagonais do limite da fase na matriz, como pode ser visto na Figura 26.

Ao término dos ensaios, em cada amostra é possível observar uma sobreposição entre as curvas de carga-deslocamento para as amostras com duas fases e duas sobreposições para as amostras com três fases. Inferiu-se que a curva da direita corresponde à do latão, a do meio – ou da esquerda para o caso de duas fases – à do tungstênio e a da esquerda à do carbetto de silício (maior dureza). Esta hipótese foi comprovada, posteriormente, ao se verificar a numeração das curvas e também quando os dados foram analisados no programa.

O equacionamento no programa Matlab, desenvolvido no LFS/USP, com base em análises do equipamento, rejeita algumas curvas com base em limites de semelhança entre elas, antes de fazer o cálculo das propriedades mecânicas. O coeficiente de Poisson para o material a ser analisado deve ser fornecido ao programa – para o tungstênio e para o latão utilizou-se 0,3; para o carbetto de silício, 0,2 (MEZA *et al.*, 2007).

Dentre as 15 curvas que foram geradas para cada fase, algumas podem ser rejeitadas manualmente durante a observação dos dados no próprio equipamento, caso estas fiquem muito dispersas em relação à maioria. Entre as curvas que permanecem, o programa, geralmente, rejeita mais algumas. Após este processo é criada uma planilha com os dados de cada curva que foi aproveitada e com a média das propriedades obtidas, assim como a profundidade final do penetrador, profundidade máxima, tamanho da diagonal da impressão, área de contato e a relação profundidade final por profundidade máxima.

# CAPÍTULO IV

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 OBSERVAÇÕES INICIAIS

Após inserir no programa os dados de carga-deslocamento fornecidos pelo equipamento, este fornece planilhas com as propriedades e as curvas carga-deslocamento de cada fase. Para exemplificar, as Figuras 32, 33 e 34 mostram os gráficos gerados pelo programa para as três fases da amostra “4-SiC”. A Figura 35 mostra fotos das penetrações em cada uma das três fases, com aumento de 500x. As tabelas com as propriedades e outros dados e as curvas carga-deslocamento de todas as amostras encontram-se nos anexos.

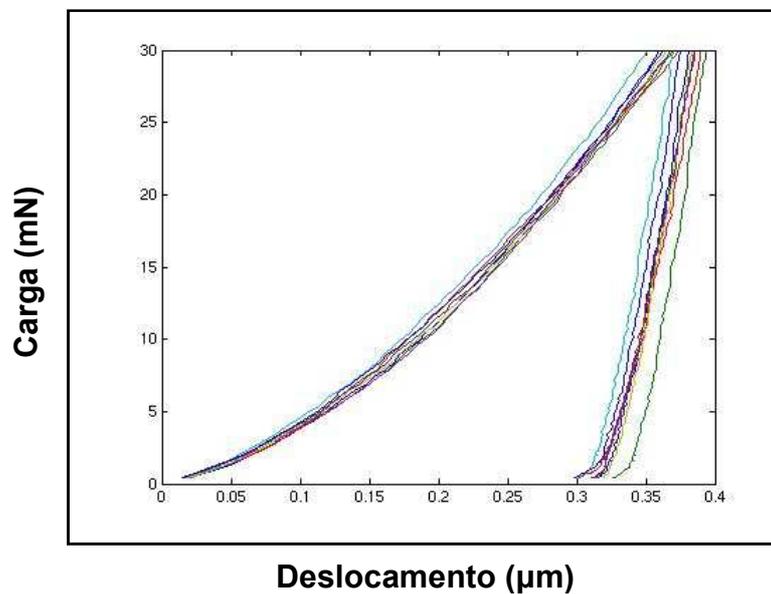


Figura 32: Exemplo de curvas carga-deslocamento para a fase tungstênio da amostra “4-SiC”

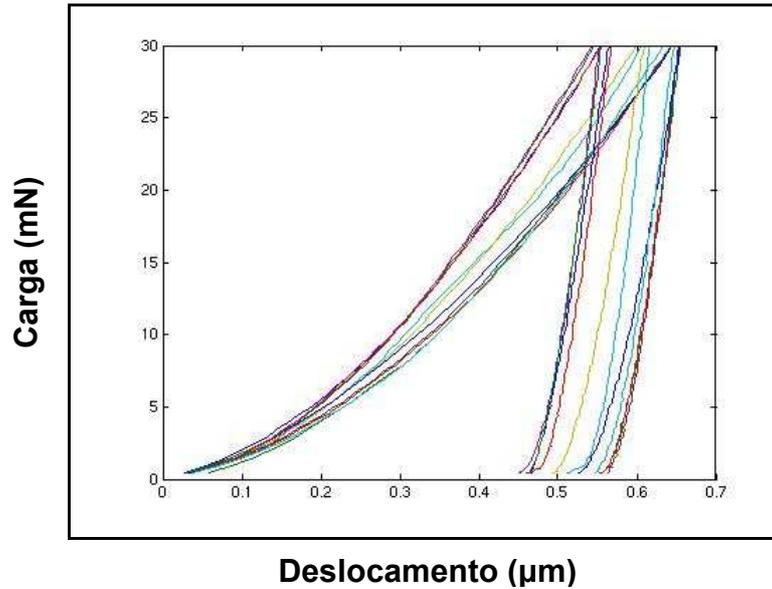


Figura 33: Exemplo de curvas carga-deslocamento para a fase latão da amostra "4-SiC"

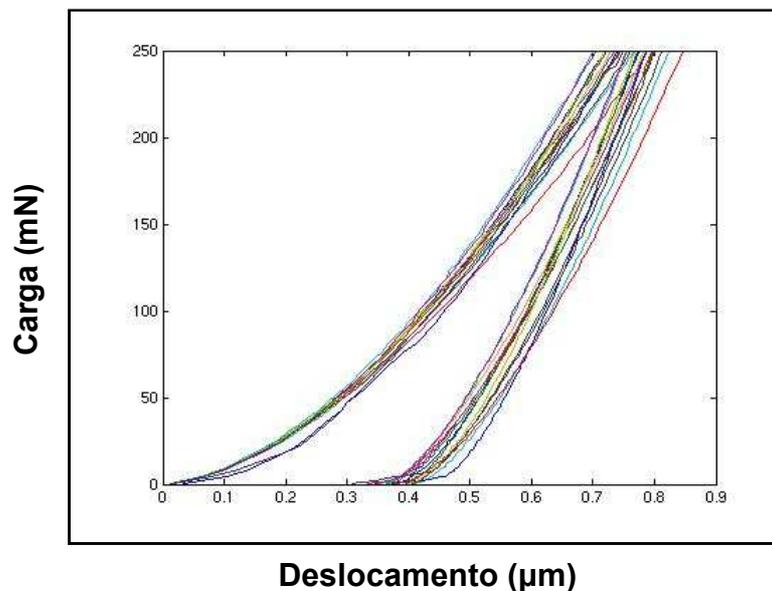


Figura 34: Exemplo de curvas carga-deslocamento para a fase carbeto de silício da amostra "4-SiC"

Ainda na primeira amostra testada, calibrou-se a carga para que se respeitasse a distância mínima de 2,5 diagonais da marca de penetração entre a penetração e o limite da fase para o latão, pois as marcas de penetração seriam maiores neste do que no tungstênio e no carbeto de silício. Após as penetrações serem realizadas pôde-se verificar que isto estava correto. As penetrações sobre as partículas de SiC são menores e menos nítidas do que aquelas sobre as partículas de tungstênio e latão. Observa-se também que as penetrações sobre as partículas de tungstênio são

menores que aquelas sobre o latão, como inferido na parte de escolha do carregamento. Este efeito pode ser observado na Figura 35.

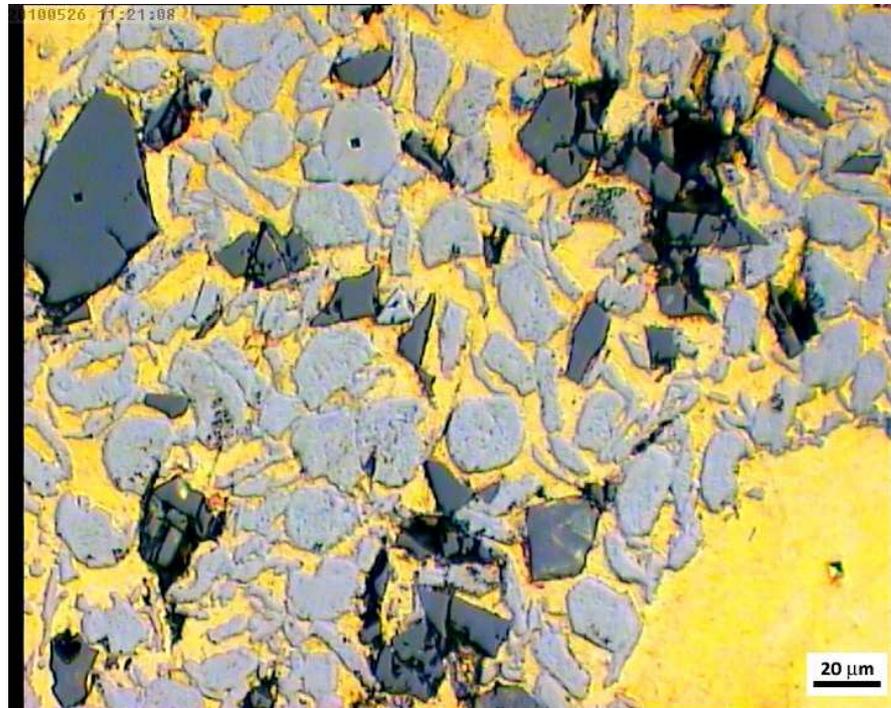


Figura 35: Marcas de microindentação na amostra “4-Fe-SiC” para as fases latão, tungstênio e carbeto de silício (LFS/USP)

Observando-se as curvas de carga-deslocamento, verificou-se que a penetração do indentador (“ $h_{máx}$ ”) no tungstênio era menor do que no latão, e a do carbeto de silício era ainda menor que a do tungstênio para uma mesma amostra. Isto fica nítido se as curvas de carga-deslocamento forem sobrepostas num mesmo plano cartesiano – as curvas das penetrações sobre as partículas de carbeto de silício ficariam à esquerda, sobre o latão à direita e sobre as partículas de tungstênio entre estas duas. A comparação entre as curvas pode ser feita com o auxílio das Figuras 32, 33 e 34. A curva para o carbeto apresenta um aspecto semelhante às curvas encontradas para materiais cerâmicos, e se pode notar que seu formato difere do formato das curvas de metais, como as do latão e do tungstênio, em que há menor recuperação elástica (SCHUH, 2006).

Através dos dados gerados pelo equipamento, para alguns pontos, é possível mostrar que o índice “ $h_f/h_{máx}$ ” das fases W e latão é maior que 0,7, o que pode acarretar *pile-up*, fazendo com que as medições das propriedades não sejam tão

precisas. Para que seja comprovado que estes erros realmente não ocorreram é necessário que se faça uma análise ao microscópio eletrônico de varredura ou de força atômica.

#### 4.2 PROPRIEDADES OBTIDAS – MICRODUREZA (“H”) E MÓDULO DE ELASTICIDADE (“E”)

A Tabela 4 apresenta as microdurezas encontradas para cada fase das amostras.

Tabela 4: Microdurezas (30 mN, exceto para SiC – 250 mN) obtidas para cada fase das amostras

Amostra	Latão	Tungstênio (W)	SiC
4	272	794	---
4-Cu	223	833	---
4-Fe	263	849	---
4-SiC	242	910	2846
4-Mo	239	778	---
6-SiC	270	835	2427
16	260	675	---
6-16	240	718	---
6	253	873	---
4-Fe-SiC	199	720	2471

A dureza esperada para a fase W é de 260 a 1000 HV; para a fase latão, de 80 HV a 140 HV; para a fase SiC, de 2100 a 2600 HV, de acordo com Hutchings (1992). Assim, é razoável dizer que os valores encontrados de dureza estão de acordo com o esperado, levando em consideração que os materiais ensaiados são heterogêneos e passaram por sinterização, o que pode ter provocado tensões residuais nas fases, alterando a dureza, além dos erros produzidos no uso do método utilizado nos cálculos. No entanto, os valores de microdureza do latão mostram uma discrepância maior em relação ao esperado. Isso talvez seja devido à ocorrência de *pile-up*, que, porém, causa erros sistemáticos, preservando a validade da análise qualitativa dos resultados.

Os valores do módulo de elasticidade das amostras na literatura, para a fase W e latão são, respectivamente, de 400 GPa e 110 GPa. Para a fase SiC, pode se situar

entre 207 e 483 GPa (CALLISTER, 2007). A Tabela 5 apresenta os módulos de elasticidade obtidos nos ensaios. Semelhantemente aos resultados de microdureza do latão, levando em consideração o *pile-up*, pode-se dizer que os valores do módulo de elasticidade, qualitativamente, continuam válidos.

Tabela 5: Módulos de elasticidade obtidos para cada fase das amostras

<b>Amostra</b>	<b>Latão</b>	<b>Tungstênio (W)</b>	<b>SiC</b>
<b>4</b>	159	407	---
<b>4-Cu</b>	127	426	---
<b>4-Fe</b>	136	426	---
<b>4-SiC</b>	131	409	302
<b>4-Mo</b>	154	410	---
<b>6-SiC</b>	142	421	335
<b>16</b>	147	396	---
<b>6-16</b>	143	419	---
<b>6</b>	142	389	---
<b>4-Fe-SiC</b>	139	358	359

A partir das microdurezas e de seus respectivos desvios-padrão foram gerados gráficos que correlacionam esta propriedade com o tamanho médio das partículas de tungstênio e com as adições de ligas à base de Cu, Fe e Mo e o abrasivo secundário SiC às matrizes, tanto para a fase latão como para a fase W.

A Figura 36 mostra a variação da microdureza do tungstênio com o aumento do tamanho médio de suas partículas. Há uma tendência de que a dureza diminua com o aumento do tamanho médio das partículas do tungstênio. Os pós de tungstênio são produzidos pela técnica de atomização, e o tamanho das partículas afeta a taxa de resfriamento e conseqüentemente sua dureza. Há, no entanto, uma divergência quanto à amostra “6”, que deveria ser menos dura que a amostra “4”.

O gráfico da Figura 37 mostra a variação na microdureza do tungstênio, para o mesmo tamanho médio das partículas de tungstênio, em função das adições à matriz. Observando-se as barras de desvio-padrão, pode-se concluir que a maioria dos valores é estatisticamente igual e, portanto, de maneira geral, a microdureza do

tungstênio não varia com as adições. Entretanto, existem dois casos onde há diferença de valores: para as amostras “4-SiC” e “4-Fe-SiC”.

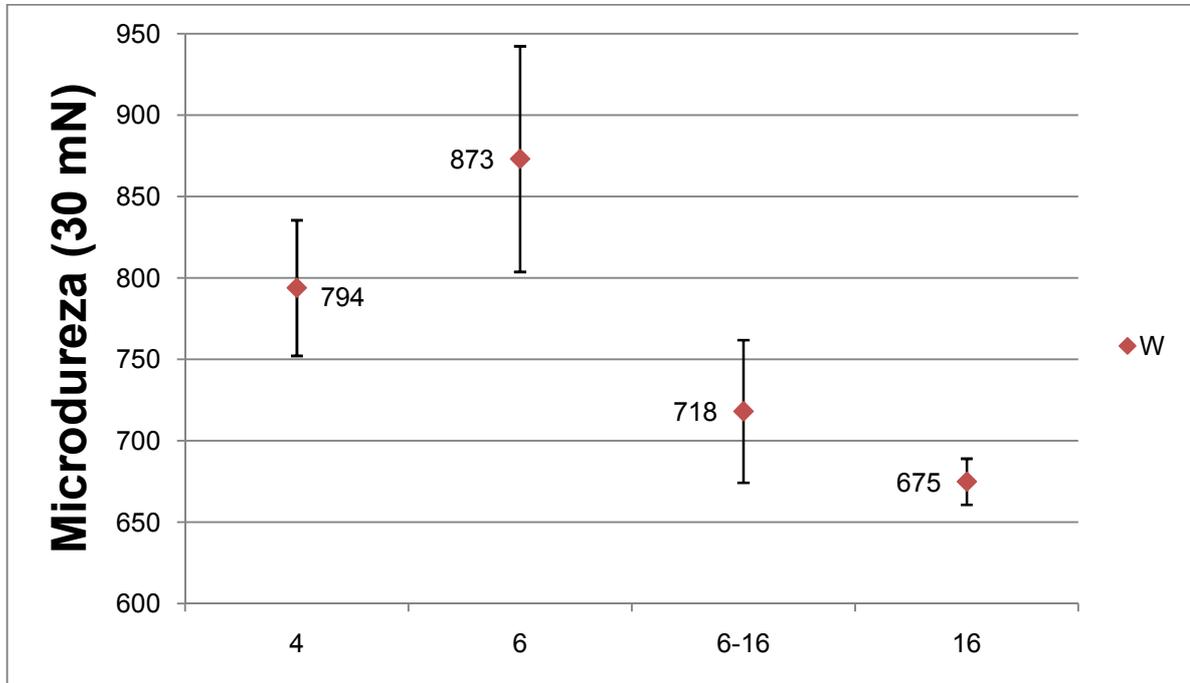


Figura 36: Microdureza do tungstênio em função do tamanho médio das partículas de tungstênio

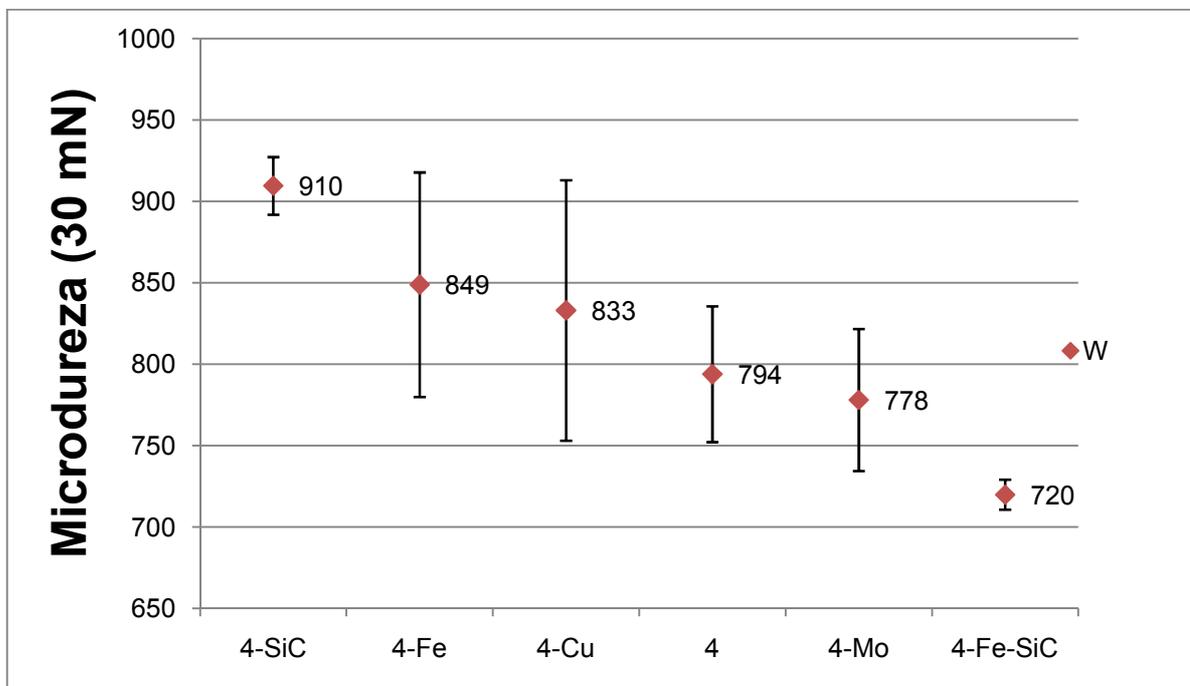


Figura 37: Microdureza do tungstênio em função dos elementos secundários adicionados à matriz, com SiC

No gráfico da Figura 38 são mostradas as microdurezas do latão em função do tamanho das partículas de tungstênio. Surpreende a diferença entre as durezas do latão, pois não houve adições a ele.

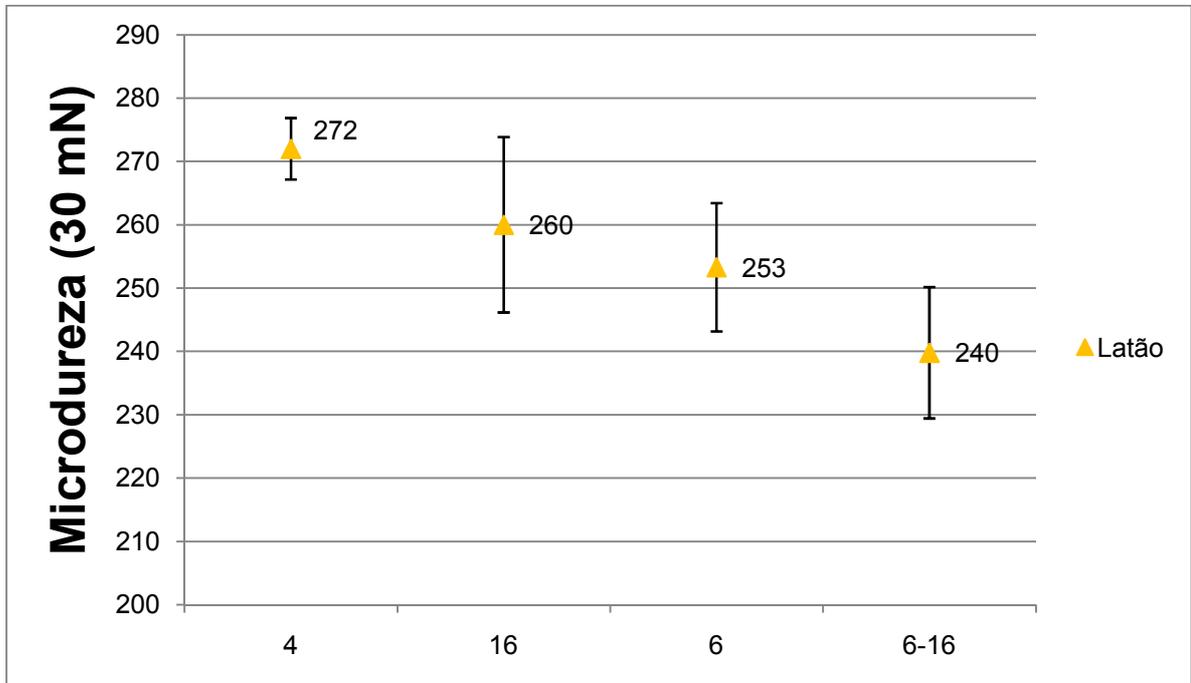


Figura 38: Microdureza do latão em função do tamanho médio das partículas de tungstênio

Na Figura 39 estão correlacionados a microdureza do latão com as adições à matriz. Para esta análise deve-se verificar que, estatisticamente, os valores das microdurezas para a amostra “4” e a amostra “4-Fe” são iguais, devido à magnitude dos desvios-padrão. Pode-se observar que o cobre diminui a microdureza do latão, pois possivelmente se dissolve no latão durante a sinterização.

Uma surpresa neste estudo é a microdureza da amostra “4-Mo” apresentar-se, estatisticamente, menor que a da amostra “4”. Esperavam-se valores semelhantes para as elas, já que o molibdênio não deveria ter-se dissolvido no latão. O mecanismo que acarretou a geração deste resultado deve ser explicado ainda, através de estudos posteriores.

Verifica-se, também, uma tendência das amostras que contém Fe, “4-Fe” e “4-Fe-SiC”, apresentarem valores de microdureza inferiores que sua respectiva

composição sem Fe, a amostra “4”. Com a adição de SiC esta diferença de microdureza fica mais acentuada do que na comparação entre “4” e “4-Fe”.

Tanto para o tungstênio quanto para o latão, a microdureza não deveria variar com as adições de SiC e Mo. Entretanto, observa-se que há variações nos dois casos: as microdurezas de ambas as fases tendem a decrescer com as adições de Mo; com a adição de SiC, a microdureza da fase latão diminui e da fase W aumenta, quando comparadas às da amostra sem adições de nenhuma espécie (“4”).

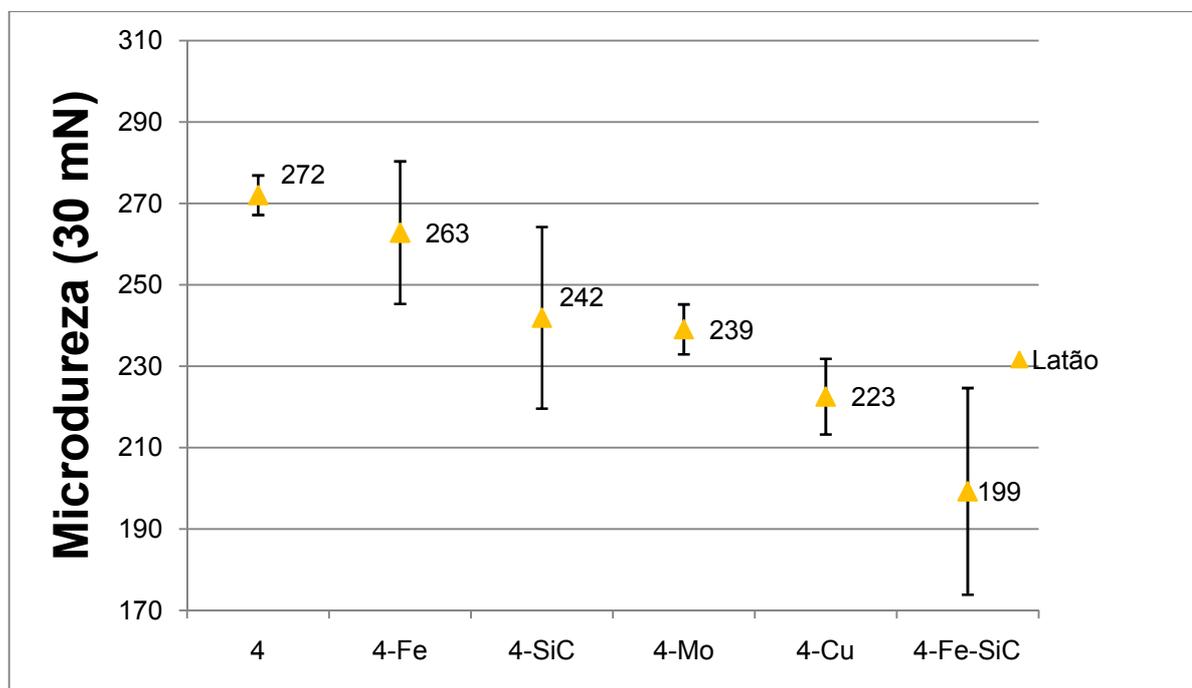


Figura 39: Microdureza do latão em função dos elementos secundários adicionados à matriz, com SiC

#### 4.3 CORRELAÇÕES ENTRE COEFICIENTES DE DESGASTE MICROABRASIVO DIMENSIONAIS E MICRODUREZA, RELAÇÃO “H/E” E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FASE MACIA ADICIONADA

Primeiramente, é importante mostrar que a severidade de desgaste abrasivo (neste caso, microabrasivo) causada por cada lama abrasiva utilizada depende fortemente de uma relação entre a dureza desse abrasivo e a dureza da fase ensaiada (“ $H_{\text{abrasivo}}/H_{\text{fase}}$ ”). Em todos os casos mencionados neste trabalho o desgaste é considerado severo, pois esta relação sempre ultrapassa 1,2 (ZUM GAHR, 1987), considerando as durezas dos abrasivos apresentadas em 2.2.1.

Essas relações são mostradas na Tabela 6, junto com a dureza média dos abrasivos, os mecanismos de desgaste e a relação entre os coeficientes médios de desgaste para cada abrasivo.

Tabela 6: Relações " $H_{\text{abrasivo}}/H_{\text{fase}}$ ", dureza média dos abrasivos, mecanismos de desgaste e relação entre os coeficientes de desgaste médios para cada abrasivo, adaptado de Lozzer (2008)

<b>Abrasivo</b>	<b>SiC</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
<b>Dureza média dos abrasivos (HV)</b>	2600	1100	900
<b>H<sub>abr.</sub>/H<sub>latão</sub> médio</b>	10,2 ± 10%	4,3 ± 10%	3,5 ± 10%
<b>H<sub>abr.</sub>/H<sub>W</sub> médio</b>	3,4 ± 4%	1,5 ± 4%	1,2 ± 4%
<b>Mecanismo de desgaste predominante</b>	Múltiplas indentações	Deslizamento de partículas	Deslizamento de partículas (W) e Múltiplas indentações (latão)
<b>K<sub>SiC</sub>/K....</b>	1	8	66
<b>K<sub>SiO<sub>2</sub></sub>/K...</b>	0,13	1	8
<b>K<sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub>/K....</b>	0,02	0,13	1

Os coeficientes de desgaste e a macrodureza encontrados por Lozzer (2008) foram correlacionados em seu estudo, como já mencionado, ao tamanho médio das partículas dos pós de tungstênio e às adições de pós de elementos secundários e de abrasivos secundários à matriz. No entanto, isto nem sempre proporcionou uma relação direta entre a macrodureza, o desgaste e as características de cada amostra, como se esperava.

Logo, no presente estudo, as microdurezas apresentadas no item 4.2 formaram gráficos, juntamente com a variação do coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional, para que se pudessem obter possíveis correlações que dissessem algo sobre o comportamento em desgaste microabrasivo de cada fase.

Quando nem a microdureza ofereceu explicação, também foram feitas relações entre a grandeza "H/E" e a fração volumétrica de fase macia adicionada e o coeficiente de desgaste, quando conveniente. Os gráficos seguintes mostram as correlações realizadas.

#### 4.3.1 Abrasivo à base de SiC

No gráfico da Figura 40, ou seja, comparando-se apenas amostras com tamanhos médios das partículas de tungstênio diferentes, sem adições, parece haver uma relação entre a diminuição de dureza da fase W e a diminuição do coeficiente de desgaste, ao mesmo tempo em que há predominantemente indentações múltiplas como micromecanismo de desgaste atuante. A diminuição no desgaste se deve ao aumento da plasticidade do tungstênio, que passa a apresentar maior deformação plástica ao acomodar as partículas de SiC, antes da fragilização e consequente retirada de material. Este resultado, quando confrontado com o resultado de Lozzer (2008) (Tabela 3, item 2.2.2.1), mostra-se similar, indicando que a análise do desgaste para as matrizes sem adições, feita de modo macro ou micro, produz o mesmo resultado. É possível ver que, apesar de a macrodureza das amostras se aproximar mais da microdureza do latão que da microdureza do tungstênio, as amostras incorporam os efeitos do tungstênio no desgaste, e não do latão, visto que este pouco participa na resistência ao desgaste, pois a dureza do carbeto de silício é muito superior à sua (2600 HV contra cerca de 250 HV). Isto também valerá, em termos, quando se utiliza a lama abrasiva à base de SiO<sub>2</sub>.

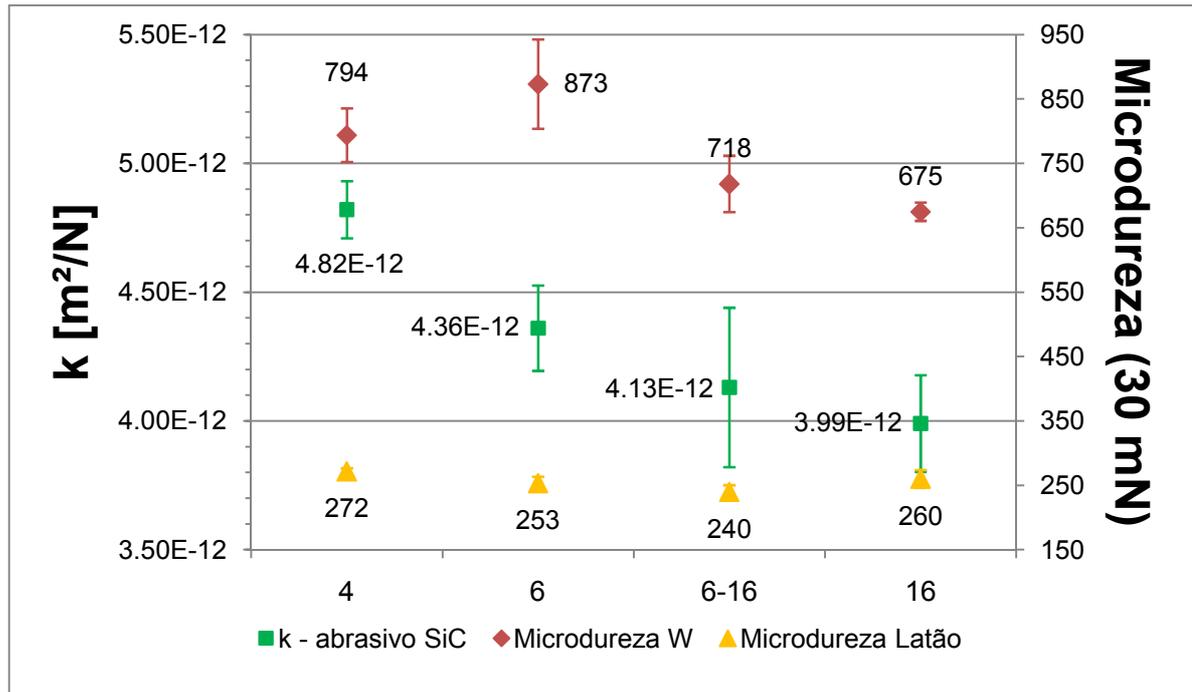


Figura 40: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de SiC e o tamanho médio das partículas de tungstênio na matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão

Visto que o módulo de elasticidade pouco muda de valor para estas quatro amostras, como se espera, desenhar o gráfico com o índice “H/E” incluído tem pouca relevância, isto é, um gráfico reflete os resultados do outro. Isso vale para os três abrasivos objetos de estudo deste trabalho.

Quando se adicionam pós com outras composições e abrasivos secundários às matrizes, estas passam a se comportar de maneira um tanto diferente. A Figura 41, que mostra a relação entre desgaste e dureza, não é o bastante para a obtenção de correlações fortes, pois há flutuações de valores para cima e para baixo tanto para o latão como para a fase W, sem que haja correspondência entre elas. Na Tabela 3, seção 2.2.2.1, pode-se notar que Lozzer (2008) também não conseguiu correlação notável entre a dureza destas amostras e o desgaste.

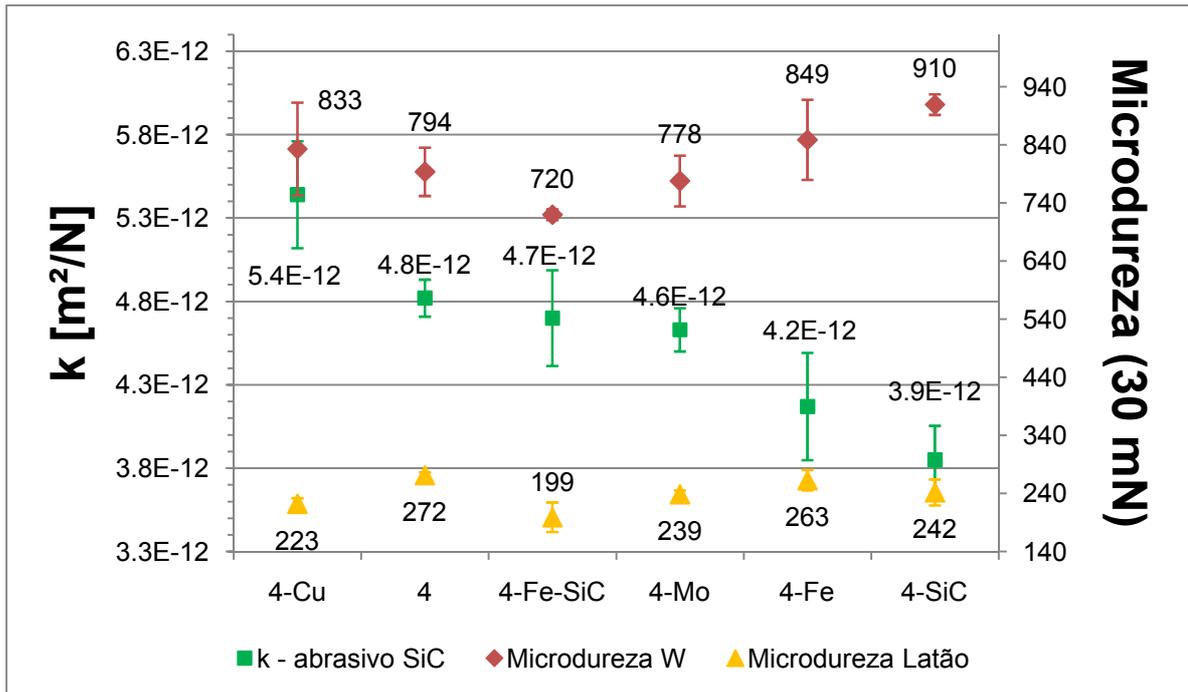


Figura 41: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de SiC e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão

A análise, então, é feita quanto à plasticidade – Figura 42. É possível perceber que, quando se adiciona pós de cobre à amostra “4”, esta passa a contar com uma maior fração volumétrica de fase macia, proporcionando um desgaste ainda maior, tendo em vista que os índices “H/E” das duas amostras são aproximadamente iguais.

As amostras restantes apresentam plasticidade da fase W semelhante, exceto a amostra “4-SiC”. Assim, passa-se à relação “H/E” do latão como explicação para o aumento do desgaste de acordo com aumento da plasticidade do latão. Isso se deve ao fato de que à medida que o latão se torna mais plástico, propicia maior desgaste por deformação plástica, tendo em vista a relação “ $H_{abr.}/H_{fase}$ ” muito alta. Isso foi percebido por Lozzer (2008), através de microscopia eletrônica de varredura, que exhibe maiores marcas de indentações e deformação plástica nas amostras com maior desgaste, como a “4-Mo”.

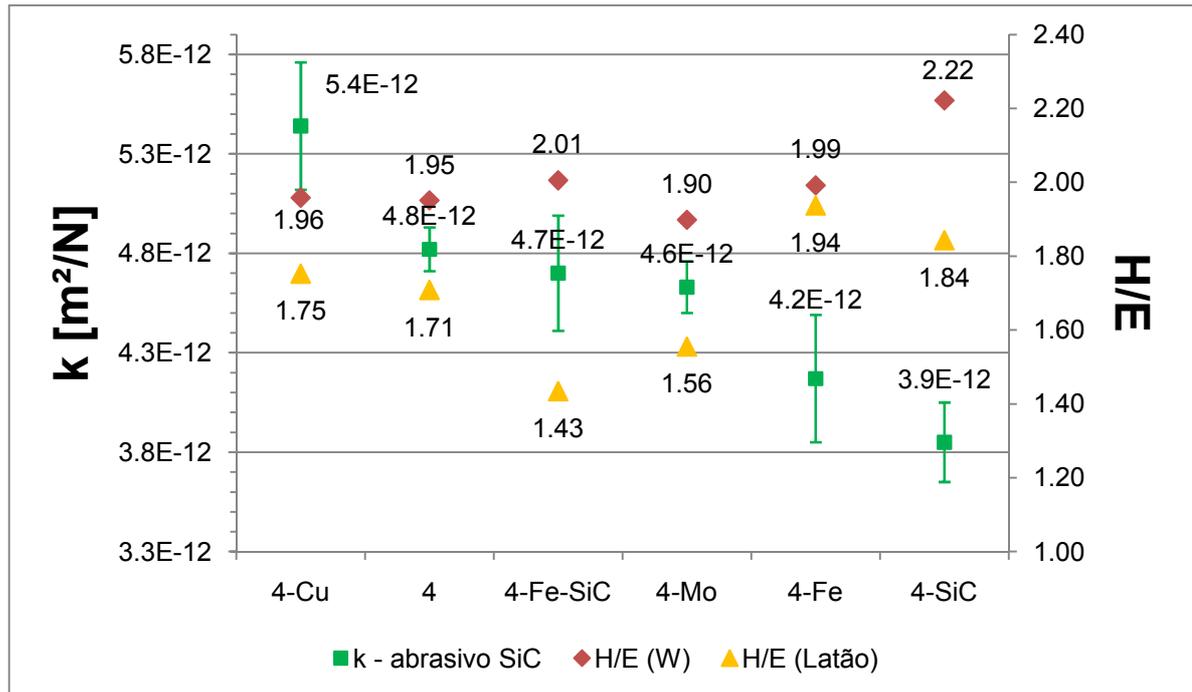


Figura 42: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de SiC e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a relação  $H/E$  das fases W e latão

### 4.3.2 Abrasivo à base de $\text{SiO}_2$

Para o abrasivo à base de  $\text{SiO}_2$  e matrizes sem adições, o gráfico da Figura 43 mostra que, quando a dureza da fase W aumenta, o desgaste tende a diminuir, porque a dureza do tungstênio se aproxima da dureza do próprio abrasivo. Isso condiz com as observações de Lozzer (2008), que também notou tal comportamento. A fase latão apresenta certa tendência, embora pequena, de que o aumento de sua dureza diminua o desgaste. Nota-se que faz sentido, porque o latão passa a ter importância na resistência ao desgaste, pois sua dureza se aproxima um pouco da dureza do abrasivo, embora ainda menor (cerca de 250 HV contra 1100 HV).

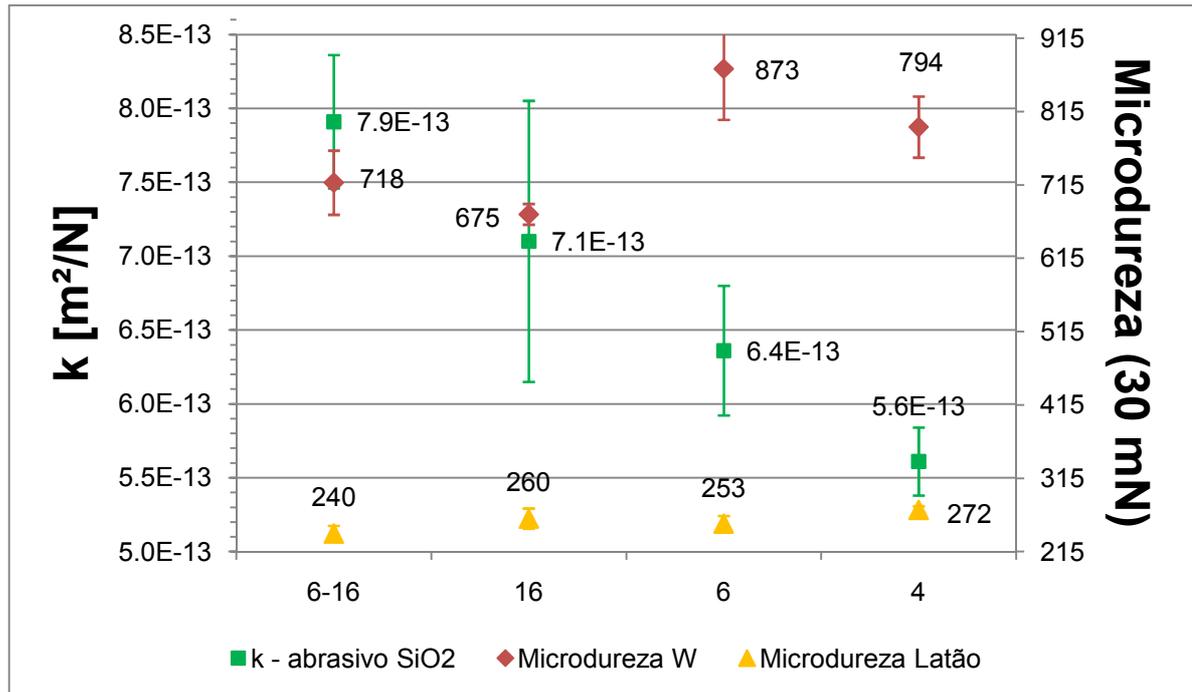


Figura 43: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de  $\text{SiO}_2$  e o tamanho médio das partículas de tungstênio na matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão

Em relação às matrizes com adições de pós de elementos secundários e abrasivos secundários com o abrasivo à base de  $\text{SiO}_2$ , não se consegue estabelecer boas correlações entre dureza e desgaste, como pode ser notado na Figura 44; há o mesmo problema apontado em relação à Figura 41.

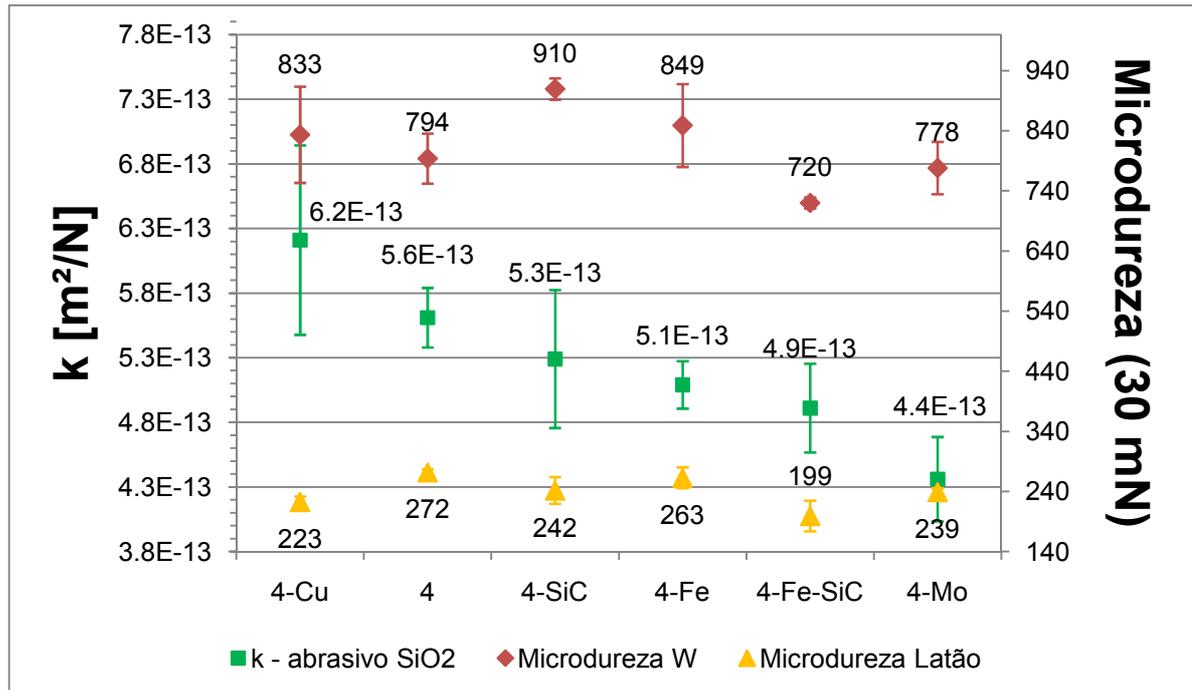


Figura 44: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de  $\text{SiO}_2$  e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão

Quando se tem em conta a plasticidade, a matriz com adição de cobre se comporta da mesma forma que anteriormente, ou seja, quanto mais fase macia há, maior o desgaste verificado em relação à amostra “4”. Para as outras adições, parece ocorrer o contrário do que ocorreu com o abrasivo à base de SiC, isto é, a plasticidade do latão se comporta de forma inversamente proporcional ao desgaste. Como antes, para a fase W, não há uma relação apreciável. Tais comportamentos podem ser vistos na Figura 45.

Considerando-se que o mecanismo predominante aqui é de deslizamento de partículas, a observação feita acima é coerente, visto que o aumento de plasticidade do latão aumentará o volume de material deslocado para os lados dos sulcos causados pelas partículas, sem que este seja retirado, a não ser por colisões posteriores de partículas e consequente fragilização. Como Lozzer (2008) bem observa, as matrizes menos desgastadas apresentavam sulcos ladeados por mais material.

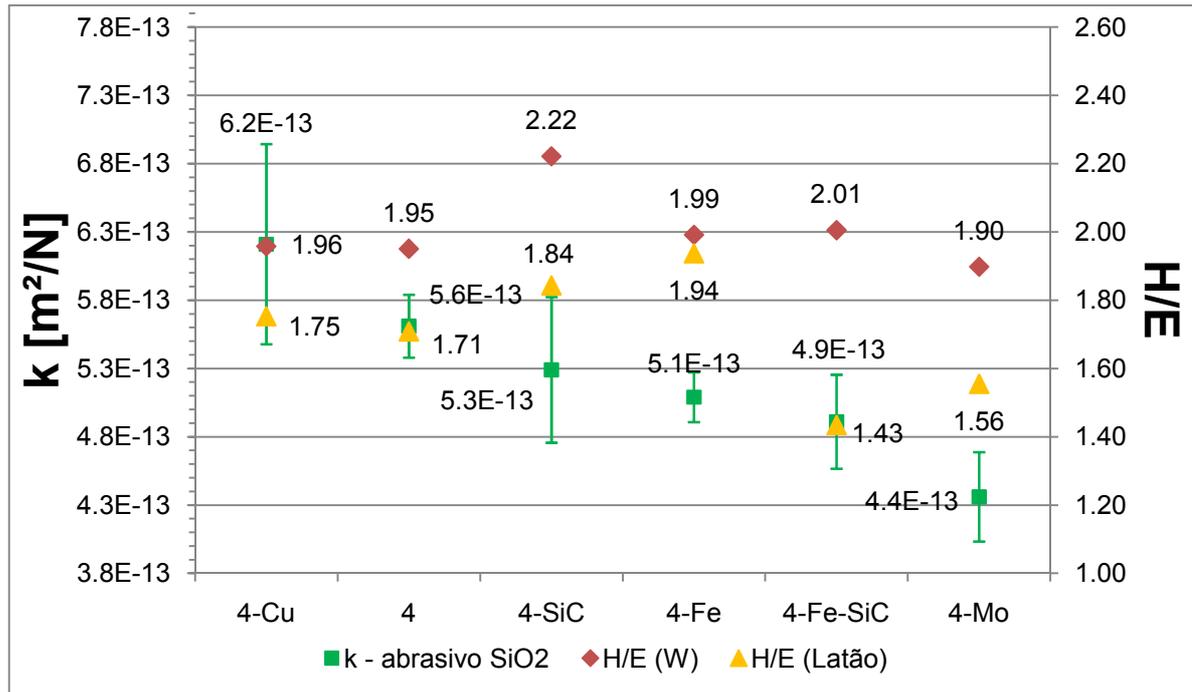


Figura 45: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de  $\text{SiO}_2$  e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a relação  $H/E$  das fases W e latão

### 4.3.3 Abrasivo à base de $\text{Fe}_2\text{O}_3$

O desgaste para o abrasivo à base de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  mostra um comportamento que difere bastante dos outros. Em primeiro lugar porque a dureza do tungstênio, quando analisado para as amostras sem adições, não oferece correlação estimável com a resistência ao desgaste, devido a sua dureza se equiparar à do abrasivo (há somente um riscamento leve como micromecanismo); a dureza do latão, por outro lado, quando diminui, reduz o desgaste verificado, como visto na Figura 46. Isto se aproxima muito do que acontece no item 4.3.1 para a fase tungstênio, pois, visto que os micromecanismos atuantes no latão, neste caso, são múltiplas indentações, e a dureza do abrasivo à base de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  é bem maior que a dureza do latão, a diminuição da dureza deste aumenta sua plasticidade, acomodando melhor as partículas abrasivas antes do esgotamento plástico e sucessiva fratura e retirada de material.

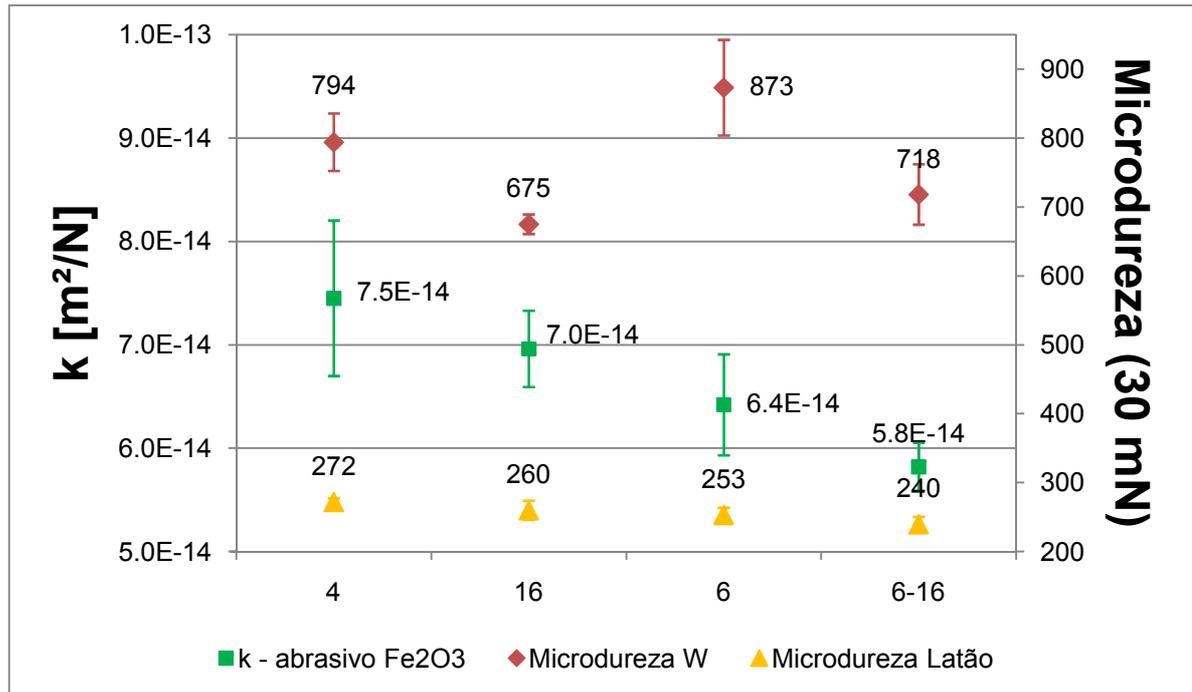


Figura 46: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e o tamanho médio das partículas de tungstênio na matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão

Da mesma forma que anteriormente não há relações apreciáveis que se possam retirar do gráfico da Figura 47, exceto ao se comparar as amostras “4 e “4-Cu”. Esta comparação mostra que a adição de cobre, que se dissolve no latão durante a sinterização, diminui a dureza deste, promovendo menor desgaste, através do aumento de plasticidade. Isto difere dos dois casos anteriores (4.3.1 e 4.3.2), em que a adição de cobre aumentava o desgaste. Isso se deve ao fato de que a dureza da hematita é a que mais se aproxima da dureza do cobre, tornando este um importante fator de diminuição do desgaste microabrasivo através do aumento de plasticidade e melhor acomodação das partículas abrasivas.

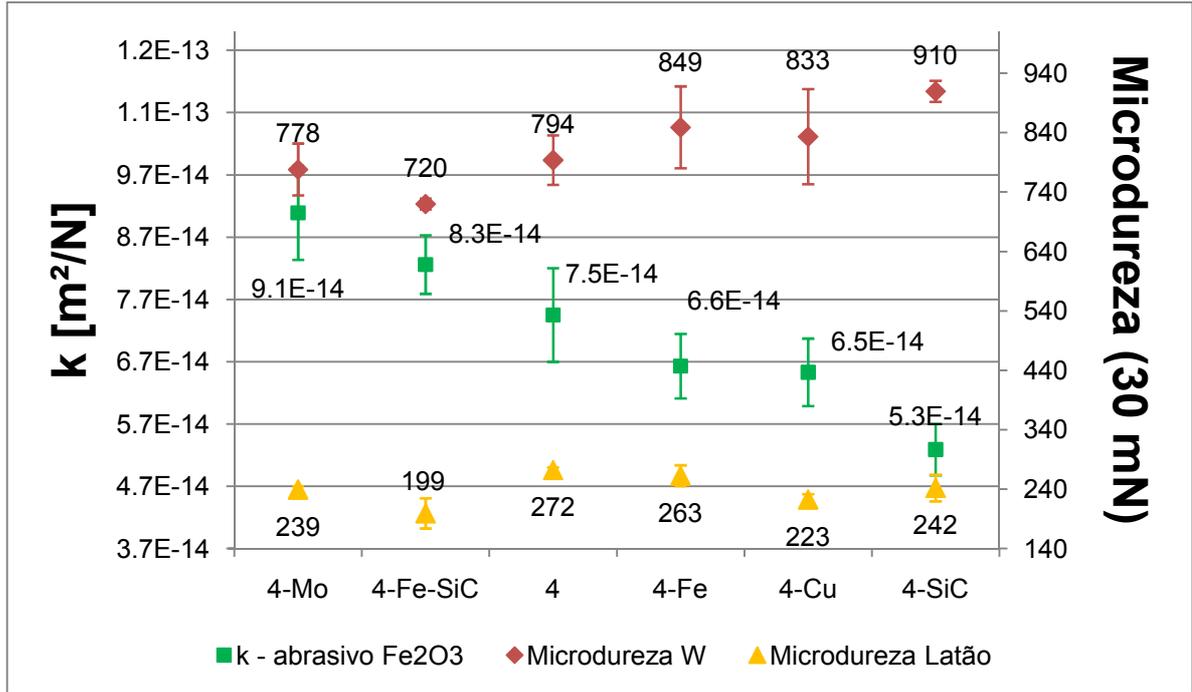


Figura 47: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de  $Fe_2O_3$  e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a microdureza das fases W e latão

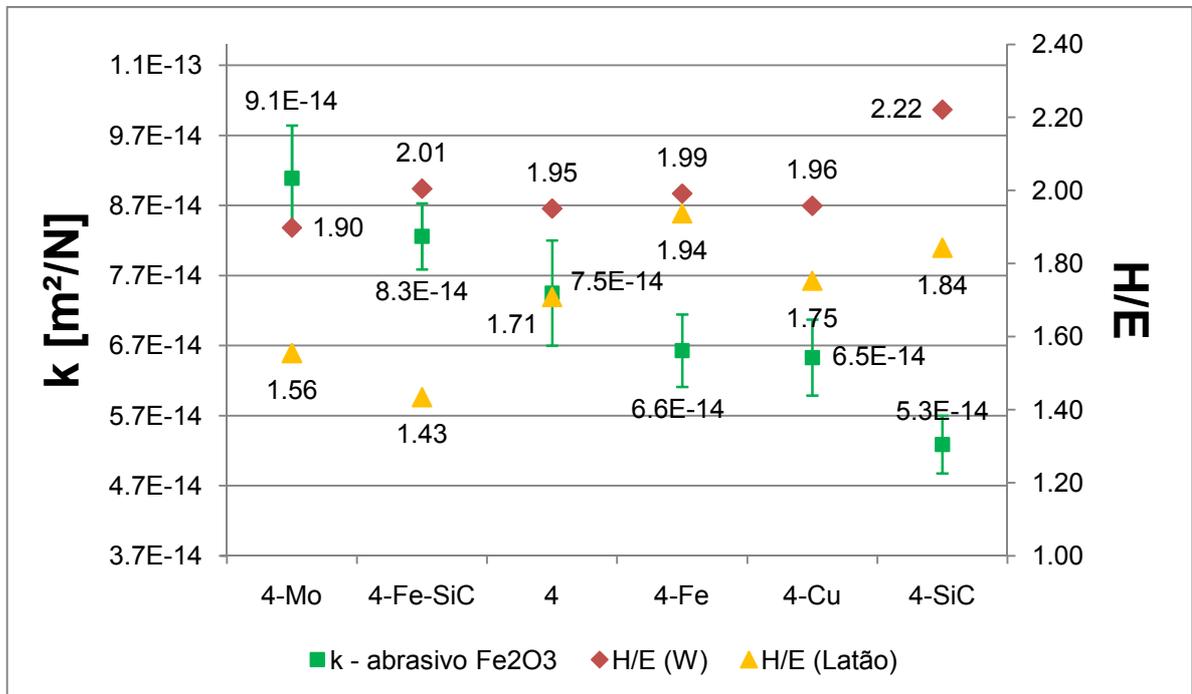


Figura 48: Correlação entre o coeficiente de desgaste microabrasivo dimensional ( $k$ ) com o abrasivo à base de  $Fe_2O_3$  e a adição de pós de elementos secundários e abrasivos secundários à matriz, juntamente com a relação  $H/E$  das fases W e latão

Quando se leva em consideração a plasticidade das amostras – Figura 48 –, observa-se que o aumento na plasticidade do latão aumenta o coeficiente de desgaste. É exatamente o que acontece no item 4.3.1 para o latão, ou seja, o desgaste por deformação plástica é maior quanto maior for a plasticidade do latão, levando também a indentações maiores.

#### **4.3.4 Discussão geral sobre o desgaste das matrizes**

Após todas as discussões anteriores, é possível sumarizá-las através da Tabela 7, que mostra, para cada abrasivo, e em relação a cada fase presente, os mecanismos predominantes envolvidos e as correlações entre desgaste, dureza, plasticidade e fração volumétrica de fase macia. Nos espaços em que não aparece nada há a falta ou a quase falta de ligação entre a grandeza em questão e o desgaste. Os destaques em vermelho indicam as relações mais significativas para o entendimento do desgaste microabrasivo sobre as matrizes.

Tabela 7: Resumo das discussões apresentadas nas seções 4.3.1, 4.3.2 e 4.3.3

Abrasivo	Mecanismo	Fases	Dureza	Plasticidade	Fração volumétrica de fase macia (f.v.)
SiC	Indentações	W + latão	Desgaste x W = $\uparrow H \rightarrow \uparrow k$	Desgaste x W = $\uparrow P \rightarrow \downarrow k$	---
SiO <sub>2</sub>	Riscamento	W + latão	Desgaste x W = $\uparrow H \rightarrow \downarrow k$	Desgaste x W = $\uparrow P \rightarrow \uparrow k$	---
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Múltiplas indentações + Riscamento	W + latão	Desgaste x latão = $\downarrow H \rightarrow \downarrow k$	---	---
SiC	Indentações	W + latão + 3 <sup>a</sup> fase (apenas para 4x4Cu)	---	---	$\uparrow f.v. \rightarrow \uparrow k$
SiC	Indentações	W + latão + 3 <sup>a</sup> fase	---	Desgaste x latão = $\uparrow P \rightarrow \uparrow k$	---
SiO <sub>2</sub>	Riscamento	W + latão + 3 <sup>a</sup> fase (apenas para 4x4Cu)	---	---	$\uparrow f.v. \rightarrow \uparrow k$
SiO <sub>2</sub>	Riscamento	W + latão + 3 <sup>a</sup> fase	---	Desgaste x latão = $\uparrow P \rightarrow \downarrow k$	---
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Múltiplas indentações + Riscamento	W + latão + 3 <sup>a</sup> fase (apenas para 4x4Cu)	Desgaste x latão = $\downarrow H \rightarrow \downarrow k$	---	$\uparrow f.v. \rightarrow \downarrow k$
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Múltiplas indentações + Riscamento	W + latão + 3 <sup>a</sup> fase	---	Desgaste x latão = $\uparrow P \rightarrow \uparrow k$	---

# CAPÍTULO V

## 5 CONCLUSÕES

Este trabalho gerou algumas conclusões, que estão expostas a seguir:

- Para as amostras sem adições, há uma tendência de que a microdureza diminua com o aumento do tamanho médio das partículas do tungstênio.
- Pode-se concluir que a maioria dos valores de microdureza do tungstênio das amostras com adições é estatisticamente igual. Entretanto, existem dois casos onde há diferença de valores: para as amostras “4-SiC” e “4-Fe-SiC”.
- É surpreendente que as microdurezas do latão sofram mudanças com o tamanho médio das partículas de tungstênio, já que não foram feitas adições àquele.
- Nota-se que a adição de cobre, que se dissolve no latão durante a sinterização, diminui sua dureza. O molibdênio não deveria diminuir a microdureza do latão, embora o faça, porque não se dissolve no latão durante a sinterização, embora aconteça.
- Para o abrasivo SiC e as amostras sem adições, o comportamento é de diminuição do desgaste ao se diminuir a microdureza do tungstênio, devido ao aumento de sua plasticidade. O latão não chega a influenciar no desgaste, dada sua baixa dureza.
- Em relação às amostras com adições e abrasivo SiC, o cobre adicionado aumenta a fração volumétrica de fase macia, proporcionando um desgaste ainda maior. No restante das amostras, o aumento da plasticidade do latão aumenta o desgaste, porque as deformações plásticas são aumentadas,

levando em consideração a relação  $H_{abr.}/H_{fase}$  muito alta. A plasticidade da fase W parece não interferir no desgaste.

- As relações entre o desgaste com o abrasivo à base de  $\text{SiO}_2$  e matrizes sem adições mostram que, quando a dureza da fase W aumenta, o desgaste tende a diminuir, porque a dureza do tungstênio se aproxima da dureza do próprio abrasivo. A fase latão apresenta certa tendência, ainda que de menor vulto, de que o aumento de sua dureza diminua o desgaste, possivelmente porque sua dureza se aproxima um pouco da dureza do abrasivo, embora menor.
- A matriz com adições de cobre e abrasivo  $\text{SiO}_2$  se comporta da mesma forma quando com abrasivo  $\text{SiC}$ . Nas outras amostras com adições, a plasticidade do latão se comporta de forma inversamente proporcional ao desgaste. A plasticidade da fase W também parece não ter um papel determinante no desgaste.
- Para as amostras sem adições sob desgaste abrasivo com hematita, a dureza do tungstênio não permite correlacioná-la ao desgaste, visto que está próxima de 1. Entretanto, a diminuição da dureza do latão acena com a diminuição do desgaste, devido ao aumento de plasticidade e consequente acomodação das partículas abrasivas.
- Observa-se que, quando se analisam as amostras com adições e abrasivo  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , o aumento na plasticidade do latão aumenta o coeficiente de desgaste, pois leva a indentações maiores, ou seja, a maiores deformações plásticas.

# CAPÍTULO VI

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARIOLI, E. E. Amostragem Litológica na Prospecção Mineral e no Mapeamento Geológico. Curitiba, Paraná, Brasil: MINEROPAR, 2006.

BESTE, U.; HARTZELL, T.; ENGQVIST, H.; AXÉN, N. *Surface damage on cemented carbide rock-drill buttons*. **Wear**, 249, 2001, p. 324–329.

BHUSHAN, B.; LI X. *Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films*. **International Materials Reviews**, 48, n. 3, 2003, p. 125-164.

CACERES, P. G. *Effect of Microstructure on the Abrasive Wear Properties of Infiltrated Tungsten Alloys*. **Materials Characterization**, n. 49, 2002, p. 1-9.

CALLISTER, JR., W. D. **Materials Science and Engineering – An Introduction**. John Wiley & Sons, INC., USA, 7<sup>th</sup> ed., 2007, appendix B, p. A7.

CLARK, T. J.; DEVRIES, R. C. *Superabrasives and Ultrahard Tool Materials*. **ASM Metals Handbook**, v. 2, 10<sup>th</sup> ed., 1990, p. 1008-1018.

DAO, M.; CHOLLACOOP, N.; VAN VLIET, K.J.; VENKATESH, T.A.; SURESH, S. *Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*. **Acta Materialia**, 49, 2001, p. 3899–3918.

DIMATEC, INC. **Diamond Drilling Tools & Precision Machining**. Field Manual, 2001.

DING, H.; LI, Y.; YANG, X.; HÃO, H.; JIN, Z. *Design of a Non-Homogeneous Diamond bit matrix*. **Journal of Materials Processing Technology**, n. 84, 1998, p. 159-161.

DOERNER, M. F.; NIX, J. *A Method for Interpreting the Data Depth-sensing Indentation Instruments*. **Journal of Materials Research**, 1, n. 4, 1986, p. 601-609.

DWAN, J. D. *Manufacture of Diamond Impregnated Metal Matrixes*. **Materials Science and Technology**, 14, 1998a, p. 896-900.

DWAN, J. D. *Production of Diamond Impregnated Cutting Tools*. **Powder Metallurgy**, 41, 1998b, p. 84-86.

DWAN, J. D. *Diamond Impregnated Tool Manufacturing and Utilization of 'Diamond Pro' Software*. EURO PM 99. **International Workshop On Diamond Tool Production, Diamond Tool Manufacture & Powder Metallurgy**, november, 1999, p. 24-27.

EROGLU, S.; BAYKARA, T. *Effects of powder mixing technique and tungsten powder size on the properties of tungsten heavy alloys*. **Journal of Materials Processing Technology**, 103, 2000, p. 288-292.

FANG, Z. *Wear Resistance of Powder Metallurgy Alloys – Powder Metal Technologies and Applications*. **ASM Metals Handbook**, v. 7, 1997.

FISCHER-CRIPPS, A. C. *A review of analysis methods for sub-micron indentation testing*. **Vacuum**, 58, 2000, p. 569-585.

GASIK, M.; KERVINEN, P.; KASKIALA, M.; GRAF, P. *In Situ Sintering Studies of Cobalt Powders for Diamond Tools*. **Proceedings, International Workshop On Diamond Tool Production**, EURO PM 99, Turin, Italy, november 1999, p. 107-112.

GERMAN, R. M. **Sintering Theory and Practice**. John Wiley & Sons, INC., 1996, p. 385-389.

GIANNAKOPOULOS, A. E.; SURESH, S. *Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation*. **Scripta Materialia**, 40, 1999, p. 1191-1198.

HAWK, J. A.; ALMAN, D. E. *Abrasive wear of intermetallic based alloys and composites*. **Materials Science Engineering**, 1997, p. 239-240.

HAY, J. C.; PHARR G.M. *Instrumented indentation testing*. In: Mechanical Testing and EvaluationH. **ASM Metals Handbook**, Kuhn and D. Medlin Editors, ASM International, Materials Park, OH, v. 8, 10<sup>th</sup> ed., 2000, p. 232–243.

HOUCK, D. L.; SPENCER J. R. *Ductility of W/Cu alloys tungsten and refractory metals*. **Proceedings of the Third International Conference on Tungsten and Refractory Metals**, Metal Powder Industries Federation (MPIF), USA, v. 3, 1995, p. 21-28.

HUANG, S. L.; WANG, Z. W. *The Mechanics of Diamond Core Drilling of Rocks*. **Int. J. Rock Mech. & Min.Sci**, 34, 1997, p. 3-4.

HUTCHINGS, I. M. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**. CRC Press, Boca Raton, 1992.

ISO/FDIS 14577:2002. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters.

KING, R.B. *Elastic Analysis of Some Punch Problems for a Layered Medium*. **International Journal of Solids and Structures**, 23, 1987, p. 1657-1664.

KONSTANTY, J. **Industrial Diamond Review**, A. 1, n. 51, 1991, p. 27-31.

KRAR, S. F.; RATTERMAN, E. **Superabrasives – Grinding and Machining with CBN and Diamond**, McGraw-Hill, New York, 1990.

LEPIENSKI, CM; PHARR, GM; PARK, YJ; WATKINS, T.R.; MISRA, A.; ZHANG, X. *Factors Limiting the Measurement of Residual Stresses in Thin Films by Nanoindentation*, **Thin Solid Films**, 447, 2004, p. 251-257.

LEYLAND, A.; MATTHEWS, A. *On the Significance of the H/E Ratio in Wear Control: a Nanocomposite Coating Approach to Optimised Tribological Behaviour*. **Wear**, 246, 2000, p. 1-11.

LI, X.; BHUSHAN, B. *A review of Nanoindentation Continuous Stiffness Measurement Technique and its Applications*. **Materials Characterization**, 48, 2002, p. 11-36.

LOZZER, A. M. *Microabrasão de Compósitos de Matriz Metálica a Base de Tungstênio Empregados em Coroas de Perfuração Utilizadas em Sondagem Mineral*. Dissertação de Mestrado, 2008, Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Vitória, Espírito Santo, Brasil.

MEZA, J. M.; MORÉ, M. C.; SOUZA, R. M.; CRUZ, L. J. *Using the Ratio: Maximum Load over Unload Stiffness Squared,  $P_m/S_u^2$ , on the Evaluation of Machine Stiffness and Area Function of Blunt Indenters on Depth-sensing Indentation Equipment*. **Materials Research**, 10, n. 4, 2007, p. 437-447.

MEZA, J. M.; FRANCO, E. E.; FARIAS, M. C. M.; BUIOCHI, F.; SOUZA, R. M.; CRUZ, J. *Medición del Módulo de Elasticidad en Materiales de Ingeniería Utilizando La Técnica de Indentación Instrumentada y de Ultrasonido*. **Revista de Metalurgia**, 44, n.1, enero-febrero 2008, p. 52.65.

MILLER, D.; BALL, A. *The wear of Diamonds in impregnated diamond bit drilling*. **Wear**, 141, 1991, p. 311-320.

NAIDICH, Y. H.; UMANSKI, V. P.; LAVRINENKO, I. A. **Industrial Diamond Review**, v. 44, 1984, p. 327-328.

OLIVER, W.C.; PHARR, G.M. *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and sensing indentation experiments*. **Journal of Materials Research**, 7, n. 6, june 1992, p. 1564-1583.

OLIVER, W.C.; PHARR, G.M. *Measurement of Hardness and Elastic Modulus by Instrumented Indentation: Advances in Understanding and Refinements to Methodology*. **Journal of Materials Research**, 19, n. 1, january 2004, p. 3-20.

PHARR, G. M. *Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation*. **Materials Science and Engineering**, A 253, 1998, p. 151-159.

PHARR, G.M.; BOLSHAKOV, A. *Understanding Nanoindentation Unloading Curves*. **Journal of Materials Research**, 17, 2002, p. 2660-2671.

PHARR, G. M.; OLIVER, W. C.; BROTZEN, F. R. *On the Generality of the Relationship between Contact Stiffness, Contact Area, and Elastic Modulus During Indentation*. **Journal of Materials Research**, 7, n. 3, 1992, p. 613-617.

RANDALL, M. G. **Sintering Theory and Practice**. John Wiley & Sons, INC., New York, 1996, p. 550.

RODRÍGUEZ, S. A. Modelamento do Ensaio de Indentação Instrumentada Usando Elementos Finitos e Análise Dimensional – Análise de Unicidade, Variações Experimentais, Atrito e Geometria e Deformações do Indentador. Tese de Doutorado, 2010, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, SP, Brasil.

RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS I. M. *A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems*. **Surface Coating Technology**, march, 1995.

RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS I. M. *Theory and Application of a Micro-Scale Abrasive Wear Test*. **Journal of Testing and Evaluation**, JTEVA, A. 2, v. 25, march 1997, p. 250-260.

SANTOS, S. G. Avaliação do efeito de modificações superficiais a plasma no desempenho frente ao desgaste de um aço baixa liga: estudo da correlação entre profundidade de endurecimento e melhoria de desempenho. Tese de Doutorado, 2009, Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

SCHUH, C. A. *Nanoindentation Studies of materials*. **Materials Today**, v. 9, n. 5, 2006, p. 32-40.

SKOCZYNSKI, R. J.; WALMAG, G.; BREYER, J. P. *Improvement of the Work Roll Performance on 2050 mm Hot Strip Mill at Iscor Flat Steel Products*. **Saruck Conference**, Vanderbijlpark, Gauteng, South Africa, 1997, p. 19-25.

SNEDDON, I.N. **Fourier Transforms**, McGraw-Hill Book Company, INC., New York, 1951, p. 450–467.

SURESH, S; GIANNAKOPOULOS, A.E. *A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation*. **Acta Materialia**, 46, 1998, p. 5755-5767.

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**, 1999, p. 205-214.

VAN LANDINGHAM, M. R. *Review of Instrumented Indentation*. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology**, 108, n. 4, july-august 2003, p. 249-265.

ZUM GAHR, K.H. **Microstructure and Wear of Materials**, Elsevier, 1987.

# CAPÍTULO VII

## 7 ANEXOS

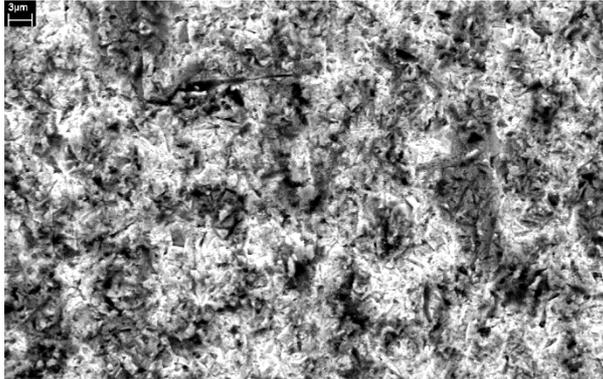
ANEXO A – MEV das amostras ensaiadas com os três tipos de lamas abrasivas

ANEXO B – Curvas carga-deslocamento

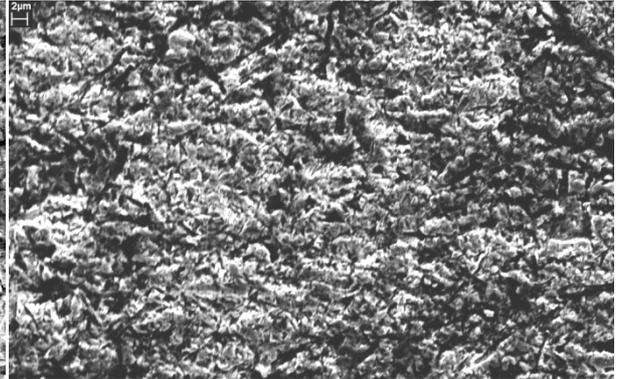
ANEXO C – Tabelas geradas para todos os ensaios

# ANEXO A – MEV DAS AMOSTRAS ENSAIADAS COM OS TRÊS TIPOS DE LAMAS ABRASIVAS

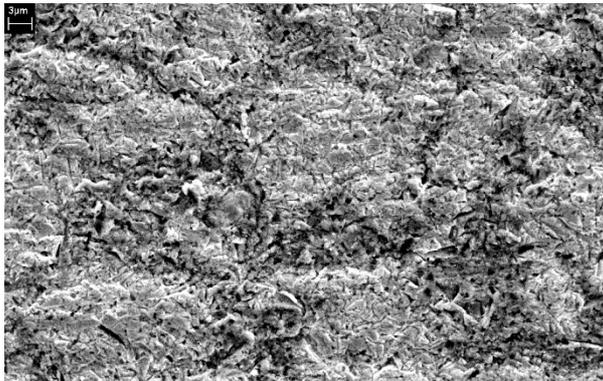
Tabela A1: MEV, elétrons secundários – amostras ensaiadas com lama abrasiva à base de SiC



MEV – Secundário – Matriz “4”



MEV – Secundário – Matriz “4-Cu”



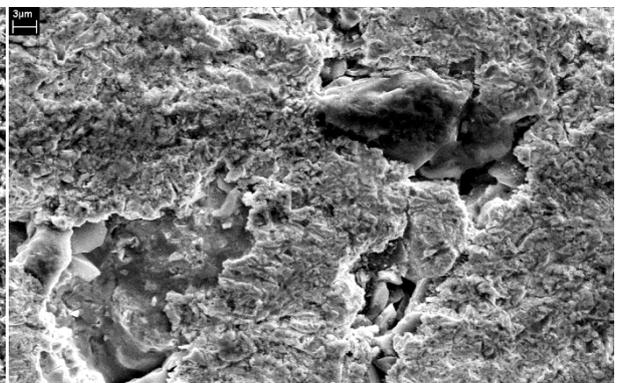
MEV – Secundário - Matriz “4-Fe”



MEV – Secundário - Matriz “4-SiC”



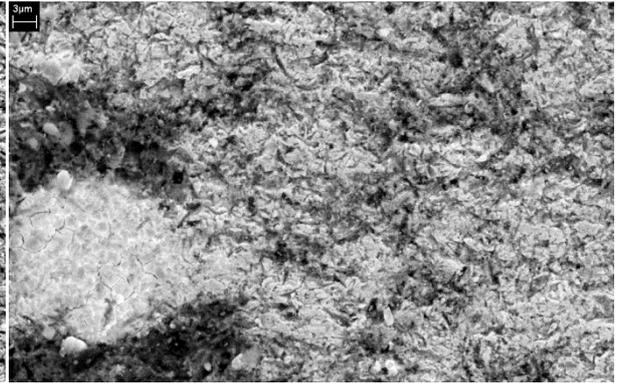
MEV – Secundário - Matriz “4-Mo”



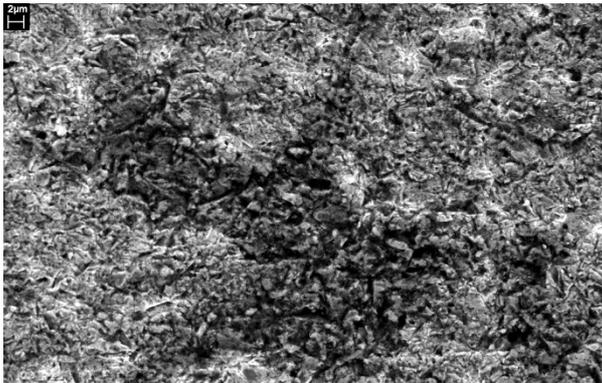
MEV – Secundário – Matriz “6-SiC”



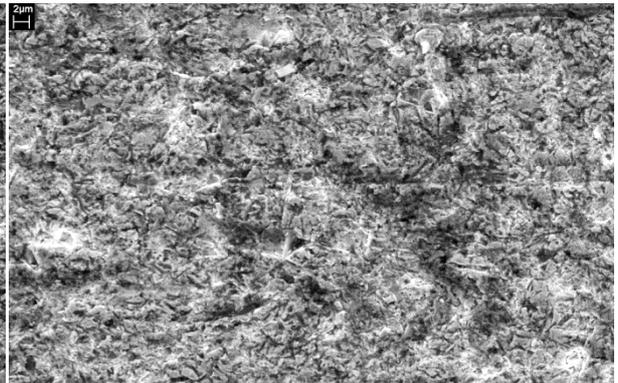
MEV – Secundário – Matriz “16”



MEV – Secundário – Matriz “6-16”

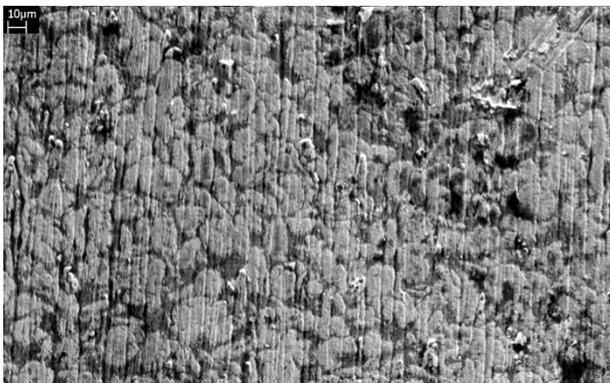


MEV – Secundário – Matriz “6”

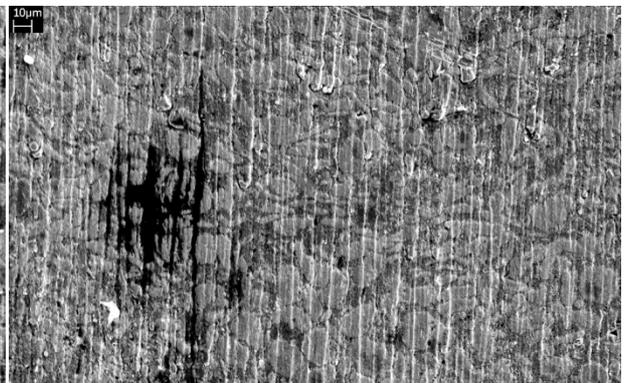


MEV – Secundário – Matriz “4-Fe-SiC”

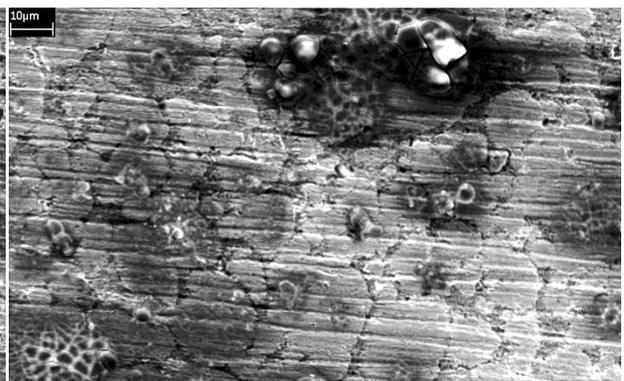
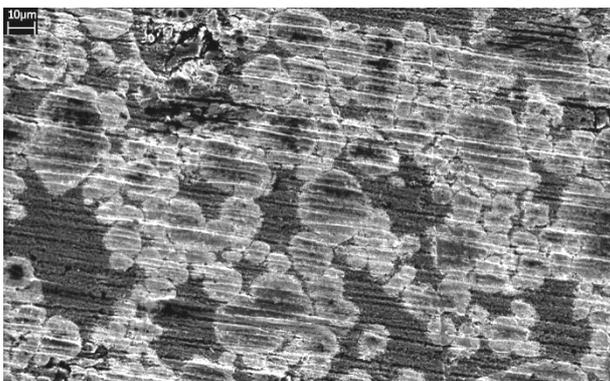
Tabela A2: MEV, elétrons secundários – amostras ensaiadas com lama abrasiva à base de  $\text{SiO}_2$



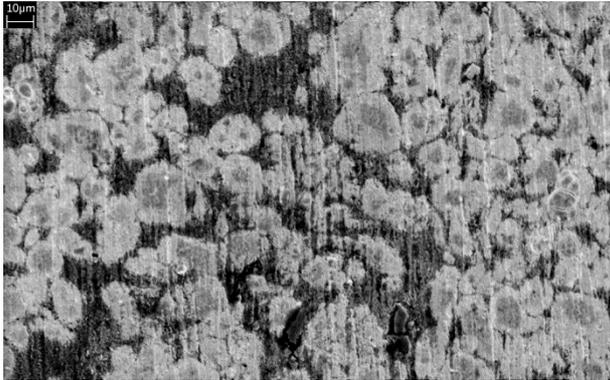
MEV – Secundário – Matriz “4”



MEV – Secundário – Matriz “4-Cu”



MEV – Secundário - Matriz "16"



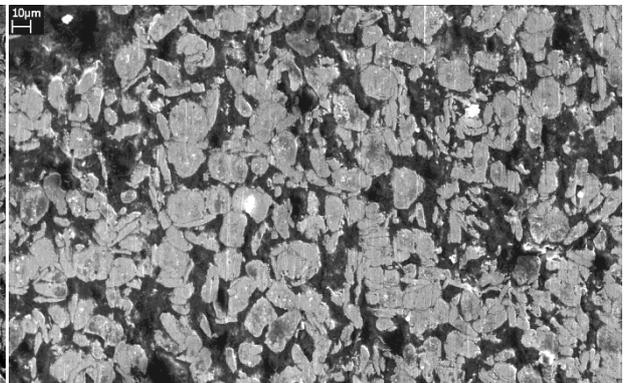
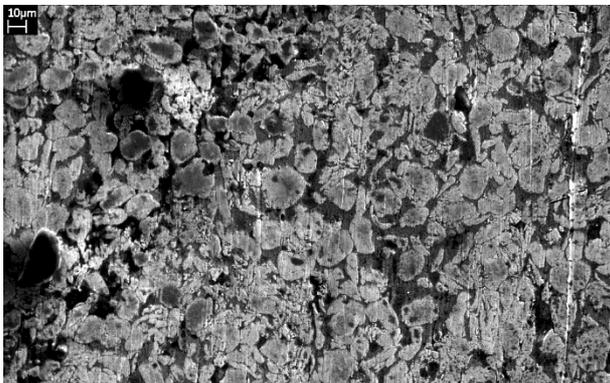
MEV – Secundário - Matriz "6-16"



MEV – Secundário - Matriz "6"

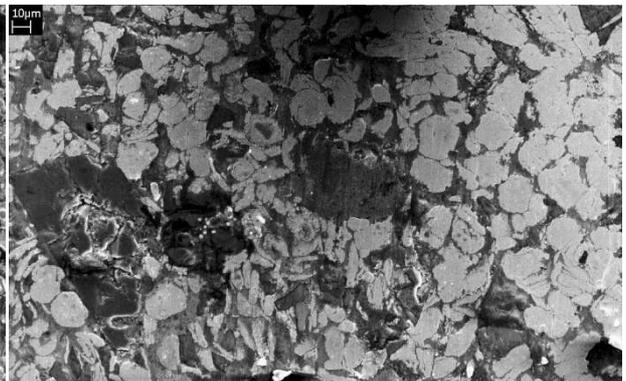
MEV – Secundário – Matriz "4-Fe-SiC"

Tabela A3: MEV, elétrons secundários – amostras ensaiadas com lama abrasiva à base de  $Fe_2O_3$



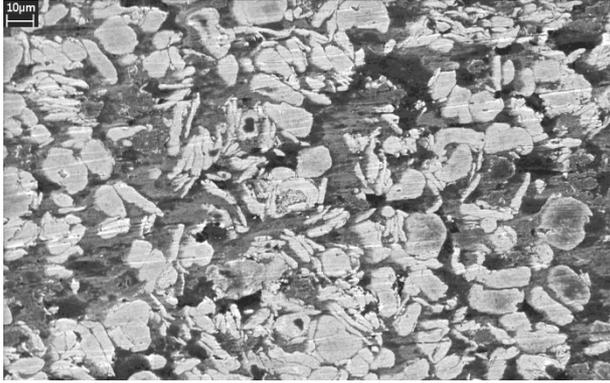
MEV – Secundário – Matriz "4"

MEV – Secundário – Matriz "4-Cu"

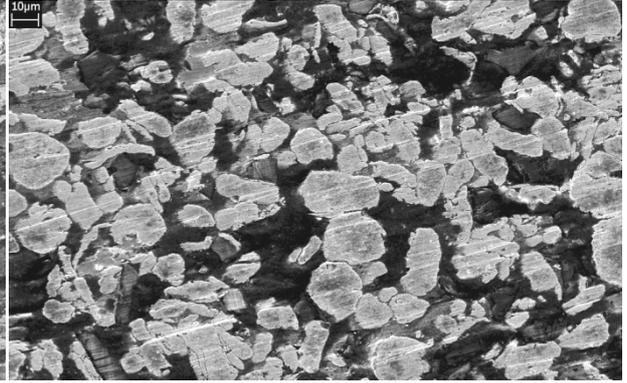


MEV – Secundário - Matriz "4-Fe"

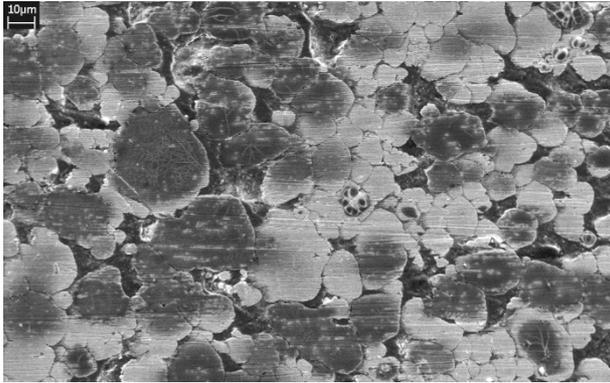
MEV – Secundário - Matriz "4-SiC"



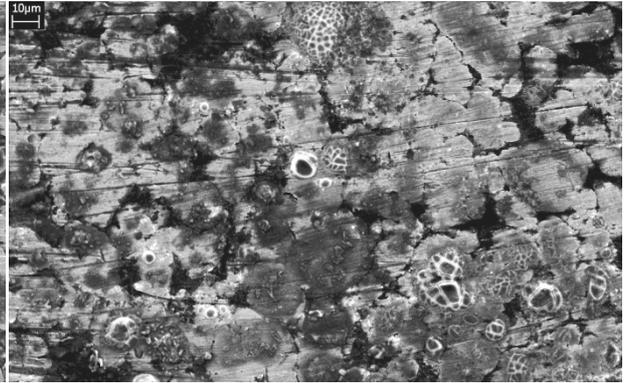
MEV – Secundário – Matriz “4-Mo”



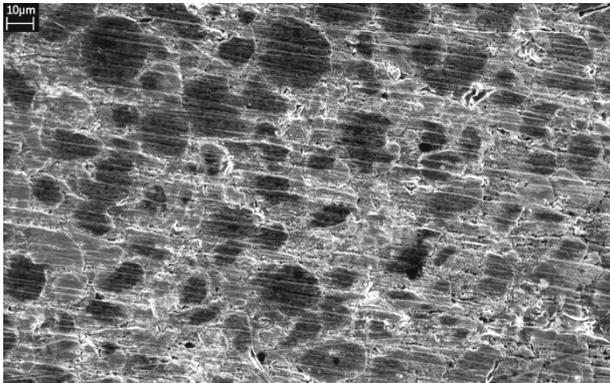
MEV – Secundário – Matriz “6-SiC”



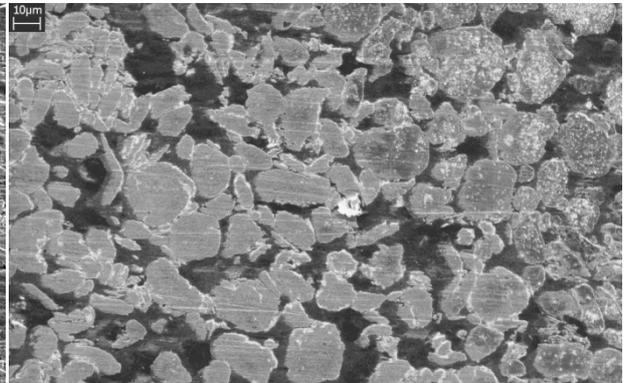
MEV – Secundário – Matriz “16”



MEV – Secundário – Matriz “6-16”



MEV – Secundário – Matriz “6”



MEV – Secundário – Matriz “4-Fe-SiC”

## ANEXO B: CURVAS CARGA-DESLOCAMENTO

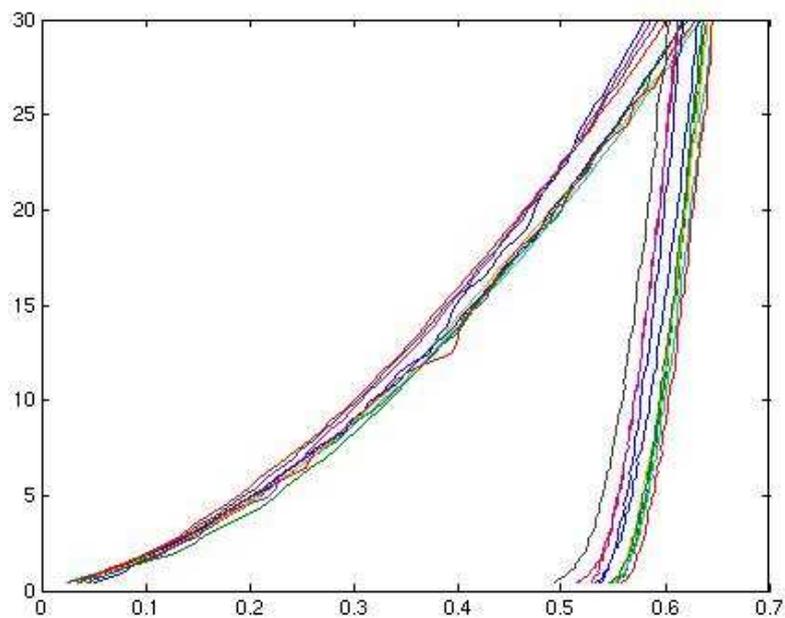


Figura B1: Curvas carga-deslocamento da amostra "4" para a fase latão.

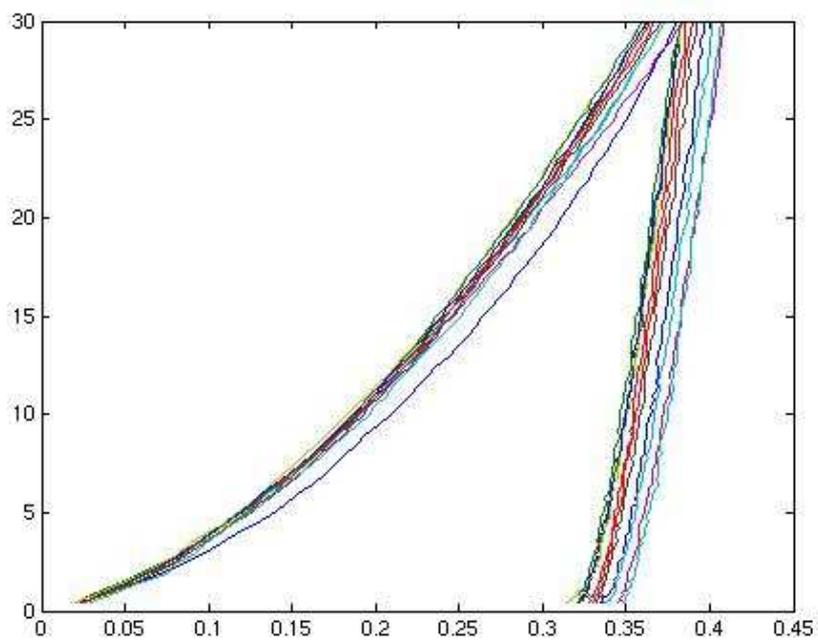


Figura B2: Curvas carga-deslocamento da amostra "4" para a fase tungstênio.

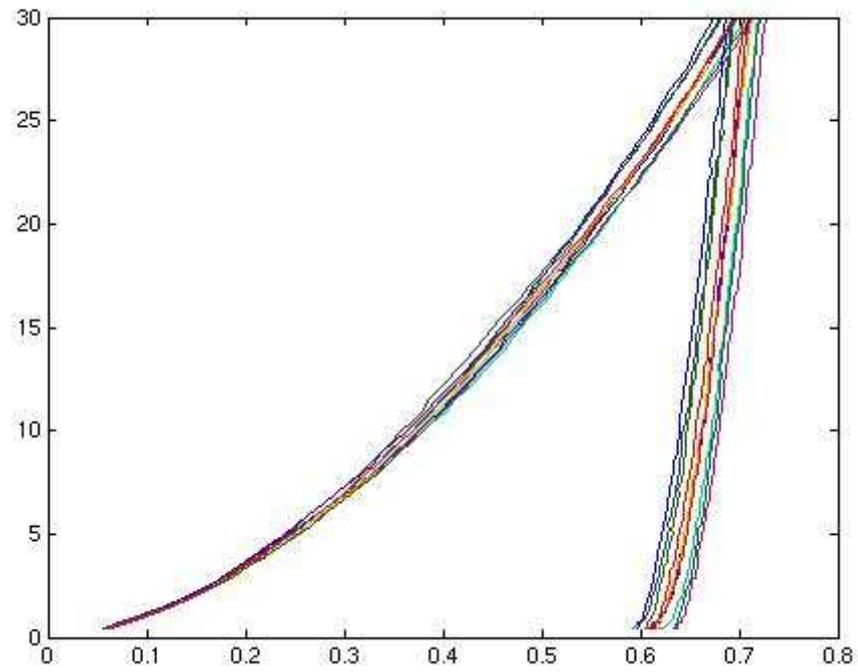


Figura B3: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Cu" para a fase latão.

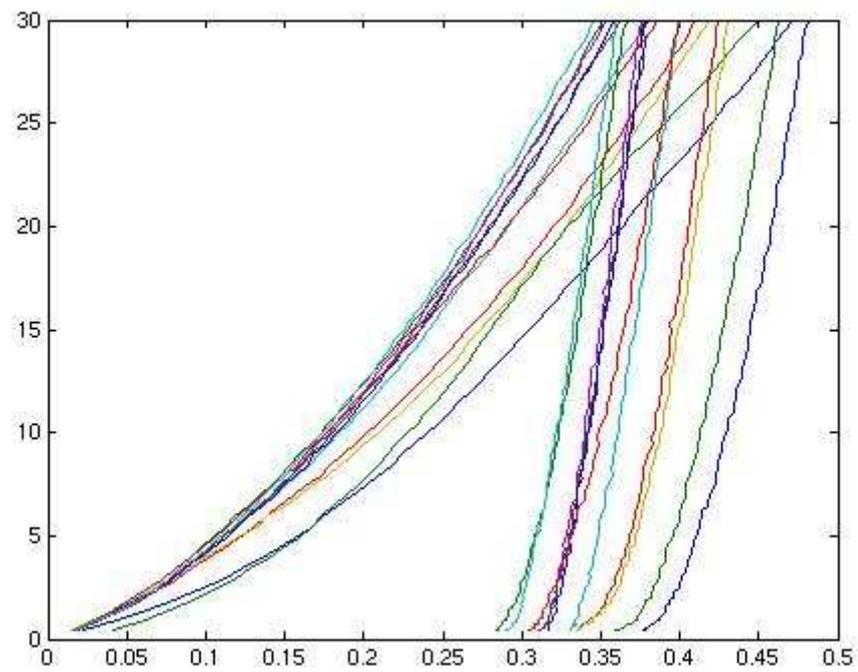


Figura B4: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Cu" para a fase tungstênio.

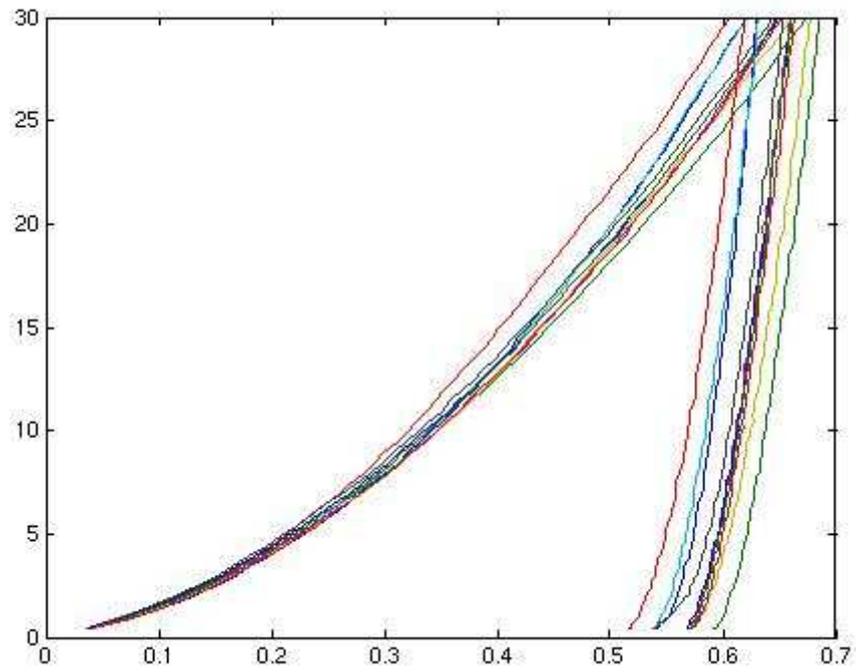


Figura B5: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Fe" para a fase latão.

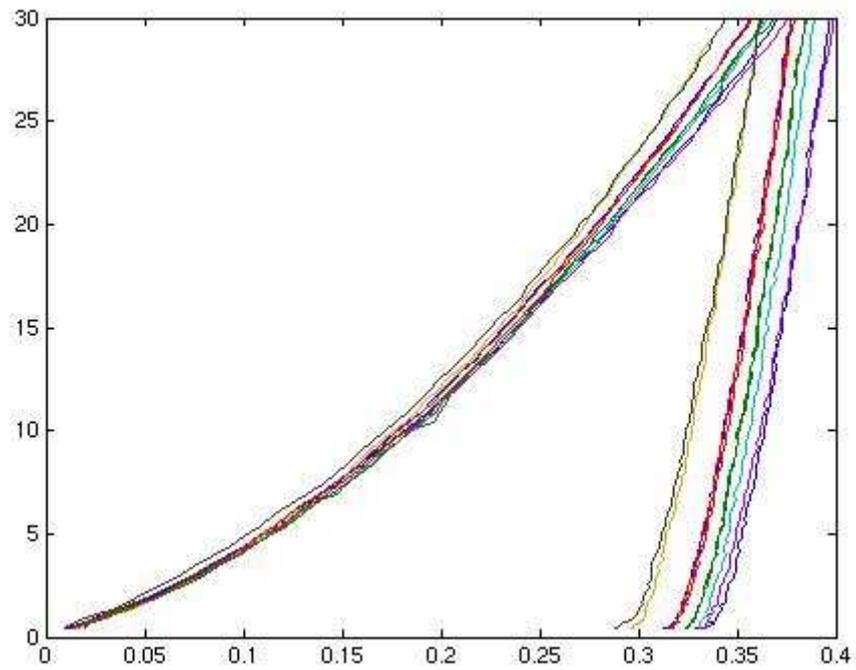


Figura B6: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Fe" para a fase tungstênio.

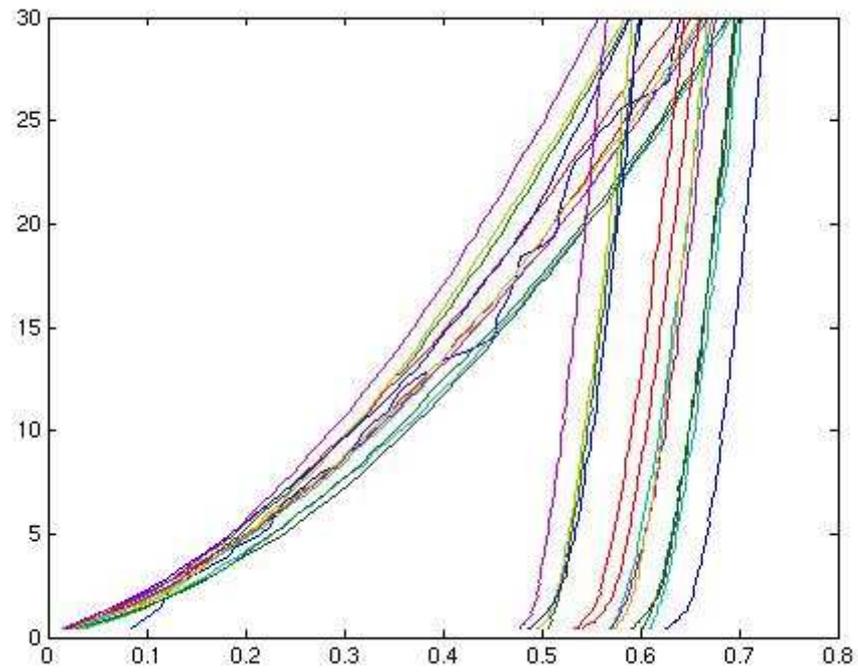


Figura B7: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-SiC" para a fase latão.

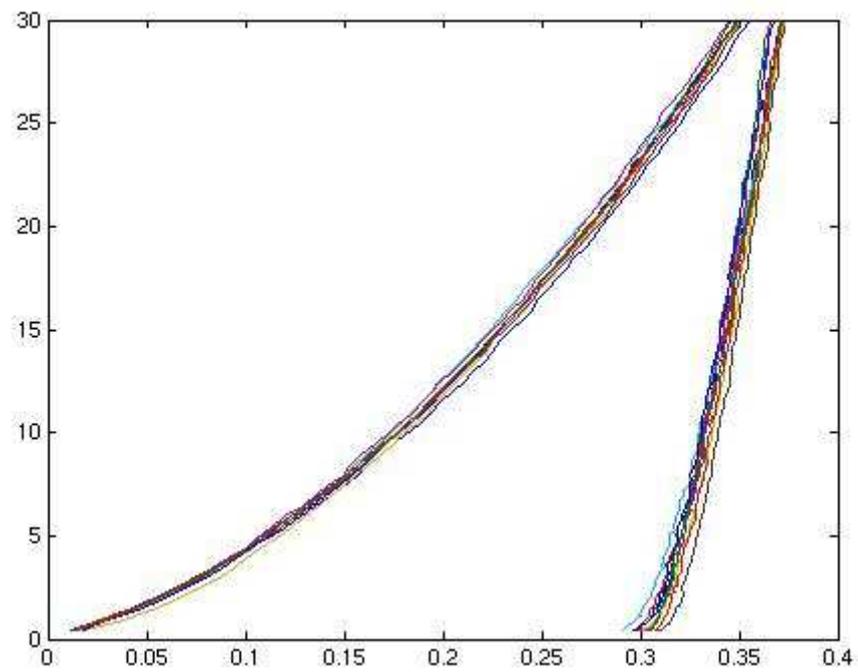


Figura B8: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-SiC" para a fase tungstênio.

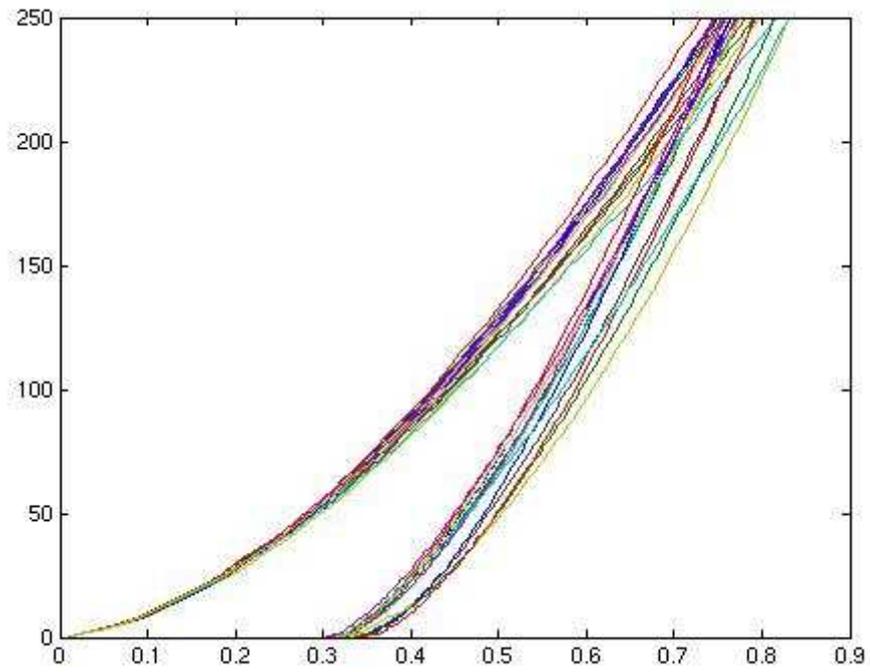


Figura B9: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-SiC" para a fase SiC.

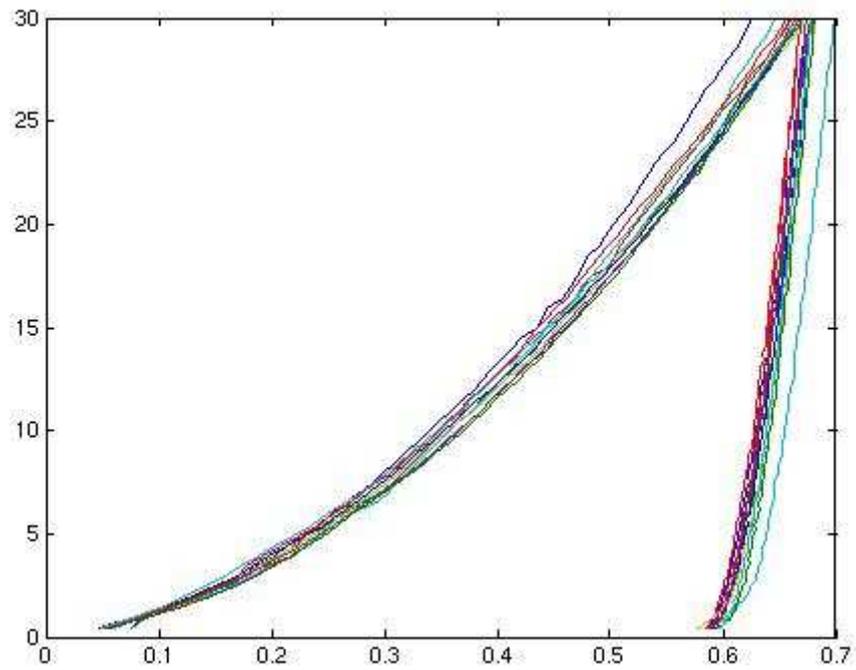


Figura B10: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Mo" para a fase latão.

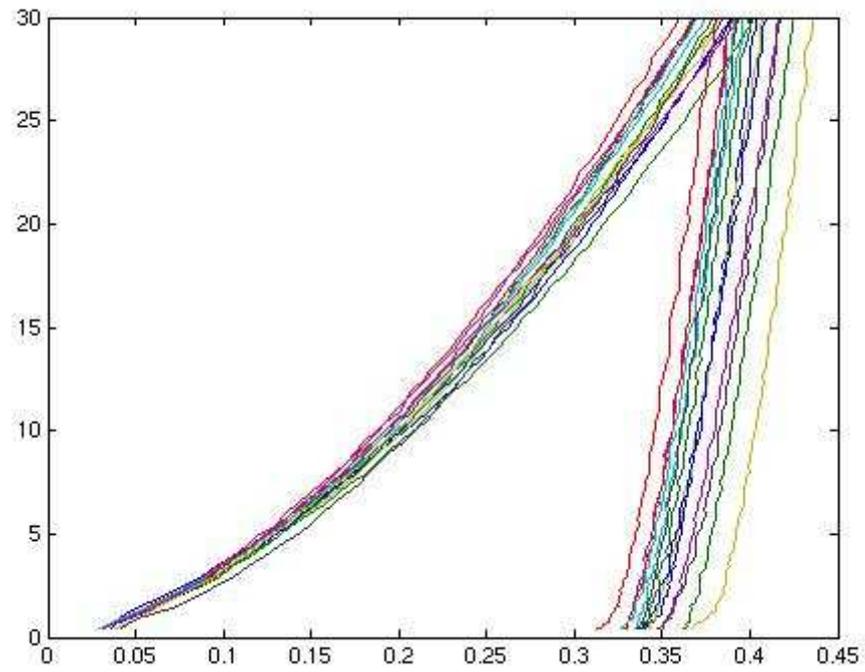


Figura B11: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Mo" para a fase tungstênio.

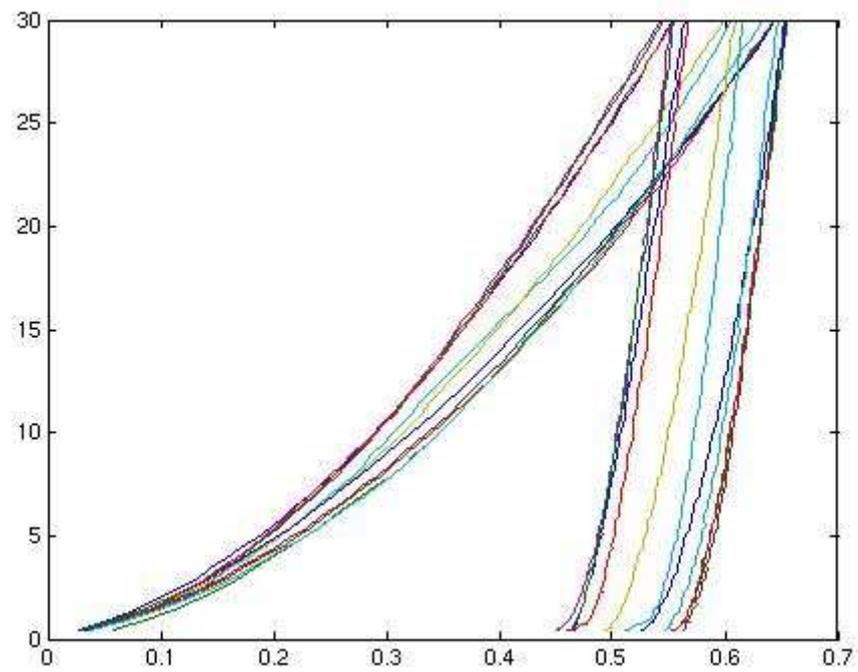


Figura B12: Curvas carga-deslocamento da amostra "6-SiC" para a fase latão.

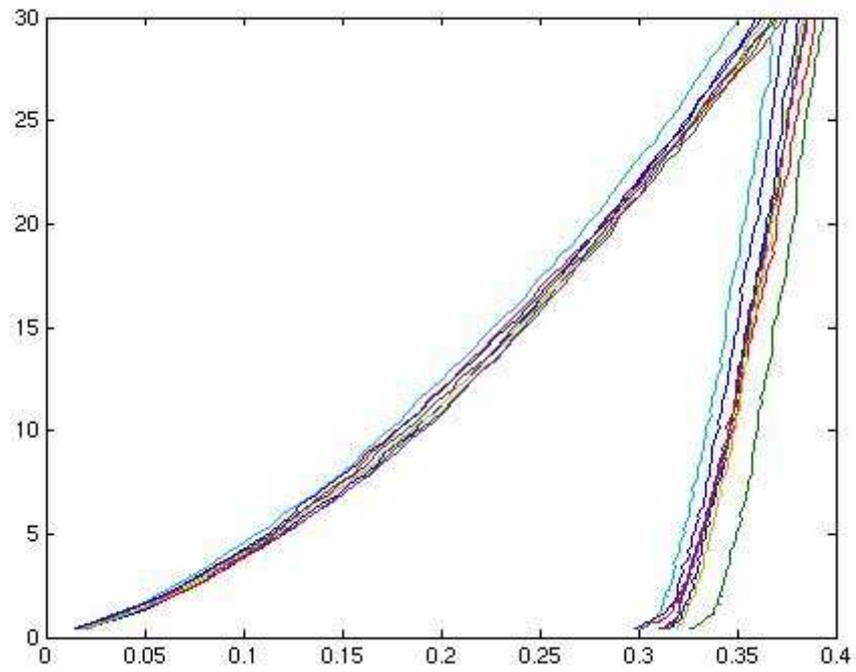


Figura B13: Curvas carga-deslocamento da amostra "6-SiC" para a fase tungstênio.

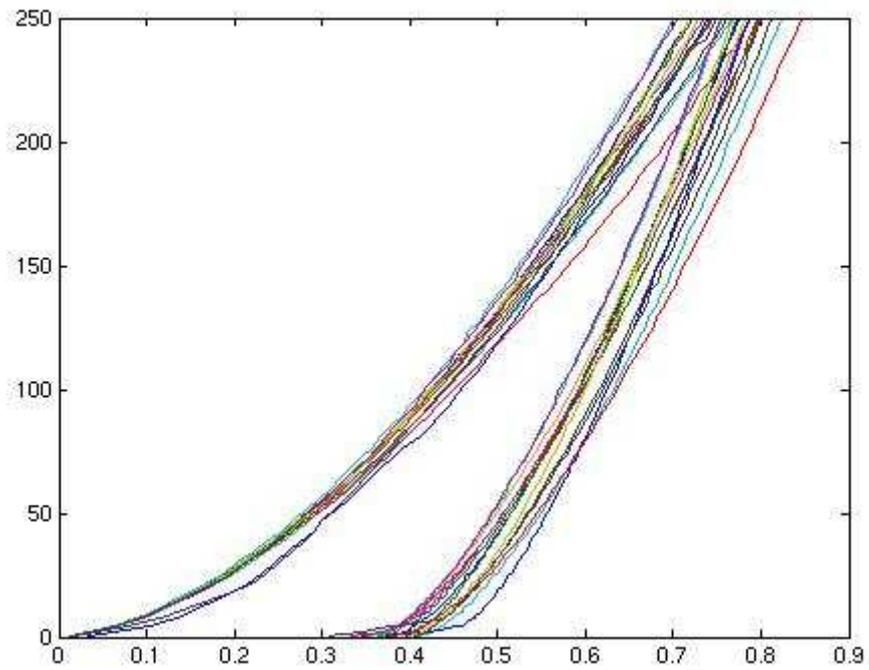


Figura B14: Curvas carga-deslocamento da amostra "6-SiC" para a fase SiC.

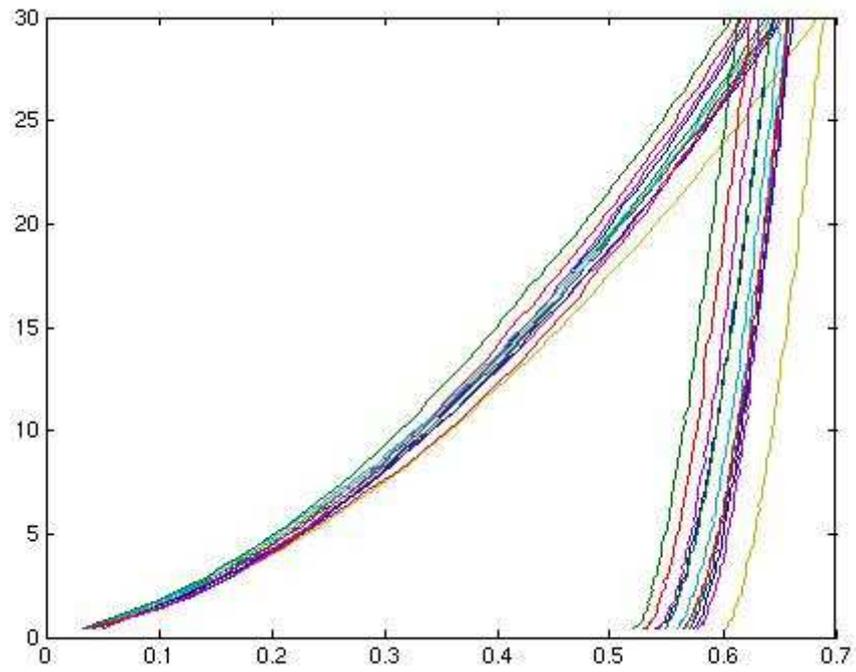


Figura B15: Curvas carga-deslocamento da amostra "16" para a fase latão.

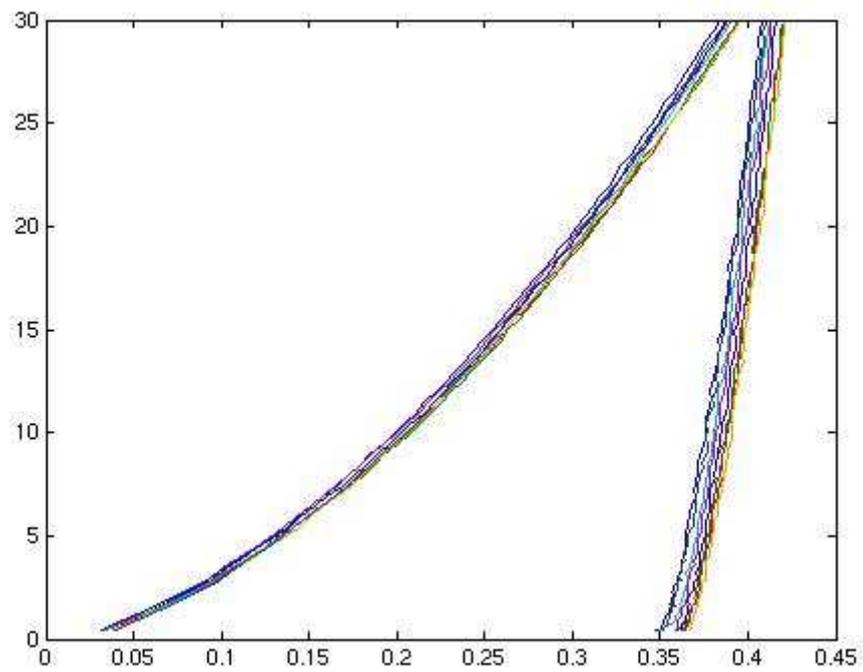


Figura B16: Curvas carga-deslocamento da amostra "16" para a fase tungstênio.

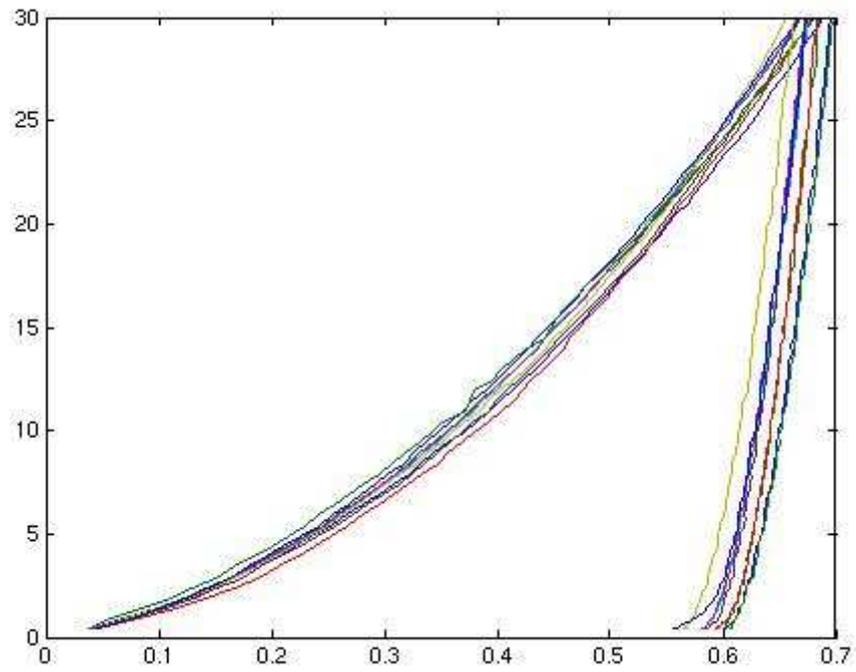


Figura B17: Curvas carga-deslocamento da amostra "6-16" para a fase latão.

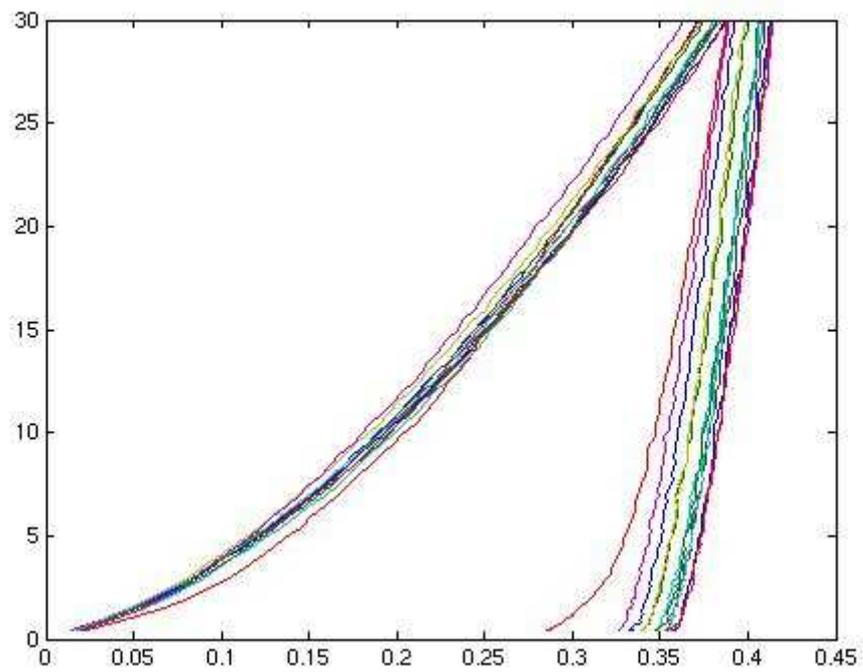


Figura B18: Curvas carga-deslocamento da amostra "6-16" para a fase tungstênio.

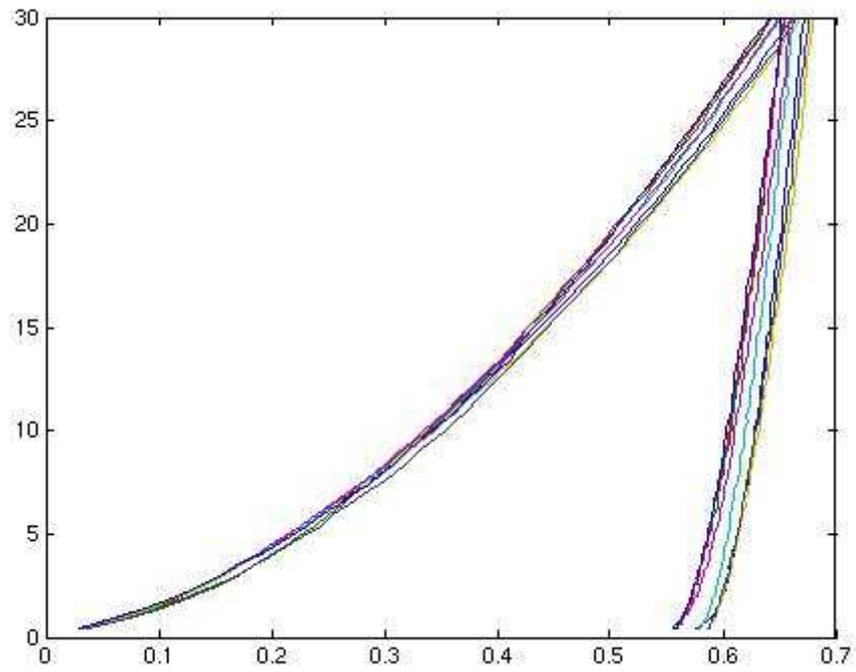


Figura B19: Curvas carga-deslocamento da amostra "6" para a fase latão.

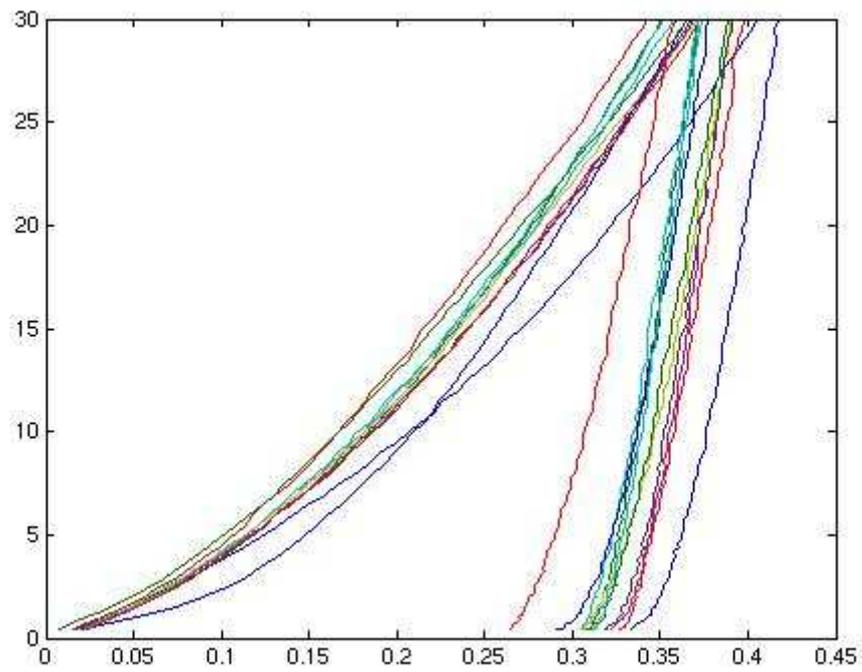


Figura B20: Curvas carga-deslocamento da amostra "6" para a fase tungstênio.

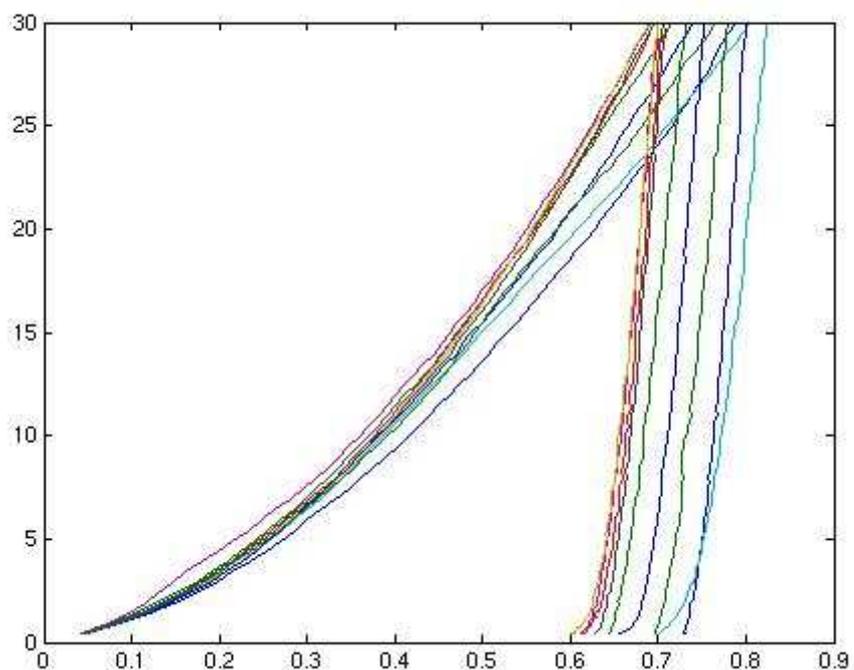


Figura B21: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Fe-SiC" para a fase latão.

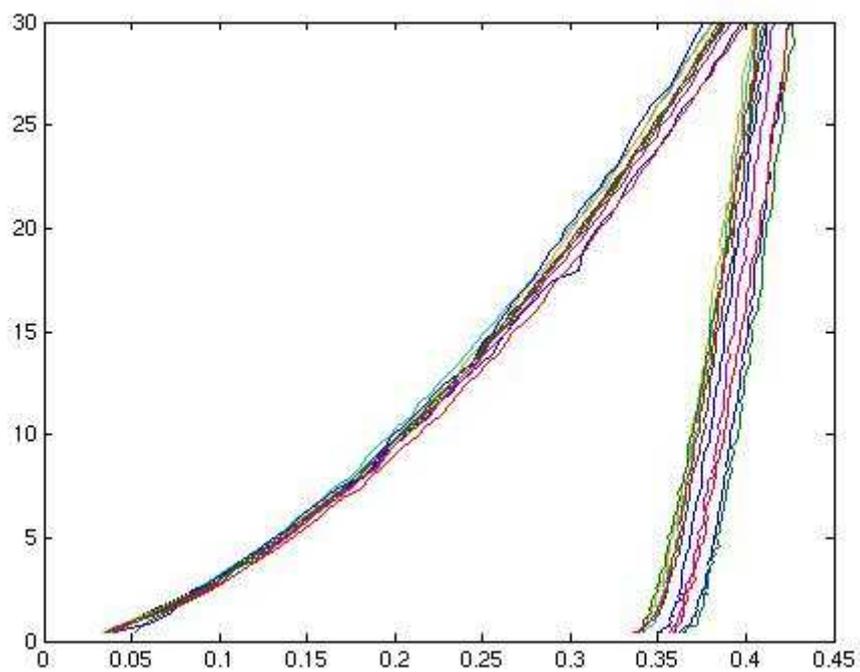


Figura B22: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Fe-SiC" para a fase tungstênio.

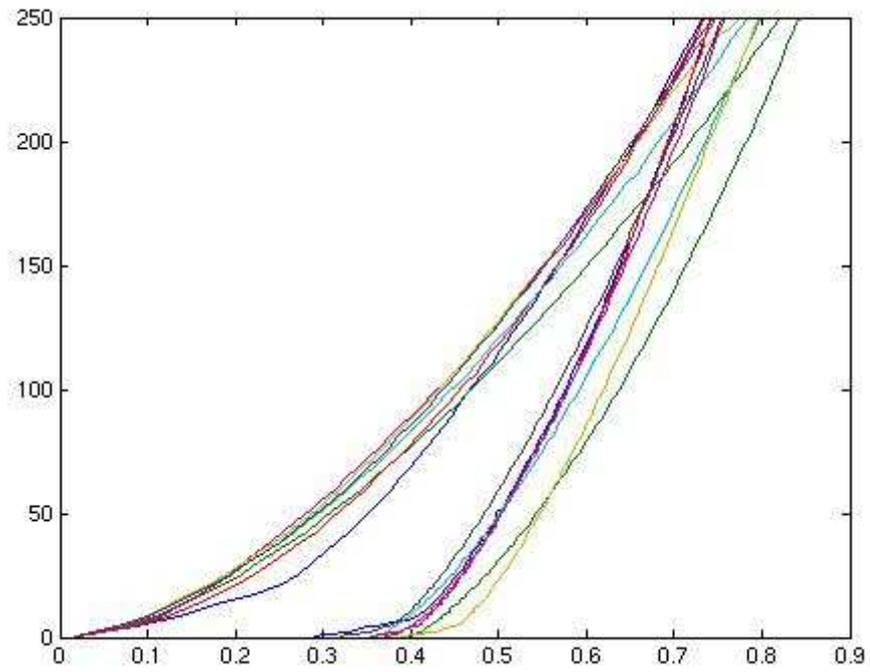


Figura B23: Curvas carga-deslocamento da amostra "4-Fe-SiC" para a fase SiC.

## ANEXO C – TABELAS GERADAS PARA TODOS OS ENSAIOS

Tabela C1: Tabela de dados para a fase Latão da amostra “4”

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	-	-
2	29,986	167,386517	271,3159
3	29,986	-	-
4	29,986	147,000584	269,2935
5	29,986	-	-
6	29,986	146,441772	274,7571
7	29,986	-	-
8	29,986	155,426951	279,0592
9	29,986	177,314994	270,595
10	29,986	160,25522	264,8195
Média	29,986	158,9710063	271,6400333
Desvio	0	12,01503192	4,857637067
Variação (%)	0	7,558002051	1,788262579

Tabela C2: Tabela de dados para a fase W da amostra “4”

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	395,040784	763,0255
2	29,986	433,169685	824,281
3	29,986	426,376885	811,5844
4	29,986	362,365554	748,1966
5	29,986	-	-
6	29,986	461,100376	804,1451
7	29,986	379,66851	797,66
8	29,986	407,909608	844,8437
9	29,986	404,208141	837,4526
10	29,986	409,371278	795,2273
11	29,986	389,95277	711,8022
Média	29,986	406,9163591	793,82184
Desvio	0	28,23358254	41,67428903
Variação (%)	0	6,938424054	5,249828983

Tabela C3: Tabela de dados para a fase Latão da amostra "4-Cu"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	126,51679	222,1741
2	29,986	132,032317	230,9223
3	29,986	124,256312	224,1349
4	29,986	126,797613	214,8341
5	29,986	126,736566	208,4588
6	29,986	116,198552	221,8821
7	29,986	127,538624	232,3294
8	29,986	126,674185	238,5087
9	29,986	127,472237	213,6859
10	29,986	135,095183	218,2006
Média	29,986	126,9318379	222,51309
Desvio	0	4,898661644	9,304027996
Variação (%)	0	3,859285208	4,181339622

Tabela C4: Tabela de dados para a fase W da amostra "4-Cu"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	430,055070	932,2374
2	29,986	397,375764	760,3479
3	29,986	-	-
4	29,986	-	-
5	29,986	431,812366	770,3743
6	29,986	387,631720	810,1975
7	29,986	368,722977	775,6553
8	29,986	447,243385	825,5981
9	29,986	-	-
10	29,986	388,146564	752,539
11	29,986	461,396667	935,548
12	29,986	395,554262	774,4353
13	29,986	447,524206	973,5271
14	29,986	475,466380	785,658
15	29,986	475,984547	904,1282
Média	29,986	425,57616	833,35384
Desvio	0	37,041624	79,987648
Variação (%)	0	8,7038766	9,5982816

Tabela C5: Tabela de dados para a fase latão da amostra "4-Fe"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	-	-
2	29,986	125,301213	240,4515
3	29,986	143,191504	297,2107
4	29,986	144,52795	283,2684
5	29,986	136,83914	259,4184
6	29,986	122,847725	246,4272
7	29,986	138,532291	263,9707
8	29,986	136,698383	259,197
9	29,986	137,016646	258,9274
10	29,986	135,786385	256,292
Média	29,986	135,6379152	262,7959222
Desvio	0	7,240456532	17,51325932
Variação (%)	0	5,33807713	6,664205126

Tabela C6: Tabela de dados para a fase W da amostra "4-Fe"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	401,401292	758,7639
2	29,986	431,001547	812,155
3	29,986	422,25669	849,7284
4	29,986	423,146336	787,1041
5	29,986	-	-
6	29,986	465,020668	947,2628
7	29,986	418,663667	958,9189
8	29,986	400,70209	876,2732
9	29,986	435,212077	802,0512
10	29,986	438,144837	847,3016
Média	29,986	426,1721338	848,8399
Desvio	0	19,68749285	68,93851821
Variação (%)	0	4,619610549	8,121498319

Tabela C7: Tabela de dados para a fase latão da amostra "4-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	154,016683	204,6295
2	29,986	-	-
3	29,986	121,952599	280,0553
4	29,986	121,718566	227,7063
5	29,986	-	-
6	29,986	-	-
7	29,986	134,057348	229,2627
8	29,986	-	-
9	29,986	127,847321	228,3758
10	29,986	122,125904	263,6214
11	29,986	123,92949	250,3286
12	29,986	130,216367	244,8316
13	29,986	145,130606	248,3304
Média	29,986	131,2216538	241,9046222
Desvio	0	11,43264276	22,30971815
Variação (%)	0	8,712466605	9,222526608

Tabela C8: Tabela de dados para a fase W da amostra "4-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	369,485997	929,3553
2	29,986	447,364456	920,2024
3	29,986	352,542325	926,7155
4	29,986	-	-
5	29,986	457,46368	913,8502
6	29,986	401,817902	891,8106
7	29,986	434,647522	881,7036
8	29,986	403,879254	926,6827
9	29,986	404,706706	900,4195
10	29,986	412,622387	894,7861
Média	29,986	409,3922477	909,5028778
Desvio	0	34,15983489	17,69119183
Varição (%)	0	8,344035599	1,945149627

Tabela C9: Tabela de dados para a fase SiC da amostra "4-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	250	315,713886	2956,4649
2	250	307,295865	2860,2789
3	250	341,415024	3096,8931
4	250	308,844139	2921,1136
5	250	332,145064	2919,1316
6	250	266,406733	2319,1458
7	250	295,098757	2756,6278
8	250	336,818749	2872,2151
9	250	276,105881	2517,2143
10	250	307,055204	2611,7508
11	250	238,221367	2876,685
12	250	300,755886	3151,2981
13	250	297,33742	3141,7457
Média	250	301,7856904	2846,197285
Desvio	0	28,92309645	244,4688492
Varição (%)	0	9,583985382	8,589314961

Tabela C10: Tabela de dados para a fase latão da amostra "4-Mo"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	147,506167	243,5778
2	29,986	147,474521	238,9386
3	29,986	152,673486	246,9684
4	29,986	144,662149	224,1071
5	29,986	152,279502	242,072
6	29,986	150,82407	236,5423
7	29,986	142,655515	242,3623
8	29,986	149,908027	239,1199
9	29,986	162,307991	235,8697
10	29,986	171,503338	243,9602
11	29,986	169,093676	235,9285
Média	29,986	153,7171311	239,0406182
Desvio	0	9,667075666	6,138966758
Variação (%)	0	6,288873333	2,568168876

Tabela C11: Tabela de dados para a fase W da amostra "4-Mo"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	397,553845	715,8532
2	29,986	389,092257	765,829
3	29,986	442,502297	818,6925
4	29,986	-	-
5	29,986	385,955072	782,4406
6	29,986	390,485609	749,0761
7	29,986	-	-
8	29,986	-	-
9	29,986	-	-
10	29,986	432,084810	858,5507
11	29,986	452,098020	772,2403
12	29,986	388,942527	761,347
Média	29,986	409,8393	778,0037
Desvio	0	27,543738	43,62414
Variação (%)	0	6,720619	5,60719

Tabela C12: Tabela de dados para a fase latão da amostra "6-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	-	-
2	29,986	136,15441	262,1018
3	29,986	138,755695	262,8972
4	29,986	170,064943	293,5714
5	29,986	-	-
6	29,986	-	-
7	29,986	151,548192	260,305
8	29,986	102,675471	276,0445
9	29,986	-	-
10	29,986	-	-
11	29,986	143,784956	267,4849
Média	29,986	140,4972778	270,4008
Desvio	0	22,17909394	12,68332069
Varição (%)	0	15,78613784	4,6905633

Tabela C13: Tabela de dados para a fase W da amostra "6-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	385,10305	850,9572
2	29,986	426,317631	763,6502
3	29,986	-	-
4	29,986	415,204291	902,8795
5	29,986	-	-
6	29,986	420,615135	810,1258
7	29,986	-	-
8	29,986	458,13978	847,2839
Média	29,986	421,075977	834,9793
Desvio	0	26,1244185	51,77516
Varição (%)	0	6,20420541	6,200772

Tabela C14: Tabela de dados para a fase SiC da amostra "6-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	250	349,710089	2554,8573
2	250	352,485297	2542,3872
3	250	304,892405	2479,6846
4	250	306,89794	2164,3259
5	250	325,633181	2503,098
6	250	324,503864	2561,3305
7	250	327,212963	2298,4202
8	250	378,958728	2252,5578
9	250	310,051344	2493,1134
10	250	269,804031	2151,8353
11	250	370,551537	2630,7944
12	250	375,756768	2626,1351
13	250	384,652559	2437,8296
14	250	308,295028	2280,9683
Média	250	334,9575524	2426,952686
Desvio	0	34,40227174	165,2386446
Varição (%)	0	10,27063623	6,808482322

Tabela C15: Tabela de dados para a fase latão da amostra "16"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	136,8873	272,9
2	29,986	136,43011	274,4712
3	29,986	-	-
4	29,986	148,314981	257,7985
5	29,986	172,959438	251,2767
6	29,986	139,015406	232,5336
7	29,986	151,492966	257,2923
8	29,986	141,225066	255,9568
9	29,986	-	-
10	29,986	143,457596	258,0031
11	29,986	150,418658	261,591
12	29,986	150,41464	282,0577
Média	29,986	147,0616161	260,38809
Desvio	0	10,76392571	13,85001127
Varição (%)	0	7,319330489	5,318988005

Tabela C16: Tabela de dados para a fase W da amostra "16"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	432,120956	690,651
2	29,986	368,227703	665,59
3	29,986	371,705113	659,3064
4	29,986	409,809362	683,135
5	29,986	418,99583	675,284
6	29,986	382,472149	659,857
7	29,986	379,809794	696,9528
8	29,986	407,61154	668,2028
Média	29,986	396,3440559	674,872375
Desvio	0	23,79909525	14,15908271
Varição (%)	0	6,004655525	2,098038568

Tabela C17: Tabela de dados para a fase latão da amostra "6-16"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	141,648109	227,5244
2	29,986	147,027489	234,5622
3	29,986	151,690282	235,3514
4	29,986	138,422884	244,5418
5	29,986	145,312389	244,8268
6	29,986	131,07477	257,9078
7	29,986	154,286217	241,9377
8	29,986	134,695257	246,8489
9	29,986	141,86863	224,5948
Média	29,986	142,8917808	239,7884222
Desvio	0	7,579574266	10,36227778
Varição (%)	0	5,304415849	4,321425396

Tabela C18: Tabela de dados para a fase W da amostra "6-16"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	421,384441	779,2513
2	29,986	421,276888	734,5257
3	29,986	-	-
4	29,986	376,373164	711,2247
5	29,986	404,366048	681,7088
6	29,986	440,456409	734,6492
7	29,986	433,985889	686,6161
8	29,986	452,056694	667,1728
9	29,986	439,353186	697,8506
10	29,986	414,989675	673,6279
11	29,986	414,201288	727,44
12	29,986	395,207404	804,3399
Média	29,986	419,422826	718,037
Desvio	0	21,99375457	43,76286571
Varição (%)	0	5,243814405	6,094792568

Tabela C19: Tabela de dados para a fase latão da amostra "6"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	150,720988	244,2092
2	29,986	147,212379	259,8961
3	29,986	137,063293	262,6458
4	29,986	152,244348	252,1622
5	29,986	138,51807	256,3124
6	29,986	136,290593	240,6376
7	29,986	140,599043	242,4884
8	29,986	131,576681	268,0829
Média	29,986	141,7781744	253,304325
Desvio	0	7,440027265	10,13921208
Varição (%)	0	5,247653454	4,002778902

Tabela C20: Tabela de dados para a fase W da amostra "6"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	-	-
2	29,986	448,357142	881,8847
3	29,986	-	-
4	29,986	362,176871	978,7746
5	29,986	398,937578	790,7503
6	29,986	-	-
7	29,986	357,335129	803,5385
8	29,986	356,072079	876,4522
9	29,986	-	-
10	29,986	-	-
11	29,986	409,032452	906,8422
Média	29,986	388,6518752	873,0404167
Desvio	0	36,9567045	69,30269752
Varição (%)	0	9,508947945	7,93808582

Tabela C21: Tabela de dados para a fase latão da amostra "4-Fe-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	153,10991	166,0488
2	29,986	118,105206	209,4305
3	29,986	156,869682	218,2406
4	29,986	103,969349	162,0949
5	29,986	139,095956	226,4992
6	29,986	144,979284	224,3993
7	29,986	161,899662	216,3923
8	29,986	133,238794	193,2058
9	29,986	138,849943	176,7606
Média	29,986	138,9019762	199,2302222
Desvio	0	18,62604735	25,39260028
Varição (%)	0	13,40949053	12,7453556

Tabela C22: Tabela de dados para a fase W da amostra "4-Fe-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	29,986	-	-
2	29,986	-	-
3	29,986	-	-
4	29,986	368,994371	722,9926
5	29,986	-	-
6	29,986	363,684506	733,0925
7	29,986	333,883607	718,1789
8	29,986	357,948331	708,8657
9	29,986	-	-
10	29,986	369,572595	714,328
Média	29,986	358,816682	719,49154
Desvio	0	14,70869633	9,199689925
Varição (%)	0	4,099223104	1,278637679

Tabela C23: Tabela de dados para a fase SiC da amostra "4-Fe-SiC"

n°	Pmax [mN]	E [GPa]	HV [GPa]
1	250	428,896557	2502,8501
2	250	279,567077	2081,5895
3	250	430,827269	2489,6539
4	250	304,893905	2457,5802
5	250	371,181217	2627,4334
6	250	341,647646	2341,8956
7	250	356,212772	2797,7621
Média	250	359,032349	2471,252114
Desvio	0	57,35705649	224,0146592
Varição (%)	0	15,97545643	9,064824179