

Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

**FERRAMENTAS DIAMANTADAS PARA  
USINAGEM DE MADEIRA**

**Jesum Alves Fernandes**

**Dissertação de Mestrado**

Porto Alegre, setembro de 2009.

Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

FERRAMENTAS DIAMANTADAS PARA  
USINAGEM DE MADEIRA

**Jesum Alves Fernandes**

Dissertação realizada sob orientação da Prof. Dr. Naira Maria Balzaretto e co-orientação do Prof. Dr. Cleiton Teixeira, apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul em preenchimento parcial dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Porto Alegre

2009

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a minha querida mãe, Neda, por todo carinho, apoio e amor, ao meu pai (Zuzé) pelo apoio e amor em todos os momentos além de sua ajuda incondicional, ao meu padrinho por sempre me apoiar nas minhas invenções, a minha irmã (Jaque) pelo enorme carinho e meu irmão, Jonas, o meu melhor amigo e quem admiro muito e um dos responsáveis por eu chegar aqui.

Agradeço a minha nova família por todo apoio e carinho, meu sogros, minha cunhada e minha noiva, Lívia, pelo apoio dentro e principalmente fora do laboratório onde me proporcionou muitos momentos alegres e foi fundamental nas horas ruins sendo grande responsável por eu chegar ao final desta etapa.

Agradeço a meus orientadores, Prof. Dra. Naira pelo acolhimento imediato, confiança e ajuda em todos momentos, e também ao Prof. Dr. Altair pelo acolhimento, apoio e ajuda sempre que precisei, e de maneira geral pela minha continuada formação científica, além do Prof. Dr. Jornada pela disposição da estrutura para realização deste trabalho.

Agradeço aos professores Cleiton e Casanova e ao colega Jardel da FURG, pelo apoio nos ensaios de usinagem, os quais foram de grande importância para finalização do trabalho.

Agradeço às professoras Tânia (IQ) e Márcia Gallas, pela ajuda principalmente na busca por reagentes.

Agradeço ao seu Otelo pelo apoio sempre que necessário.

Agradeço aos meus colegas do LAPMA e da JOMON pelo acolhimento e ajuda em todos os momentos que precisei e em especial aos meus colegas Rodrigo B., Rafael C. e Felipe de Carli.

Agradeço aos meus colegas que estão atualmente ou já saíram do GEPSI-PUCRS pelo continuo apoio em todos os momentos em que precisei e pela formação científica qual me proporcionaram.

Agradeço ao pessoal da oficina da UFRGS pelo apoio sempre que fui solicitá-los.

Agradeço meus colegas do PGCIMAT que foram fundamentais na pesquisa e principalmente nas disciplinas.

Agradeço a meus amigos do Ap e da graduação que sempre me apoiaram e me escutaram nas horas boas e ruins.

Agradeço meus amigos da CRAT que também sempre estiveram junto comigo.

Agradeço a meus amigos do gasômetro que também sempre estiveram ao meu lado quando precisei.

Agradeço a UFRGS, PGCIMAT, LAPMA e CAPES que me deram o apoio financeiro e científico para realização deste trabalho.

De maneira geral, agradeço a todos aqueles que colaboraram de alguma forma para realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

RESUMO .....	VI
ABSTRACT .....	VII
1. INTRODUÇÃO .....	8
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	10
2.1 Contextualização do Tema .....	10
2.2 Metal Duro .....	13
2.3 Filmes de Diamante.....	15
2.4 Adesão entre Filme de Diamante CVD e Metal Duro .....	18
2.5 Características da Madeira .....	22
2.5.1 Itaúba.....	23
2.6 Processo de Usinagem.....	23
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	30
3.1 Preparação dos Substratos .....	30
3.2 Deposição dos Filmes de Diamante .....	33
3.3 Técnicas de Caracterização .....	34
3.3.1 Microscopia Óptica .....	34
3.3.2 MEV e EDS.....	34
3.3.3 Espectroscopia Raman .....	35
3.3.4 Difração de raios X (DRX) .....	36
3.3.5 Testes Instrumentados de Dureza ( <i>HIT</i> ).....	36
3.3.6 Ensaios de Delaminação.....	37
3.3.7 Testes de Usinagem.....	38
4. RESULTADOS .....	40
4.1 Tratamentos superficiais .....	40
4.2 Filmes de Diamante CVD .....	48
4.3 Discussão integrada dos resultados .....	59
5 CONCLUSÕES.....	63
ANEXO 1 – Resultados dos Ensaios de Usinagem .....	65
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	69

## RESUMO

O aumento de produtividade da indústria moveleira exige o emprego de usinagem a altas velocidades e com ferramentas que mantenham suas cunhas de corte afiadas por longos períodos. As ferramentas utilizadas atualmente, em geral ligas metálicas, não apresentam as características adequadas, devido ao alto desgaste das arestas de corte e também de falhas catastróficas das mesmas. Alguns dos principais fatores para essas falhas são a característica altamente abrasiva da madeira e os possíveis defeitos em sua superfície. Para a solução destes problemas é frequentemente pesquisado o uso de revestimentos de alta resistência ao desgaste. Nesse sentido, o uso de filmes de diamante depositados por CVD (*Chemical Vapor Deposition*) tem alta potencialidade por combinarem elevada dureza, baixo coeficiente de atrito, alta condutividade térmica e inércia química. Porém, este tipo de ferramentas ainda não é utilizado em escala industrial devido principalmente à baixa adesão entre filme e substrato. Este trabalho tem por objetivo otimizar parâmetros para aumentar a adesão de filmes de diamante CVD em substratos de metal duro (WC-Co) para a produção de ferramentas de corte para usinagem de madeira. Como resultados finais deste trabalho serão apresentadas análises comparativas do comportamento estrutural e mecânico do composto filme-substrato, bem como os resultados de usinagem de madeira a partir das ferramentas produzidas.

## **ABSTRACT**

The machining of wood is important for several fields of applications and requires tools with sharp edges working at high speeds. At these conditions, metallic tools usually present a large abrasive wear. The common failure of the cutting tools can be related to the abrasiveness of the wood itself and to the presence of defects in its surface. A possible solution is to protect the surface of the tool with a hard coating. In this context, diamond films obtained by chemical vapor deposition are suitable due to their high hardness, low friction, high thermal conductivity and chemical inertness. However, the coating of cutting tools with diamond films is not widely used due to the weak adhesion between film and substrate.

The aim of this work is to optimize the diamond film deposition parameters in order to improve the adhesion between film and the tungsten carbide (WC-Co) substrate for the production of diamond coated cutting tools for machining of wood. The obtained results are related to the structural and mechanical characterization of the film + substrate, as well as to the machining of wood with the tools produced at this work.

## 1. INTRODUÇÃO

Materiais compósitos baseados em madeira, principalmente a cultivada, estão sendo cada vez mais utilizados na indústria moveleira. Há uma ampla gama destes materiais, desde pranchas de compensados até compósitos de madeira com materiais inorgânicos. As ferramentas de corte utilizadas na usinagem de madeira convencional, tal como serras e brocas, estão sendo utilizadas para a usinagem destes materiais compósitos. Estas ferramentas não apresentam as características adequadas que permitem a exploração total das potencialidades do maquinário disponível [1-5]. As ferramentas utilizadas atualmente são afetadas principalmente pelo alto desgaste das arestas de corte e também por falhas catastróficas das mesmas. A madeira apresenta relativa facilidade de ser usinada, permitindo cortes em velocidades elevadas. Entretanto, ela contém certa quantidade de água, tornando-a bastante abrasiva. Além disso, os defeitos de superfície apresentados na madeira podem causar danos às arestas de corte das ferramentas [2,3]. Por esta razão, materiais frágeis não são indicados para uso como ferramentas de corte nesta área.

Atualmente, os materiais utilizados na transformação da madeira são aços endurecidos, carbetos e compactos de diamante policristalino (PCDs). Dentre eles, os mais comuns são os carbetos de tungstênio dopados com cobalto (WC-Co), pois apresentam boa resistência à abrasão e custo relativamente baixo comparado aos PCDs. Os carbetos podem ser preparados com ângulos de corte apropriados, necessários para conferir melhor qualidade de acabamento da superfície comparativamente aos PCDs. Nos últimos dez anos, muitos trabalhos foram realizados nesta área, resultando em um aumento na vida útil das ferramentas através de recobrimentos protetores obtidos através de nitretação, deposição de carbetos e filmes de diamante [6- 19]. Apesar do amplo uso de recobrimentos duros do tipo PVD (Physical Vapor Deposition) e CVD (Chemical Vapor Deposition) para aumentar a resistência à abrasão de ferramentas de corte, até o presente momento, eles não têm sido utilizados na área de usinagem da madeira em escala industrial devido, principalmente, ao problema da aderência.

A análise do desempenho das ferramentas é baseada nas propriedades tribológicas e de erosão da superfície de corte após a usinagem da madeira, logo as propriedades ímpares do



diamante, tais como: extrema dureza, baixo coeficiente de atrito, inércia química, alta condutividade térmica, entre outras propriedades superiores fazem do diamante o material ideal para uso em ferramentas de corte [6, 7, 9, 10, 11, 20]. A técnica de CVD para a síntese de diamante permite recobrir ferramentas com filmes de diamante para operações de usinagem. Vários artigos na literatura descrevem o sucesso da utilização desta tecnologia para a usinagem, por exemplo, de ligas de alumínio-silício e de grafite [9, 10, 12]. Entretanto, até o presente momento a implementação desta tecnologia na indústria do processamento da madeira não foi realizada com sucesso. Muitas das importantes aplicações das ferramentas recobertas com filmes de diamante são limitadas pela aderência insuficiente do diamante ao substrato [6, 7, 10, 11, 21 – 27]. No caso da usinagem de madeira, este problema é agravado pela necessidade de perfis agudos para corte. A presença de bordas agudas durante a síntese de filmes de diamante em altas temperaturas reduz a tenacidade da aresta e aumenta o stress compressivo residual no filme de diamante devido à diferença nos coeficientes de expansão térmica do filme e do substrato.

Neste trabalho foram desenvolvidas ferramentas diamantadas para usinagem de madeira a partir da técnica de CVD. A geometria do substrato de WC-Co utilizado foi otimizada para minimizar as falhas por arestas agudas e delaminação dos filmes. Diferentes tratamentos superficiais foram realizados nos substratos antes da deposição como: diferentes ataques ácidos e deposição de intercadas de titânio. Para avaliação estrutural e topográfica dos filmes foram utilizadas as técnicas de espectroscopia Raman, difração de raios x (XRD), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia óptica (MO). As avaliações quanto à adesão e propriedades mecânicas dos filmes foram realizadas por ensaios de delaminação e testes instrumentados de dureza (HIT). Os testes de usinagem foram realizados em ensaios de torneamento com corpos de provas cilíndricos de madeira Itaúba, sendo avaliado o desempenho das ferramentas através do desgastes da cunha de corte.

No segundo capítulo será realizada uma revisão bibliográfica de alguns tópicos fundamentais para o entendimento e desenvolvimento do trabalho. O terceiro capítulo descreverá detalhadamente todos os procedimentos experimentais, bem como as técnicas de caracterização, utilizados para o desenvolvimento do trabalho. O quarto e quinto capítulos apresentarão as análises dos resultados obtidos e as conclusões do trabalho, respectivamente.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

Neste capítulo serão discutidos temas importantes para a compreensão geral do trabalho, bem como serão apresentados alguns trabalhos já publicados na área de ferramentas diamantadas de interesse para esta dissertação. A descrição deste capítulo começará com uma revisão dos trabalhos já produzidos nesta área, bem como a contextualização do trabalho. Também serão abordados os seguintes tópicos: i) descrição das características do substrato utilizado, o metal-duro; ii) descrição do processo de síntese dos filmes de diamante em geral; iii) propriedades gerais da madeira utilizada neste trabalho; iv) processo de usinagem de madeira.

### ***2.1 Contextualização do Tema***

A indústria de móveis no Brasil tem uma grande contribuição na distribuição sócio-econômica do país. Segundo dados da Associação Brasileira das Indústrias do Mobiliário (Abimóvel) em levantamento realizado no ano de 2007, existem mais de 16.000 empresas no setor moveleiro do Brasil, que empregam mais de 206.000 pessoas. Os estados onde estão localizados os pólos industriais do setor são: Rio Grande do Sul, Santa Catarina, São Paulo, Minas Gerais, Paraná, entre outros. O Brasil entre os anos de 2006 – 2007 obteve um relativo aumento de exportações de 2,7% em relação ao ano anterior, como é apresentado na Tabela 1 [28 - 32].

Entretanto, em 2007, segundo dados da Abimóvel, o mercado mundial de móveis movimentou aproximadamente US\$ 97 bilhões, com um crescimento em torno de 7 % em relação ao ano anterior. A partir dos dados da Tabela 1 podemos verificar que a participação do Brasil corresponde a 1 % do mercado mundial que tem como principais exportadores os EUA, Itália e a China [31, 32].

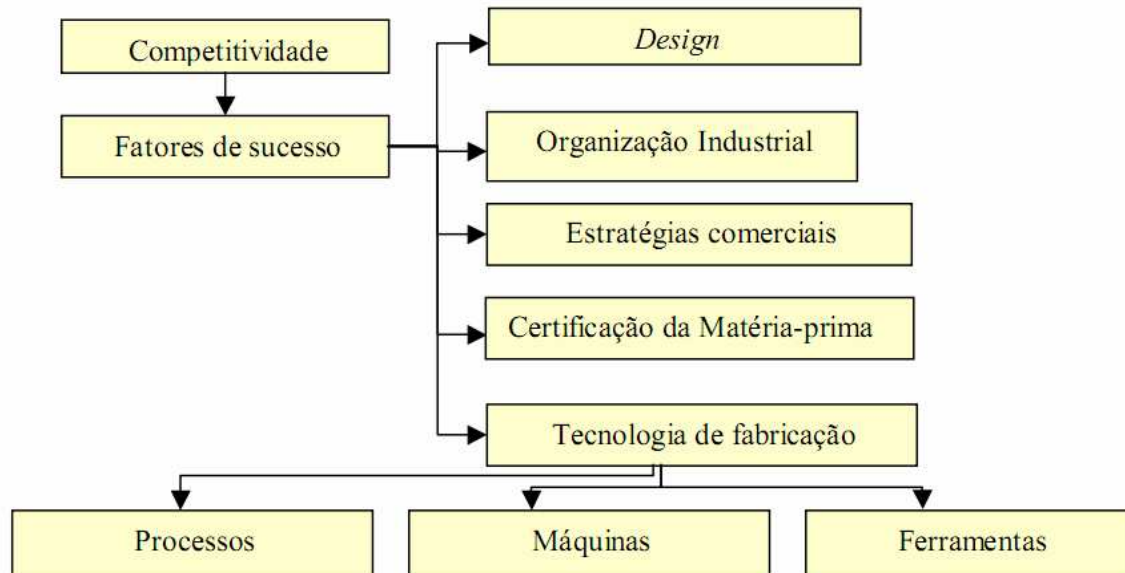
**Tabela 1: Apresenta o destino e a movimentação financeira da indústria de móveis em 2006 e 2007 [28, 31].**

Destino das exportações brasileiras de móveis (US\$ FOB)		
Países	2007	2006
EUA	246.054.061	298.339.648
França	84.101.047	83.358.881
Reino Unido	79.076.333	87.005.566
Alemanha	42.937.012	35.760.435
Países Baixos	33.037.490	27.290.304
Argentina	79.543.572	72.578.501
Espanha	57.706.502	40.701.881
Chile	42.882.674	40.846.290
México	18.058.271	17.769.252
Canadá	14.194.921	17.333.480
Irlanda	14.594.284	17.049.460
Uruguai	19.123.355	14.693.951
Outros	262.988.924	215.107.465
<b>TOTAL</b>	<b>994.988.446</b>	<b>967.835.114</b>

Alguns estudos foram realizados a fim de verificar os principais fatores dessa posição do país neste mercado, já que o Brasil possui matéria prima em abundância comparado com muitos países líderes neste setor [2, 31]. De maneira geral os principais problemas encontrados na indústria moveleira são: falta de *desing* próprio ou mais arrojado; tecnologia defasada, o que gera maiores custos e diminuição na qualidade final do produto; falta de certificação da matéria prima; falta de mão de obra qualificada na produção; qualidade e novos produtos; entre outros fatores básicos [2, 3, 31]. A Figura 1 apresenta o esquema de alguns fatores que acarretam no sucesso das empresas líderes neste setor.

O esquema apresentado na Figura 1 pode ser considerado uma metodologia de sucesso que pode ser utilizado para modernização da indústria moveleira do Brasil. Estes fatores podem se dividir em fatores ambientais, empresariais, setoriais e organizacionais de uma empresa. Um dos setores citados no esquema da Figura 1 é a tecnologia de fabricação, dividido em três partes: processos; máquinas e **ferramentas**. As ferramentas utilizadas neste setor são de suma importância, pois elas são responsáveis pela qualidade de acabamento dos

produtos, capacidade de produção e conseqüentemente pelo custo final da peça [2, 10, 12]. Por isso, o aumento da qualidade e da vida útil das ferramentas durante os processos de usinagem e fabricação de móveis é fundamental para que as empresas brasileiras ganhem competitividade com o mercado externo.



**Figura 1: Demonstra alguns fatores organizacionais para sucesso de empresas no setor moveleiro [2].**

As ferramentas utilizadas atualmente, em geral aço-rápido, metal duro e nitreto de boro cúbico (CBN), devem ser otimizadas para resistir ao alto desgaste das arestas de corte e também às falhas catastróficas das mesmas. Os principais fatores para o desgaste das ferramentas são as características altamente abrasivas da madeira além de suas descontinuidades ao longo da usinagem causando a falha catastrófica das mesmas [1, 2, 33]. Isso acarreta na queda de produtividade e qualidade, além de maior custo na fabricação de móveis, já que troca de ferramentas são mais constantes e também ocorre a diminuição das velocidades de corte. Para a solução destes problemas é estudada a utilização de ferramentas diamantadas sobre metal duro, pois combinam propriedades como elevada dureza, baixo coeficiente de atrito, alta condutividade térmica e inércia química [6, 7, 9, 10, 11, 20]. Entretanto, este tipo de ferramentas ainda não é utilizado em escala industrial devido principalmente à baixa adesão entre filme e substrato [6, 7, 10, 11, 21 - 27]. As conseqüências da baixa adesão destas ferramentas serão discutidas com mais detalhes no capítulo 2.4.

Tendo em vista a larga experiência do Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados (LAPMA - UFRGS) na produção de diamantes e do Grupo de Estudos em Fabricação e Materiais (GEFMAT – FURG) na avaliação em processos de usinagem, este trabalho tem por objetivo a produção de ferramentas diamantadas para usinagem de madeira,

apresentando os parâmetros que obtiveram as melhores condições para adesão de filmes de diamante CVD em substratos de metal duro (WC-Co).

## ***2.2 Metal Duro***

O metal duro, ou carbetos de tungstênio (WC), é um dos materiais para ferramentas de usinagem mais utilizados e importantes na indústria, devido suas elevadas propriedades tais como: elevado valor de dureza à temperatura ambiente e à quente, alta tenacidade, grande resistência ao desgaste, entre outras características [9 - 20]. Estas propriedades se devem principalmente à possibilidade de variação de sua composição (efeito da fase ligante).

A fabricação do metal duro é realizada a partir da metalurgia do pó. O processo baseia-se na mistura de pós cerâmicos e metálicos sendo estes prensados em pastilhas. A partir desta etapa é realizada a pré-sinterização onde o material obtém consistência para que possa ser usinado na forma desejada. Após a usinagem do produto é realizado o processo final de sinterização da peça, sendo ela, retificada quando necessário [2, 10, 12].

O metal duro é composto basicamente de carbetos de tungstênio e, em geral, é conjugado com outros carbetos, de titânio (TiC), tântalo (TaC) e nióbio (NbC), porém este último em pequenas proporções em relação aos demais [12]. Outro elemento fundamental na produção do metal duro é o agente ligante, pois ele é o responsável por aglomerar as partículas dos carbetos. O cobalto (Co) é geralmente utilizado como agente ligante na confecção do metal duro [12]. De maneira geral, as porcentagens dos conjugados e do ligante irão conferir as propriedades finais do produto, sendo cada composição classificada conforme uma norma ISO, apresentado na Tabela 2 [11, 12].

Como pode ser observado na Tabela 2 a presença do ligante, bem como do TiC e TaC, influenciam diretamente nas propriedades físicas e mecânicas do metal duro. Pode-se notar que à medida que o teor de Co aumenta, em geral, a densidade do composto aumenta e a dureza diminui, entretanto, a resistência à ruptura transversal que está ligada à tenacidade do material aumenta significativamente. A introdução do TaC também é responsável pela melhora na tenacidade do metal duro, isto estando ligado à capacidade do TaC em formar soluções sólidas puras que exercem um efeito de inibir o crescimento de grão na fase do carbetos [12]. O TiC é responsável pelo aumento da dureza à quente e conseqüentemente pelo aumento da resistência ao desgaste. É bom salientar que para alcançar melhores propriedades

é necessário a inserção do TiC e TaC na ferramenta; a inserção somente de um carbeta não apresentará melhoras significativas no desempenho final da ferramenta [11, 12].

**Tabela 2: Apresentam algumas características do metal duro como composições químicas, propriedades e suas respectivas nomenclaturas conforme norma ISO [11, 12].**

Designação	Composição [%]			Propriedades				
	WC	TiC + TaC	Co	Densidade [g/cm <sup>3</sup> ]	Dureza Vickers [kg/mm <sup>2</sup> ]	Resistência à Ruptura Transversal [kg/mm <sup>2</sup> ]	Módulo de Elasticidade [kg/mm <sup>2</sup> ]	Coefficiente de Dilatação Térmica .10 <sup>-6</sup> [°C <sup>-1</sup> ]
P01	30.0	64	6	7.2	1.800	75	-	-
P10	55.0	36	9	10.4	1.600	140	52000	6.5
P20	76.0	14	10	11.9	1.500	150	54000	6.0
P25	73.0	19	8	12.5	1.500	170	55000	6.0
P30	82.0	8	10	13.0	1.450	170	56000	5.5
P40	77.0	12	11	13.1	1.400	180	56000	5.5
P50	70.0	14	16	12.9	1.300	200	52000	5.5
M10	84.0	10	6	13.1	1.650	140	58000	5.5
M20	82.0	10	8	13.4	1.550	160	56000	5.5
M30	81.0	10	9	14.4	1.450	180	58000	5.5
M40	78.0	7	15	13.5	1.300	200	55000	5.5
K01	93.0	2	5	15.0	1.750	120	63000	5.0
K05	92.0	2	6	14.6	1.700	135	63000	5.0
K10	92.0	2	6	14.8	1.650	150	63000	5.0
K20	91.5	2.5	6	14.8	1.550	170	62000	5.0
K30	89.0	2	9	14.5	1.450	190	-	5.5
K40	88.0	-	12	14.3	1.300	210	58000	5.5

Outros fatores que também necessitam ser analisados, pois afetam diretamente a capacidade de corte da ferramenta de metal duro, são o tamanho de grão e a porosidade. De

maneira geral pode-se afirmar que quanto maior o tamanho de grão, menor é a resistência ao desgaste e a tenacidade do metal duro, entretanto, maior será a resistência mecânica do material [12]. A porosidade está ligada diretamente à densidade do metal duro, ou seja, quanto menos poros o material apresentar mais denso será, o que conseqüentemente trará melhoras nas suas propriedades mecânicas [12].

Atualmente o metal duro é utilizado industrialmente em usinagem de madeira, ligas de Al-Si, ferro fundido, entre outras aplicações. As velocidades de cortes de uma ferramenta de metal duro em madeira ficam em uma faixa de 35 m/s – 75 m/s [2]. O metal duro é normalmente utilizado como substrato para revestimentos cerâmicos quando as velocidades de corte produzidas ultrapassam estes valores. Uma das limitações de sua utilização como substrato, por exemplo, do diamante é a fraca adesão entre substrato e filme pela necessidade de remoção do agente ligante nas primeiras camadas do substrato [6, 7, 10, 11, 21 - 27]. Este assunto será discutido com mais detalhes no capítulo 2.4.

### ***2.3 Filmes de Diamante***

Nas condições normais de temperatura e pressão o carbono apresenta a fase cristalina do grafite, com rede hexagonal contendo átomos com ligações  $sp^2$ . O diamante apresenta fase cristalina cúbica de face centrada onde o carbono forma ligações  $sp^3$  e é a fase estável do carbono em altas pressões. A Figura 2 apresenta o diagrama de equilíbrio do carbono [10, 11, 34].

A barreira cinética para transformação de fase entre grafite e diamante é elevada, pois envolve mudança na hibridização dos átomos e um rearranjo estrutural de uma fase bidimensional para uma tridimensional.

Os filmes de diamante são produzidos através da técnica de deposição química a vapor em uma região de metaestabilidade termodinâmica, pois o processo ocorre em altas temperaturas e baixas pressões [10, 34, 35]. Este processo basicamente é realizado pela dissociação de moléculas em uma atmosfera rica em hidrogênio. A dissociação das moléculas pode ser realizada usualmente por três formas: tocha de acetileno; filamento aquecido; plasma gerado por microondas, radiofrequência ou descarga por corrente contínua [10, 11, 34 - 42]. Após a dissociação das moléculas através de convecção, difusão e gradientes térmicos essas espécies seguem para o substrato dando início ao filme de diamante [10, 11, 34]. Neste

trabalho a ênfase será na técnica de CVD ativada por microondas, a qual foi utilizada para a realização do mesmo.

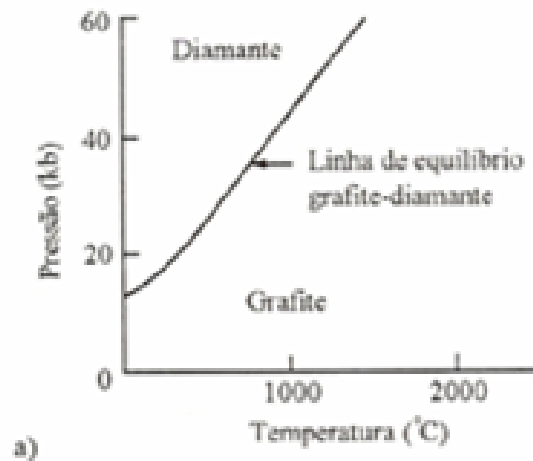


Figura 2: Apresenta o diagrama de equilíbrio entre o grafite-diamante [34].

Neste tipo de processo as características dos filmes de diamante produzidos estão intimamente ligadas às condições de pressão, temperatura e as propriedades do substrato utilizado. Em geral, durante este processo de deposição o metano ( $\text{CH}_4$ ), tipicamente 1%, é utilizado como fonte de carbono, o hidrogênio ( $\text{H}_2$ ), em grande quantidade, possui inúmeras funções descritas a seguir, e ainda pode ser utilizado oxigênio ( $\text{O}_2$ ), neste caso 10 %, para acelerar a taxa de deposição [34, 35]. Dentre as funções do  $\text{H}_2$ , ele é responsável em conjunto com a fonte de microondas pela ativação do plasma, onde ocorrerá todo o processo de ativação das espécies químicas. Após a estabilização do plasma é adicionado o gás carbonáceo e, quando necessário oxigênio. A temperatura no plasma pode atingir  $5000^\circ\text{C}$  dependendo da potência utilizada. A partir desta etapa ocorre a dissolução de carbono, na presença de H atômico formado no processo de ativação do plasma, como é mostrado na Figura 3.

Através de um processo de convecção e gradientes térmicos no interior da câmara, o carbono resultante da dissolução do  $\text{CH}_4$  é dirigido ao substrato que geralmente está à temperatura entre  $800^\circ\text{C} - 1000^\circ\text{C}$ , o que fica dependente da potência empregada no processo. O substrato fica em uma base refrigerada com água circulante para evitar seu aquecimento a temperaturas próximas do ponto de fusão do material em questão. A partir de flutuações



estatísticas são produzidos os primeiros núcleos de diamante, bem como grafite e carbono amorfo. Entretanto, pela alta quantidade de H atômico no interior da câmara, acredita-se que ocorre um ataque seletivo fazendo com que a fase de diamante ( $sp^3$ ) prevaleça [10, 11, 34, 35]. Este processo ainda não é totalmente compreendido no mundo científico, e é representado esquematicamente na Figura 4.

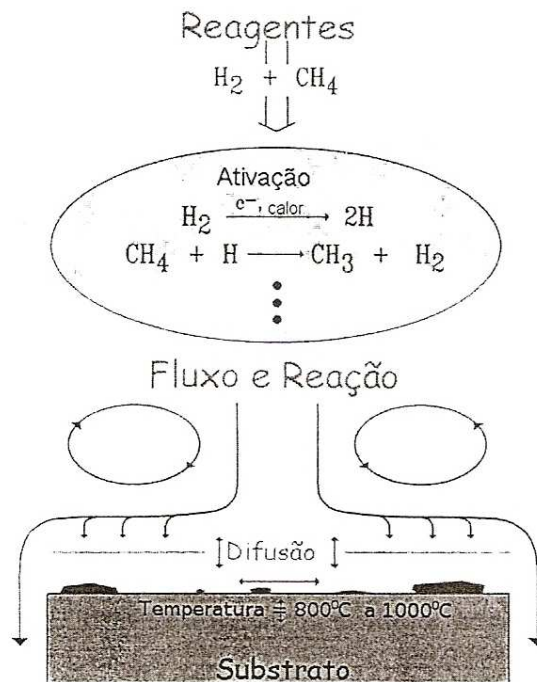


Figura 3: Demonstra a reação dos gases no interior da câmara de um reator CVD [35].

No Brasil, a deposição de filme de diamante na região termodinamicamente metaestável foi implantada de forma pioneira no LAPMA. O primeiro processo foi realizado através da técnica de CVD ativada por filamento quente e, subsequentemente, sendo também realizada através de um reator CVD ativado por microondas [6, 7, 34, 35].

O crescimento dos núcleos de diamante ocorre após a nucleação, podendo se dividir em duas etapas. Na primeira delas, as partículas aumentam o seu tamanho até se tocarem, recobrando toda a superfície do substrato; este processo é chamado de coalescência dos grãos. A segunda etapa é o crescimento propriamente que ocorre até o final do experimento, o que definirá a espessura resultante do filme. As condições de deposição (pressão e temperatura do plasma) definirão o crescimento preferencial das famílias de planos  $\{111\}$  e  $\{100\}$  do diamante [34, 35]. Concomitante à fase de crescimento, pode continuar a ocorrer nucleação de diamante.

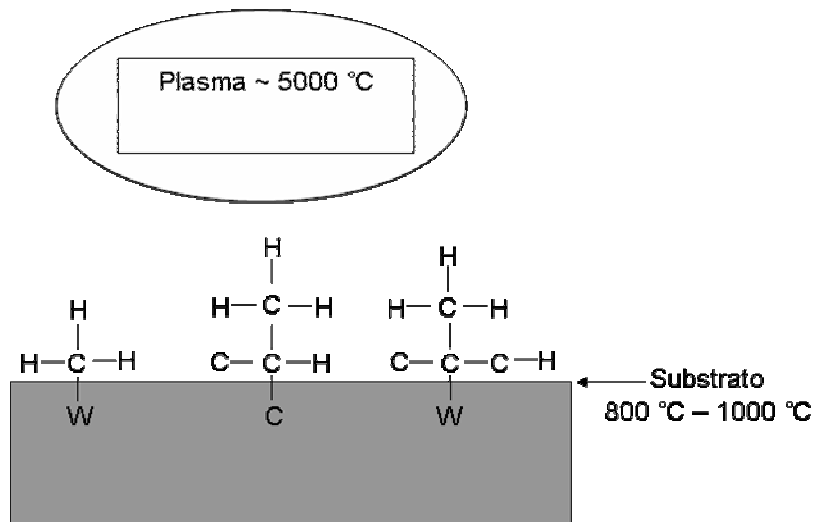


Figura 4: Esquema do processo de nucleação de diamante CVD durante o processo de deposição sobre o substrato de WC.

#### 2.4 Adesão entre Filme de Diamante CVD e Metal Duro

A adesão de filmes de diamante em substratos de WC-Co vem sendo muito estudada nos últimos anos devido ao interesse para aplicações tecnológicas. Muitos pesquisadores vêm realizando trabalhos nesta área a fim de conseguir uma boa adesão entre filme-substrato [6, 7, 9 – 11, 21 – 25, 44, 45]. A baixa aderência especificamente neste caso se deve a inúmeros fatores que serão descritos individualmente. Dentre destes aspectos os mais importantes no desenvolvimento deste trabalho são:

##### a) Remoção ou barreira do cobalto das camadas superficiais.

A presença do Co nas primeiras camadas da superfície do substrato, em contato com o plasma, impede a formação de diamante, pois privilegia a formação de ligações  $sp^2$ . Este tipo de problema em geral é solucionado de duas formas: remoção do Co por ataque químico ou deposição de intercamadas de metais refratários na superfície do substrato [6, 11, 22, 23, 44, 45].

- Remoção por ataque químico: este tipo de processo de remoção do cobalto, apesar de evitar a formação de grafite na interface durante o processo de CVD, ocasiona sérios problemas em relação à resistência mecânica e adesiva do composto filme-

substrato. Isto ocorre devido à formação de uma região frágil nas primeiras camadas da superfície do substrato, como é mostrado na Figura 5.

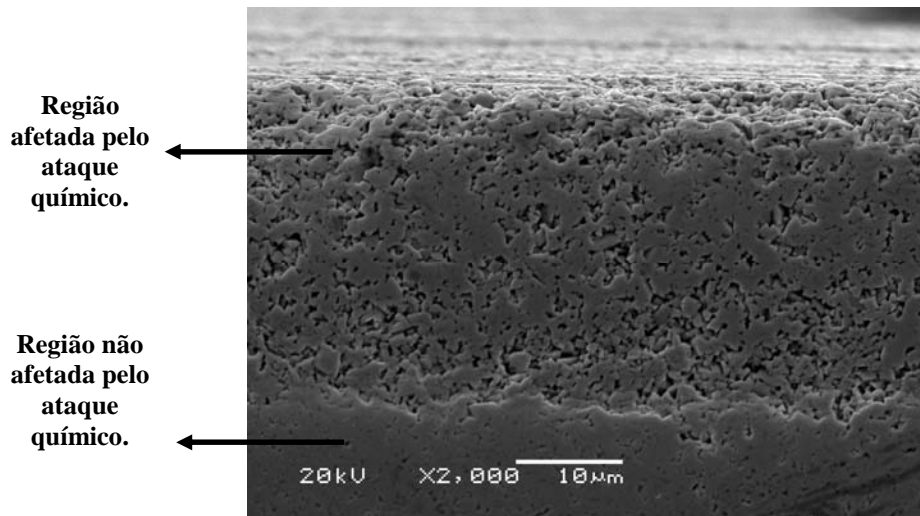


Figura 5: Apresenta a micrografia da seção transversal do substrato de metal duro utilizado neste trabalho depois de realizado o ataque químico para a remoção do cobalto.

Esta região de fragilidade e altamente porosa gera uma fase de baixa tenacidade, o que muitas vezes não prejudica a adesão do composto filme-substrato, porém prejudica o desempenho do conjunto sob esforço mecânico [11, 44]. O problema de adesão do metal duro com o filme de diamante pode ser identificado por dois mecanismos diferentes:

i) O primeiro mecanismo de falhas de adesão é provocado pela propagação de trincas na região afetada pelo ataque onde o composto é removido integralmente como é apresentado na Figura 6.

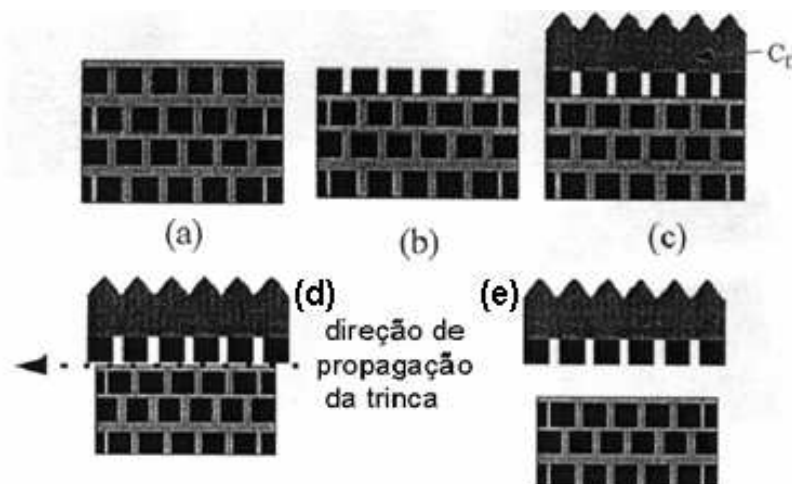
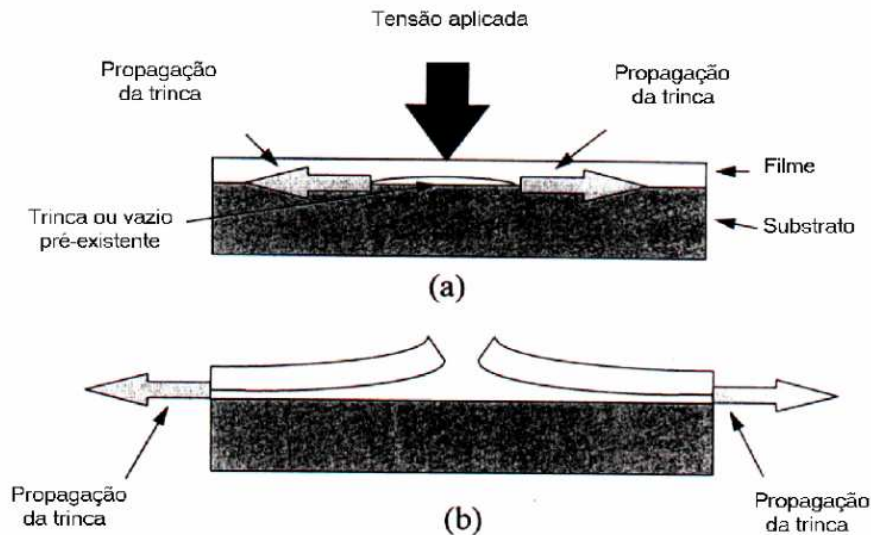


Figura 6: Representa a seção transversal do substrato de WC-Co nas seguintes condições: a) metal duro intacto; b) após a remoção do Co por ataque químico; c) substrato revestido com filme de diamante após ataque químico; d) início da propagação de trincas na interface da região atacada quimicamente com a região intacta; e) remoção integral do composto [11, 44].

ii) A Figura 7 apresenta o segundo mecanismo, onde a partir da aplicação de tensão sobre o composto filme-substrato ocorre a geração de trincas que se propagam ao longo da interface do composto, na região fragilizada do substrato. Isto faz com que o filme descole integralmente do substrato.



**Figura 7: Demonstra o mecanismo de propagação de trincas na interface; a) início da trinca a partir de defeitos; b) delaminação total do filme a partir da propagação de trinca [11, 44].**

Os mecanismos demonstrados nas Figuras 6 e 7 são os mais comuns durante processos de usinagem, porém outros tipos de falhas de adesão devido ao ataque químico realizado no metal duro também podem ser encontrados.

- Intercamadas de filmes: a inserção de intercamadas pode ser realizada a fim de evitar a necessidade de fragilizar o metal duro a partir de ataques químicos. Entretanto, estas intercamadas produzem outros tipos de problemas de adesão, além de tornar o processo economicamente mais caro comparado ao anterior. O primeiro fator que deve ser considerado é o aumento de interfaces no composto, ou seja, a primeira interface entre substrato - intercamadas e conseqüentemente substrato - intercamadas - diamante, como é representado na Figura 8.

Além do aumento no número de interfaces, que aumenta a probabilidade de falhas de adesão, podemos destacar outros dois fatores essenciais nestes casos: i) a técnica com a qual será produzida a intercamada, pois dependendo do sistema de deposição a rugosidade produzida é muito baixa, necessitando a geração de defeitos que realizem a ancoragem do filme de diamante; ii) a presença de um material metálico como o titânio, por exemplo, pode

facilitar a difusão nesta camada do hidrogênio e do carbono gasosos podendo gerar fases de hidretos de titânio, carbetos de titânio e grafite. Estes fatores podem afetar a adesão do filme de diamante, bem como as propriedades mecânicas do mesmo [46].



**Figura 8: Apresenta um esquema indicando o aumento do número de interfaces na inserção de intercamadas como barreira ao movimento do cobalto.**

#### **b) Diferença do coeficiente de dilatação térmica entre o substrato e o filme.**

O diamante tem um baixo coeficiente de dilatação térmica, em geral menor que o substrato. Isto se torna crítico, pois durante o processo de deposição a superfície do substrato chega a elevadas temperaturas ( $700\text{ C}^{\circ} - 1000\text{ C}^{\circ}$ ) podendo ocasionar um tensionamento térmico significativo durante a diminuição da temperatura no final do processo de deposição, levando à delaminação total do filme de diamante [11]. Desta forma é muito importante que o término do processo seja realizado lentamente, evitando o agravamento de possíveis tensões térmicas.

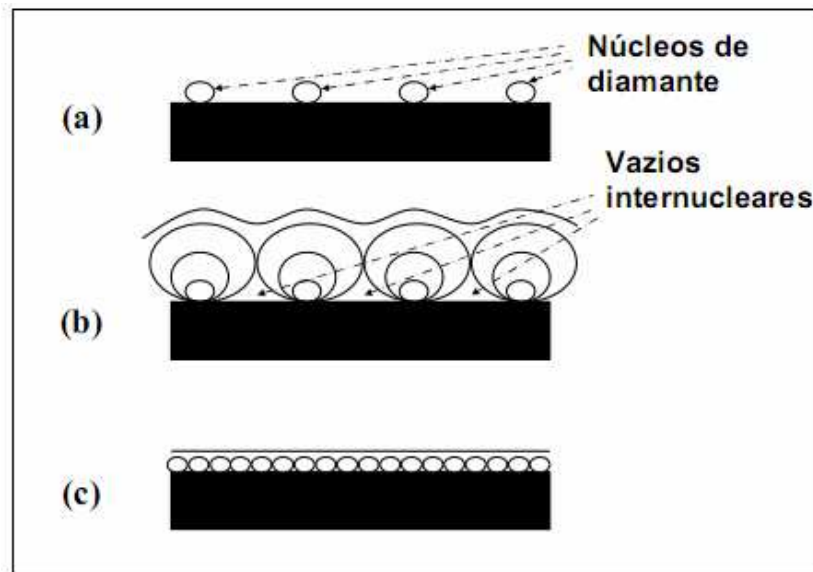
#### **c) Densidade de nucleação.**

A baixa densidade de nucleação também pode afetar a adesão do filme de diamante, pois os núcleos ficam separados a uma distância muito grande o que pode gerar vazios entre os grãos após o término da fase de nucleação. Este fator deverá facilitar possíveis formações e propagação de trincas na interface [11, 44]. A Figura 9 apresenta um esquema deste efeito.

#### **d) Distorções da rede cristalina.**

Devido à diferença dos parâmetros de rede e morfologia entre filme e substrato a deposição das primeiras camadas do diamante pode ser acompanhada pela geração de defeitos na sua rede cristalina, facilitando a criação e propagação de trincas. Estes defeitos são

causados para acomodar as diferenças de parâmetros de rede para permitir o crescimento do filme a partir de ligações primárias [11].



**Figura 9:** Apresenta os efeitos da baixa densidade de nucleação; a) primeiros núcleos separados por longas distâncias; b) formação de vazios intermoleculares; c) filme de diamante com defeitos de interface [11, 44].

## ***2.5 Características da Madeira***

A madeira pode ser descrita de maneira geral como sendo um composto formado pelo tecido xilemático, complexamente composto, dos vegetais superiores que é encontrado em troncos e galhos. Estes possuem células especializadas na sustentação e condução da seiva. As principais células encontradas no xilema são as fibras, elementos de vasos, raios, traqueídeos, parênquima axial e algumas estruturas especiais definidas pela família [2]. As propriedades mecânicas da madeira são definidas em função da aptidão industrial que é determinada pela resistência à compressão axial e cisalhamento na direção paralela as fibras, flexão estática, módulo de elasticidade, resistência a impactos e choques, dureza superficial, os quais são importantes para o processo de usinagem [2]. A Figura 10 apresenta a característica fibrosa da madeira em geral.

Outro fator importante no processo de usinagem da madeira é o teor de umidade, pois a água pode estar presente preenchendo espaços dentro das células, aderida a paredes das células ou ainda na própria estrutura do seu tecido. Outros fatores importantes durante a usinagem da madeira são defeitos como: rachaduras superficiais, empenamentos leves, entre

outras características. Madeiras utilizadas usualmente em móveis de elevados esforços como cadeiras, camas, mesas, estantes, sofás e outros, geralmente devem ter módulo de elasticidade de aproximadamente 120.000 kgf/cm<sup>2</sup> [2].

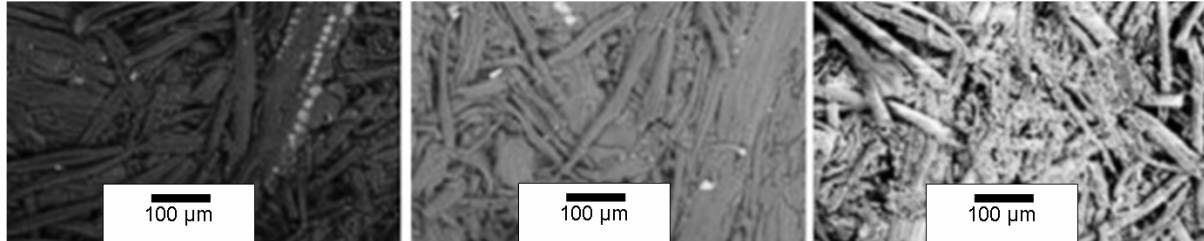


Figura 10: Apresenta a micrografia por MEV de três tipos de MDF [15].

### **2.5.1 Itaúba**

Algumas propriedades da Itaúba serão descritas neste trabalho, pois foi a madeira utilizada para avaliação das ferramentas produzidas em testes de usinagem. Seu nome científico é *Mezilaurus itauba* pertencente à família *lauraceae*. Seus nomes comerciais no Brasil são: itaúba, louro-itaúba, itaúba-amarela, itaúba-abacate e itaúba-preta. Sua origem no Brasil é comum no Mato Grosso e Pará, além das Guianas e Venezuela. A Itaúba de modo geral tem um cerne amarelo-oliváceo, após seu polimento tornando-se pardo-havano-claro, escurecendo para pardo-havana-escuro [33].

A Itaúba tem como características gerais ser uma madeira relativamente pesada, dura, de difícil serragem, podendo ter excelente acabamento, textura média e uniforme, elevada resistência mecânica e alta durabilidade, tendo cheiro adocicado [33]. As propriedades físicas e mecânicas mais específicas estão descritas na Tabela 3.

A Itaúba apresenta boas características físicas e mecânicas (Tabela 3), possuindo um vasto campo de aplicações, tais como: construções externas como estruturas de pontes, dormentes, postes, cruzetas; construção civil como marcos de portas e janelas, tábuas e tacos de assoalhos; construção de veículo e implementos agrícolas; móveis; construção naval, entre outras [33].

## ***2.6 Processo de Usinagem***

Nesta seção serão discutidos os fundamentos de maior importância no processo de usinagem, tais como: processo de corte, mecanismos de desgaste da ferramenta, tipos de desgaste e melhoria do desempenho das ferramentas.

**Tabela 3: Apresenta as propriedades físicas e mecânicas da Itaúba [33].**

	Ensaio	Propriedades	Condições do Corpo de Prova	Valor
Propriedades Físicas		Densidade [g/cm <sup>3</sup> ]	Madeira a 15 % de umidade	0,96
	Compressão Axial	Limite de Resistência [kgf/cm <sup>2</sup> ]	Madeira verde	588
Módulo de Elasticidade [kgf/cm <sup>3</sup> ]		Madeira a 15% de umidade	697	
Propriedades Mecânicas	Flexão Estática	Limite de Resistência [kgf/cm <sup>2</sup> ]	Madeira Verde	1177
		Módulo de Elasticidade [kgf/cm <sup>2</sup> ]	Madeira a 15% de umidade	1290
	Cisalhamento [kgf/cm <sup>2</sup> ]	Madeira Verde	147900	
	Tração Normal às Fibras	[kgf/cm <sup>2</sup> ]	Madeira Verde	123
			Madeira Verde	110

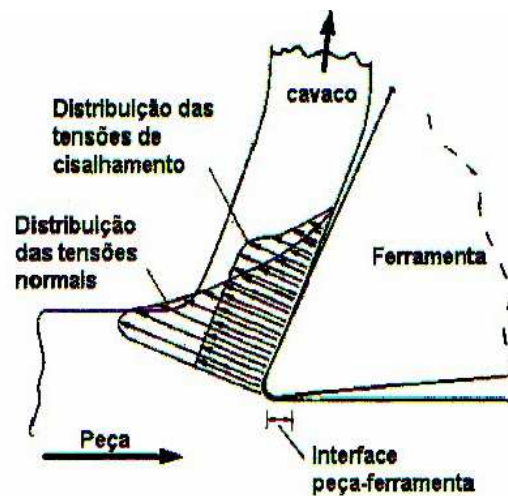
**Testes segundo a Norma Brasileira MB-26/53 – ABNT (NBR-6230f85 - INMETRO).  
Resultados Médios de 1 árvore.**

#### **a) Processo de Corte**

O processo de corte pode ser definido a partir do cisalhamento do material em questão, onde expõe a ferramenta a grandes tensões mecânicas, dinâmicas, térmicas e tribológicas. Para tanto é necessário que a ferramenta possua uma combinação de propriedades superiores como elevada dureza, resistência à abrasão e formação de crateras entre outras características [9, 47]. É bom salientar que as características, bem como a distribuição de cargas, dependem

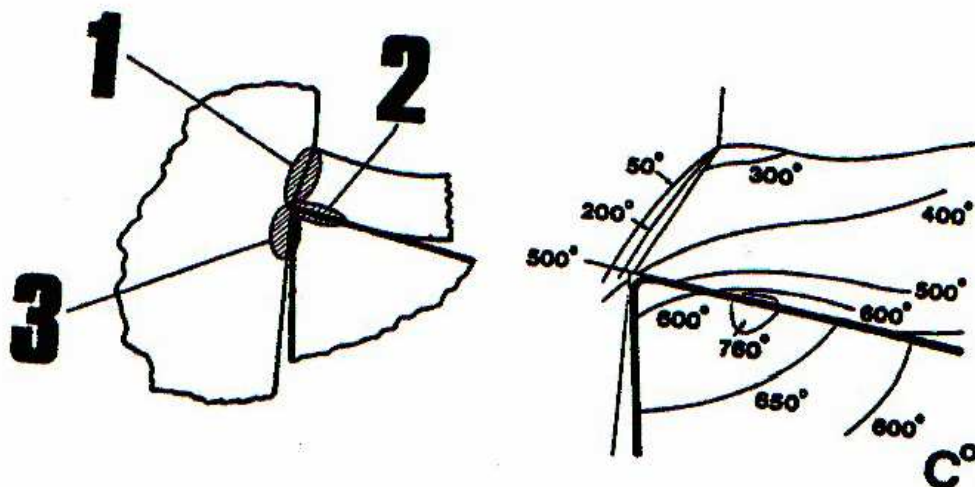


do material a ser usinado. A Figura 11 apresenta um esquema geral das distribuições de tensões durante o processo de usinagem.



**Figura 11:** Apresenta as distribuições de tensões no processo de corte [47].

Durante o cisalhamento do material (Figura 11) a ferramenta move-se pelo material formando o cavaco. As condições de contato entre as superfícies são extremamente severas podendo chegar a elevadas temperaturas. A zona de cisalhamento pode chegar a temperaturas entre  $900^{\circ}\text{C}$  –  $1300^{\circ}\text{C}$  na usinagem de aço com ferramentas de metal duro. Estes valores de temperaturas são diretamente afetados pela velocidade de corte, que na madeira é muito elevada. Para analisar melhor a área onde é encontrada uma zona de calor mais intenso se realizou uma estimativa de sua origem: 80% do calor vêm da deformação mecânica do cavaco; 18% pelo atrito do cavaco na superfície de saída da ferramenta e 2% devido ao atrito entre ferramenta e peça [47]. A Figura 12 ilustra melhor essas situações.



**Figura 12:** Apresenta a distribuição de calor entre a ferramenta e a peça usinada; 1) região de cisalhamento, 2) região de saída do cavaco, 3) região de atrito entre ferramenta e peça [47].

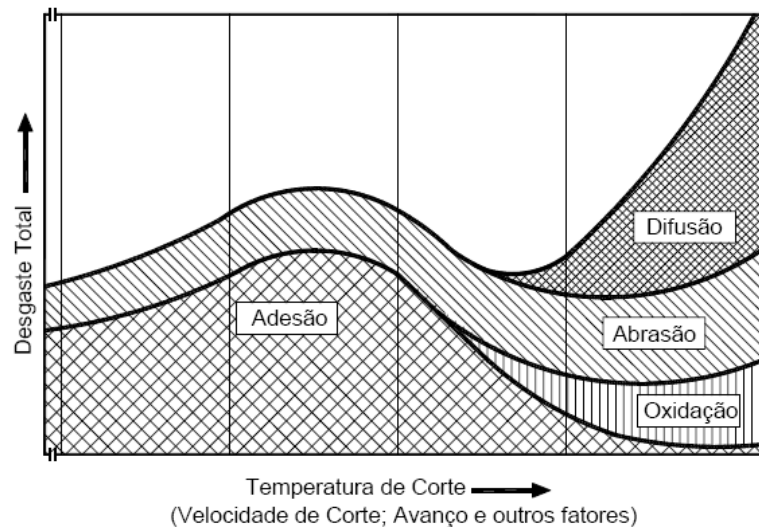
Nestas condições estima-se que de todo o calor produzido no processo 75 % é removido pelo cavaco, 20 % conduzido pela ferramenta e somente 5 % pela peça. Neste sentido é bom salientar que a distribuição de calor é totalmente dependente da condutividade térmica da ferramenta utilizada. Este é um dos fatores mais importantes, pois a transferência de calor do cavaco para a ferramenta irá afetar consideravelmente a vida útil se esta apresentar uma baixa condutividade térmica. Esta condição é mais crítica ainda em operações de fresamento que implicam em condições variáveis de cargas mecânicas e térmicas, resultando em tensões de tração e compressão na ferramenta. Isto pode provocar trincas e até crateras na superfície das ferramentas [47].

### **b) Mecanismos de Desgaste da Ferramenta**

Nesta seção serão citados alguns fatores principais de desgaste nas ferramentas.

- i) Adesão: o desgaste adesivo é realizado em geral na formação de junções soldadas, entre cavaco e a superfície da ferramenta e, devido à força de cisalhamento ocorre a ruptura dessas junções. Em condições desfavoráveis de lubrificação e contato, as peças em atrito formam um aglutinante aderente. Este tipo de formação ocorre principalmente em superfícies de materiais que apresentam uma composição similar ou possuam uma determinada afinidade uma com a outra. Os resultados são soldas a frio, deformação, estrias, gretas, emperramento e quebra das ferramentas [47].
- ii) Abrasão: o desgaste abrasivo nas ferramentas é causado pelas partículas do material a ser usinado e pontiagudas que estão presentes nas superfícies. Os resultados são arranhões, sulcos, micro-aperas, alterações dimensionais das ferramentas.
- iii) Difusão: o desgaste por difusão é definido pela perda de átomos do material da ferramenta para a peça por meio de difusão. Este tipo de desgaste ocorre quando há afinidade físico-química entre as superfícies e em temperaturas elevadas para que possa ocorrer o processo de difusão [47].

Estes processos de desgaste podem ser evidenciados de melhor forma no diagrama da Figura 13.



**Figura 13: Diagrama ilustrando a dependência dos desgastes abrasivo, adesivo e por difusão [47, 48].**

### c) Tipos de desgaste das ferramentas

As regiões onde usualmente ocorrem os desgastes das ferramentas são o gume (aresta de corte), o flanco (superfície de incidência), a face (superfície de saída do cavaco) e a quina da ferramenta [49].

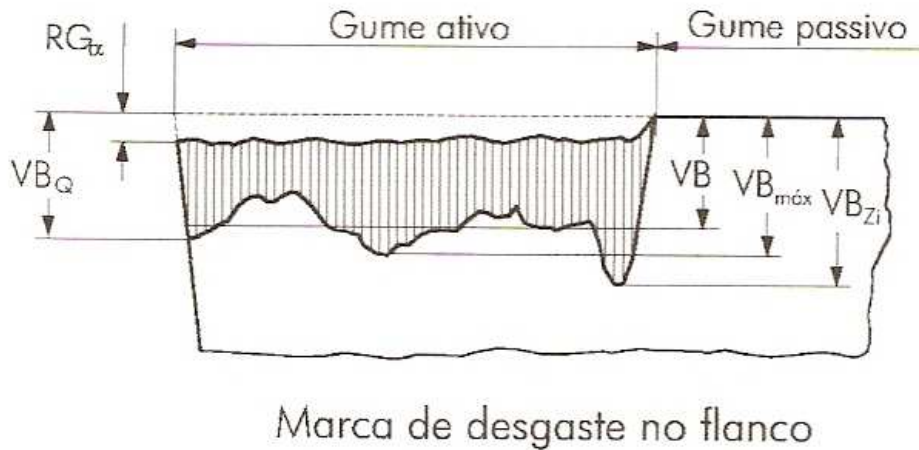
#### i – Gumes e Quina da ferramenta

O desgaste nestas regiões é avaliado somente de forma qualitativa, ou seja, a verificação é realizada de forma visual. Nestas avaliações verifica-se possíveis defeitos gerados durante o processo de usinagem, tais como: fratura, crateras, alterações na geometria da ferramenta, entre outros fatores. Mesmo pelas avaliações visuais pode se detectar o fim da vida útil de uma ferramenta [49].

#### ii – Flanco da ferramenta

Nesta região o desgaste é quantificado através da perda de material da ferramenta durante o processo de usinagem. Esta região é preferencialmente escolhida devido à uniformidade de sua superfície, facilitando as medições de desgaste. É bom salientar que, em geral, a perda de material ao longo do processo não é linear provocando alterações desiguais

na ferramenta [49]. A Figura 14 apresenta um esquema de medida dos parâmetros de desgaste no flanco de uma ferramenta.



**Figura 14: Apresenta os parâmetros de medida de desgaste de flanco [49].**

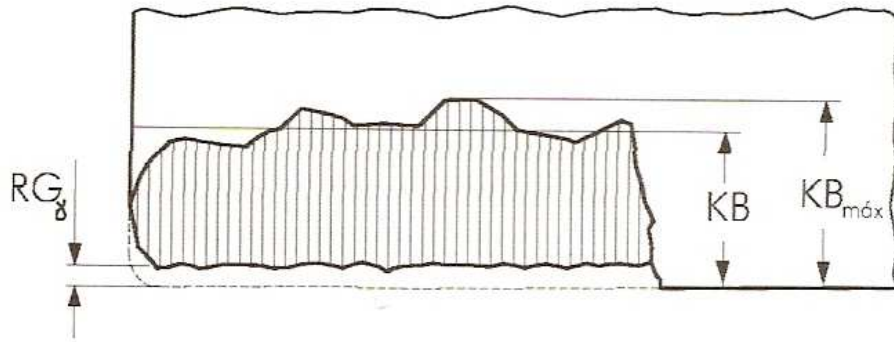
Os parâmetros apresentados na Figura 14 podem ser definidos da seguinte maneira [49]:

- $VB_{zi}$ : largura da marca de desgaste na zona de interface;
- $VB_q$ : largura de desgaste da quina;
- $VB_{máx}$ : largura de desgaste máxima;
- $VB$ : largura de desgaste média;
- $RG_\alpha$  e  $RG_\gamma$ : correspondem ao deslocamento do gume nas direções de flanco e superfície, respectivamente;

As medidas de  $VB_{máx}$  e  $VB$  são realizadas em toda extensão ativa do gume, já o  $VB_{zi}$  e o  $VB_q$  somente nos extremos.

### iii – Face da Ferramenta

O desgaste nesta região pode ser realizado pela remoção de material da ferramenta e ou pela formação de crateras ocasionadas pela ação do cavaco. Por apresentar muitas vezes uma superfície irregular esta medida é mais utilizada a fim de complementar os resultados de desgaste por flanco [49]. A medida quantitativa da cratera dificilmente é realizada, pois a sua medição exige equipamentos muito específicos sendo realizada somente em casos particulares. A Figura 15 apresenta um esquema de medidas de desgaste da face.



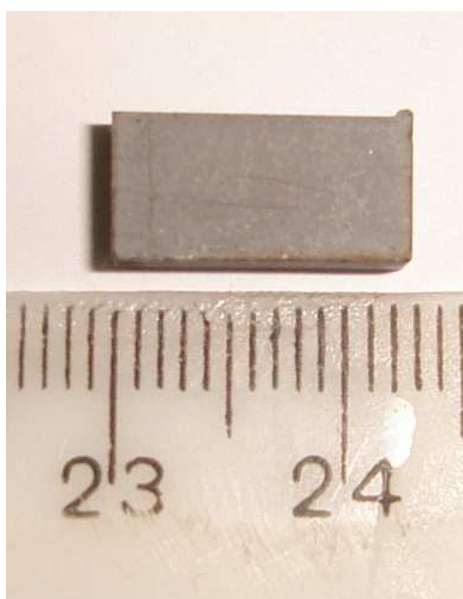
Marca de desgaste na face

Figura 15: Esquema de medida de desgaste da face [49].

### 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

#### *3.1 Preparação dos Substratos*

Neste trabalho foram utilizadas pastilhas metal duro da classe k10 tendo sua composição e propriedades já detalhas na tabela 2. O substrato possui as seguintes dimensões: 13 mm x 7 mm x 3 mm de comprimento, largura e espessura respectivamente. A figura 16 apresenta uma imagem do substrato utilizado.



**Figura 16:** Apresenta imagem do substrato utilizado obtida por microscopia óptica, sem tratamento superficial.

Para o processo de deposição dos filmes de diamante CVD sobre metal duro é necessária a realização de tratamentos superficiais nas amostras, como já foi descrito no capítulo 2.4. Neste trabalho foram realizados dois processos de tratamentos superficiais: ataques químicos e deposição de intercamadas de titânio.

i) Ataques químicos

Foram realizados 3 diferentes ataques químicos para a remoção do cobalto superficial:

**Ataque 1:** primeiramente foi realizada uma sementeira nas amostras através do processo de polimento com pasta de diamante de granulometria da ordem de 1 - 2  $\mu\text{m}$  por 3 minutos. Este polimento aumenta a taxa de nucleação de diamante. Após esta etapa as amostras foram atacadas com solução de 50%<sub>vol</sub> HF + 50%<sub>vol</sub> HNO<sub>3</sub> por 6 minutos em ultrassom para limpar a superfície de deposição. Para a remoção do cobalto presente na superfície foi utilizada uma solução de 30%<sub>vol</sub> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 70%<sub>vol</sub> H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> durante diferentes tempos de ataque: 5, 10, 20 e 50 segundos em ultrassom. Finalmente as amostras foram limpas através de banho em ultrassom com água deionizada por 05 minutos [11].

**Ataque 2:** neste tratamento as amostras primeiramente foram limpas com solução de Murakami (10g K<sub>3</sub>(Fe(CN)<sub>6</sub>) + 10g KOH + 100ml H<sub>2</sub>O) por 5 minutos em ultrassom. Na segunda etapa as amostras foram atacadas com solução de 10%<sub>vol</sub>HNO<sub>3</sub> + 90%<sub>vol</sub>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> por 60 segundos em ultrassom a fim de remover o cobalto da superfície. Finalmente as amostras foram limpas através de banho em ultrassom com água deionizada por 05 minutos. Na última etapa foi realizada a sementeira das amostras em ultrassom por 15 minutos, com partículas de diamante de ½  $\mu\text{m}$  suspensas em uma solução de 20%<sub>vol</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH + 80%<sub>vol</sub>H<sub>2</sub>O com uma concentração de 50 l/quilate [22].

**Ataque 3:** neste tratamento também foi utilizada a solução de Murakami em ultrassom por 15 minutos para limpeza. Para a remoção do cobalto foi realizado com solução de 3,5%<sub>vol</sub> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 96,5%<sub>vol</sub> H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> por 10 segundos em ultrassom. Ao final destas duas etapas as amostras foram limpas através de banho em ultrassom com água deionizada por 05 minutos. A sementeira das amostras foi realizada em ultrassom por 15 minutos, com partículas de diamante de ½  $\mu\text{m}$  suspensas em uma solução de 20%<sub>vol</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH + 80%<sub>vol</sub>H<sub>2</sub>O com uma concentração de 50 l/quilate [25].

Para facilitar a identificação das amostras elas foram nomeadas conforme o tipo de ataque químico utilizado para remoção do cobalto e o tempo de exposição conforme a Tabela 4.

**Tabela 4: Nomenclaturas das amostras atacadas quimicamente para remover o Co superficial.**

Nome Amostras	Solução Ácida	Tempo de Remoção do Co [segundos]
<b>Atq1_05</b>		05
<b>Atq1_10</b>	Ataque 1	10
<b>Atq1_20</b>		20
<b>Atq1_50</b>		50
<b>Atq2_60</b>	Ataque 2	60
<b>Atq3_10</b>	Ataque 3	10

ii) Intercamadas de titânio

A inserção da intercamada foi utilizada para impedir a migração do cobalto para a superfície de deposição do filme de diamante CVD. Esta amostra foi nomeada da seguinte forma:

**Ti\_120:** nome do revestimento e espessura final aproximada, em nanômetros.

**Titânio:** Para a deposição dos filmes de titânio (128 nm) os substratos foram polidos mecanicamente com pasta de diamante desde a granulometria de 30  $\mu\text{m}$  até 1  $\mu\text{m}$ . As amostras foram limpas com acetona P.A. e água deionizada em banho de ultrassom por 15 minutos em cada etapa. A técnica de deposição utilizada foi de *DC magnetron sputtering* [50 - 52]. A produção dos filmes foi realizada no Grupo de Estudos de Propriedades e Superfícies e Interfaces (GEPSI-PUCRS). Os parâmetros de deposição estão descritos na Tabela 5.

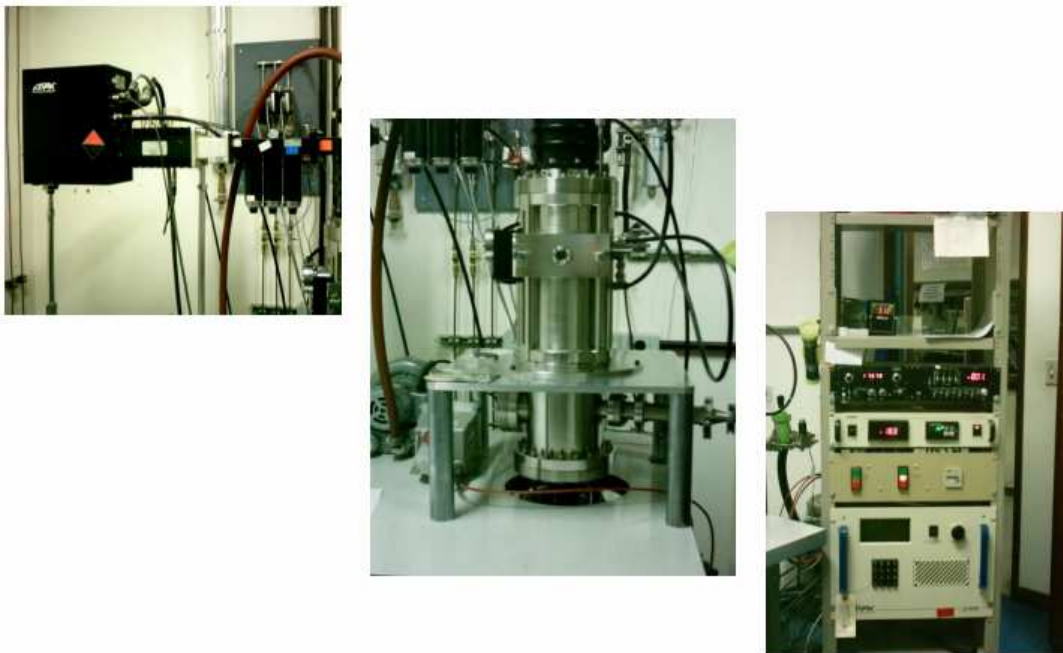
Tabela 5: Apresenta os parâmetros de deposição dos filmes de titânio.

Filme	Pressão de Base [.10 <sup>-4</sup> Pa]	Pressão de Trabalho [.10 <sup>-1</sup> Pa]	Potência [W]	Tensão [V]	Taxa de Deposição [nm/min]	Tempo de Deposição [min]
Ti	2	3,5	50	350-370	12,8	10



### 3.2 Deposição dos Filmes de Diamante

O processo de deposição de filmes de diamante foi realizado através da técnica de deposição química a vapor ativado por microondas (*Microwave Chemical Vapor Deposition - MWCVD*), com um equipamento da marca *ASTEX AX5000*. A configuração do sistema possui uma fonte de potência para geração de microondas na frequência de 2,45 GHz (A5000), podendo trabalhar com uma potência máxima de até 5 kW. O sistema pode atingir uma pressão máxima de 120 Torr utilizando uma bomba de vácuo da marca Edwards com o auxílio de controladores de fluxo de gases. O equipamento também possui um pirômetro Williamson, série 9000, o qual trabalha com comprimentos de ondas de 2,1  $\mu\text{m}$  e 2,4  $\mu\text{m}$ , a fim de medir a temperatura da superfície do substrato. A Figura 17 apresenta a foto do equipamento utilizado no LAPMA.



**Figura 17: Foto do equipamento utilizado na produção dos filmes de diamante [43].**

Neste trabalho foram utilizados os mesmos parâmetros de deposição em todas as amostras:

- Pressão: 80 torr
- Potência: 3000 W
- Temperatura média da base do substrato: 210 °C

- Temperatura média superfície do substrato: 800 °C
- Tempo de deposição: 4 horas
- Fluxo de gases: 300 sccm de hidrogênio, 30 sccm de metano e 3 sccm de oxigênio (sccm = centímetros cúbicos padrão por minuto).

As amostras produzidas nesta etapa continuarão com a mesma nomenclatura já definida na seção anterior, com filmes de diamantes produzidos sobre cada um dos respectivos tratamentos superficiais.

### ***3.3 Técnicas de Caracterização***

Neste capítulo serão descritas as técnicas analíticas utilizadas neste trabalho, tais como: microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), dispersão de raios x em energia (EDS), espectroscopia raman e difração de raios x (DRX). Também serão descritos os ensaios mecânicos realizados: testes instrumentados de dureza (*HIT*), ensaios de delaminação, bem como os testes de usinagem.

#### **3.3.1 Microscopia Óptica**

As imagens de microscopia óptica foram utilizadas para avaliar o diâmetro das crateras produzidas através dos ensaios de delaminação, além da avaliação do desgaste das ferramentas produzidas durante os testes de usinagem de madeira.

O equipamento utilizado foi um microscópio óptico da marca Carl Zeiss (AXI-OTECH 25HD), com uma câmara de vídeo acoplada para aquisição das imagens. A ampliação máxima de imagem permitida pelo microscópio é de 1000 vezes, além de recursos de contraste por campo de interferência. O equipamento está localizado no LAPMA – UFRGS.

#### **3.3.2 MEV e EDS**

Estas duas técnicas serão descritas em conjunto, pois são complementares. A MEV foi utilizada para verificar a topografia e a região atacada quimicamente das amostras, bem como a espessura dos filmes. O EDS foi utilizado para analisar a composição química elementar dos substratos, bem como a distribuição dos mesmos após os ataques químicos e a deposição dos filmes.

A análise consiste basicamente na emissão de um feixe de elétrons por um filamento usualmente de tungstênio mediante a aplicação de uma diferença de potencial na faixa de 0,5 kV a 30 kV. A partir de interações entre o feixe e a amostras são produzidos, por exemplo, raios x característicos, entre outros fenômenos, os quais são percebidos pelo detector gerando as informações intrínsecas de cada amostra.

As análises foram realizadas no Centro de Microscopia Eletrônica da UFRGS com um equipamento da marca JEOL JSM 5800.

### **3.3.3 Espectroscopia Raman**

Esta técnica é a mais utilizada para determinar diferentes fases de materiais carbonáceos. Neste trabalho ela foi utilizada para identificar a presença de diamante e o estresse intrínseco dos filmes de diamante CVD. A presença do diamante é facilmente determinada, pois ele apresenta um único pico agudo e bem definido em  $1332\text{ cm}^{-1}$ . O stress dos filmes é possível determinar através do deslocamento e alargamento do pico raman do diamante, segundo modelo proposto por Grimsditch *et al.*[53]:

$$\frac{\Delta\omega}{\Delta P} = 3,2 \frac{\text{cm}^{-1}}{\text{GPa}} \quad (1)$$

onde  $\Delta\omega$  é a diferença entre os deslocamentos Raman do filme produzido e de um monocristal de diamante.

A análise raman consiste na incidência de um feixe de laser na amostra onde ocorre um processo de interação e conseqüentemente o espalhamento inelástico da luz incidente. A diferença entre as freqüências da radiação incidente e da radiação espalhada está relacionada à freqüência vibracional característica do material, o que constitui no espectro raman [36].

O equipamento utilizado está montado no LAPMA – UFRGS e, é constituído por um microscópio Olympus, um monocromador da marca Jobin-Yvon e um detector do tipo CCD (Charge Coupled Device) de 1024 canais refrigerado a nitrogênio líquido. Como fonte de excitação foi utilizado um laser de HeNe de 10 mW, com comprimento de onda de 632,8 nm.

### **3.3.4 Difração de raios X (DRX)**

Esta técnica foi utilizada para verificar as fases cristalinas dos filmes de diamante e titânio, bem como a possível remoção do cobalto da superfície por ataques químicos. Neste trabalho foi utilizado um difratômetro Siemens, Kristalloflex D500, utilizando a linha  $K_{\alpha}$  do cobre, de comprimento de onda de  $1,5418 \text{ \AA}$  para obtenção dos padrões de raios x. Este equipamento está localizado no Instituto de Física – UFRGS.

### **3.3.5 Testes Instrumentados de Dureza (HIT)**

Os testes instrumentados de dureza foram utilizados neste trabalho a fim de verificar possíveis modificações estruturais nos filmes de diamante CVD a partir dos diferentes tratamentos superficiais realizados.

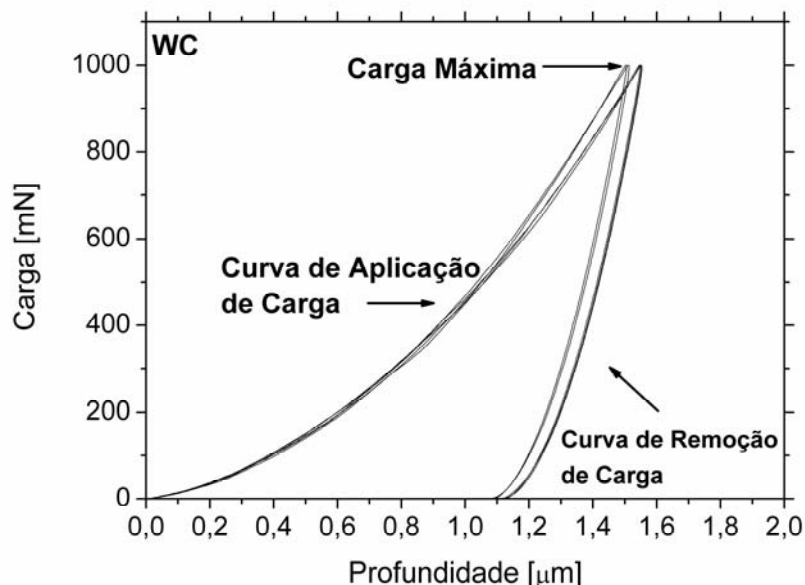
Atualmente o *HIT* é uma das técnicas mais utilizadas para avaliar as propriedades mecânicas de filmes. A grande vantagem desta técnica está na forma contínua de incremento da carga, e na conseqüente aquisição dos valores de carga e de profundidade instantâneos a cada ponto (resolução do equipamento de  $4 \mu\text{N}$  e  $2\text{nm}$ , respectivamente). Este fato gera valores de dureza e o acompanhamento do comportamento mecânico das amostras imediatos.

Para realização destes testes primeiramente é definida a taxa de aplicação de carga (carga máxima e tempo total de aplicação). Após definidos estes parâmetros um penetrador de geometria conhecida entra em contato com a amostra, sendo aplicada uma carga mínima, para definição do ponto inicial. Após a definição deste ponto inicia-se a aplicação de carga de forma contínua gerando uma curva de carga e descarga conforme a Figura 18.

Outra informação que pode ser extraída do gráfico de profundidade em função da carga aplicada (Fig. 18) é o índice de plasticidade ( $I_{pd}$ ) das amostras medido segundo a equação 2 [6]:

$$I_{pd} = 1 - \frac{(h_m - h_f)}{h_m} \quad (2)$$

onde  $h_m$  e  $h_f$  são a profundidade máxima e a profundidade final, respectivamente. O  $I_{pd}$  revela comparativamente as amostras que obtiveram uma maior contribuição elástica durante as medidas de dureza.



**Figura 18:** Apresenta o gráfico correspondente à aplicação de um ciclo completo de carga – descarga em um ensaio de dureza através da técnica de *HIT*.

Neste trabalho foi utilizado um equipamento da marca Fischerscope HV100, com indentador Vickers. A carga máxima utilizada foi de 1 N com tempo total de carga – descarga de 120 segundos. Foram realizadas no mínimo 5 medidas válidas para cada amostras. Os valores de dureza foram calculados conforme a norma ISO 14577 [54]. O equipamento está localizado no Grupo de Estudos em Propriedades de Superfície e Interfaces (GEPSI – PUCRS).

### **3.3.6 Ensaio de Delaminação**

Estes ensaios foram utilizados para verificar as condições de adesão dos filmes sobre o substrato para os diferentes tratamentos superficiais utilizados. O equipamento utilizado foi um durômetro analógico de bancada da marca AWPMA. Para a realização dos ensaios foi utilizado um indentador Rockwell do tipo cone de diamante, utilizando uma carga de 15,2 kgf e 62,5 kgf. A partir das indentações realizadas ocorre o descolamento do filme, este sendo analisado por um MO, como foi descrito na seção 3.3.1. Para esta medida determina-se o raio da região delaminada em função dos diferentes tratamentos superficiais realizados.

### **3.3.7 Testes de Usinagem**

Os testes de usinagem tiveram por objetivo avaliar o desempenho de um lote de ferramentas de corte produzidas neste trabalho com diferentes tratamentos superficiais, para a usinagem de madeira.

A madeira escolhida para utilização como corpos de prova foi a Itaúba, adquirida no mercado em toras secas, semi-processada, de onde foram preparados corpos de prova cilíndricos com dimensões médias de 145 mm de diâmetro e 470 mm de comprimento, como é apresentado na Figura 19. As fibras e veios da madeira ficaram dispostos longitudinalmente ao eixo do cilindro (transversalmente ao corte da ferramenta).



**Figura 19: Apresenta a imagem dos corpos de provas utilizados nos ensaios de usinagem.**

O equipamento utilizado foi um torno universal marca Nardini, modelo Mascote MS-205-AS, equipado com réguas ópticas para definição do posicionamento da ferramenta. A montagem realizada devido às dimensões do corpo de prova foi placa e contra-ponto, visando obtenção da rigidez necessária na operação. Os parâmetros utilizados foram: velocidade de corte 285 m/min., avanço 0,05 mm/volta e profundidade de corte 0,08 mm. A montagem completa do sistema pode ser observada na Figura 20.

Os insertos apresentaram uma pequena variação dimensional, tendo eles a seguinte geometria:

- Geometria do inserto: ângulo de ponta =  $90^\circ$ , ângulo de saída =  $0^\circ$  e ângulo de incidência =  $0^\circ$ .

-Ângulos efetivos de trabalho: ângulo de posição principal =  $80^\circ$ , ângulo de saída =  $10^\circ$  e ângulo de incidência =  $10^\circ$ .



**Figura 20:** Apresenta a montagem completa e a ferramenta durante o processo de usinagem.

Os testes foram realizados com a usinagem de um corpo de prova por amostra, a fim de permitir a manutenção dos parâmetros de corte ao longo do ciclo de trabalho (vida da ferramenta). A medição dos desgastes foi realizada a partir das imagens registradas nos intervalos de tempo pré-definidos. Os pontos definidos para as medições foram:

- 1 - ferramenta nova sem uso;
- 2 - ferramenta com 15 min. de trabalho;
- 3 - ferramenta com 60 min. de trabalho;
- 4 - ferramenta com 105 min. de trabalho;
- 5 - ferramenta com 150 min. de trabalho;
- 6 - ferramenta com 195 min. de trabalho.

A evolução dos desgastes foi monitoramento na superfície de incidência pelo desgaste do flanco máximo ( $Vb_{m\acute{a}x}$ ).

## 4. RESULTADOS

Este capítulo será dividido em três seções: primeiramente serão apresentados os resultados dos pré-tratamentos superficiais realizados nos substratos; em seguida serão apresentados os resultados dos filmes de diamante produzidos; e por último será realizada uma discussão integrada dos resultados mais importantes para conclusão do trabalho.

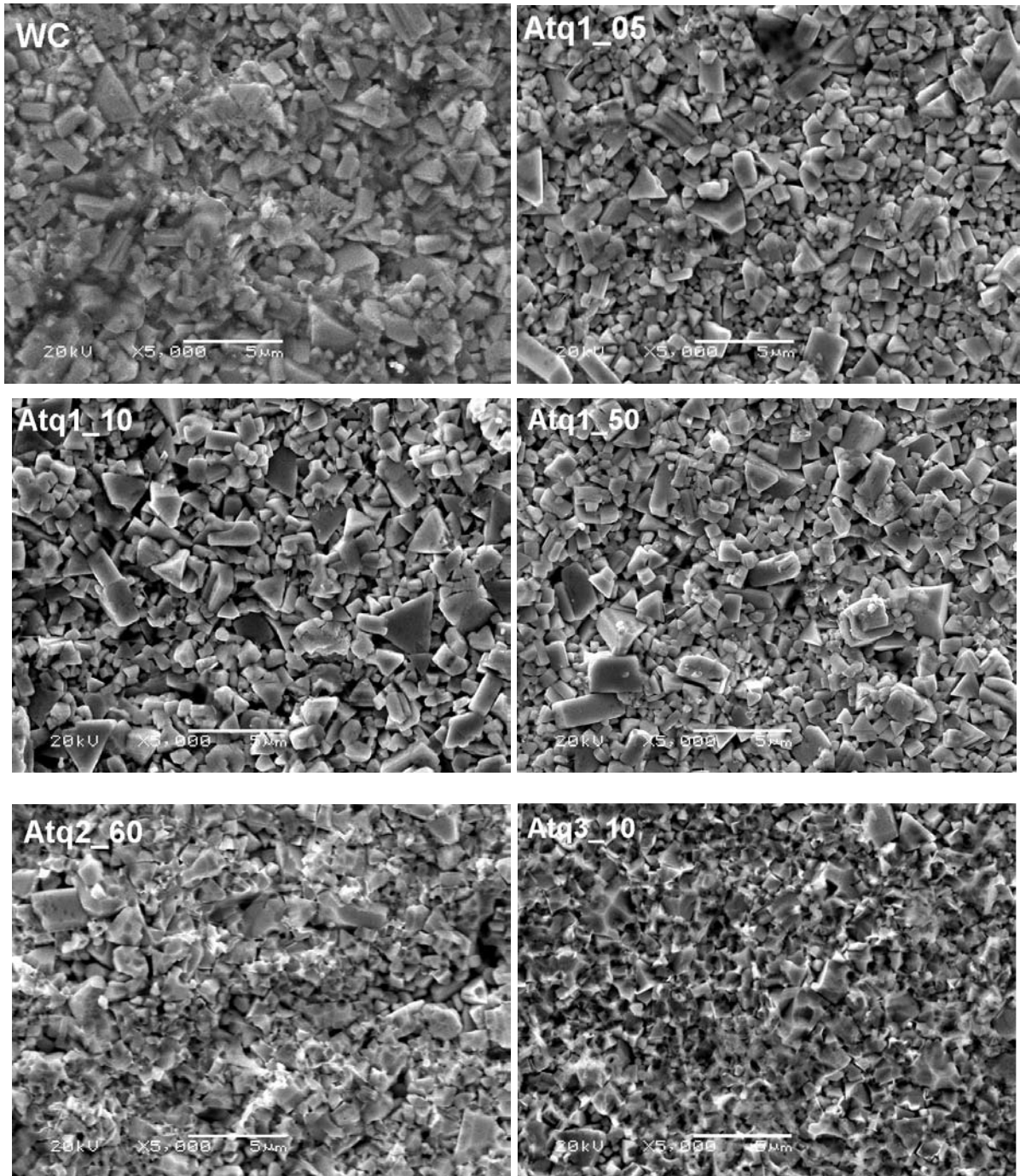
### *4.1 Tratamentos superficiais*

#### *i) Ataques Químicos*

As amostras atacadas quimicamente apresentaram uma morfologia diferente para cada tipo de ataque químico utilizado, como é apresentado na Figura 21.

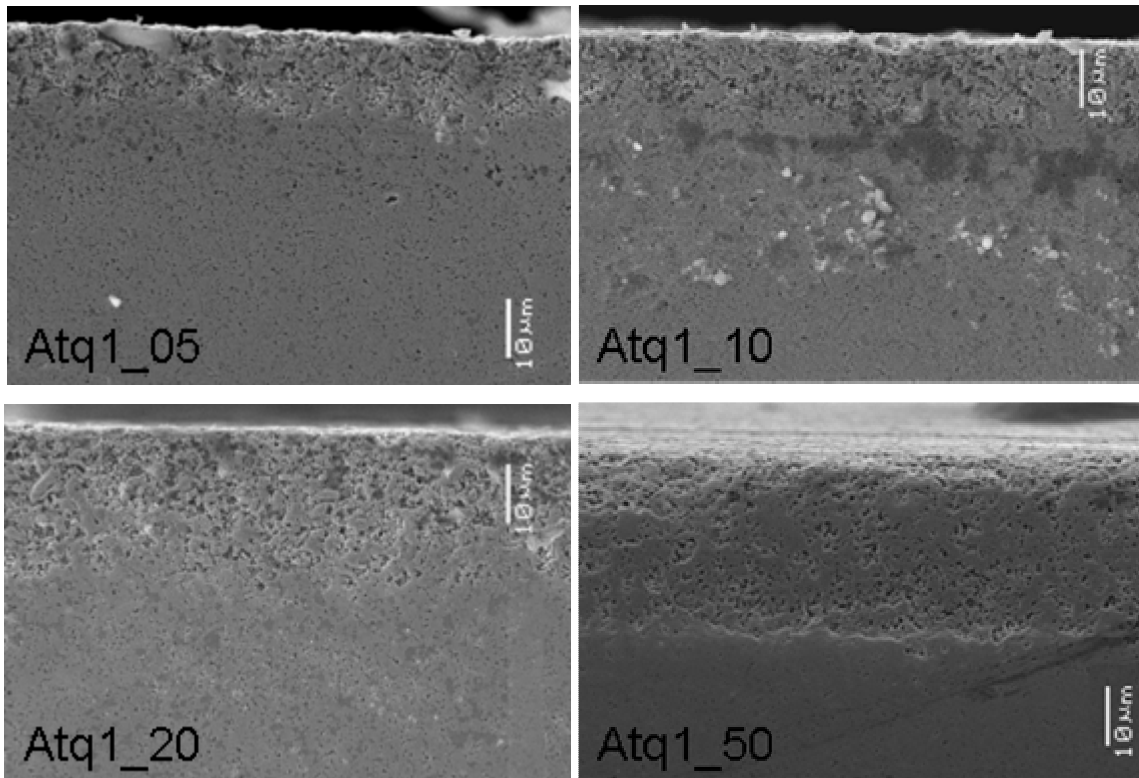
A Figura 21 mostra que para o Atq\_1 os grãos de WC foram bem revelados, independente do tempo de exposição que foi utilizado para cada amostra. Nas amostras Atq2\_60 e Atq3\_10 a morfologia apresentada é típica de amostras atacadas com solução de Murakami e subsequentemente com soluções ácidas utilizadas para remoção do Co [22]. Estes resultados mostram que a topografia dos substratos depende do tipo de ataque químico realizado, entretanto, o tempo de ataque químico em uma mesma solução não interfere significativamente na topografia.





**Figura 21:** Apresenta as micrografias dos substratos após os diferentes ataques químicos realizados.

Para verificar a influência do tempo de ataque ácido na parte interna dos substratos foram realizados cortes transversais nas amostras verificando a profundidade afetada pelo ataque químico em cada amostra. A Figura 22 apresenta as imagens da seção transversal das amostras tratadas com Atq1 em diferentes tempos de exposição.

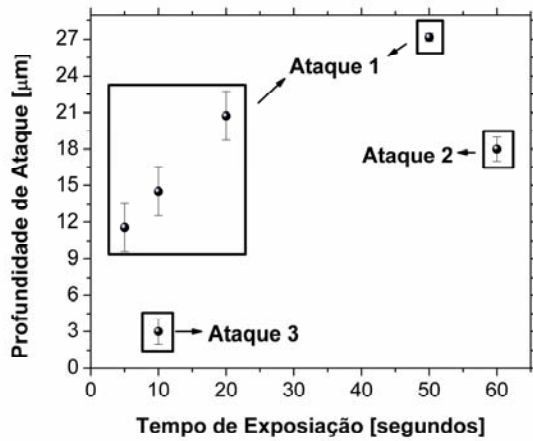


**Figura 22:** Apresenta a micrografia da profundidade afetada pelo ataque químico em diferentes tempos de exposição.

Nas amostras Atq1\_05, Atq1\_10 e Atq1\_20 a profundidade da região afetada pelo ataque químico não ficou bem definida, o que deve estar ligado ao tempo utilizado. A amostra Atq1\_50 apresentou a região afetada bem delimitada, o que deve indicar um primeiro ponto de saturação para penetração da solução ácida nas amostras, ou seja, quanto maior o tempo de ataque, maior é o efeito produzido sem, necessariamente, aumentar a profundidade de ataque.

A Fig. 23 apresenta o gráfico da profundidade afetada pelo ataque químico em função do tempo de exposição das amostras Atq1. A curva demonstra a grande variação dos resultados obtidos (barras de erros) para as amostras Atq1\_05, Atq1\_10 e Atq1\_20 devido a região afetada pelo ataque ácido não estar bem definida e a tendência à saturação em profundidade. A Tabela 6 apresenta os valores finais de profundidade afetada pelo ataque químico para todas as amostras.

A Tabela 6 demonstra que as amostras Atq1 obtiveram profundidades afetadas bem superiores ao Atq2 e Atq3, mesmo com a amostra Atq2\_60 tendo um tempo de exposição maior que todas as amostras Atq1. Isto deve ter ocorrido pelo Atq1 apresentar uma ação mais agressiva durante o processo de remoção do cobalto.



**Figura 23:** Apresenta a relação do tempo e profundidade afetada pelo ataque químico realizado.

**Tabela 6:** Apresenta os valores de profundidade afetada pelo ataque químico.

Amostras	Profundidade Atacada [μm]	Erro [±]
Atq1_05	12	2
Atq1_10	14	2
Atq1_20	21	2
Atq1_50	27	0,3
Atq2_60	18	1
Atq3_10	3	1

Para verificar a remoção do Co superficial foram primeiramente realizadas análises de EDS das amostras. Será apresentada somente a análise de uma amostra, pois em todas as amostras o tratamento químico removeu o Co superficial com sucesso. A Figura 24 apresenta a análise realizada para a amostra Atq1\_05.

As análises de EDS demonstram que o ataque químico realizado para o processo de remoção do cobalto é extremamente eficiente.

Outra técnica utilizada para verificar a remoção do Co da camada superficial da amostra foi a difração de raios x das amostras sem ataque químico e após o tratamento, como mostra a Figura 25. Nestes difratogramas é possível verificar a remoção do Co através do desaparecimento do pico principal do Co em aproximadamente 44°.

Nas análises dos substratos atacados quimicamente podemos notar que as amostras Atq2\_60 e Atq3\_10 apresentaram um comportamento muito similar, porém se diferenciando muito em relação às amostras Atq1. Isto pode estar relacionado ao primeiro processo químico de limpeza, pois nos dois casos similares este processo foi realizado com a mesma solução, apesar dos ataques para remover o cobalto superficial terem sido diferentes. Estas diferenças nos resultados obtidos para os diferentes ataques químicos realizados podem interferir fortemente nos resultados finais dos ensaios mecânicos, uma vez que a topografia do substrato

pode ter um papel importante na microestrutura e na aderência do filme de diamante que será depositado sobre ele (ancoramento mecânico).

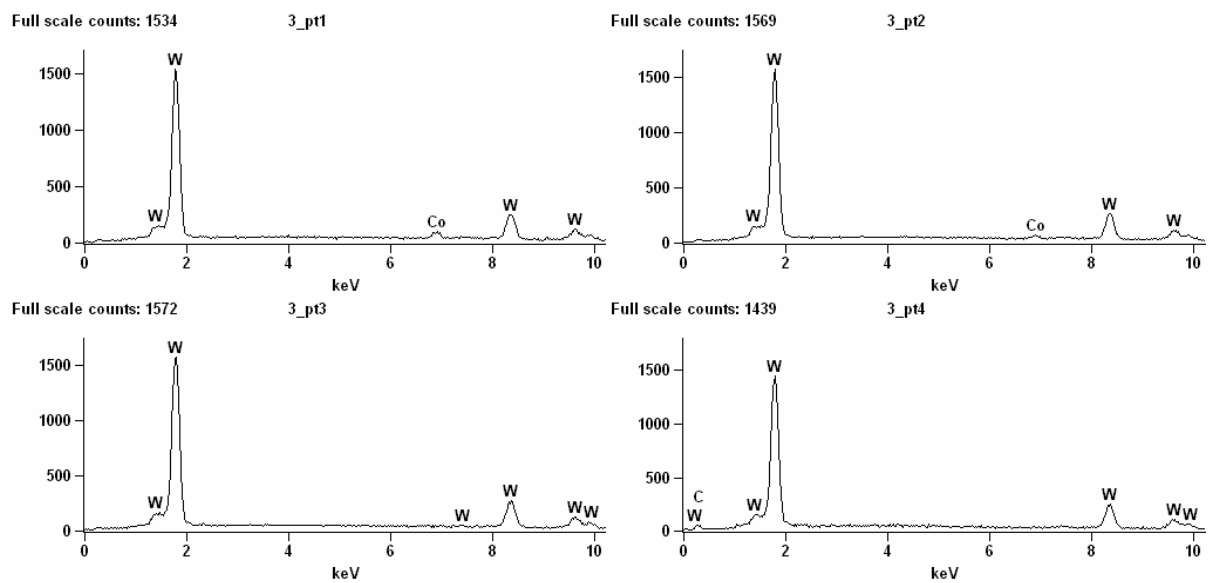
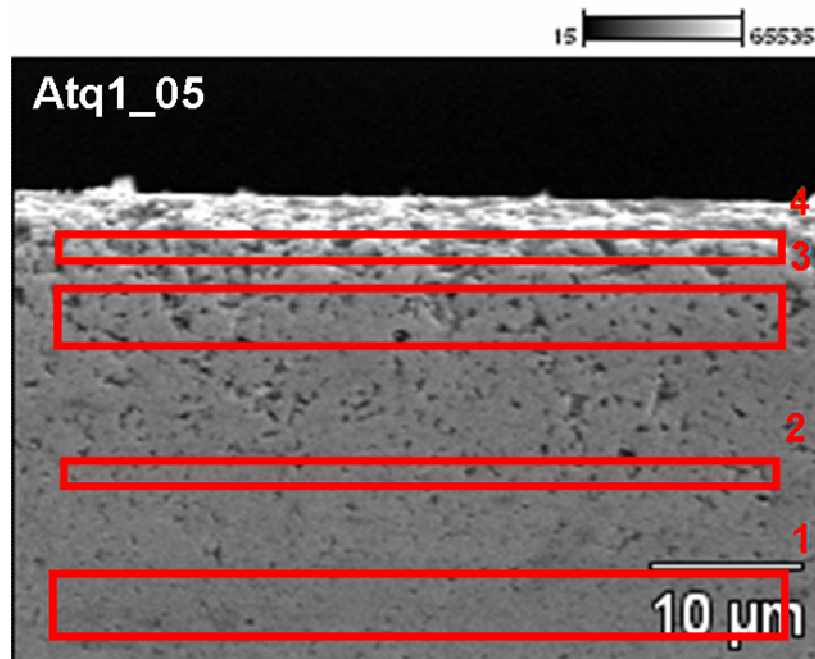
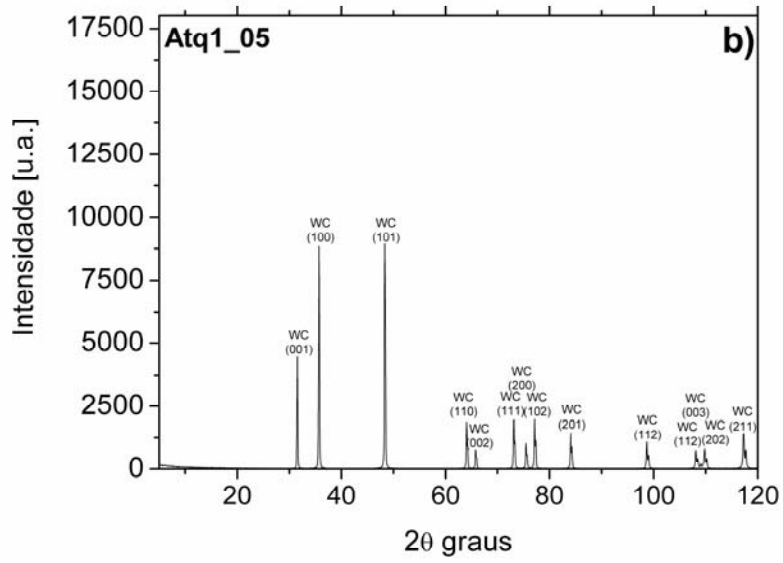
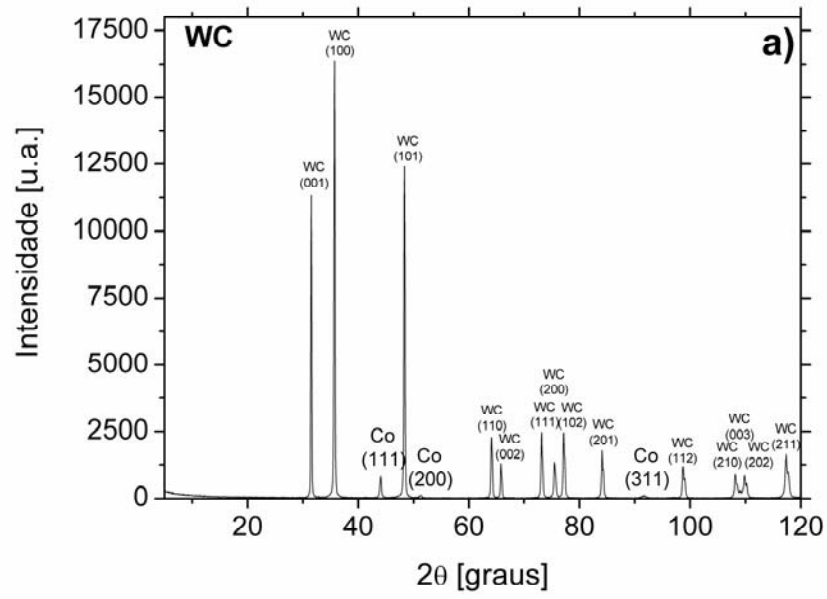
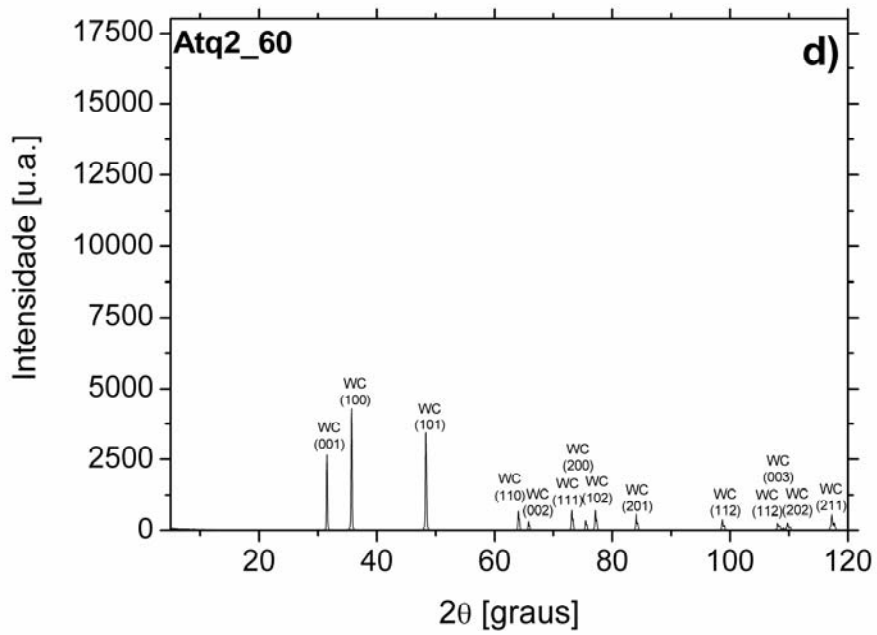
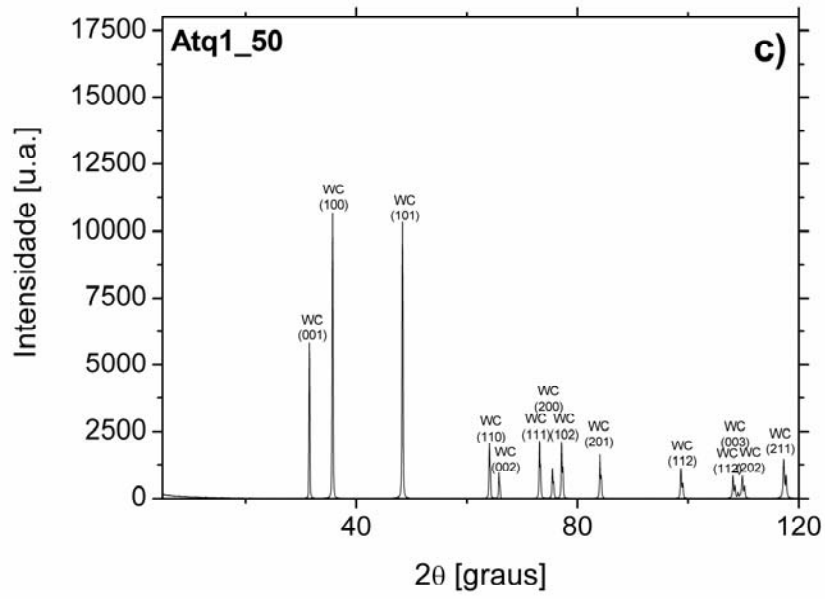
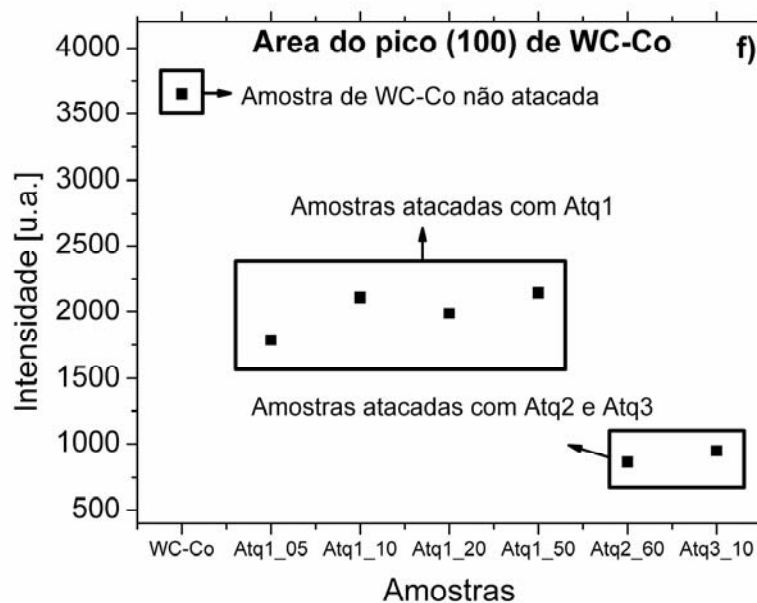
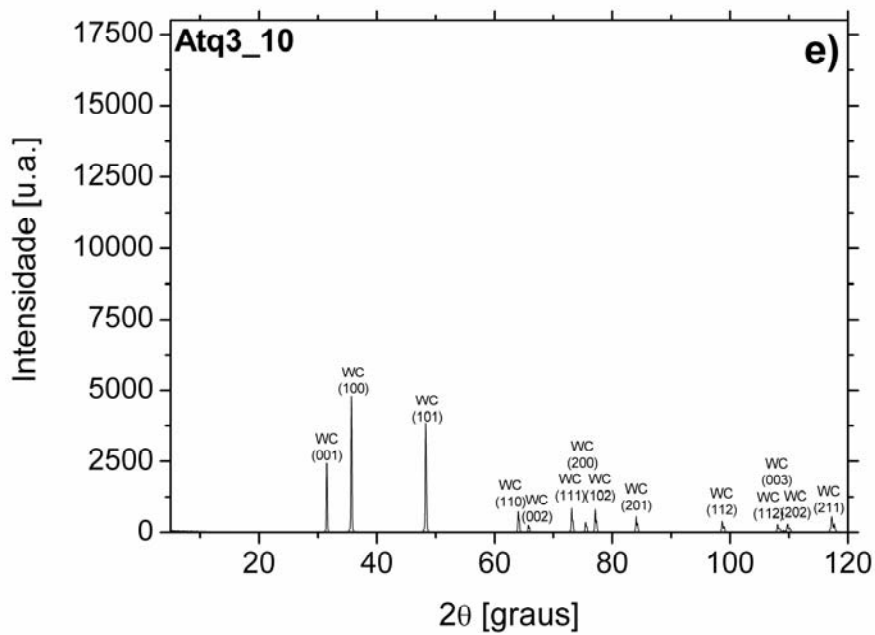


Figura 24: Apresenta as análises de EDS para verificação da remoção de Co da camada superficial.





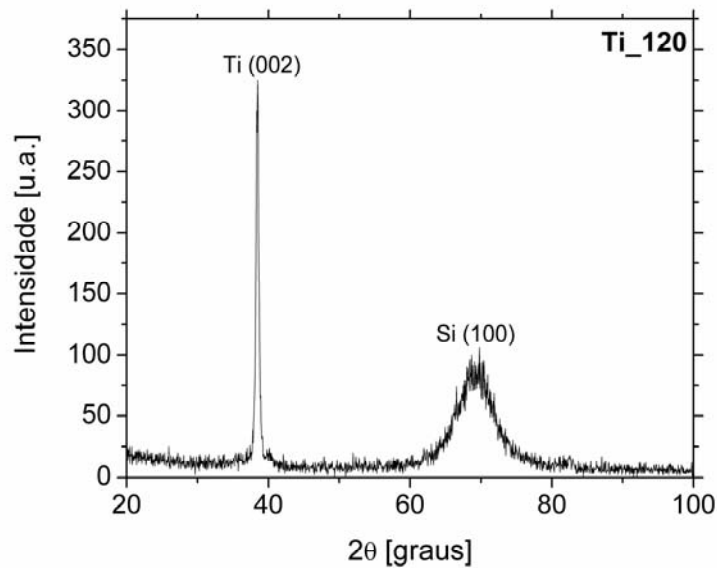


**Figura 25:** a-e) Apresenta os difratogramas das amostras após o ataque químico para remoção do cobalto; f) mostra as diferenças de intensidade do pico principal do WC-Co após o ataque químico.

A Figura 25b-e mostra que o Co foi removido com sucesso em todos os casos, entretanto, pode-se notar uma significativa diminuição da intensidade dos picos de WC nas amostras Atq2\_60 e Atq3\_10 em relação aos outros tratamentos. A Figura 25f mostra o valor da área do pico mais intenso do WC ( $\sim 35,7^\circ$ ) em função dos tratamentos, o que demonstra novamente o comportamento diferenciado das amostras Atq2\_60 e Atq3\_10 em relação ao Atq1. Este fato pode estar ligado à rugosidade final de cada substrato após o ataque químico.

## *ii) Intercamadas de Titânio*

As análises de difração de raios x confirmaram a formação de um filme de titânio cristalino com fase preferencial de crescimento (002), o qual foi utilizado como barreira para o cobalto durante o processo de deposição. A Figura 26 apresenta o difratograma do filme de titânio crescido sobre substrato de silício.



**Figura 26:** Apresenta o difratograma do filme de Titânio produzido pela técnica de *Magnetron Sputtering* sobre substrato de Si.

## **4.2 Filmes de Diamante CVD**

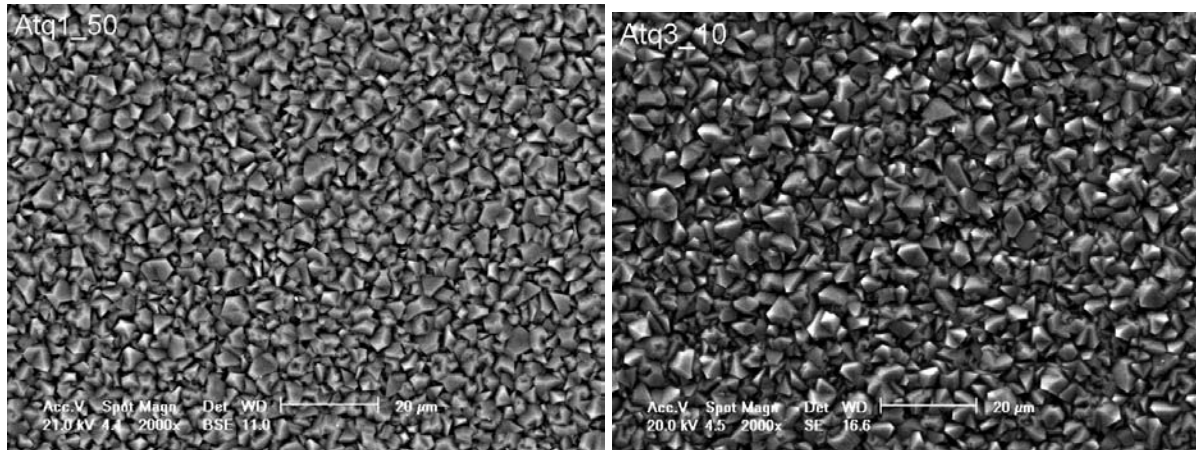
### **i- Análises Estrutural**

#### **a) MEV e EDS**

Ao contrário da topografia apresentada pelos substratos após os diferentes tratamentos superficiais realizados, as análises de MEV mostraram que os filmes produzidos em todos os substratos apresentaram morfologias semelhantes. A Figura 27 mostra as imagens de topografia de filmes depositados sobre substratos de metal duro após dois tratamentos



químicos distintos. Nestas micrografias podemos verificar que o tamanho de grão e a homogeneidade dos filmes são similares, demonstrando que os diferentes tratamentos não influenciaram significativamente a morfologia dos filmes de diamante CVD.



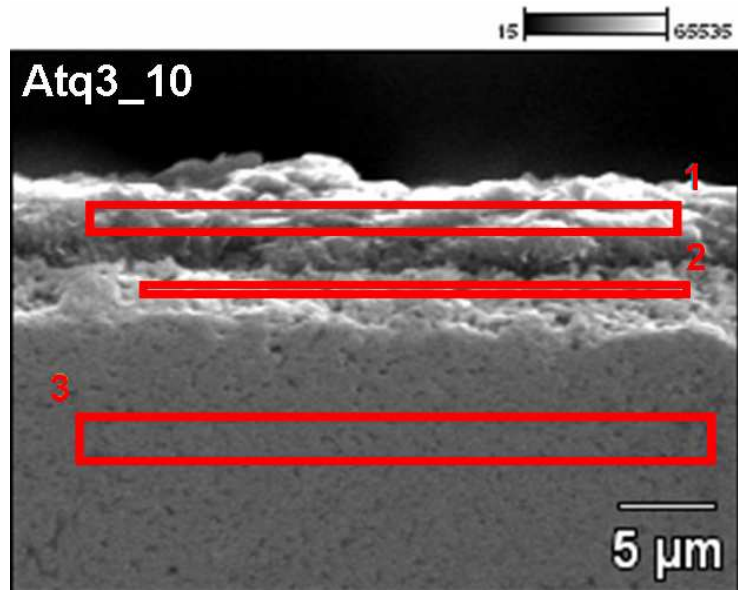
**Figura 27:** Apresenta micrografias de MEV dos filmes de diamante CVD produzidos.

Para verificar a migração do cobalto para superfície durante o processo de deposição dos filmes de diamante CVD, realizado em altas temperaturas, foram realizadas análises de EDS. As análises da seção transversal das amostras por EDS mostraram que o cobalto removido não migrou para a superfície dos filmes, independente do tipo de tratamento realizado. Na Figura 28 é possível verificar a espessura final do filme e a presença do cobalto somente na região não afetada pelo ataque químico na amostra Atq3\_10 que obteve a menor espessura afetada.

As análises indicaram também que a camada afetada pelo ataque ácido realizado não foi alterada significativamente durante o processo de deposição.

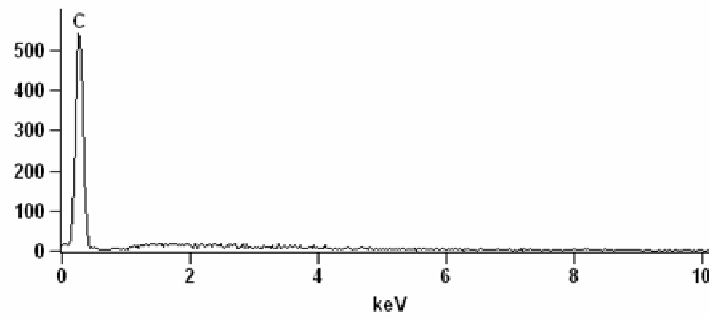
#### b) Raman e DRX

As medidas de espectroscopia Raman demonstram que em todos os pré-tratamentos realizados foram produzidos filmes de diamante. A Figura 29 e a Tabela 7 apresentam os espectros Raman e a posição dos picos dos filmes produzidos, respectivamente.



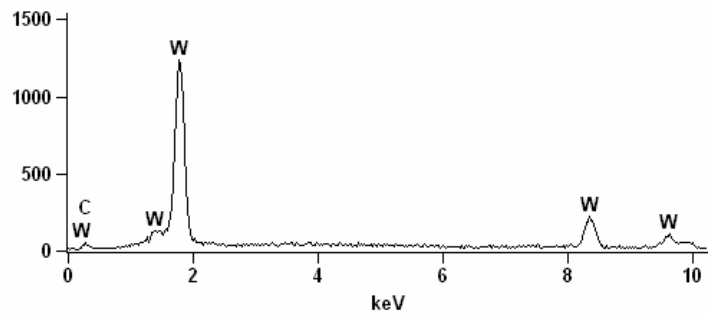
Full scale counts: 542

D1\_pt1



Full scale counts: 1236

D2\_pt2



Full scale counts: 1243

D2\_pt3

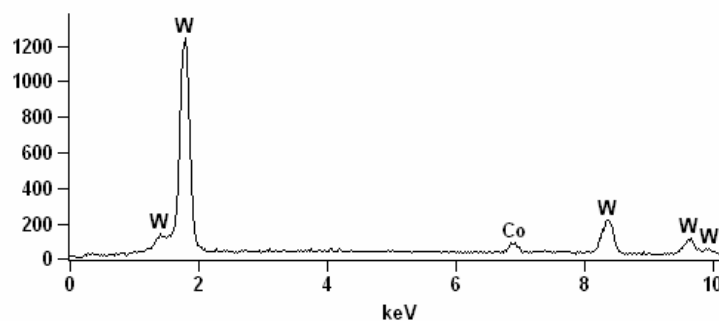


Figura 28: Apresenta as análises de EDS na amostra Atq3\_10 para verificar a migração de cobalto para a superfície.

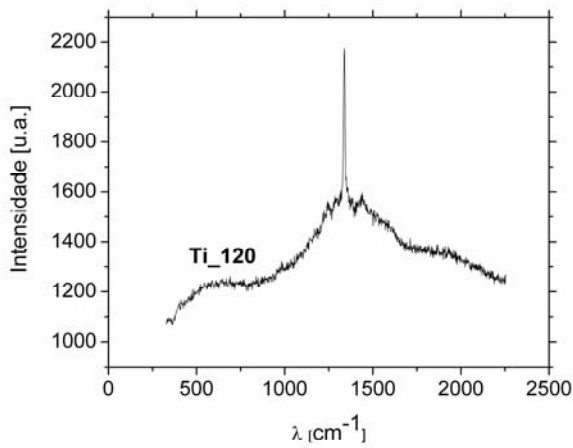
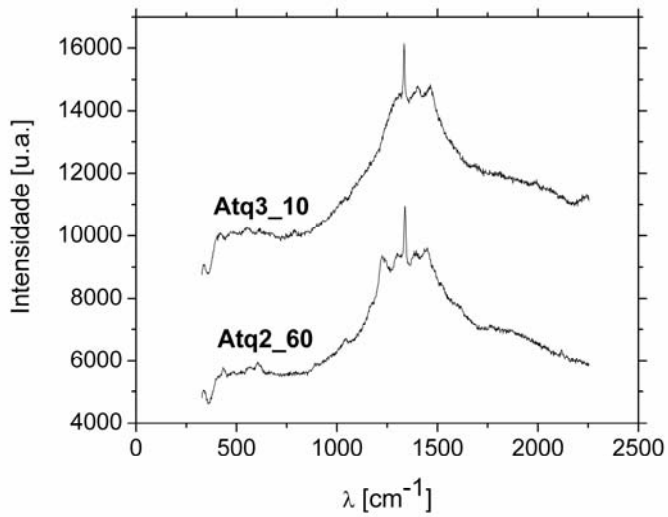
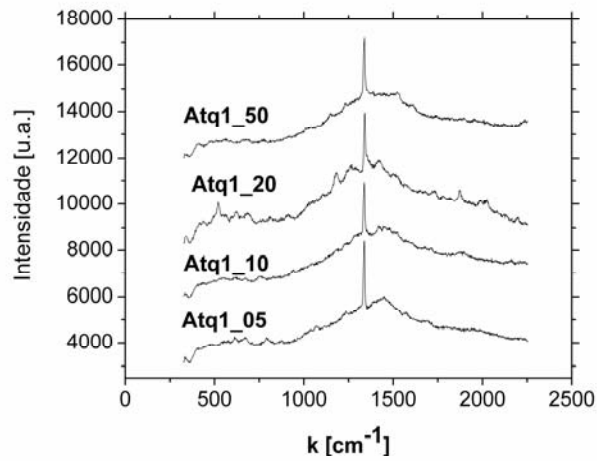
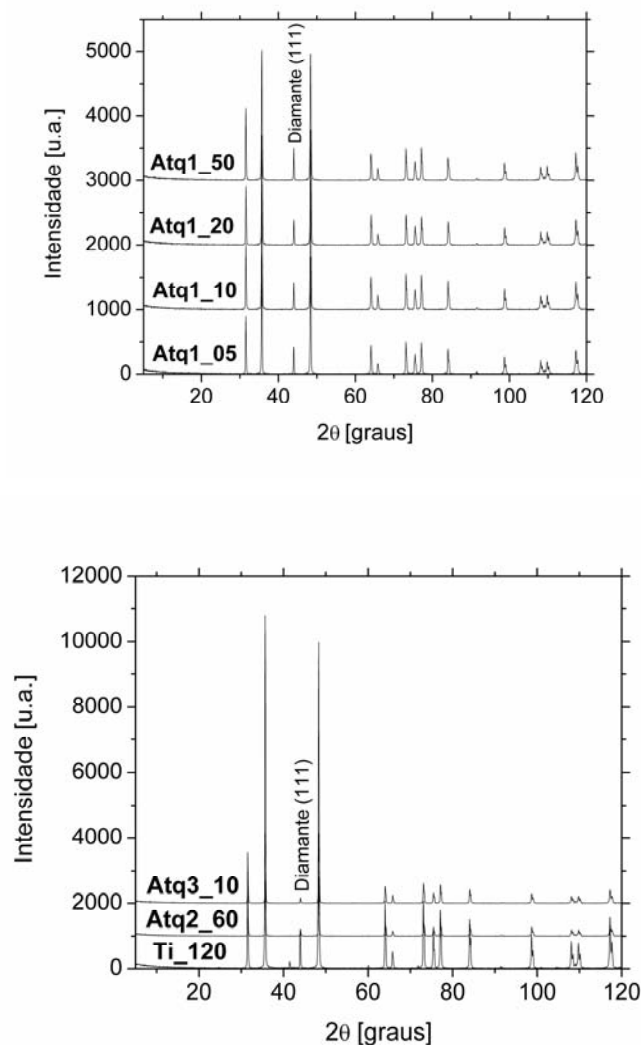


Tabela 7: Apresenta a posição dos picos de diamante de todas as amostras.

Amostras	Posição [cm <sup>-1</sup> ]	Desvio [cm <sup>-1</sup> ]
Atq1_05	1338	0,2
Atq1_10	1338	0,7
Atq1_20	1340	0,4
Atq1_50	1338	0,4
Atq2_60	1335	0,1
Atq3_10	1334	0,2
Ti_120	1339	0,1

Figura 29: Apresenta os espectros Raman das amostras identificando a formação de diamante.

Analisando detalhadamente os espectros Raman (Fig. 29) podemos observar que as amostras Atq2\_60 e Atq3\_10 apresentam uma maior luminescência próxima ao pico do diamante em relação ao restante das amostras. Este efeito pode ter sido causado pela microestrutura diferenciada destes substratos após os seus tratamentos superficiais e consequentemente dos filmes produzidos. Um dos possíveis efeitos causados após o tratamento é o aumento significativo de rugosidade (Fig. 21 e 25f), podendo gerar dificuldade na percolação (união) entre os grãos de diamante no início do processo de deposição, criando diferentes fases carbonáceas para auxiliar no processo de união do filme, possivelmente responsáveis pelo aumento da luminescência na região próxima ao pico de diamante.



**Figura 30: Apresenta os difratogramas das amostras após a deposição de filmes de diamante CVD.**

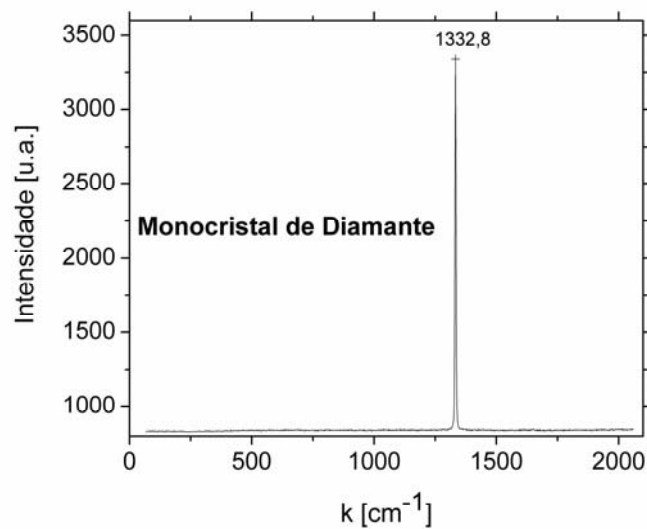
As medidas de DRX não apresentaram nenhuma modificação significativa para o comportamento dos filmes produzidos a partir dos diferentes tratamentos superficiais

realizados. As análises de difração de raios x dos filmes produzidos indicam a formação de diamante apresentado na Figura 30.

## **ii – Medidas de Stress e Ensaios Mecânicos**

### a) Medidas de Stress

A Figura 31 apresenta o espectro Raman de um monocristal de diamante. A posição do pico de diamante foi utilizada como referencial inicial para medida de stress dos filmes de diamante CVD produzidos.



**Figura 31: Apresenta a medida de espectroscopia Raman do monocristal de diamante.**

A Tabela 8 apresenta os valores médios de stress calculados a partir do deslocamento Raman dos filmes em relação a um monocristal de diamante.

**Tabela 8: Apresenta os valores de stress a partir do deslocamento Raman.**

Amostras	Stress [GPa]	Erro [±]
Atq1_05	2	0,1
Atq1_10	2	0,2
Atq1_20	2	0,1
Atq1_50	2	0,1
Atq2_60	0,8	0,1
Atq3_10	0,6	0,1
Ti_120	2	0,1

Todas as amostras apresentaram um stress compressivo, ou seja, o pico do diamante está deslocado para maiores números de onda comparado ao caso do diamante monocristalino. Os filmes que apresentaram os menores valores de stress foram as amostras Atq2\_60 e Atq3\_10.

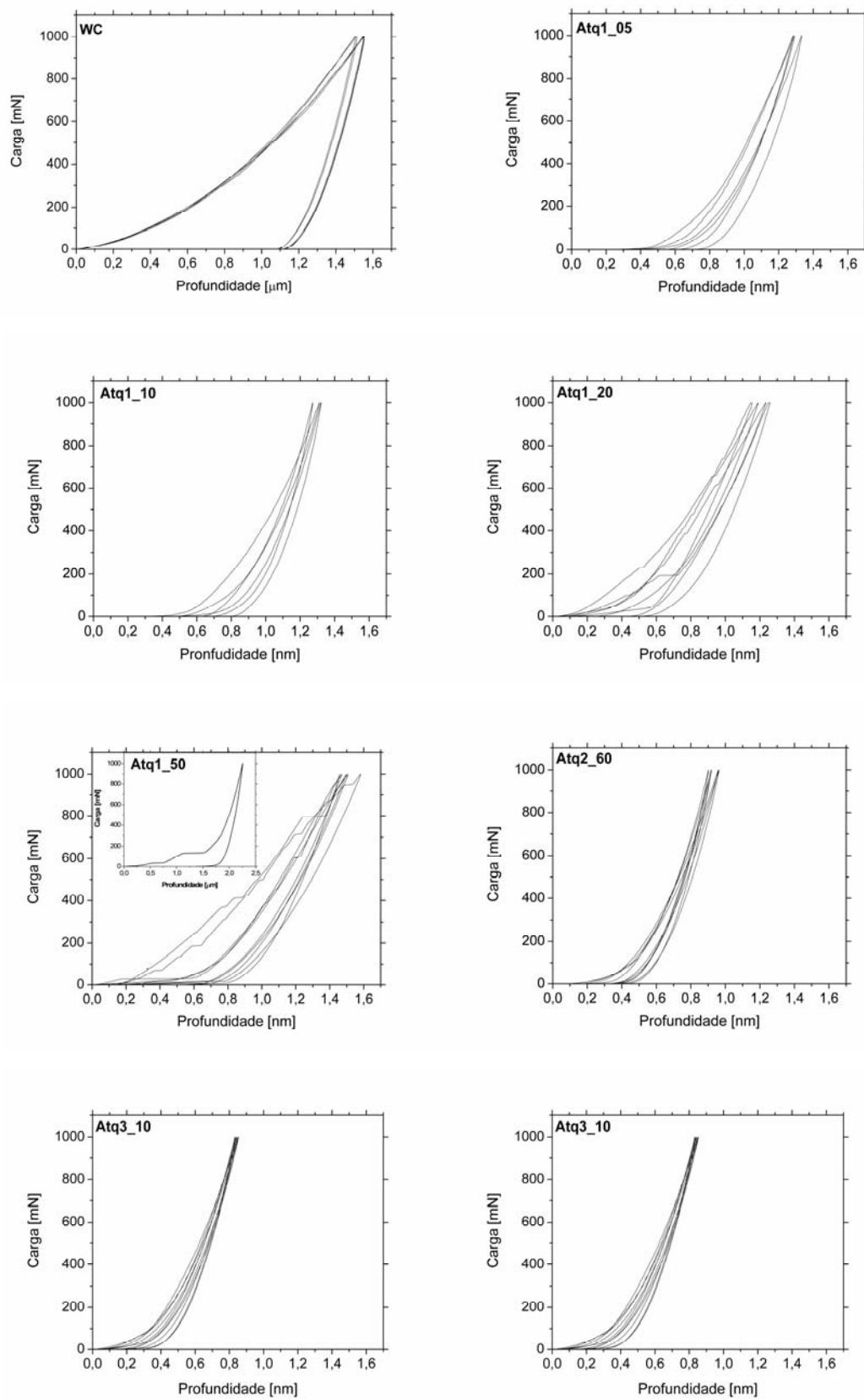
#### b) Testes Instrumentados de Dureza

A Tabela 9 apresenta os valores médios de dureza do substrato e dos filmes de diamante CVD para diferentes amostras. A espessura dos filmes era similar e da ordem de 5  $\mu\text{m}$ .

**Tabela 9: Apresenta os valores médios de dureza a partir de testes instrumentados de dureza.**

Amostras	Dureza [GPa]	Erro [ $\pm$ ]
WC	18	0,6
Atq1_05	34	5
Atq1_10	34	5
Atq1_20	55	2
Atq1_50	17	1
Atq2_60	52	2
Atq3_10	45	1
Ti_120	43	0,8

Como pode ser visto na tabela 9 as amostras Atq1\_20, Atq2\_60, Atq3\_10 e Ti\_120 apresentaram os maiores valores de dureza e as amostras Atq1\_05 e Atq1\_10 obtiveram valores intermediários. A amostra Atq1\_50 apresentou o menor valor de dureza, inclusive em relação ao substrato. Este tipo de resultado deve ser investigado de forma mais detalhada, pois pode indicar problemas durante a produção do composto filme – substrato. Para melhor compreensão deste possível efeito são apresentadas as curvas de carregamento e descarregamento em função da profundidade de cada amostra na Figura 32.



**Figura 32:** Apresenta as curvas de carga e descarga em função da profundidade a partir dos testes instrumentados de dureza.

Como pode ser observado na Figura 32 durante o ciclo de aplicação de carga as amostras Atq1\_50 e Atq1\_20 apresentaram um aumento abrupto da profundidade de penetração. Entretanto, este efeito, quando moderado, não deve interferir no valor de dureza, como ocorreu com a amostra Atq1\_20. No caso da amostra Atq1\_50 este efeito foi mais pronunciado o que dificultou o cálculo do valor médio de dureza. Este efeito mais abrupto pode ser observado no gráfico na Fig. 32 (Atq1\_50) no inserto. Estes efeitos descritos estão ligados a defeitos na microestrutura superficial no substrato após tempos relativamente grandes de ataques químicos. Estes defeitos nos substratos mais fragilizados fazem com que ocorra propagação de trincas que acabam sendo registradas durante os testes. É bom salientar que o filme necessariamente não é menos duro que o substrato, porém a combinação do substrato-filme foi prejudicial na avaliação dos testes dinâmicos de dureza devido à fragilidade da interface [6].

As amostras Atq2\_60 e Atq3\_10 e Ti\_120 apresentaram alta rigidez em relação às outras amostras (declividade da curva de descarregamento), além de não apresentarem descontinuidades durante o ciclo de aplicação de carga, bem como as amostras Atq1\_05 e Atq1\_10.

A Tabela 10 apresenta os valores de índice de plasticidade de todas as amostras demonstrando que o composto filme-substrato obteve uma resposta elástica maior que o substrato puro em todos os casos.

**Tabela 10: Apresenta os valores de índice de plasticidade de todas as amostras.**

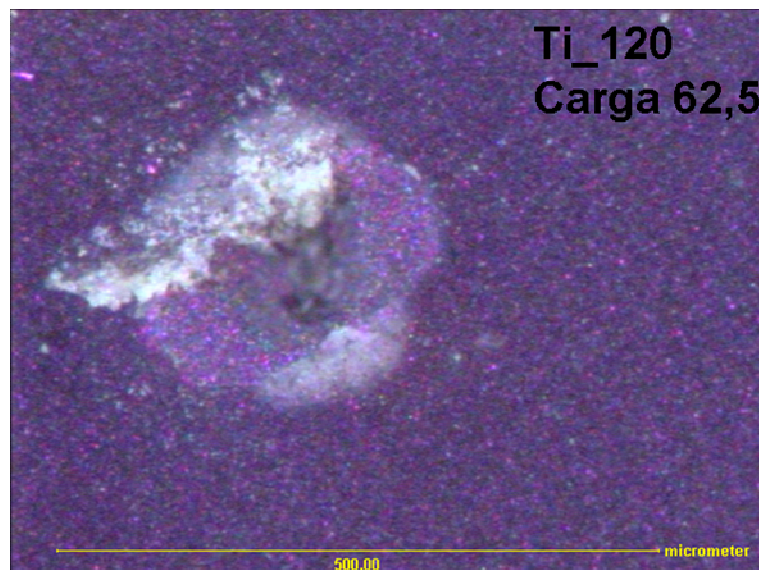
Amostras	$I_{pd}$ [%]	Desvio [±]
WC	71	1
Atq1_05	47	4
Atq1_10	51	3
Atq1_20	25	5
Atq1_50	28	9
Atq2_60	11	3
Atq3_10	34	2
Ti_120	32	3



A amostra Atq2\_60 apresentou o menor  $I_{pd}$  dentre todas as amostras, revelando um comportamento elástico superior às outras amostras. Este fato sugere que esta amostra apresente uma menor tendência a deformações permanentes.

### c) Ensaio de Delaminação

Para as análises qualitativas de adesão foram realizadas impressões de dureza Rockwell com cargas de 15,2 kgf e 62,5 kgf em todas as amostras. O diâmetro da região onde ocorreu o descolamento do filme foi medido após banho em ultrassom em água deionizada para aumentar a definição da região delaminada, como mostra a Figura 33. Para um filme bem aderido, o raio da região delaminada deve ser o menor possível.



**Figura 33:** Apresenta a impressão de indentação a partir de testes de dureza Rockwell para avaliação do diâmetro da cratera produzida.

A Tabela 11 apresenta os valores médios dos diâmetros produzidos pelas impressões de dureza em todas as amostras.

Os valores de diâmetro médio das amostras Atq1\_05, Atq10 e Atq1\_20 foram semelhantes entre si para as duas cargas utilizadas, correspondentes a menor região delaminada. A amostra Atq1\_50 apresentou um leve aumento no diâmetro final da cratera produzida, enquanto as amostras Atq2\_60, Atq3\_10 e Ti\_120 apresentaram valores de diâmetro médio da região delaminada superiores às demais amostras.

**Tabela 11: Apresenta os valores médios dos diâmetros das crateras de acordo com a carga aplicada.**

Amostras	Diâmetro médio		Diâmetro médio	
	[ $\mu\text{m}$ ] (Carga Utilizada de 15,2 kgf)	Erro [ $\pm$ ]	[ $\mu\text{m}$ ] (Carga Utilizada de 62,5 kgf)	Erro [ $\pm$ ]
Atq1_05	262	2	523	2
Atq1_10	270	2	524	1
Atq1_20	261	9	517	1
Atq1_50	294	5	533	2
Atq2_60	337	1	566	1
Atq3_10	401	4	587	1
Ti_120	418	4	603	1

#### e) Ensaios de Usinagem

A Tabela 12 apresenta os resultados dos ensaios de usinagem em relação ao desgaste  $V_b$ , ou seja, da superfície de incidência (flanco) da ferramenta. A incerteza do sistema de medição dos desgastes é de  $\pm 0,01\text{mm}$ . Todas as ferramentas foram ensaiadas nas mesmas condições. Algumas ferramentas utilizaram um tempo maior de ensaio devido ao pequeno desgaste sofrido. As imagens das ferramentas onde foram realizadas as análises estão no anexo 1 para melhor visualização.

**Tabela 12: Apresenta os valores de desgaste ( $V_b$ ) das ferramentas produzidas para os ensaios de usinagem.**

Amostras	Pontos de medição					
	0 min.	(1) 15 min. [mm]	(2) 60 min. [mm]	(3) 105 min. [mm]	(4) 150 min. [mm]	(5) 195 min. [mm]
WC_S/Atq	X	0,06	0,16	0,26	0,37	X
Atq1_05	X	0,08	0,22	0,29	0,37	X
Atq1_10	X	0,16	0,25	0,40	X	x
Atq1_20	X	0,12	0,14	0,22	0,25	X
Atq1_50	X	0,10	0,13	0,18	0,29	X
Atq2_60	X	0,11	0,12	0,13	0,14	0,14
Atq3_10	X	0,14	0,26	0,30	0,32	X
Ti_120	X	0,31	0,44	0,52	X	x

Conforme os resultados apresentados na Tabela 12 as amostras Atq1\_05, Atq1\_10 e Ti\_120 obtiveram os piores resultados, obtendo valores de desgaste maior que o substrato utilizado. As imagens dos ensaios (anexo 1) mostram que a amostra Atq1\_05 sofreu um elevado desgaste do filme, diferente da amostra Atq1\_10 onde a superfície de corte foi totalmente destruída. Na amostra Ti\_120 ocorreu a delaminação do filme, possivelmente devido ao maior número de interfaces da amostra.

As amostras Atq1\_20, Atq1\_50 e Atq3\_10 obtiveram resultados intermediários apresentando um menor desgaste em relação ao substrato utilizado. Como pode ser observado também no anexo 1, as faces de corte das amostras Atq1\_50 e Atq3\_10 foram bastantes danificadas. A amostra Atq1\_20 apresentou o menor desgaste.

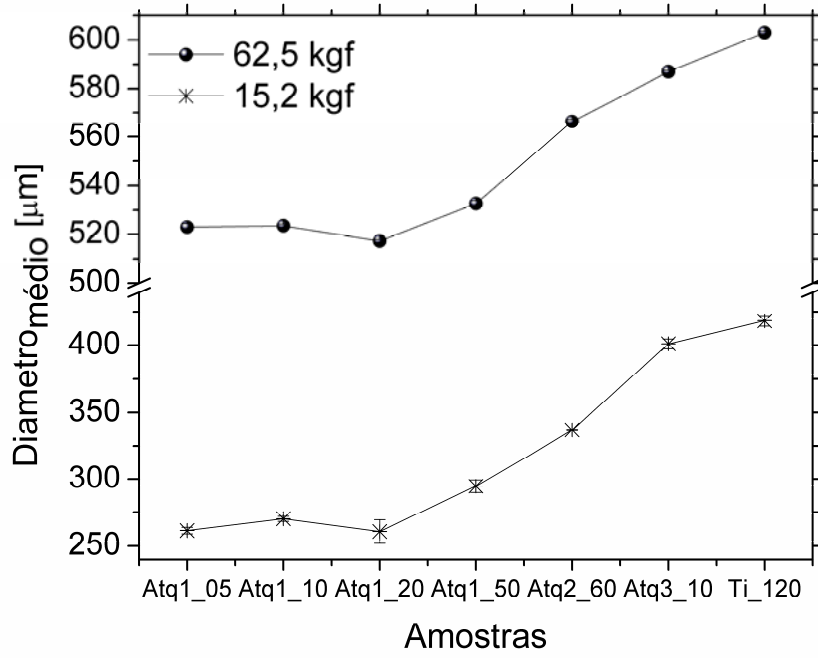
A amostra Atq2\_60 apresentou o menor desgaste dentre todas as amostras ensaiadas, mesmo com o tempo de usinagem maior. Apesar do desgaste medido no segundo ponto (15min) tenha sido igual às outras amostras, no restante das medições o valor de desgaste praticamente não se alterou mais. Todos estes efeitos apresentados nesta seção podem ser confirmados através de imagens de microscopia óptica no anexo 1.

### ***4.3 Discussão integrada dos resultados***

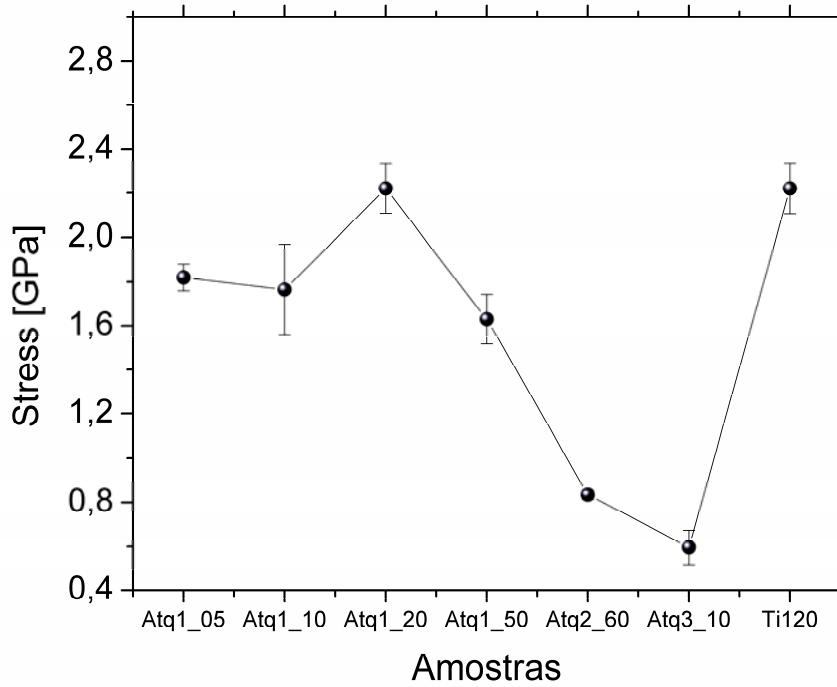
A Figura 34 apresenta os gráficos que serão discutidos de forma integrada para melhor compreensão dos resultados obtidos.

Analisando os gráficos de medidas de stress e dos ensaios de delaminação podemos verificar uma correlação inversa para as amostras que sofreram ataques químicos. As amostras atacadas quimicamente que obtiveram os maiores valores de stress (Atq1) apresentaram a menor região delaminada. Este mecanismo pode ter ocorrido devido à forte ligação entre substrato-filme, ocasionado um tensionamento na estrutura dos filmes. Nas amostras que apresentaram uma região de maior delaminação (Atq2\_10 e Atq3\_60), provavelmente os filmes estavam um pouco menos aderidos ao substrato, o que ocasiona um relaxamento maior da estrutura dos filmes. Entretanto, a amostra Ti\_120 obteve um comportamento inverso ao encontrado para o restante das amostras, ou seja, alto valor de stress e uma grande região delaminada, provavelmente devido ao efeito combinado das duas regiões de interface.

### Ensaio de Delaminação



### Stress - Raman



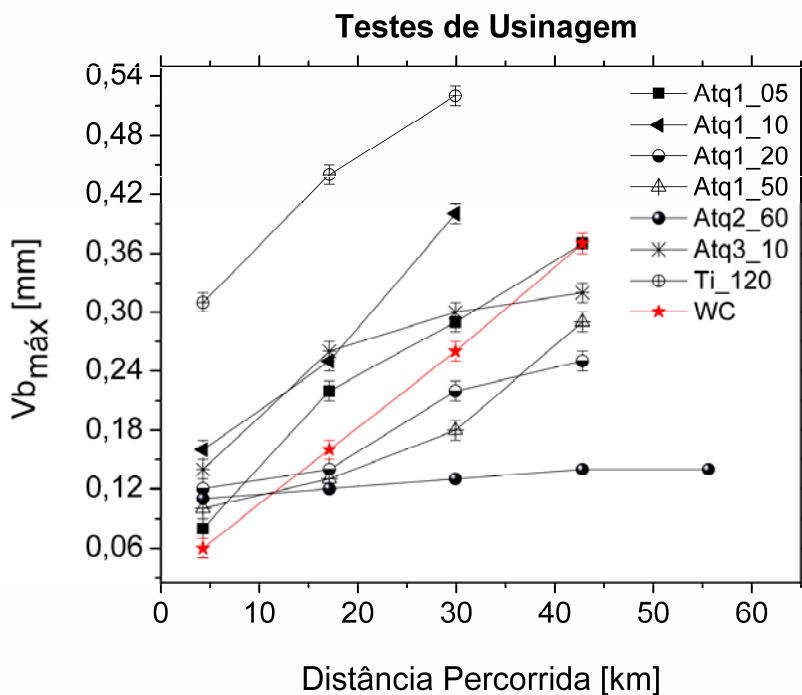
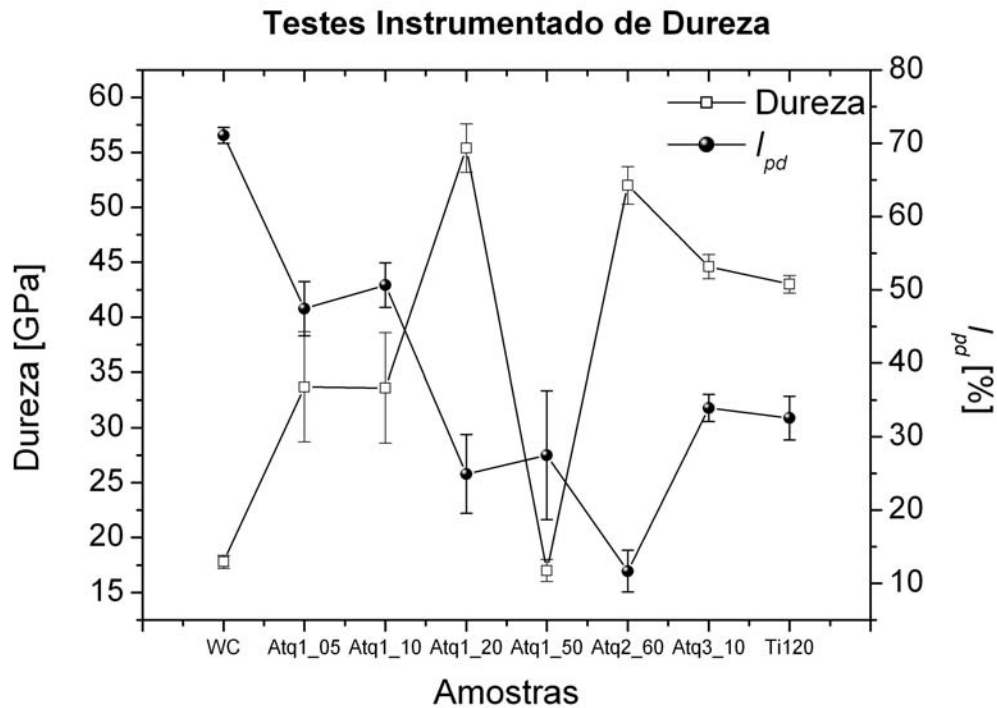


Figura 34: Apresenta o conjunto de análises realizadas nos filmes de diamantes CVD.

Na relação entre os testes instrumentados de dureza e os ensaios de usinagem as amostras Atq1\_50 e Ti\_120 apresentaram comportamentos diferenciados em relação às outras amostras. Apesar de obter o menor valor de dureza a amostra Atq1\_50 apresentou uma

melhora significativa, em relação ao substrato, na resistência ao desgaste. Isto pode ter ocorrido por esta amostra apresentar uma boa resposta elástica com um  $I_{pd}$  de aproximadamente 30 %. Isto indica que, apesar do composto filme-substrato ter obtido um baixo valor de dureza, no processo de usinagem este mecanismo não influenciou de modo significativo, sugerindo que o fator de maior influência pode ter sido o índice de plasticidade do composto filme-substrato. A amostra Ti\_120 também apresentou uma relação diferenciada, obtendo um valor de dureza e de  $I_{pd}$  intermediário e um elevado desgaste da ferramenta. Neste caso a geração deste efeito pode estar ligado à influência do número de interfaces da amostra ocasionando uma interferência destrutiva ou construtiva nos resultados dependendo do tipo de ensaio.

Para o restante das amostras a relação entre os testes instrumentados de dureza e os ensaios de usinagem ocorreu como era esperado nestes casos, ou seja, baixos valores de dureza e alto índice de plasticidade resultaram em um alto valor de desgaste. As amostras Atq1\_05 e Atq1\_10 que apresentaram os menores valores de dureza e os maiores  $I_{pd}$  obtiveram um desgaste significativamente maior em relação as amostras Atq1\_20, Atq3\_10 e Atq2\_60. As amostras Atq1\_20 e Atq3\_10 que apresentaram elevados valores de dureza e obtiveram um índice de plasticidade da ordem de 30% apresentaram uma diminuição significativa no desgaste da ferramenta em relação ao substrato. Entretanto, a amostra Atq2\_60 que também apresentou um elevado valor de dureza, porém o menor índice de plasticidade dentre todas as amostras, foi a que obteve o menor valor de desgaste durante os ensaios de usinagem. A combinação de elevada dureza e baixo grau de deformação plástica parece ser a ideal para ferramentas para usinagem de madeira.

## 5 CONCLUSÕES

Neste trabalho foram investigadas diferentes alternativas para produção de ferramentas diamantadas com o objetivo de determinar o melhor conjunto de parâmetros de produção de ferramentas de corte para usinagem de madeira.

Todos os tratamentos químicos realizados obtiveram sucesso na remoção do cobalto das camadas superficiais do substrato de metal duro, segundo as análises de EDS e DRX. A profundidade da região afetada pelo ataque químico não apresentou uma relação linear com o tempo exposição das amostras. Os diferentes tratamentos realizados influenciaram na microestrutura do substrato como foi verificado por análises de topografia realizada por MEV e análises de difração de raios x. As amostras tratadas com solução de Murakami apresentaram topografia diferenciada das demais.

Em todos os casos investigados foi possível depositar filmes de diamante, segundo as medidas de DRX e Raman.

As medidas de stress e os ensaios de delaminação apresentaram uma relação inversamente proporcional para as amostras que sofreram tratamentos químicos, sugerindo que o tensionamento da rede seja gerado pela forte ligação entre substrato e filme. A amostra onde foi realizado um tratamento superficial de deposição de intercamadas obteve uma relação direta entre adesão e stress o que pode estar ligado ao maior número de interface gerado nesta amostras.

Os testes instrumentados de dureza possibilitaram a verificação de propagação de trincas nas amostras Atq1\_20 e Atq1\_50 que obtiveram as maiores profundidades afetadas pelo ataque químico. Este efeito sugere que o aumento abrupto de profundidade durante as medidas é influenciado diretamente pela fragilidade do substrato.

Os ensaios de usinagem mostraram que as ferramentas Atq1\_20, Atq1\_50, Atq2\_60 e Atq3\_10 obtiveram bons resultados em relação ao substrato. Os resultados dos ensaios de usinagem em conjunto com os testes instrumentados de dureza indicam que há uma forte dependência entre os desgastes apresentados pelas ferramentas com o índice de plasticidade, sendo este efeito evidenciado nas amostras Atq1\_50 e Atq2\_60.

A amostra que apresentou o melhor resultado nos testes de usinagem foi a amostra Atq2\_60. A amostra apresentou uma taxa de desgaste 70 % menor que o substrato puro. Portanto, a partir de todos os resultados obtidos, no contexto deste trabalho, este tratamento superficial realizado é o mais indicado para a produção de ferramentas diamantadas para usinagem de madeira. A ferramenta produzida a partir dele apresentou elevada dureza e baixo grau de deformação plástica.



## ANEXO 1 – Resultados dos Ensaio de Usinagem

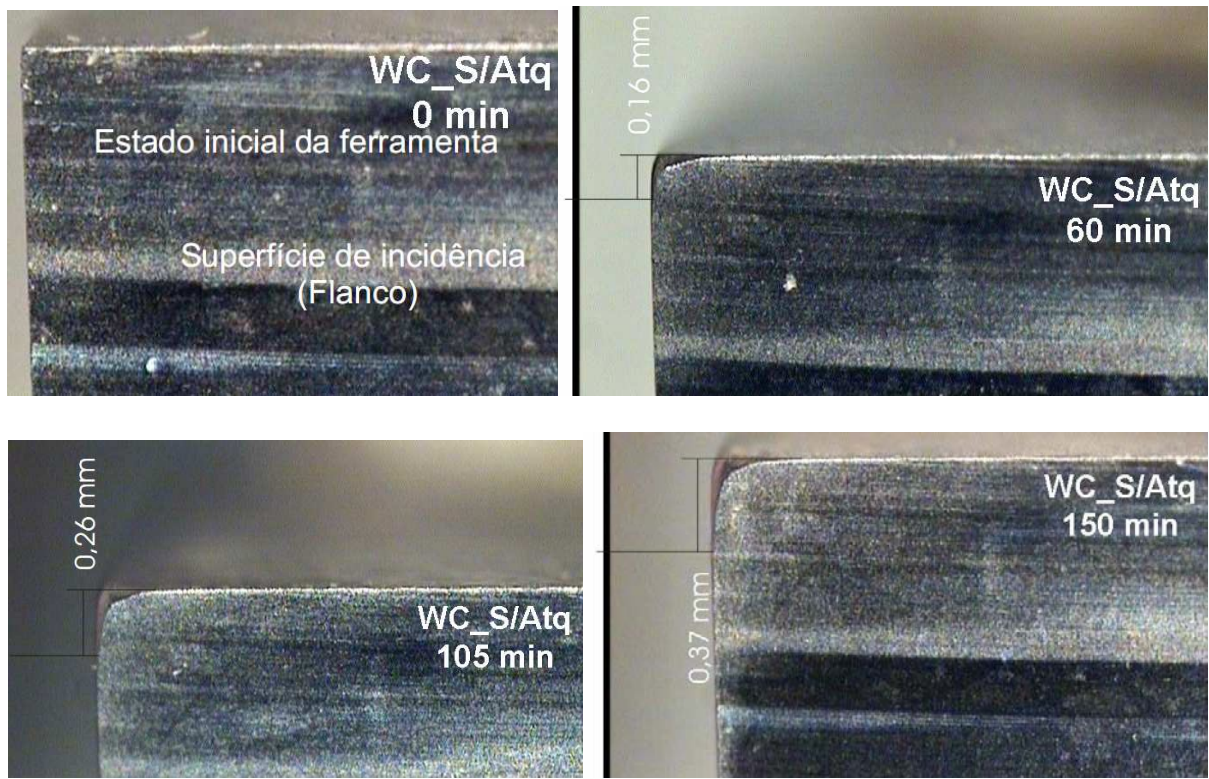


Figura 35: Apresenta as imagens da amostra WC\_S/Atq após os ensaios de usinagem.

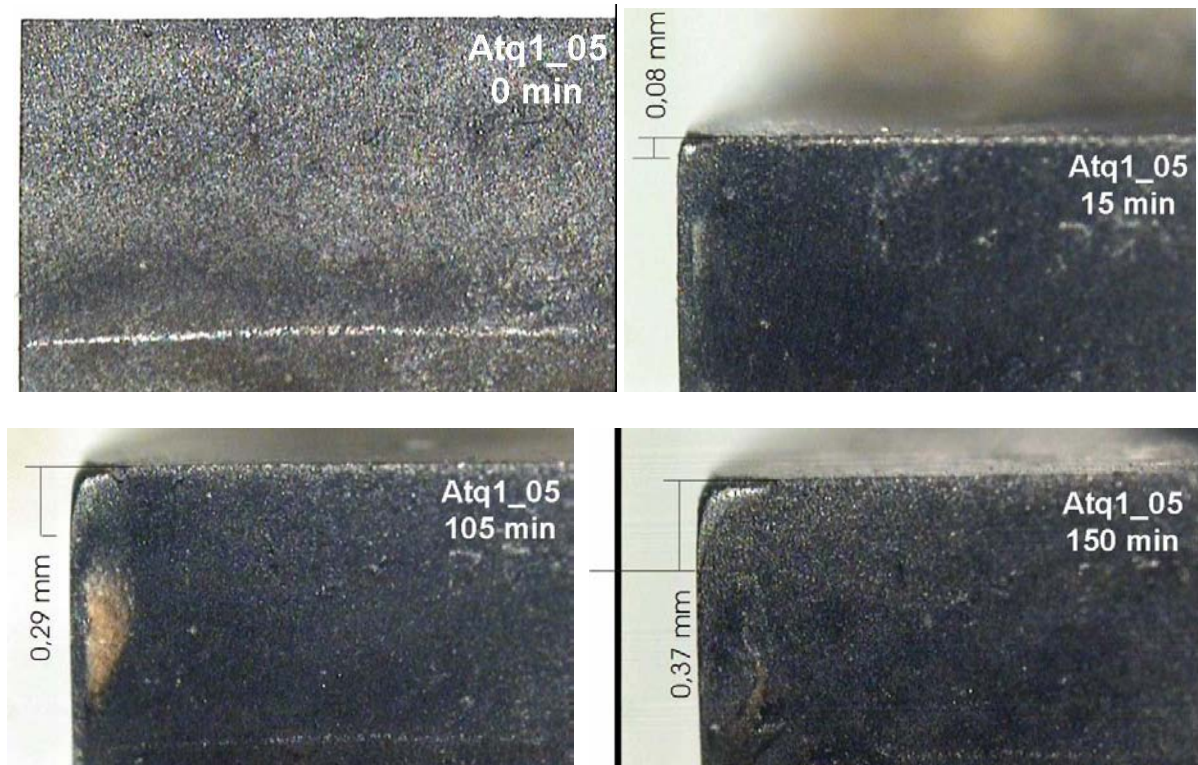
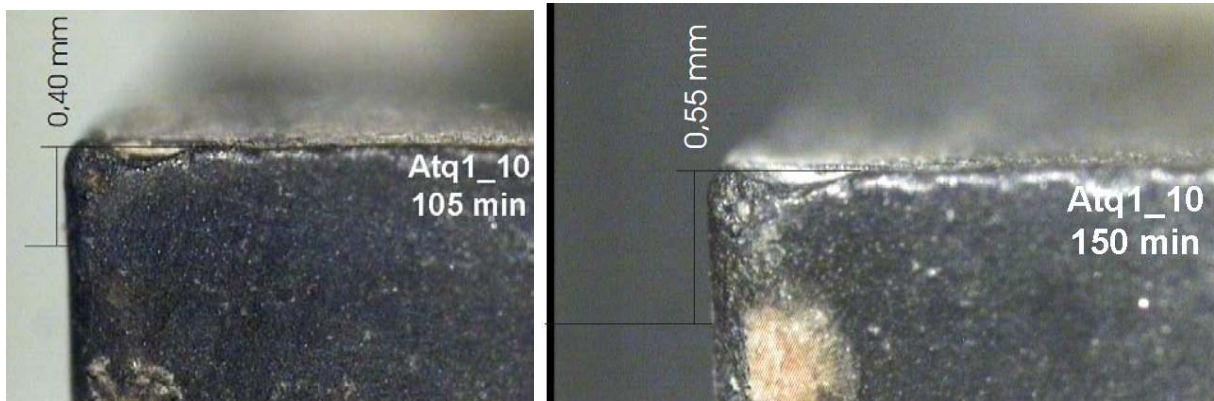
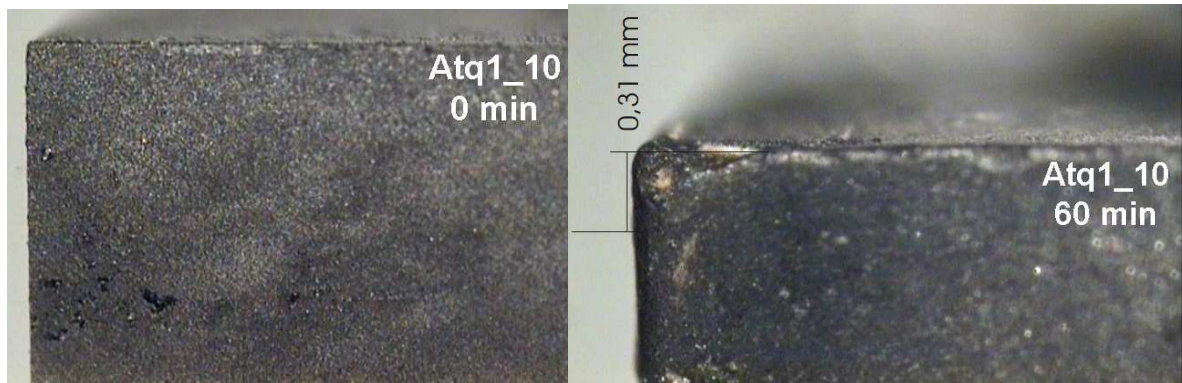
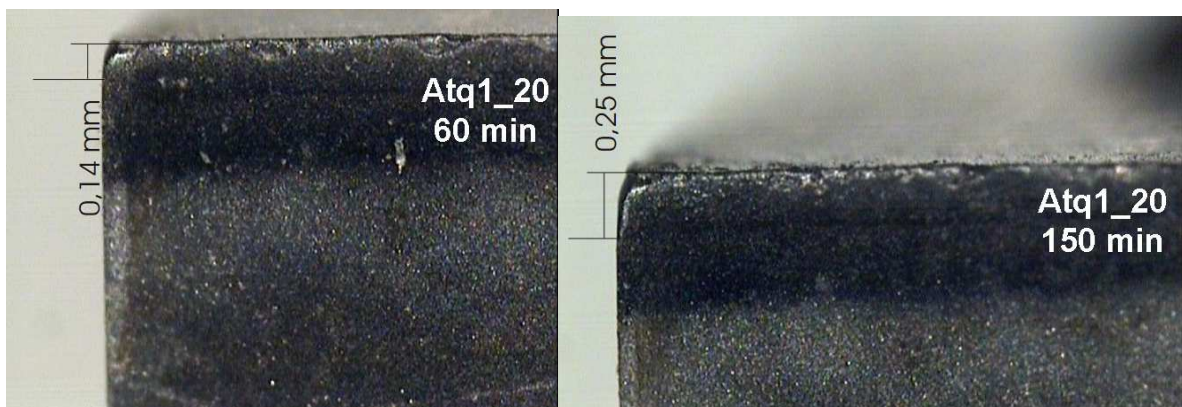
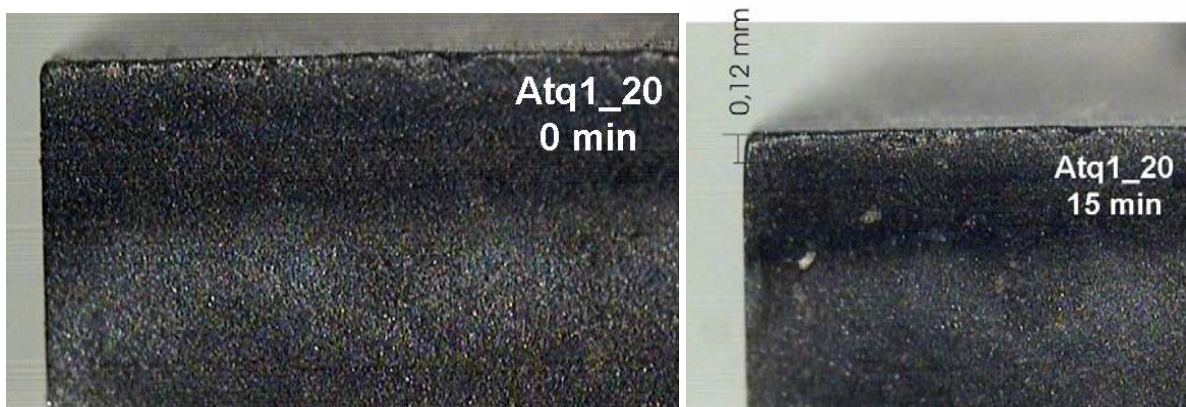


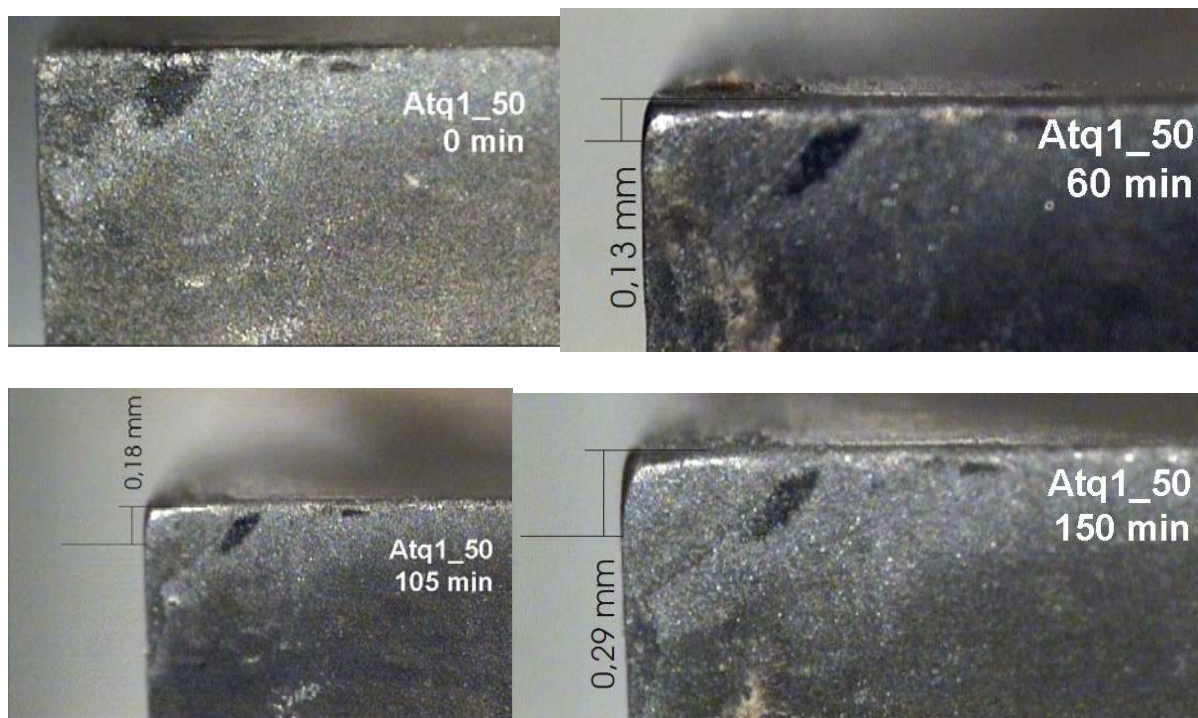
Figura 36: Apresenta as imagens da amostra Atq1\_05 após os ensaios de usinagem.



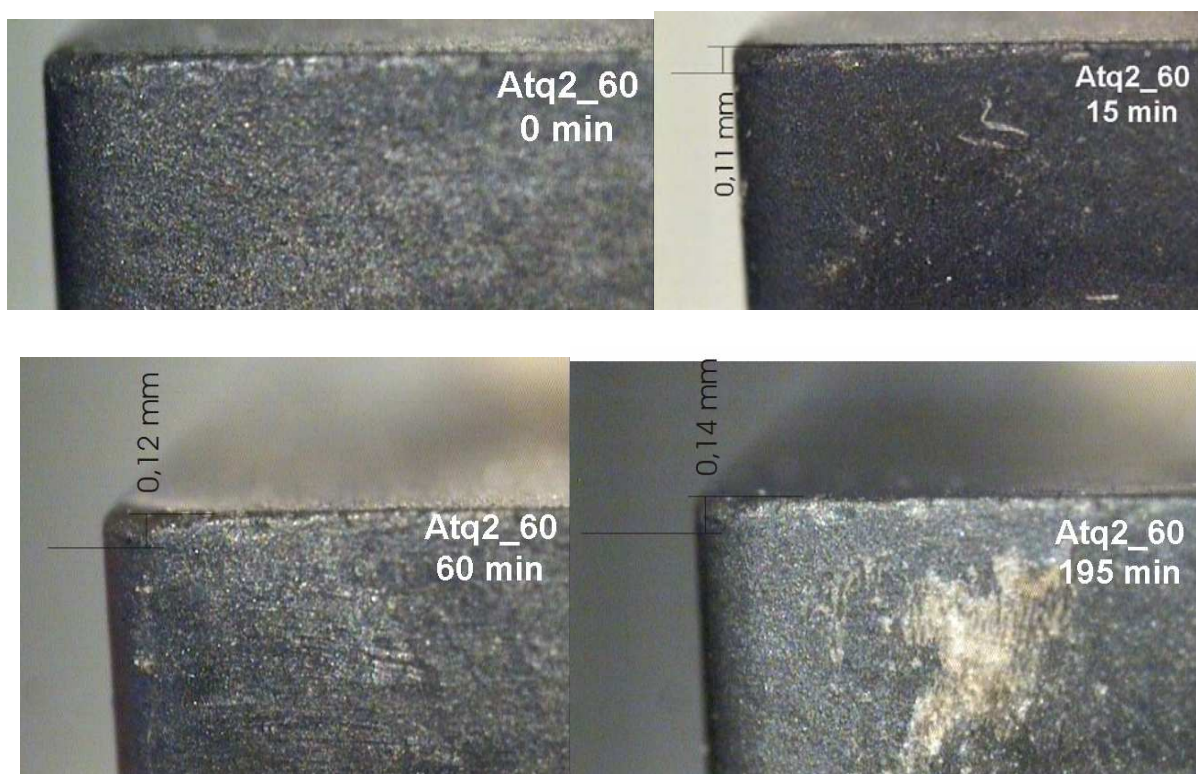
**Figura 37:** Apresenta as imagens da amostra Atq1\_10 após os ensaios de usinagem.



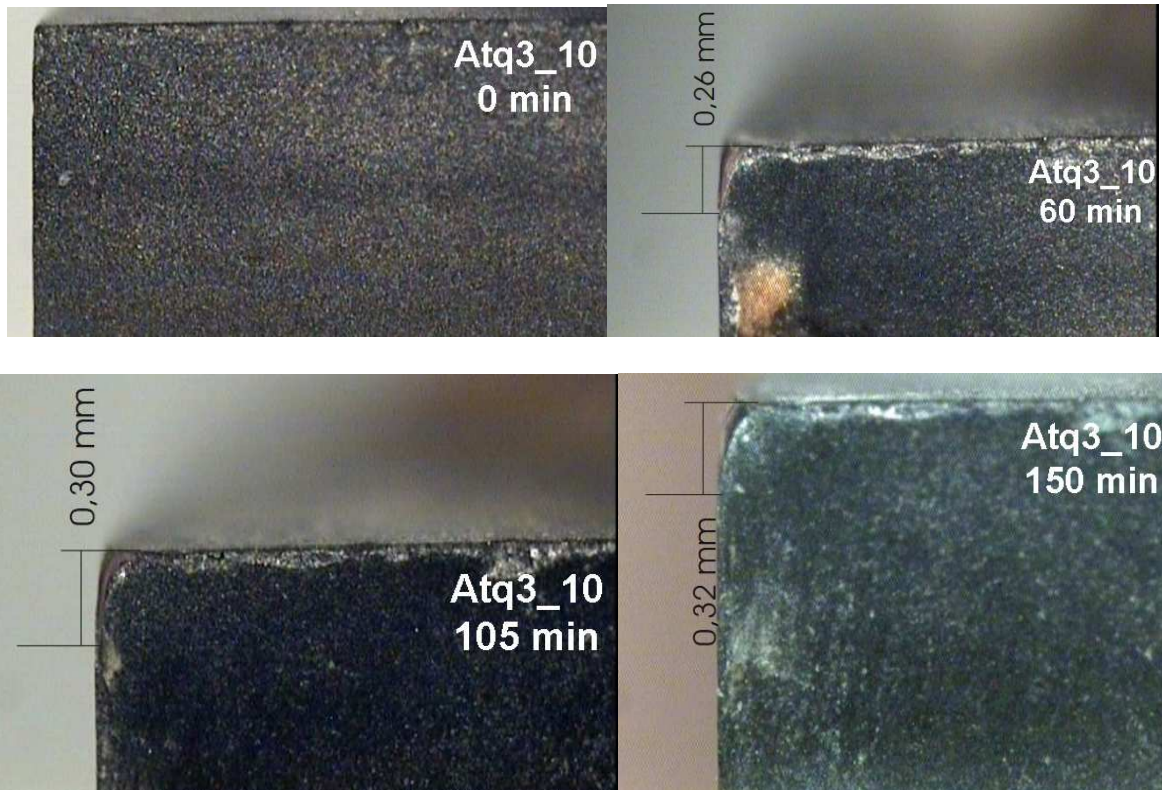
**Figura 38:** Apresenta as imagens da amostra Atq1\_20 após os ensaios de usinagem.



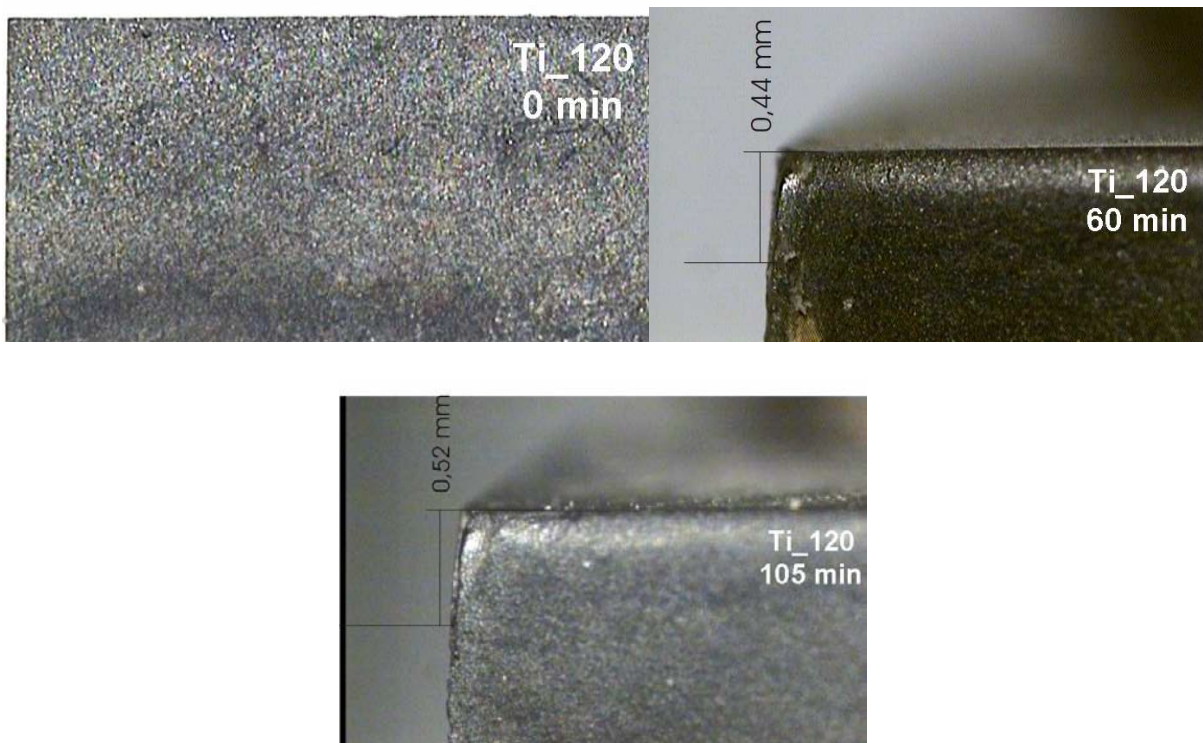
**Figura 39:** Apresenta as imagens da amostra Atq1\_50 após os ensaios de usinagem.



**Figura 40:** Apresenta as imagens da amostra Atq2\_60 após os ensaios de usinagem.



**Figura 41:** Apresenta as imagens da amostra Atq3\_10 após os ensaios de usinagem.



**Figura 42:** Apresenta as imagens da amostra Ti\_120 após os ensaios de usinagem.

## 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Néri, A. C.; Gonçalves, R.; Hernandez, R. E.; *Rev. Bras. de Eng. Agrícola e Ambiental*, **1999**, 3, 239.
2. Filho, F. C. L.; Análise da usinagem da madeira visando a melhoria de processos em indústrias de móveis, Tese de Doutorado, UFSC, 2004.
3. Sindicato das Indústrias Mobiliário da Região das Hortênsias; Perfil da Indústria Moveleira do Rio Grande do Sul, 2007.
4. Hillig, E.; Viabilidade técnica de produção de compósitos de polietileno (HDPE) reforçados com resíduos de madeira e derivados da indústria moveleira, Tese de Doutorado, UFPR, 2006.
5. César, S. F.; Chapas de madeira para vedação vertical de edificações produzidas industrialmente, Tese de Doutorado, UFSC, 2002.
6. Camerini, R. V.; Ferreira, J. Z.; Pereira, A. S.; Balzaretto, N. M.; Fernandes, J. A.; Souza, R. B.; Blando, E.; Hubler, R.; *Surface and Coatings Technology*, **2009**, 203, 3344.
7. Santos, S. I.; Balzaretto, N. M.; Jornada, J. A. H.; *Diamond and Related Materials*, **2006**, 15, 1457.
8. Casanova, C. A. M.; Balzaretto, N. M.; Voronin, G.; Jornada, J. A. H.; *Diamond and Related Materials*, **1999**, 8, 1451.
9. Silva, S.; Recobrimento de ferramentas de corte com filmes de diamante, Dissertação de Mestrado, USP, 1997.
10. Santos, S. I.; Adesão de filme auto-sustentado de diamante CVD em metal duro, Tese de Doutorado, UFRGS, 2004.
11. Camerini, R. V.; Efeitos do processamento em altas pressões e altas temperaturas na aderência de filmes de diamante CVD depositados sobre metal duro, Dissertação de Mestrado, UFRGS, 2008.
12. Ferraresi, D.; Fundamentos da usinagem de metais, Edgard Blucher LTDA: São Paulo, 1995, 277.

13. Nouveau, C.; Jorand, E.; Decès-Petit, C; Labidi, C; Djouadi, M.-A.; *Wear*, **2005**, 258, 157.
14. Miklaszewski, S.; Zurek, M.; Beer, P.; Sokolowska, A.; *Diamond and Related Materials*, **2000**, 9, 1125.
15. Benlatreche, Y.; Nouveau, C.; Marchal, R.; Ferreira Martins, J.-P.; Aknouche, H; *Wear*, **2009**, 267, 1056.
16. Faga, M. G.; Settineri, L.; *Surface and Coatings Technology*, **2006**, 201, 3002.
17. Philbin, P.; Gordon, S.; *Journal of Materials Processing Technology*, **2005**, 162-163, 665.
18. Sheikh-Ahmad, J. Y.; Stewart, J. S.; Feld, H.; *Wear*, **2003**, 255, 1433.
19. Raghuveer, M. S.; Yoganand, S. N.; Jagannadham, K.; Lemaster, R. L.; Bailey, J.; *Wear*, **2002**, 253, 1194.
20. Callister, W. D.; *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A.: Rio de Janeiro, 2002, 265.
21. Buijnsters, J.G.; Shankar, P.; Enckevort, W.J.P.; Shermer, J.J.; Meulen, J.J.; *Thin Solid Films*, **2005**, 174, 186.
22. Cabral, G.; Gabler, J.; Lindner, J.; Grácio, J.; Polini, R.; *Diamond and Related Materials*, **2008**, 17, 1008.
23. Polini, R.; Mantini, F. P.; Barletta, M.; Valle, R.; Casadei, F.; *Diamond and Related Materials*, **2006**, 15, 1284.
24. Buck, V.; Deuerler, F.; *Diamond and Related Materials*, **1998**, 7, 1544.
25. Polini, R.; Barletta, M.; *Diamond and Related Materials*, **2008**, 17, 325.
26. Endler, I.; Bartsch, K.; Leonhardt, A.; Scheibe, H. -J.; Ziegele, H.; Fuchs, I.; Raatz, Ch.; *Diamond and Related Materials*, **1999**, 8, 834.
27. Deuerler, F.; Berg, D. V. H.; Tabersky, R.; Freundlieb, A.; Pies, M; Buck, V.; *Diamond and Related Materials*, **1996**, 5, 1478.
28. Associação Brasileira das Indústrias do Mobiliário; <http://www.abimovel.org.br/> acessado em 15/07/09.
29. Associação das Indústrias de Móveis do Estado do Rio Grande do Sul; <http://www.movergs.com.br/>, acessado em 15/07/09.
30. Buainain, A. M.; Batalha, M. O.; *Cadeia Produtiva da Madeira vol. 6*, Gráfica e Editora Qualidade: 2007, Brasília, 1.
31. <http://www.global21.com.br/>, acessado em 15/07/09.

32. Sindicato da Indústria do Mobiliário e Marcenaria do Estado do Paraná, <http://www.fiepr.org.br/sindicatos/simov/News3294content67485.shtml>, acessado em 15/07/09.
33. <http://www.madezapi.com/>, acessado em 17/06/09.
34. Fritzen, C. L.; Estudo da nucleação do diamante obtido por deposição química a vapor, Tese de Doutorado, UFRGS, 1996.
35. Lucchese, M. M.; Nucleação e crescimento de filmes de diamante em substratos de zircônia parcialmente estabilizada, Tese de Doutorado, UFRGS, 2006.
36. Susuki, K.; Sawabe, A.; Yasuda, H.; Inuzuka, T.; *Appl. Phys. Lett.*, **1987**, 50, 728.
37. Nakao, S.; Muruno, S.; Noda, M.; Kusakabe, H.; Shimizu, H.; *Journal Crystal Growth*, **1990**, 99, 1215.
38. Rudder, R. A.; Hudson, G. C.; Hendry, R. C.; Thomas, R. E.; Posthill, J. B.; Markunas, R. J.; *Surface and Coatings Technology*, **1992**, 55, 397.
39. Ihara, M.; Maeno, H.; Myamoto, K.; Komiyama, H.; *Appl. Phys. Lett.*, **1991**, 59, 1473.
40. Zhu, W.; Sivazlian, F. R.; Stoner, B. R.; Glass, J. T.; *Journal Material Reserch*, **1995**, 10, 425.
41. Hirose, Y.; Amanuma, S.; Komaki, K.; *Journal Appl. Phys.*, **1990**, 68, 6401.
42. Bang, K.; Ghajar, A. J.; Komanduri, R.; *Thin Solid Films*, **1994**, 238, 172.
43. Brandão, L. E. V. S.; Incorporação de boro no diamante CVD pelo substrato, Trabalho de Conclusão de Curso, UFRGS, 2007.
44. Olson, J. M.; Windischmann, H.; *Diamond Films and Technology*, **1998**, 2, 105.
45. Trava-Ariold, V. J.; Capote, G.; Bonetti, L. F.; Fernandes, J.; Blando, E.; Hubler, R.; Radi, P. A.; Santos, L. V.; Corat, E. J.; *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, **2009**, 9, 3891.
46. Braga, N. A.; Filmes de diamante-CVD sobre substrato de titânio puro poroso: uma proposta para aplicação como eletrodo, Tese de Doutorado, INPE, 2008.
47. Yuhara, D. A.; Aplicação de revestimentos PVD em ferramentas de corte, *Brasimet Com. Ind. S. A.*, São Paulo, 2000.
48. König, W.; *Fertigungsverfahren: Drehen, Fräsen, Bohren*, 3° Ed. VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf, 1990, 651.
49. Schroeter, R. B.; Teixeira, C. R.; Anais do 1° Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, **2000**, Natal - RN.

50. Fernandes, J. A.; Kreling, A. K.; Blando, E.; Hubler, R.; *Rev. Brasileira de Aplicações de Vácuo*, **2008**, 27, 113.

51. Jacobsen, S. D.; Propriedades tribocorrosivas de multicamadas Ti/TiN: dependência do comprimento de modulação e proporção da camada cerâmica, Dissertação de Mestrado, PUCRS, 2007.

52. Tentardini, E. K.; Construção de um equipamento de deposição tipo *magnetron sputtering* e sua caracterização através de filmes finos de metais e compósitos, Dissertação de Mestrado, PUCRS, 2000.

53. Grimsditch, M.H.; Anastassakis, E.; Cardona, M.; *Phys. Rev. B*; **1978**, 18, 901.

54. ISO 14577; Metallic Materials, Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters; Part 1: Test Method, 2002.