



FCTUC FACULDADE DE CIÊNCIAS
E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE COIMBRA

DEPARTAMENTO DE
ENGENHARIA MECÂNICA

Avaliação do comportamento em serviço de ferramentas de corte WC – Co em função das condições de jateamento

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia
Mecânica na Especialidade de Produção e Projeto

Evaluation of the in - service behavior of WC - Co cutting tools as a function of the wet blasting conditions

Autor

Filipe Miguel Martins Miguens Amaro

Orientadores

Professora Doutora Maria Teresa Freire Vieira

Engenheiro Daniel Figueiredo

Júri

Presidente **Professora Doutora Marta Cristina Cardoso Oliveira**
Professora Auxiliar da Universidade de Coimbra

Vogais **Doutora Ana Sofia Figueira Ramos**
Investigador Auxiliar da Universidade de Coimbra

Orientador **Professora Doutora Maria Teresa Freire Vieira**
Professora Catedrática da Universidade de Coimbra

Coimbra, julho, 2017

I find that the harder I work, the more luck I seem to have.

Thomas Jefferson

À minha família.

Agradecimentos

O trabalho que aqui se apresenta só foi possível graças à colaboração e apoio de algumas pessoas, às quais não posso deixar de prestar o meu reconhecimento.

Em primeiro lugar, à Professora Doutora Teresa Vieira por me ter proporcionado esta oportunidade única de aprendizagem, pelo seu elevado conhecimento científico, e sobretudo um enorme obrigado por todo o seu apoio e dedicação ímpares.

Em segundo lugar, ao Engenheiro Daniel Figueiredo por me ter integrado de forma fantástica na Palbit desde o primeiro momento. Por todos os inúmeros momentos de aprendizagem tanto no âmbito desta dissertação como fora dela, e sobretudo por ter estado sempre disponível para esclarecer dúvidas, corrigir e incentivar.

Na sua pessoa, extendo o meu agradecimento sentido a todos e todas com quem tive imenso prazer de conviver na Palbit, por toda a simpatia e prontidão a ajudar, que para comigo sempre demonstraram.

Ao Professor Doutor Valdemar e Doutora Nataliya, pela ajuda essencial na simulação numérica, por toda a paciência e disponibilidade, sem nenhum ganho próprio em vista.

Ao Doutor João Carlos e Doutor Manuel Evaristo pelos ensinamentos fundamentais nas técnicas de caracterização e pela disponibilidade constante para esclarecer dúvidas sobre os equipamentos e métodos utilizados.

Aos meus colegas de laboratório, pelo apoio e companheirismo em todas as horas, onde a boa disposição estava em permanência, e aqui em particular nas viagens de carro, onde a mesma era fundamental.

Aos meus amigos por este período de vivências extraordinárias e experiências memoráveis em Coimbra, que decerto levarei para a vida.

À minha família por todo o apoio incansável nesta jornada e por toda a confiança depositada.

Resumo

Este estudo enquadra-se no âmbito da inovação e melhoria contínua de uma área empresarial muito concreta, a indústria das ferramentas de corte. O foco central é o desenvolvimento e percepção da relação entre o estado de tensões introduzido numa ferramenta de corte e a melhoria, ou não, das suas propriedades mecânicas e tribológicas com o mesmo.

As pastilhas de corte estudadas são constituídas por carboneto de tungsténio (WC) com cobalto (Co), ou seja, trata-se de um material cerâmico com uma percentagem ainda significativa de ligante metálico. Esta particularidade leva a que não seja completamente linear a máxima de que a presença de tensões residuais de compressão controla e reduz a propagação de fendas por fadiga, uma vez que as falhas podem ocorrer pelo colapso de micro fissuras na superfície.

Neste estudo o processo de eleição adotado para a introdução de tensões na superfície da pastilha de corte, dentro da gama de tratamentos superficiais, foi o jateamento em meio húmido. Foram ensaiadas várias condições distintas de jateamento numa pastilha de corte com geometria simples.

Estes corpos de prova foram avaliados por diversas técnicas de caracterização, sendo as mais relevantes a determinação da dureza por ensaios de indentação, e a determinação das tensões residuais por difração de Raios X.

Os resultados do desempenho da pastilha de corte quando aplicada em torneamento, e da adesão do revestimento da pastilha de corte previamente sujeita a jateamento, são bastante animadores e comprovam os benefícios subjacentes à presença de tensões residuais de compressão numa ferramenta de corte.

Palavras-chave: Carboneto de tungsténio, Pastilhas de Corte, Tensões residuais de compressão, Dureza, Jateamento em meio húmido, Tratamentos Superficiais, Desgaste.

Abstract

This study fits within the scope of innovation and continuous improvement of a very concrete business area, the cutting tools industry. The central focus is the development and perception of the relationship between the state of stress introduced in a cutting tool and the improvement (or not) of its mechanical and tribological properties therewith.

The studied cutting pellets consist of tungsten carbide with cobalt, that is, it is a ceramic material with a still significant percentage of metal binder. This particularity leads to the fact that the presence of compressive residual stresses is not completely linear that it reduces the propagation of cracks through fatigue, since the faults can occur due to the collapse of micro cracks in the surface.

In this study the chosen process for the introduction of stresses on the surface of the cutting insert within the range of surface treatments was wet blasting. Several different blasting conditions were tested on a single geometry cutting insert. These specimens were evaluated by several characterization techniques, the most relevant being the determination of hardness by indentation tests and determination of residual stresses by X-ray diffraction.

The results of the performance of the cutting insert when applied in turning and the adhesion of the coating of the cutting insert previously subjected to blasting are quite encouraging and prove the benefits underlying the presence of residual compression stresses in a cutting tool.

Keywords Tungsten Carbide, Cutting tool, Residual Stress, Hardness, Wear, Wet Blasting, Surface Treatments.

Índice

Índice de Figuras.....	ix
Índice de Tabelas	xiii
Simbologia e Siglas	xv
Introdução.....	1
1. Revisão Bibliográfica.....	3
1.1. Processos de acabamento da pastilha de corte	6
1.1.1. Retificação (Grinding)	7
1.1.2. Preparação da aresta de corte e pré-tratamento - Jateamento.....	8
1.1.3. Revestimentos.....	14
2. Métodos e processos.....	19
2.1. Materiais.....	19
2.2. Operações de acabamento	20
2.2.1. Desbaste (grinding) e Polimento (polishing) - Procedimento.....	20
2.2.2. Jateamento.....	22
2.2.3. Matriz de Ensaios	24
2.3 Caracterização física dos corpos de prova.....	26
2.3.1 Microscopia ótica	26
2.3.2 Microscopia electrónica de varrimento (SEM)	26
2.3.3 Avaliação da rugosidade	27
2.3.4 Ensaios de Dureza	27
2.4 Medição de Tensões Residuais.....	29
2.4.1 Método de Difração de Raios-X (DRX).....	29
2.4.2 Medição das tensões residuais pela via numérica	34
2.5 Adesão do Revestimento.....	35
2.5.1 Indentação deslizante.....	35
2.5.2 Ensaios de Desempenho.....	37
3. Resultados e discussão	39
3.1. Composição química.....	39
3.1.1. Antes Jateamento	39
3.1.2. Após Jateamento.....	43
3.2. Tensões residuais avaliadas por recurso a DRX.....	45
3.2.1. Variação do teor de Co	45
3.2.2. Variação da Velocidade linear da mesa	46
3.2.3. Variação do tamanho de partícula de alumina	47
3.3. Avaliação da Rugosidade	48
3.4. Avaliação da Dureza	49
3.4.1. Ultramicrodureza	49
3.4.2. Nanodureza.....	52
3.4.3. Relação Dureza e Tensões residuais de compressão	53

3.5. Avaliação das tensões residuais por simulação numérica	55
3.6. Adesão do Revestimento	57
3.6.1. Indentação deslizante	57
3.6.2. Ensaios de Desempenho.....	59
Conclusões.....	61
Trabalhos Futuros	62
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	64

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Produção estimada de WC-Co na Europa, entre 2008 – 2015 (adapt. de Kennametal/HC Starck)	3
Figura 1.2. Gama de aplicações do WC-Co, com a variação da %Co e do tamanho de partícula de WC (adapt. de www.allaboutcementedcarbide.com)	4
Figura 1.3. Etapas para o processamento de pastilhas de corte e os seus custos relativos (adapt. de Friemuth, 2002)	5
Figura 1.4. Variação da nanodureza com a distância à superfície (adapt. Tang <i>et al</i> , 2016)	6
Figura 1.5. Esquema de retificação plana (adapt. de Faria, 2007)	7
Figura 1.6. Processos de acabamento com fontes de energia a) mecânica b) térmica c) química (adapt. de Rodriguez, 2009)	8
Figura 1.7. Ilustração esquemática de jateamento com a inclusão de água, (adapt. de Beier 1999)	9
Figura 1.8. Efeito da qualidade da partícula na profundidade de penetração, e na rugosidade (adapt. de Bouzakis, 2011)	11
Figura 1.9. Efeito do jateamento, e do jateamento com polimento, na superfície do WC-Co (adapt. de Bouzakis, 2005)	12
Figura 1.10. Zonas diferentes que ilustram as propriedades importantes do conjunto substrato/revestimento (adapt. de Fallqvist, 2012)	15
Figura 1.11. Esquema de princípio do processo CVD	16
Figura 2.1 Geometria otimizada do Corpo Prova	19
Figura 2.2 Instruções do demo kit de polimento	21
Figura 2.3 Microscopia ótica antes (a) e após (b) polimento (ampliação 50 x)	21
Figura 2.4 Equipamento de jateamento	22
Figura 2.5 Câmara central	22
Figura 2.6 Ilustração da mesa giratória carregada com pastilhas	22

Figura 2.7. Distribuição granulométrica do pó de alumina (a) designação comercial de Mesh 150 (d50 = 121 μm); (b) designação comercial de Mesh 320 (d50 = 37 μm) e (c) designação comercial de Mesh 400 (d50 = 22 μm)	24
Figura 2.8 Estrutura característica do corpo de prova, sem jateamento (SEM)	26
Figura 2.9 Rugosímetro	27
Figura 2.10 Equipamento de ultramicrodureza	28
Figura 2.11 Alteração da distância interplanar para diferentes ângulos de incidência de raios X	30
Figura 2.12 Difratómetro de raios X	31
Figura 2.13 Difratograma	32
Figura 2.14 Picos do WC antes (a) e depois do jateamento (b)	32
Figura 2.15 Distância interplanar função de $\sin^2\psi$ para corpo de prova não jateado (1) a) e jateado (4) b)	33
Figura 2.16 Esquema de indentação deslizante (adapt. www.pvd-coatings.co.uk)	36
Figura 2.17 Equipamento de indentação deslizante	36
Figura 2.18. Pastilha Ensaída	37
Figura 2.19 Montagem para os ensaios de corte	38
Figura 3.1 Microestrutura de uma secção transversal de uma pastilha (micografia ótica, 100x)	39
Figura 3.2 Morfologia da secção transversal da pastilha não jateada (SEM)	40
Figura 3.3 Distribuição dos elementos químicos ao longo da secção transversal (EDM)	41
Figura 3.4 Morfologia do corpo de prova jateado	43
Figura 3.5 Rugosidade dos corpos de prova (6,2% Co), em função do tamanho de partícula	48
Figura 3.6 Influência do cobalto na Dureza e Módulo de Young (6,2 % Co)	50
Figura 3.7 Dureza e Módulo de Young do corpo de prova (8 % Co)	51
Figura 3.8 Imagem de nanoindentações da secção transversal	52
Figura 3.9 Variação da dureza num corpo de prova com e sem jateamento (6,2% Co; 20 mm/s e 121 μm)	53
Figura 3.10 Relação entre a dureza e as tensões residuais	54
Figura 3.11 Sobreposição das curvas P-h, numérica e experimental, sem tensões residuais	55

Figura 3.12 Evolução da curva P-h com o incremento numérico das tensões	56
Figura 3.13 Comparação numérica vs experimental para uma tensão similar resultante de jateamento	56
Figura 3.14 Micrografia de uma indentação completa de uma amostra que não foi jateada antes de ser revestida (10x)	57
Figura 3.15 Micrografia de uma indentação completa de uma amostra que foi jateada antes de ser revestida (10x)	57
Figura 3.16 Falhas superficiais do corpo de prova revestido, não jateado a) e jateado b)	58
Figura 3.17 Evolução do desgaste nos corpos de prova ensaiados	59
Figura 3.18 Aspeto de uma pastilha não jateada a) e jateada b) ao fim de 3 min de ensaio	60
Figura 3.19 Aspeto de uma pastilha não jateada a) e jateada b) ao fim de 13 min de ensaio	60

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1.1. Dureza a temperaturas elevadas, valores comparativos entre o WC-Co e um Aço rápido (adapt. de Frayman, 2009).	4
Tabela 1.2 %Co no WC-Co (adapt. Tang <i>et al</i> , 2016)	6
Tabela 1.3 Rugosidade, tensões residuais e fendas verificadas na superfície da amostra de WC-Co (adapt. de Hakim,2012)	13
Tabela 2.1 Características dimensionais do Corpo de Prova	20
Tabela 2.2 Composição química dos corpos de prova	20
Tabela 2.3 Características da alumina (α)	23
Tabela 2.4 Identificação dos Corpos de Prova	25
Tabela 2.5 Constantes no processo de Jateamento	25
Tabela 2.6 Parâmetros aplicados no cálculo das tensões residuais	33
Tabela 2.7 Características das condições iniciais	34
Tabela 2.8 Características após otimização	35
Tabela 2.9 Parâmetros de corte	38
Tabela 3.1 Composição química da secção transversal da zona mais próxima da superfície ($e < 25 \mu\text{m}$)	41
Tabela 3.2 Composição química da secção transversal ($e > 50 \mu\text{m}$)	42
Tabela 3.3 Composição química da secção transversal da zona mais próxima da superfície ($e < 25 \mu\text{m}$)	44
Tabela 3.4 Composição química na zona mais afastada da superfície	44
Tabela 3.5 Tensões residuais de compressão função %Co (d_{50} alumina = $121 \mu\text{m}$)	45
Tabela 3.6 Tensões residuais de compressão função da velocidade da mesa (mm/s) (d_{50} alumina = $121 \mu\text{m}$)	46
Tabela 3.7 Tensões residuais compressivas função do tamanho da partícula no jateamento (6,2% Co)	47
Tabela 3.8 Identificação dos corpos de prova da figura 3.6	49

Tabela 3.9 Identificação dos corpos de prova da figura 3.7	50
Tabela 3.10 Dureza e Módulo de Elasticidade com e sem gradiente composicional (sem jateamento)	51
Tabela 3.11 Identificação dos corpos de prova, para provar H (GPa) vs Tensões (MPa)	53

SIMBOLOGIA E SIGLAS

CVD – Deposição Química por Vapor

DEMUC – Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Coimbra

DRX – Difração de Raios X

EDM – *Electric Discharge Machining*

EDS - Espectroscopia de raios X por dispersão em energia

MTCVD - Deposição Química por Vapor à Temperatura Média

PVD - Deposição Física por Vapor

SEM – Microscopia Eletrónica de Varrimento

INTRODUÇÃO

Nos dias de hoje vive-se num mercado cada vez mais competitivo e exigente, e às portas da transformação digital, própria da quarta revolução industrial, urge dentro do tecido empresarial a capacidade de investigação técnica que permita respostas mais rápidas e ágeis aos desafios de dificuldade crescente que os consumidores nacionais e internacionais vão impondo.

Deste modo, é solicitado aos centros de investigação universitários que cooperem com o mundo empresarial, para que nesta simbiose eclodam mais soluções que, a longo prazo, se revelem preponderantes na gama de técnicas de fabricação e na precisão e qualidade do produto final.

No que à indústria metalomecânica diz respeito o conhecimento aprofundado de todo o ciclo de produção, desde a matéria prima até ao produto final que chega ao cliente, é da máxima importância, uma vez que nesta área se trabalha com tolerâncias muito apertadas, tipicamente da ordem dos microns.

A escolha de uma ferramenta de corte adequada é essencial, visto que os custos de produção aumentam exponencialmente se esta for inadequada. Portanto, através de uma opção inicial correta esses mesmos custos são evitados ou minimizados. Posto isto, o conhecimento das propriedades físicas e químicas das classes de carboneto de tungsténio (WC) com cobalto (Co) é fundamental, sendo este, pela sua associação única de elevada dureza e boa tenacidade, o material mais utilizado atualmente nos campos de operações de corte e maquinagem.

Com efeito, a motivação desta dissertação é, com a colaboração da empresa Palbit, apreender todas as particularidades do processo de jateamento em meio húmido e quais os efeitos, positivos ou negativos, que este poderá infligir nas pastilhas de corte – na adesão do revestimento e desempenho no processo de corte.

Neste âmbito de conhecimento em Engenharia Mecânica, mais concretamente, se procura quantificar e relativizar eficazmente a introdução de estados de tensões residuais à superfície da pastilha de corte, em função de diversas condições de jateamento, e quais os efeitos destas quando a pastilha está em serviço.

Esta dissertação está dividida em três capítulos, para além da introdução e conclusão. O primeiro capítulo apresenta uma introdução ao carboneto de tungsténio, ao

processo de pré-tratamento de ferramentas de corte de elevada precisão, notas sobre revestimentos, em concreto o aplicado neste âmbito. O segundo capítulo descreve os materiais utilizados, tratamentos superficiais empregues, as técnicas desenvolvidas para caracterização bem como a metodologia adoptada para a determinação do conceito e sua prova. O terceiro capítulo tem, por fim, a apresentação e discussão de resultados.

1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo irá ser apresentada uma breve revisão bibliográfica sobre os conceitos e fundamentos teóricos a serem desenvolvidos e discutidos no presente estudo.

O WC-Co é sem dúvida um dos materiais dominante, a nível mundial, nas ferramentas de corte (>50%). Dizendo respeito a quota parte restante a aços rápidos e a outros materiais (Hakim, 2012). A produção do WC-Co nos últimos anos, a nível europeu, está enumerado na figura 1.1.

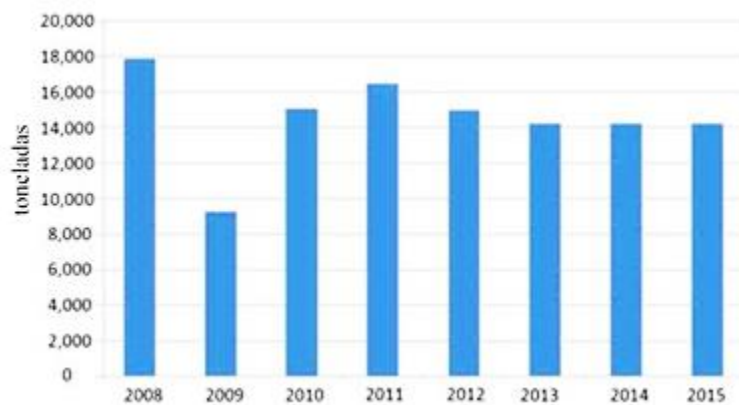


Figura 1.1. Produção estimada de WC-Co na Europa, entre 2008 – 2015 (adapt. de Kennametal/HC Starck)

O tipo, tamanho e concentração das partículas nesta combinação (WC-Co), permite controlar cabalmente, a quem a produz, as propriedades da ferramenta. O aumento das partículas duras (nitretos e carbonitretos de um ou mais metais) melhora a estabilidade térmica, a resistência ao desgaste e a dureza, e o aumento da quantidade de ligante, por sua vez, aumenta a tenacidade. Dada a variância de propriedades do composto final que se pode obter, existem diversas aplicações possíveis para o WC-Co (figura 1.2).

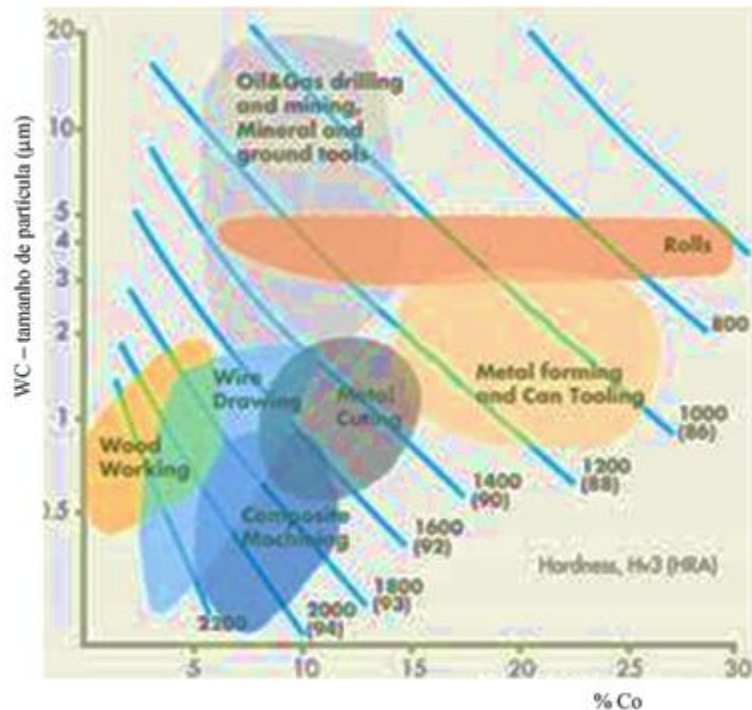


Figura 1.2. Gama de aplicações do WC-Co, com a variação da %Co e do tamanho de partícula de WC (adapt. de www.allaboutcementedcarbide.com)

Com a conjugação de uma excelente relação qualidade-preço, e de uma dureza a quente excepcional, de vital importância para aplicações destinadas ao corte de metal, onde as temperaturas a que se operam são elevadas) o WC-Co se destaca dos demais, em concreto dos aços rápido não tão adequados para velocidades de corte elevadas (tabela 1.1).

Tabela 1.1. Dureza a temperaturas elevadas, valores comparativos entre o WC-Co e um Aço rápido (adapt. de Frayman, 2009).

Material / Dureza (HRC, Rockwell)	<u>20°C</u>	<u>760°C</u>	<u>1093°C</u>
WC-6%Co	77 - 79	27 - 29	21 - 23
Aço Rápido: AISI T4 0,8%C + 18%W + 4%Cr + 1%V + 5%Co	63 - 65	17 - 19	N.A.

Para a produção de ferramentas de corte de elevada precisão (pastilhas de corte) de WC – Co, mais significativas do que as etapas de processamento convencionais, são as etapas secundárias que nos últimos anos se têm introduzido na produção da pastilha de corte,

e que a adequam, não apenas mas também, para as exigências, cada vez maiores, do processo de corte do metal (figura 1.3).

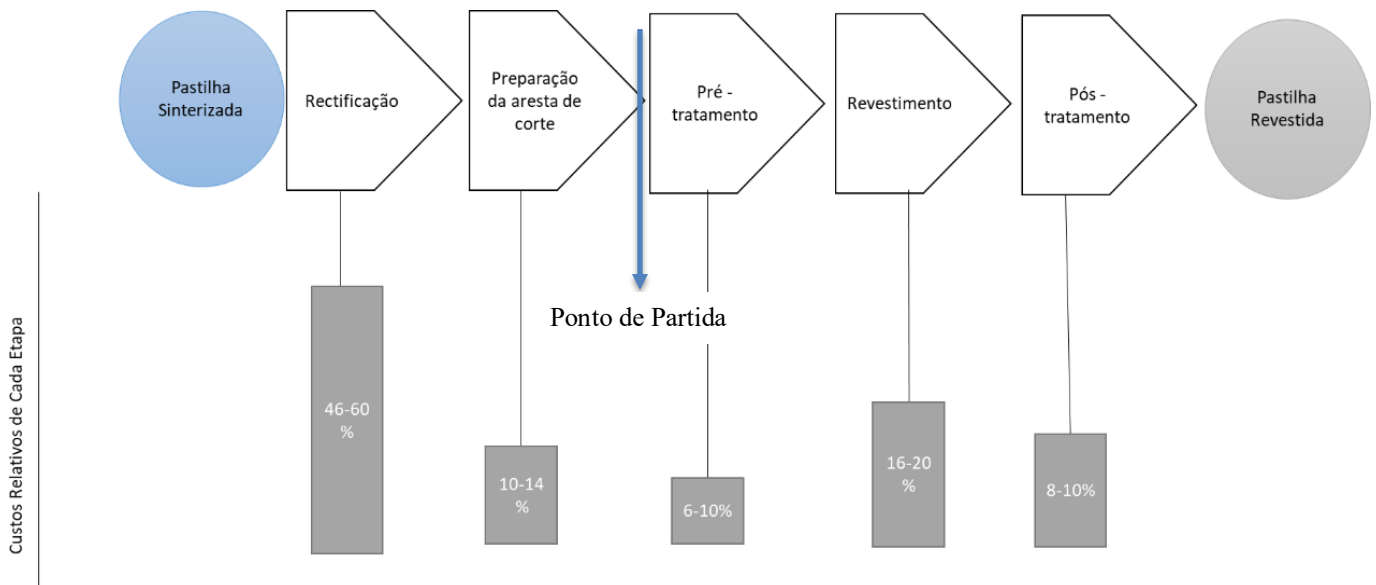


Figura 1.3. Etapas para o processamento de pastilhas de corte e os seus custos relativos (adapt. de Friemuth, 2002)

Após sinterização, ou seja, consolidação e adequação à sua funcionalidade, há que preparar a pastilha (ponto de partida) para a sua funcionalidade sempre com a preocupação de aumento do seu desempenho em serviço. Ou seja, revesti-la com materiais selecionados, em geral de matriz cerâmica, com elevada dureza, baixo coeficiente de atrito (apara/pastilha) e resistência à oxidação a que a pastilha está sujeita durante a sua aplicação.

Desde meados do século passado que as pastilhas de corte são revestidas por filmes finos, em geral por mais de uma camada (multicamada), cada uma das quais com funcionalidades diferenciadas. A preparação da superfície do substrato, neste caso do WC - Co e outros materiais, é crucial para que o desempenho da pastilha em serviço seja otimizado.

Dos anos oitenta até hoje muitas soluções têm sido preconizadas com um único objetivo de edornar a superfície da pastilha o mais amigável possível para receber o revestimento. Uma das soluções foi a criação forçada na superfície de uma camada de espessura variável, onde houvesse ausência de qualquer carboneto/nitreto ou carbonitreto, para além do WC, que pudesse contribuir para alguma fragilização da interface. Uma das soluções foi a criação de um gradiente composicional do exterior para o interior da pastilha

durante a sua sinterização, com N estritamente necessário para que este gradiente ocorra, uma vez que é a ligação forte que este tem com o Ti faz com que ele difunda para as zonas mais afastadas da superfície (Tang *et al*, 2016).

Este gradiente afeta diretamente, por exemplo, a variação da dureza com a distância à superfície (figura 1.4), com T1, T2 e T3 explicados na tabela 1.2.

Tabela 1.2 %Co no WC-Co (adapt. Tang *et al*, 2016)

WC - Co	T1	T2	T3
zona de gradiente	10,35	9,66	11,93
centro	9,2	9,2	9,2

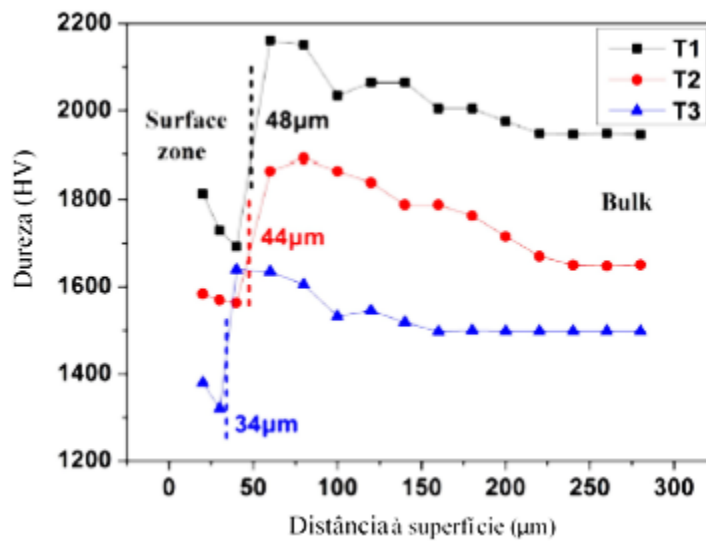


Figura 1.4. Variação da nanodureza com a distância à superfície (adapt. Tang *et al*, 2016)

Para além do gradiente, há necessidade de criar outras soluções, em particular para colmatar defeitos que muitas vezes resultam de etapas preparatórias do processamento, mas que apenas se evidenciam muitas vezes após sinterização.

1.1. Processos de acabamento da pastilha de corte

As operações de acabamento representam uma área crucial, dispendiosa e trabalhosa no processo geral de produção. Processos que aplicam abrasivos são,

invariavelmente, empregues neste contexto, na medida que providenciam um excelente acabamento superficial e permitem atingir tolerâncias dimensionais reduzidas.

1.1.1. Retificação (*Grinding*)

A retificação tem o propósito de fornecer à pastilha de corte a sua geometria final, figura 1.5, tendo destaque por ser a etapa mais dispendiosa do processo (figura 1.3).

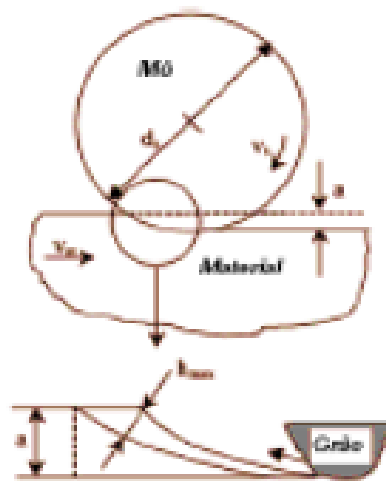


Figura 1.5. Esquema de retificação plana (adapt. de Faria, 2007)

No processo de retificação há dois tipos:

- Para remoção de material – o acabamento superficial não é o alvo de preocupação, há rápido desgaste na mó e a espessura da apara é considerável;
- Para acabamento e forma – (neste caso as mós têm de ser reafiadas periodicamente uma vez que o acabamento superficial é o foco deste regime) existe a possibilidade de se executar retificação plana pendular, retificação de interiores ou retificação cônica, residindo as diferenças no posicionamento da mó em relação à superfície de trabalho. Se a velocidade de trabalho e da mó forem no mesmo sentido, corte no sentido do avanço, há melhoramento no acabamento da superfície, do desgaste das ferramentas e das taxas de retificação (Faria, 2007).

No âmbito desta dissertação, para colocar as pastilhas na tolerância pretendida, foi aplicada uma retificação plana pendular. Este é um processo que, por também deformar

plasticamente a superfície da pastilha de corte e poder provocar a deformação do Co, cria tensões de compressão, logo tem de ser controlado e otimizado em função do teor em Co de cada pastilha e do seu tamanho do WC (Silva, 2011).

1.1.2. Preparação da aresta de corte e pré-tratamento - Jateamento

Existem diversos processos que têm como propósito remover da superfície a quantidade de material requerida, e ao mesmo tempo providenciar à pastilha de corte uma determinada geometria e topografia da aresta (boleamento).

Com efeito, várias formas de preparação da superfície tem vindo a ser desenvolvidas, que recorrem a fontes de energia diferentes (figura 1.6), sendo agrupadas em função da fonte de energia, em processos térmicos, mecânicos e químicos.

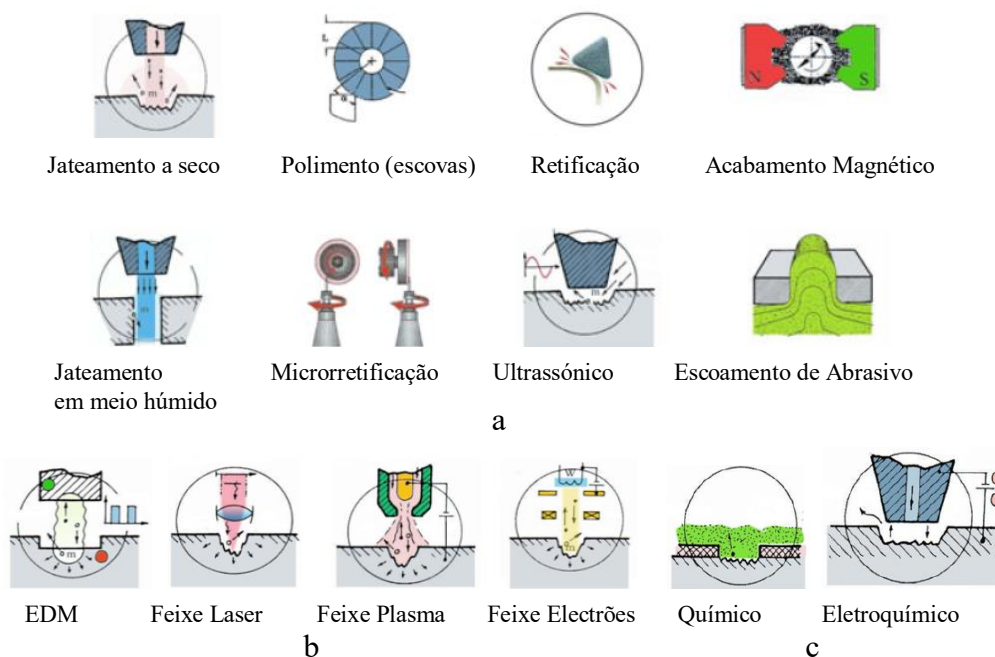


Figura 1.6. Processos de acabamento com fontes de energia a) mecânica b) térmica c) química (adapt. de Rodriguez, 2009)

Contudo, o estado de arte destes processos para as pastilhas de corte nos dias de hoje passa por processos, retratados em diversos estudos recentes, como:

- Jateamento a Seco ou com auxílio de meio húmido – água (Horowitz, 1982; Klocke *et al.*, 2007);

- Polimento - polimento com pasta de diamante (Sockman, 2000; Denkena, 2014);
- Tambores vibratórios (Risse, 2006);
- Acabamento magnético (Cheung, 2008);
- Maquinagem por escoamento de abrasivo (Benedict, 1989);
- Feixe Laser pulsado ultra-reduzido (Jandeleit, 1998).

O mais importante, e o que todos estes processos necessitam de ter como máxima, é o controlo preciso das suas variáveis para garantir a reprodutibilidade e produtividade, automatizando a cinemática envolvente na remoção do material.

1.1.2.1. Jateamento (*Blasting*)

O Jateamento, processo em análise no âmbito desta dissertação, tal como referido anteriormente, pode ser a seco ou em meio húmido (água que auxilia o transporte do abrasivo), além disso é também relativamente económico e tem baixos consumos energéticos (figura 1.7).

Originário dos tempos pós-2ª guerra mundial deve-se a Norman Ashworth a grande maioria das patentes existentes, que utilizam uma pasta (água + abrasivo). O desenvolvimento deste processo foi derivado da exclusão súbita da sílica no processo de jateamento a seco (areia). O seu foco principal foi desenvolver um acabamento superficial o mais preciso possível, com partículas de abrasivo finas, para turbinas de aviões (um dos ex-libris tecnológicos da altura), que tornava a areia inadequada.

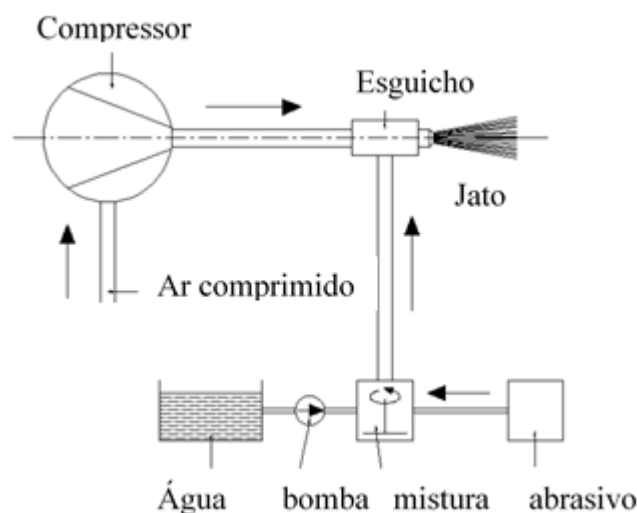


Figura 1.7. Ilustração esquemática de jateamento com a inclusão de água (adapt.de Beier 1999)

Um processo de jateamento pode ser descrito como a remoção de material pela ação mecânica de um jato de um fluido carregado com partículas abrasivas.

Dentro desta gama de processos há para além do jateamento, a grenalhagem (*shot peening*) – usado já desde os anos 30 para aumentar o tempo de vida das válvulas de mola dos motores da Buick e da Cadillac (Zimmerli, 1952), e em tempos mais recentes o aparecimento da grenalhagem a laser (*Laser Shock Peening -LSP*) (Nyrot, 2013).

Em comum tem o facto de as partículas serem jateadas para amostra por ar comprimido. No entanto, enquanto que a grenalhagem utiliza partículas com um fator de forma próximo de 1 (esféricas), o jateamento comumente utiliza partículas com forma angular (Nyrot, 2013).

Aplicado à preparação da superfície e da aresta de corte, o jato abrasivo é formado quando partículas abrasivas (10 – 50 µm de diâmetro) são inseridas num gás inerte e impulsionadas através de um esguicho pequeno (0,4 a 1,2 mm), por pressões que podem chegar até 0,6 MPa (Storck *et al*, 1989, Jain *et al*, 2001).

Enquanto na grenalhagem as partículas esféricas usadas podem ser de ZrO₂, no jateamento as partículas abrasivas mais comumente utilizadas são a alumina (Al₂O₃) e o carboneto de silício (SiC). Se a forma das partículas for esférica a camada afetada pelo tratamento superficial é bastante mais reduzida e a rugosidade menor (figura 1.8), o que vai provocar durante o processo de corte deformações mais elevadas (Bouzakis, 2011).

Os parâmetros mais preponderantes na taxa de remoção de material que se dá à superfície são o tipo e tamanho de partícula do abrasivo, a distância entre o esguicho e a peça jateada, a pressão do gás e a concentração do abrasivo (Rodriguez, 2009).

A preparação da aresta de corte gera o contorno da aresta (boleamento), muda a micro topografia da aresta de corte, e ainda é responsável por modificações na integridade das superfícies próximas da aresta de corte. Os propósitos da preparação controlada e sistemática da aresta de corte são adicionar resistência à aresta, minimizar o destacamento de lascas, eliminar os defeitos das etapas prévias, preparar a superfície para o revestimento, e com isso aumentar o tempo de vida da ferramenta (Rodriguez, 2009).

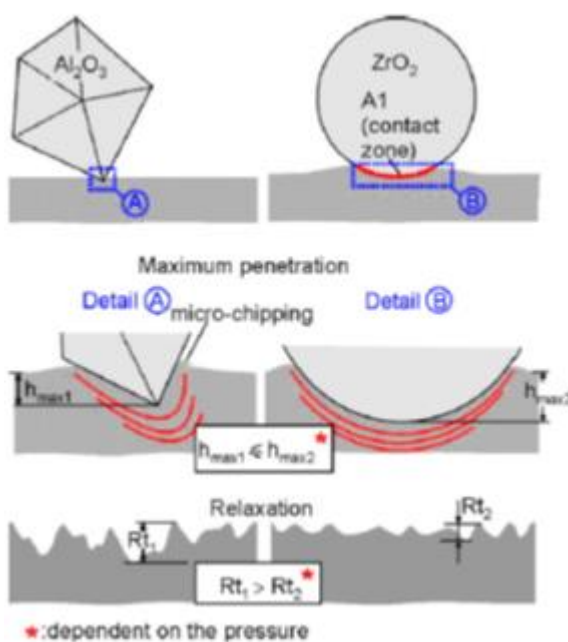


Figura 1.8. Efeito da qualidade da partícula na profundidade de penetração, e na rugosidade (adapt. de Bouzakis, 2011)

Diversos estudos foram já efetuados com o propósito de criar relações entre o pré-tratamento (dentro dos seus vários processos possíveis de aplicar), e o posterior desempenho da pastilha de corte revestida, tendo em conta para essa avaliação a adesão do revestimento (esta a depender da rugosidade), e as tensões residuais que o tratamento cria (Gold *et al*, 2002; Kennedy *et al*, 2005; Klocke *et al*, 2007; Bouzakis *et al*, 2008; Bouzakis *et al*, 2009)

Através de medições da rugosidade (Ra - média aritmética dos valores absolutos das ordenadas dos afastamentos dos pontos do perfil de rugosidade em relação à linha média; Rz – graficamente representa a altura entre os pontos máximo e mínimo do perfil, dentro do comprimento de amostragem), é claro concluir que o jateamento em meio húmido provoca uma menor rugosidade, logo um acabamento mais suave, do que o jateamento a seco, com este último a ser também responsável pela introdução de tensões residuais mais elevadas (Hakim, 2012).

Tanto o jateamento a seco como o jateamento em meio húmido, provocam uma redução do conteúdo de Co na superfície, este efeito é aumentado se o tamanho de partícula de abrasivo diminuir. Aumentando este tamanho de partícula (50 μm), e se o abrasivo utilizado for Al_2O_3 , podem se verificar quantidades consideráveis de resíduos de Al, presentes na superfície. Estes, são sinais de uma elevada deformação plástica e tensões residuais de compressão elevadas, e podem causar enfraquecimento da interface. Ou seja,

apenas com tamanhos de partícula de abrasivo mais pequenos, se consegue, através de jateamento, aumentar a resistência da interface, já que a deformação plástica que se pratica é dominada apenas pela remoção do Co (Tonshoff, 1998). Os espaços que resultantes da remoção do Co, otimizam a topografia da superfície para a posterior receção do revestimento (Bouzakis *et al*, 2001).

Na figura 1.9 está demonstrado que as tensões à superfície são predominantemente introduzidas devido à deformação do Co, e que a rugosidade aumenta com o jateamento. Assim, pode ser assumido que durante a deposição do revestimento, por não estarem à superfície as zonas menos adesivas de Co ao WC, há um melhoramento da adesão (Bouzakis *et al*, 2005). Pelo polimento, como as regiões de Co ficam perfeitamente distribuídas em torno do WC e junto à superfície, a adesão do filme é piorada. Após o polimento se se repetir o jateamento, as suas vantagens podem ser obtidas novamente, com a melhoria adicional da rugosidade ser menor neste último caso.

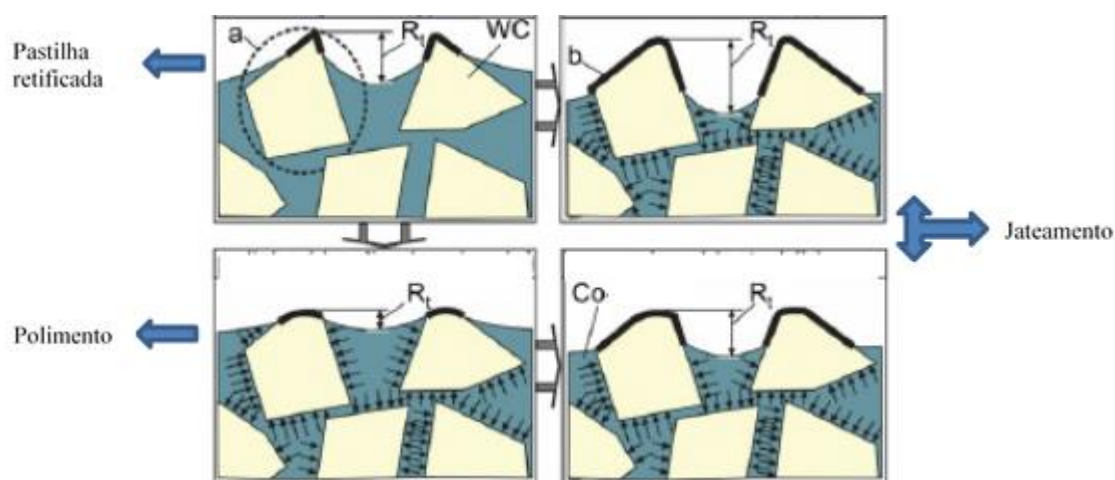


Figura 1.9. Efeito do jateamento, e do jateamento com polimento, na superfície do WC-Co (adapt. de Bouzakis *et al*, 2005)

Na demonstração do efeito que estes dois tipos de jateamento têm na adesão do revestimento, os resultados disponíveis na bibliografia não são muito esclarecedores, nem as diferenças muito vincadas.

No jateamento a seco, Hakim (Hakim, 2012) verificou que existiam na superfície das amostras fendas mais pronunciadas e zonas onde, pelo elevado conteúdo de Co presente, o filme tinha sido separado do substrato, causando cavidades, um fenómeno não verificado

no jateamento em meio húmido. Estas amostras, com fendas de maior dimensão, revelaram pior adesão, ou seja este aspeto pode ser um bom indicador para o apuramento da adesão. Bem como, por se verificar menores tensões residuais e menores rugosidades (sendo este indicador não tão confiável como os dois anteriores) no jateamento em meio húmido, pode ser alcançada, efectivamente, uma melhoria da adesão do revestimento após este processo, quando comparado com o jateamento a seco (Hakim, 2012).

Os valores da rugosidade e tensões residuais estão compilados na tabela 1.3. Neste estudo, o jateamento a seco foi efetuado com tamanho de partícula de Al₂O₃ de 105 µm e em meio húmido de 63 µm, com pressões de 0,2 e 0,35 MPa, respetivamente.

Tabela 1.3 Rugosidade, tensões residuais e fendas verificadas na superfície da amostra de WC-Co (adapt. de Hakim,2012)

<i>WC-Co</i>	Ra [µm]	Rz [µm]	Tensões Residuais	Fendas na secção transversal
<i>Sinterizada</i>	0,52	3,94	Muito reduzidas	Não
<i>Jateamento a Seco</i>	0,46	3,13	Muito elevadas	Sim, significativas
<i>Jateamento em meio húmido</i>	0,38	2,43	Elevadas	Sim
<i>Polimento</i>	0,02	0,13	reduzidas	Não

1.1.2.2. Laser

O uso da tecnologia laser para preparar a superfície do substrato que vai receber o filme, já provou ser uma solução alternativa vantajosa (Verdier *et al*, 2003), e dos vários pré-tratamentos possíveis a única que se destaca positivamente do jateamento.

A remoção de material por laser não só favorece a automatização do processo, como também permite uma remoção perfeitamente localizada, com praticamente nenhuma área afetada termicamente, nas suas zonas adjacentes (Semak *et al*, 1998). Este processo, constituído por diferentes interações laser-material, térmicos ou não-térmicos, permite a variação de parâmetros como a potência do laser, frequência, duração, entre outros (Dumitru *et al*, 2005).

Considerando o substrato WC-Co, quando se tem uma intensidade baixa do laser, o Co vaporiza, devido à elevada pressão de vapor, e desse modo o efeito geral deste processo é semelhante ao do jateamento a seco.

Uhlmann *et al* (2009) demonstraram que este processo aplicado ao WC-Co (com um laser de $\lambda = 355$ nm, diâmetro focal de 15 μ m, duração do pulso de 10 femtosegundo, frequência de 500 kHz, energia de 1 μ J a uma velocidade de 1 m/s) provoca ablação mecânica que contribui para o aumento da rugosidade na superfície do substrato, e por conseguinte melhora a adesão entre o substrato e o revestimento. Este tratamento a laser é mais eficiente que o jateamento abrasivo, no que diz respeito à melhoria da adesão (Uhlmann *et al*, 2009).

Em relação ao jateamento, ainda que para ferramentas de corte revestidas por MTCVD as diferenças provocadas pelo pré-tratamento superficial com laser para o de jateamento não sejam consideráveis (Arroyo *et al*, 2010), para o processo de revestimento por PVD (com revestimentos de TiAlN e AlCrN) existe um claro incremento no tempo de vida da ferramenta, que pode ser devido aos reforço da adesão, já que o processo de laser cria na superfície um padrão uniforme, enquanto no jateamento a zona tem orientação não-uniforme (Suarez *et al*, 2011).

1.1.3. Revestimentos

Nos materiais usados nas ferramentas de corte, muitas são as vezes que as falhas que ocorrem são provenientes do substrato por desgaste, corrosão ou fadiga. Visto a dureza ser uma propriedade preponderante na superfície do material o seu melhoramento pode ser conseguido por revestimentos monolíticos ou multicamada com elevada dureza, mas de espessura muito fina.

Os revestimentos em ferramentas de corte ganharam a sua popularidade por possuírem a habilidade de modificar direta ou indiretamente o desempenho das mesmas, por exemplo pode modificar o tipo de desgaste ou alterar o coeficiente de atrito gerado pelo calor (Grzesik, 2008).

O desempenho do conjunto revestimento/substrato, para além das propriedades individuais dos dois componentes, depende da sua interação, ou seja, das propriedades da interface filme/substrato ou mesmo filme/filme, se for uma multicamada. No essencial, se destaca a adesão do filme ao substrato.

Na figura 1.10 estão algumas das propriedades mais relevantes de cada zona que compõe o conjunto substrato/revestimento.

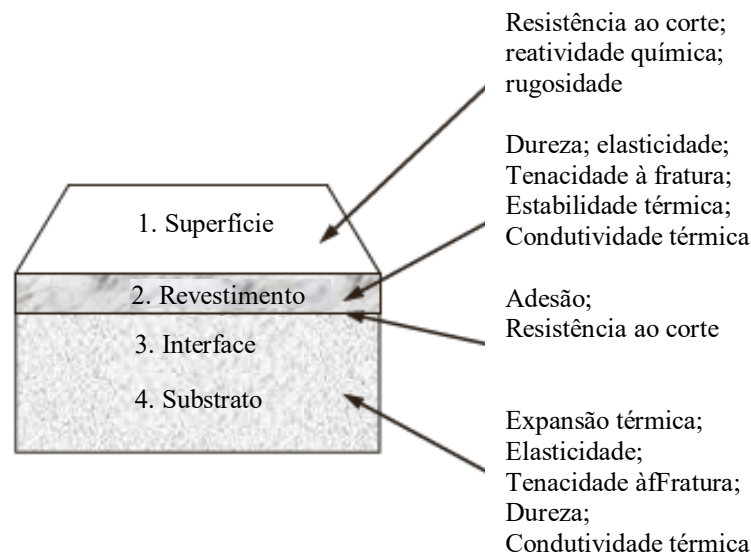


Figura 1.10. Zonas diferentes que ilustram as propriedades importantes do conjunto substrato/revestimento (adapt. de Fallqvist, 2012)

As técnicas dominantes para deposição de revestimentos duros em ferramentas de corte são as designadas por PVD (deposição física em fase vapor) e CVD (deposição química em fase vapor). No âmbito desta dissertação será aplicado, pela empresa Palbit, o CVD. Os revestimentos depositados por esta técnica podem ter uma ou várias camadas, com espessuras que podem ser micro, submicro ou mesmo nanométricas. Na maior parte dos casos, os revestimentos mais habituais são multicamadas.

O equipamento típico de CVD pode ser dividido em três partes fulcrais (figura 1.11) o sistema de admissão de gases; o reator; e o sistema de exaustão. Através desta técnica de deposição consegue-se produzir revestimentos de espessura uniforme e baixa porosidade mesmo em substratos com forma muito complexa (Cavaleiro *et al*, 1995).

Neste âmbito o revestimento foi efectuado num equipamento de MT-CVD, com tipicamente as suas temperaturas situadas entre os 800 e 950°C (Bouzakis *et al*, 2012).

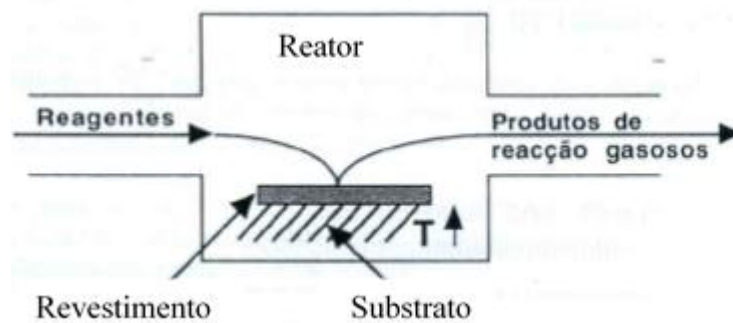


Figura 1.11. Esquema de princípio do processo CVD

A adesão do revestimento é da máxima importância e é influenciada por diversos fatores, entre eles:

- Tensões: podem ser criadas durante o arrefecimento pelas diferenças do coeficiente de expansão térmica entre o substrato e o filme. Estas podem ser reduzidas diminuindo a espessura ou variando o tamanho de grão;
- Pré-Tratamento do substrato: como já se verificou o conhecimento do processo de jateamento, e a sua aplicação precisa, podem levar a uma melhoria da adesão do filme;
- Nucleação homogénea: deve ser evitada, a presença desta na fase de vapor conduz à formação de flocos do material que após a deposição conduzem à má adesão do filme;
- Compostos intermetálicos: se apresentarem características frágeis são zonas preferenciais de iniciação e propagação de fissuras, tanto mais provável quanto maior for a espessura da camada;
- Filmes de óxido: contaminação superficial que reduz a adesão devido à barreira artificial criada no contacto entre o material a depositar e o substrato, impedindo o estabelecimento de ligações químicas;
- Poros: a presença destes reduz a adesão, por haver menor número de ligações químicas entre ambos os materiais, e também por atuarem como iniciadores de fissuras.

Recentemente, nos processos de maquinagem de aços inoxidáveis, se tem demonstrado que o futuro passa por revestimentos adaptativos de $\text{TiAl55CrSiYN/TiAlCrN}$,

os quais conseguem aumentar o tempo de vida da ferramenta revestida até 67% (para condições de maquinagem otimizadas) em relação a uma não revestida, diminuindo substancialmente o flanco de desgaste, sendo esta diminuição tanto maior quanto maior for a % Al no revestimento (Fox-Rabinovich, 2016).

1.1.3.1. Operações de Pós-tratamento

Com as operações finais é pretendido otimizar o revestimento, e ajustar a geometria final, através de processos de tratamento superficial (jateamento) em pastilhas de corte já revestidas. Contudo, no âmbito desta dissertação, não foi aplicado qualquer tratamento após deposição do filme fino.

Em pastilhas de corte revestidas por PVD, a melhoria do desempenho da pastilha por tratamento de jateamento pós-revestimento é um ponto assente, facto comprovado por diversos estudos aplicados em contexto industrial (Gold *et al*, 2002; Kennedy *et al*, 2005; Klocke *et al*, 2007).

O desgaste de flanco do revestimento manifesta uma área mais reduzida à medida que pressão de jateamento aumenta, neste caso o abrasivo utilizado também foi Al_2O_3 . Um dos cuidados que se deve ter é que esta quantidade de movimento não provoque rugosidades na superfície superiores ao valor do tamanho de grão do WC presente no substrato (Bouzakis, 2005).

O jateamento provoca então o aumento da dureza do revestimento pela introdução nele de tensões residuais de compressão, no entanto também aumenta a sua fragilidade (Klaus *et al*, 2008; Barbatti *et al*, 2009). Neste contexto os parâmetros de controlo, como a pressão, são fundamentais no desempenho da pastilha de corte revestida (Bouzakis, 2009).

A camada afetada pelo jateamento é bastante mais reduzida se a forma das partículas abrasivas for esférica, como no caso do óxido de zircónia, (ZrO_2), o que vai provocar, durante o desempenho da pastilha revestida, deformações mais elevadas do que se fossem utilizadas partículas com a forma angular (Al_2O_3). De ressaltar também que, a pressão do jateamento com meio abrasivo de ZrO_2 acima de uma determinada pressão provoca a fragilização do filme e revela zonas do substrato (Bouzakis *et al*, 2011).

O efeito do jateamento em revestimentos (PVD - TiAlN) difere de igual modo se o tipo de processo tiver como elemento auxiliar a água ou não, e também depende

fortemente do tamanho de partícula utilizado de Al_2O_3 . Com efeito, é essencial controlar rigorosamente a quantidade de movimento do jateamento, e o tipo e dimensão de abrasivo aplicado. Menores tamanhos de partícula ($10\ \mu m$), tanto para jateamento a seco ou em meio húmido provocam irregularidades maiores e menores durezas (medidas por nanoindentação), do que se fossem aplicados tamanhos de partículas maiores ($100\ \mu m$) (Bouzakis *et al.*, 2011).

O efeito do jateamento em revestimentos difere se o tipo de processo tiver ou não como elemento auxiliar a água, e também depende fortemente do tamanho de partícula utilizado de Al_2O_3 . Com efeito, é essencial controlar rigorosamente os parâmetros do processo. Menores tamanhos de partícula ($10\ \mu m$), tanto para jateamento a seco como em meio húmido provocam irregularidades maiores e menores durezas (medidas por nanoindentação), do que se fossem aplicados tamanhos de partículas maiores ($100\ \mu m$) (Bouzakis *et al.*, 2011).

O mesmo estudo comprovou, ainda, que por o revestimento ter sido sujeito a um jateamento a seco o processo de corte é melhorado se as pressões de jateamento utilizadas forem até $0,4\ MPa$. Atingido este valor a pastilha tem o mesmo comportamento do que se não tivesse sido revestida, ou seja o revestimento torna-se irrelevante. No jateamento com água o incremento de corte, para qualquer pressão de jateamento, entre $0,2 - 0,4\ MPa$, é sempre menor do que no primeiro cenário, e acima da pressão de $0,4\ MPa$, mesmo tendo em conta a dureza elevada do revestimento, as revelações do substrato e a fragilização do filme reduzem substancialmente o tempo de vida da pastilha.

2. MÉTODOS E PROCESSOS

Neste capítulo são descritos os métodos e processos usados no presente estudo, bem como os materiais a serem utilizados.

2.1. Materiais

Os corpos de prova utilizados no âmbito desta dissertação foram desenvolvidos pela Palbit, uma empresa já centenária que tem como uma das áreas de negócio a produção de ferramentas de corte de elevado desempenho para as mais diversas indústrias como automóvel, aeronáutica, moldes, entre outras.

Em primeiro lugar, foi definida uma pastilha de corte com uma geometria simples - prisma quadrangular (figura 2.1), sem quaisquer pormenores na superfície, de modo a permitir realizar com segurança os processos de caracterização necessários e, posteriormente, extrapolar os resultados para geometrias mais complexas, e mais comuns comercialmente.

As características do corpo de prova estão descritas na tabela 2.1.

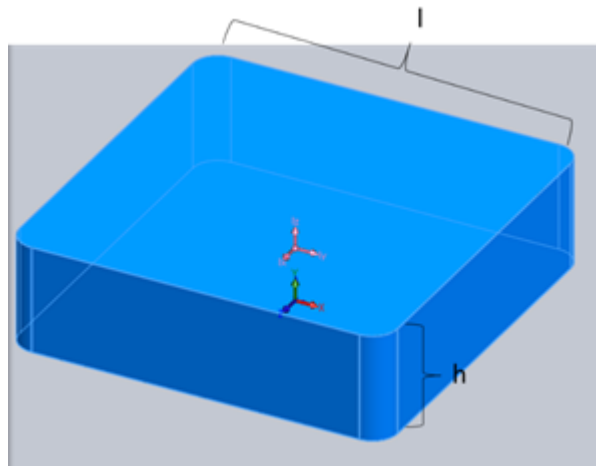


Figura 2.1 Geometria otimizada do Corpo Prova

Tabela 2.1 Características dimensionais do Corpo de Prova

h (altura)	3,8 mm
l (largura)	13 mm
Volume	0,64 cm ³
Massa	9,4 g
Densidade	14,7*10 ³ kg/m ³

Numa primeira fase foram produzidos dois graus diferentes de pastilhas de corte, designados comercialmente pela empresa como A e B, ambos com tamanho de partícula de WC de 3 µm (tabela 2.2.).

Tabela 2.2 Composição química dos corpos de prova

A	87,5% WC + 6,2% Co + 6,3% (outros)
B	85,7% WC + 8,0% Co + 6,3% (outros)

2.2. Operações de acabamento

2.2.1. Desbaste (*grinding*) e Polimento (*polishing*) - Procedimento

O desbaste de WC - Co revela-se, muitas vezes, uma tarefa árdua, dada a sua dureza ser elevada e bastante semelhante à do abrasivo SiC (HV = 20 GPa) dos típicos discos de polimento. Além da operação de desgaste, o polimento foi necessário para a análise metalográfica, em particular em microscopia ótica, assim como para os ensaios de dureza.

Os materiais, as condições de desbaste e polimento utilizados nas operações de acabamento enunciadas foram os disponibilizados pelo kit de polimento da Akasel para carbonetos sinterizados (figura 2.2). Neste procedimento, foram utilizados 3 discos e duas velocidades de rotação diferentes. O primeiro para desbaste e os dois últimos dedicados ao polimento final, neste caso com recurso a uma suspensão de diamante de 3 e 1 µm.












 Aka-Piatto 220+	 Aka-Allegran 3	 Aka-Allegran 1
 H ₂ O	 Aka-Poly+ 3 μm	 Aka-Poly+ 1 μm
	 Aka-Lube Blue	 Aka-Lube Blue
 300	150	150
 35	35	35
 until plane	7:00-9:00	3:00-5:00

Figura 2.2 Instruções do demo kit de polimento

Os tempos em minutos aqui descritos são válidos para discos de 300 mm de diâmetro, como neste caso se utilizou discos com diâmetro de 200 mm, é recomendado pelo fabricante estes tempos aumentarem para sensivelmente o dobro.

O resultado final do polimento é visível pela figura 2.3, tendo como referência a superfície no seu estado inicial.

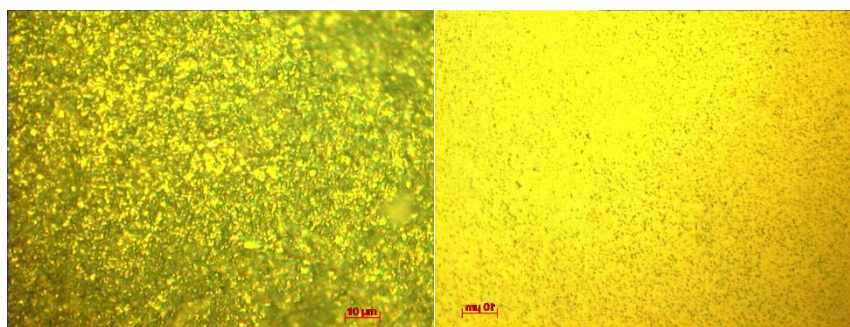


Figura 2.3. Micrografia ótica antes (a) e após (b) polimento (ampliação 50x)

2.2.2. Jateamento

a) Características do equipamento

No âmbito desta dissertação, em conformidade com o anteriormente referido, se utilizou exclusivamente o equipamento de jateamento automático (*Wet Blasting*) existente na empresa Palbit (figura 2.4.).



Figura 2.4 Equipamento de jateamento

Os componentes a serem jateados podem ser colocados em duas mesas giratórias, enquanto uns estão a ser jateados (figura 2.5), outros são carregados ou lavados e enxaguados (figura 2.6), permitindo um aumento significativo da cadência do processo.

O material do jateamento propriamente dito é uma mistura da pasta (elemento abrasivo dissolvido na água – tubo azul na figura 2.5) injetada com auxílio de ar comprimido.



Figura 2.5. Câmara central

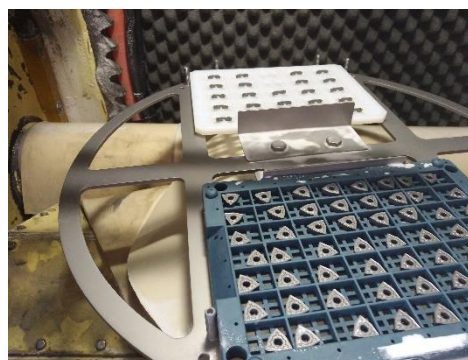


Figura 2.6. Ilustração da mesa giratória carregada com pastilhas

Todo o processo é controlado automaticamente através do ajuste de diversos parâmetros (avanço, pressão de ar comprimido e velocidade linear da mesa), no âmbito desta dissertação apenas foi alterada a velocidade linear da mesa giratória.

b) Abrasivo

O elemento abrasivo adotado neste processo foi alumina ($\alpha - Al_2O_3$), devido à sua dureza e estabilidade física. Na tabela 2.3. estão sumariadas as características da $\alpha - Al_2O_3$, usada como abrasivo (Milak *et al*, 2015).

Tabela 2.3. Características da alumina (α)

Densidade teórica (kg/m³)	3,97*10 ³
Dureza Vickers (GPa)	15 – 23
Módulo de Young (GPa)	380

No presente estudo foram usadas três granulometrias de abrasivo ($d_{50} = 121, 37$ e $22 \mu m$) (figuras 2.7. (a), (b) e (c)). A técnica de espectrometria de difração a Laser (Mattersizer 3000, Malvern) foi usada para a caracterização das partículas de abrasivo. Pela análise das figuras 2.7. (a), (b) e (c) é possível inferir que a largura a meia altura de todas as curvas de distribuição é reduzida e simétrica, indicador de uma boa homogeneidade na distribuição granulométrica dos pós.

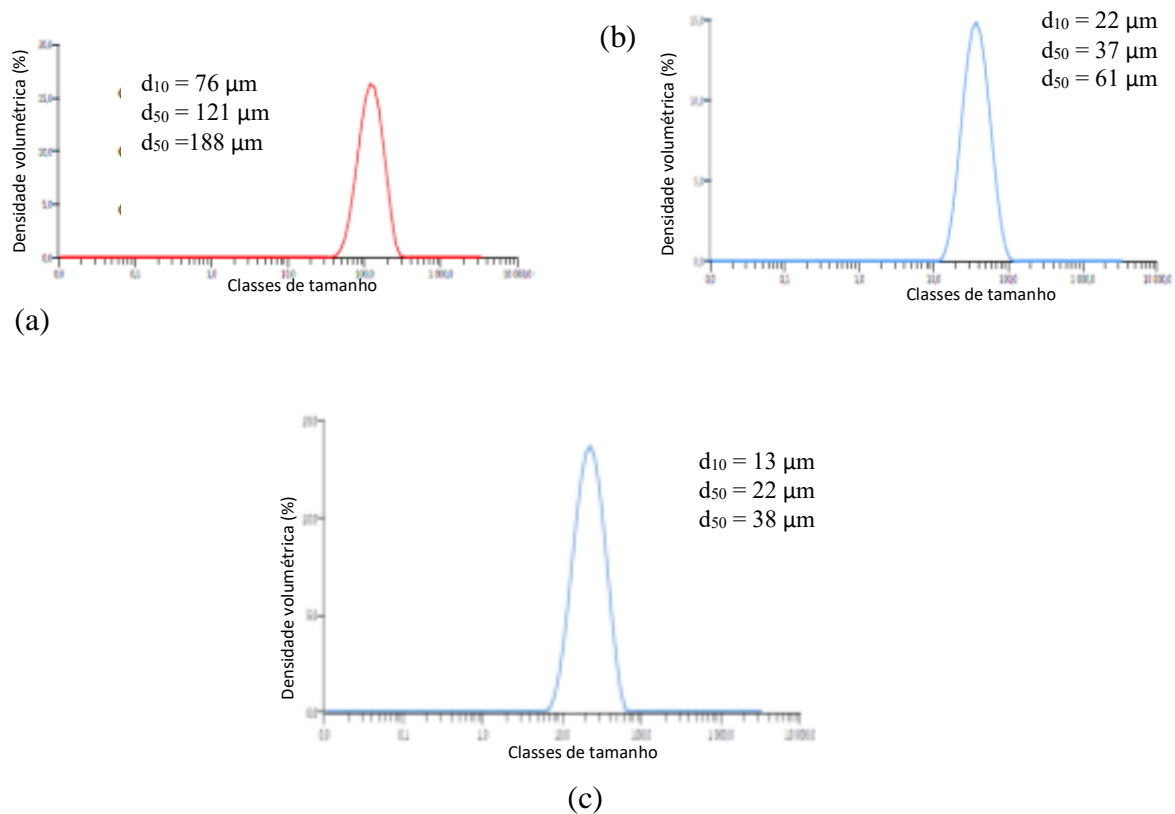


Figura 2.7. Distribuição granulométrica do pó de alumina (a) designação comercial de Mesh 150 ($d_{50} = 121 \mu\text{m}$); (b) designação comercial de Mesh 320 ($d_{50} = 37 \mu\text{m}$) e (c) designação comercial de Mesh 400 ($d_{50} = 22 \mu\text{m}$)

2.2.3. Matriz de Ensaios

O processo de jateamento foi efetuado tendo em conta a variação de três parâmetros, a cada um corresponde um corpo de prova específico (tabela 2.4), sendo os restantes fixos durante o decorrer do processo, apresentados na tabela 2.5.

As variáveis testadas foram:

- Teor de Co no corpo de prova (%)
- Velocidade linear da mesa giratória (mm/s) (tempo de exposição ao tratamento)
- Tamanho de Partícula do Abrasivo (μm)

Tabela 2.4. Identificação dos Corpos de Prova

Nº Corpo de Prova	Tamanho de partícula (d_{50}) de Al_2O_3 (μm)	Velocidade linear da mesa giratória (mm/s)	% Co
1	Sem jateamento		8
2	22	20	8
3	37	20	8
4	121	20	8
5	22	60	8
6	37	60	8
7	121	60	8
8	37	40	8
9	Sem jateamento		6,2
10	121	20	6,2
11	121	60	6,2
12	37	20	6,2
13	37	40	6,2
14	37	60	6,2

Tabela 2.5. Constantes no processo de Jateamento

P (ar) [MPa]	0,3
Conc. [%] abrasivo	17,5
Ângulo dos Jatos [°]	45
P (H₂O) [MPa]	0,1
Passo [mm]	10
Altura dos Jatos [mm]	160

2.3 Caracterização física dos corpos de prova

2.3.1 Microscopia ótica

Esta técnica foi aplicada para analisar, a diversas ampliações, a microestrutura dos corpos de prova, a dimensão e morfologia das indentações e outras informações que podem ser essenciais para a caracterização do material antes e após acabamento da superfície, quer em seção longitudinal como em transversal.

O equipamento utilizado foi o microscópio ótico Leica, modelo DM 4000 M LED, que possui acoplado uma câmara Leica, modelo MC 120 HD.

2.3.2 Microscopia electrónica de varrimento (SEM)

O aumento da resolução é necessária muitas vezes para uma análise detalhada e obriga à utilização de comprimento de onda de eletrões em vez de luz visível ou seja de um Microscópio Electrónico de Varrimento (SEM). Na figura 2.8 pode ser observada a estrutura típica da superfície de uma das pastilhas de corte estudadas, polida e sem jateamento. Duas fases estão visíveis WC (cinzento claro) e Co (cinzento escuro).

Com a adição de um espectrómetro de raios X é possível, para além de observar a amostra com elevada resolução e elevada profundidade de campo comparativamente com a microscopia ótica, ter uma análise semiquantitativa da composição química numa determinada zona.

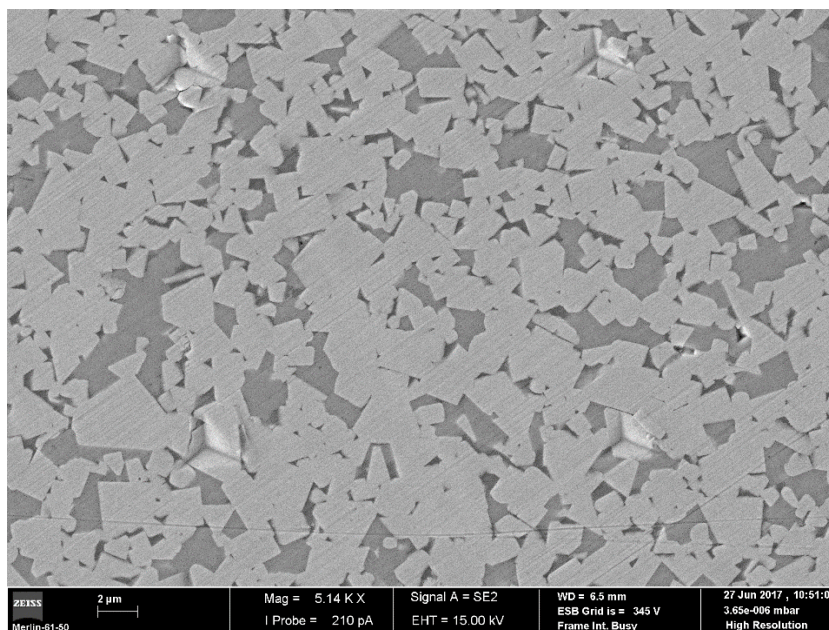


Figura 2.8. Estrutura característica do corpo de prova, sem jateamento (SEM)

2.3.3 Avaliação da rugosidade

A avaliação da rugosidade foi efetuada nos corpos de prova, antes e após o seu tratamento superficial, uma vez que e como já foi sustentado em diversos estudos neste âmbito, a rugosidade tem um papel fulcral na adesão do revestimento.

Para tal medição foi utilizado um rugosímetro do fabricante Mitutoyo, modelo SJ-500, representado na figura 2.9, presente no DEMUC, no qual foram registados os valores da rugosidade média, Ra, e da altura média pico a vale, Rz. Estes valores caracterizam o estado geral da superfície, na medida em que os seus valores foram apurados inúmeras vezes para diferentes direções e por conseguinte em diferentes zonas do corpo de prova.

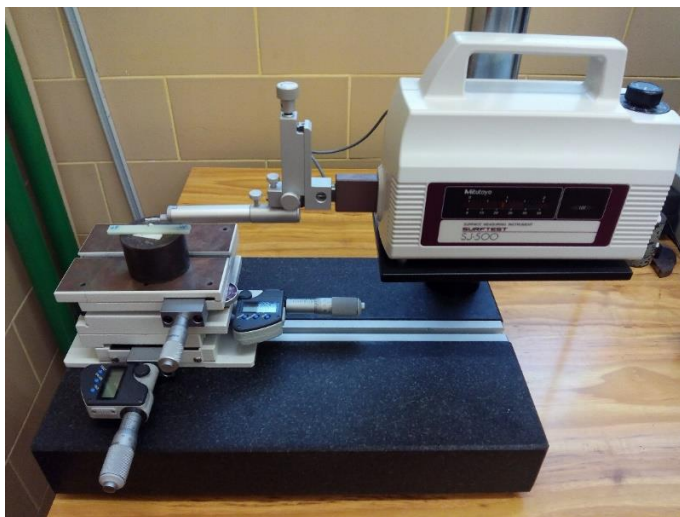


Figura 2.9. Rugosímetro

2.3.4 Ensaio de Dureza

Os ensaios de dureza podem ser classificados, em função do valor de carga utilizado para a indentação, como macroindentação, microindentação, ultramicroindentação e nanoindentação. No presente estudo foram realizados ensaios de ultramicroindentação e nanoindentação.

(a) Ultramicroindentação

A dureza é determinada pela capacidade de resistir à deformação plástica provocada pela aplicação de uma determinada carga a uma velocidade pré-definida, normalmente através de um indentador de diamante Vickers (piramidal quadrangular).

O equipamento utilizado foi um ultramicrodurómetro Fisherscope H100 (figura 2.10) constituído por uma cabeça de medição e uma unidade de controlo e avaliação, que é responsável pela monitorização e movimento do indentador.



Figura 2.10. – Equipamento de ultramicrodureza

As cargas são aplicadas por ação de um campo eletromagnético, numa gama de 0,4 mN a 1N, com uma resolução de 1 μ N. A medição da profundidade da indentação (h) é conseguida através de uma sonda de deslocamento, com resolução de 2 nm e tempo de fluência de 32 seg.

A carga foi realizada até 1 N, de forma gradual em 60 passos na carga e descarga, com manutenção de 30 seg à carga máxima e mínima.

Uma vez que a medição da dureza numa superfície não polida de WC-Co pode acarretar diversos erros associados ao ponto de contacto do indentador (p.ex. atingir uma partícula de Co ou começar numa zona de desnível superficial) foram realizadas 70 indentações em cada amostra por forma a tentar minimizar os erros provenientes destes problemas. Dos valores medidos para além da dureza em Vickers (HV) é possível avaliar o módulo de elasticidade (E).

(b) Nanoindentação

As nanoindentações foram efetuadas no equipamento MicroMaterials NanoTest o qual possibilita a aquisição, registo e tratamento de dados através do software NanoTestPlatform.

Na secção transversal dos corpos de prova com e sem jateamento foram medidas as nanoindentações. As zonas avaliadas foram 50 indentações no centro e 200 entre os 5 μ m e 185 μ m a partir da superfície do corpo de prova. Para este ensaio as superfícies foram previamente polidas.

O indentador de diamante aplicado neste ensaio foi do tipo Berkovich, piramidal triangular ($E = 1140$ GPa; $\nu = 0,7$). A carga máxima foi de 100 mN, aplicada progressivamente a partir dos 0,07 mN.

2.4 Medição de Tensões Residuais

As tensões residuais ocorrem quando um material quer expandir ou contrair e é impedido de efetuar esse movimento por outro material que o envolve. Existem diferentes motivos para tal, como por exemplo, na produção de uma pastilha WC-Co em que se sabe que os coeficientes de dilatação térmica do WC e do Co são diferentes, logo à temperatura ambiente existirão sempre, por mais reduzidas que sejam, tensões de origem térmica provenientes dessa diferença.

No âmbito deste tema diversos estudos já efetuados demonstraram que num composto constituído por WC-Co as tensões compressivas atuam no WC, e as de tração sobre o Co (Nyrot, 2013).

De modo a manter o equilíbrio de forças, quando não se tem nenhuma solicitação externa a atuar no material, se na superfície existirem tensões de compressão obrigam a que existam tensões de tração algures no substrato, por forma a que o material esteja em equilíbrio e sem movimento. O processo de jateamento visa introduzir na preparação de pastilhas, que se pretendem revestir, um aumento das tensões. Qualquer que seja a incidência das partículas de Al₂O₃ na peça, com uma quantidade de movimento de magnitude variável e ajustável, há sempre um aumento do estado de tensões.

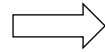
2.4.1 Método de Difração de Raios-X (DRX)

A técnica mais comum e precisa para a definição, e controlo das tensões residuais em materiais policristalinos, é a difração por raios X. Neste caso o método $\sin^2 \psi$. Esta técnica permite determinar a verdadeira distância entre as famílias de planos cristalinos

(espaçamento d) pela lei de Bragg e, juntamente com a lei de Hooke, tornar possível determinar o valor da tensão residual (σ) (Nyrot, 2013).

De acordo com a Lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$



n é inteiro

λ - comprimento de onda da radiação

d - distância entre planos cristalinos da mesma família

como λ é constante, logo diferentes conjuntos de planos (hkl) com diferentes espaçamentos d , ou seja diferentes Θ , são medidos por um detetor (figura 2.11). Se tensões de compressão são aplicadas ao corpo de prova, d varia de acordo com a Lei de Hooke, com o módulo de elasticidade a ser definido pelo programa acoplado ao difratômetro. Neste caso, foi considerado apenas unicamente o módulo do WC (550 GPa), por ser a fase maioritária.

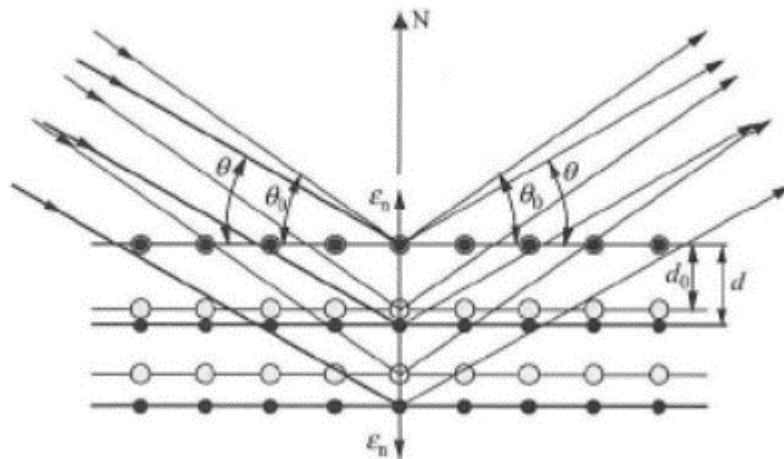


Figura 2.11. Alteração da distância interplanar para diferentes ângulos de incidência de raios X

a) Equipamento utilizado

O equipamento usado nas análises foi um difratômetro PANaltical X'Pro (figura 2.12) com um goniômetro de PW 3040/00, uma intensidade de corrente de 40 mA e, um anticátodo de cobre em que o comprimento de onda usado foi $\lambda(K_{\alpha 1}) = 1,54059$ nm, com montagem Bragg-Brentano.

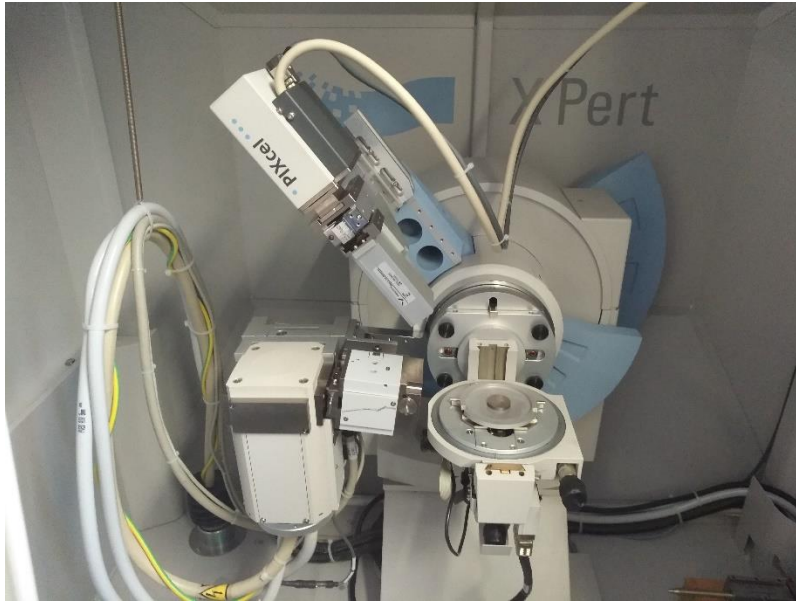


Figura 2.12. Difrátometro de raios X

b) Definição dos Parâmetros

No método de $\sin^2\psi$ é de extrema importância haver um pico bem definido, sem picos doutras fases sobrepostos e com uma intensidade significativa.

No caso em análise de WC - Co, como os picos referentes ao ligante Co (elemento minoritário) têm uma intensidade bastante reduzida, a análise efetuada à priori para a escolha do pico teve apenas em consideração os picos de maior intensidade do WC e a não proximidade a outros picos (figura 2.13).

O pico escolhido foi o $2\theta = 98,5^\circ$, caracterizado na sua ficha para o WC por $(h=1; k=1; l=2)$. Da comparação do pico de difração antes e após jateamento, é evidente que há um alargamento do pico e uma diminuição de intensidade relativa significativa (figura 2.14 a) e b)), evidenciando como é relevante selecionar um pico com uma intensidade considerável.

Os parâmetros selecionados para a avaliação das tensões residuais estão compilados na tabela 2.6.

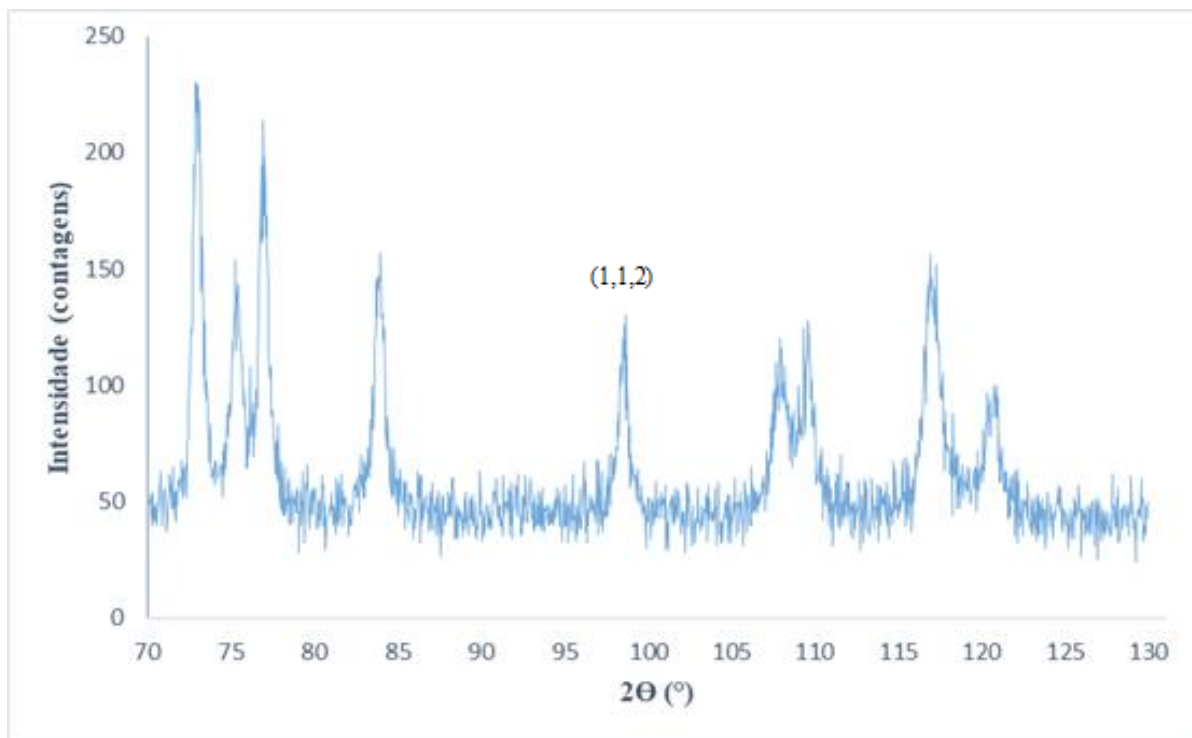


Figura 2.13. Difratoograma

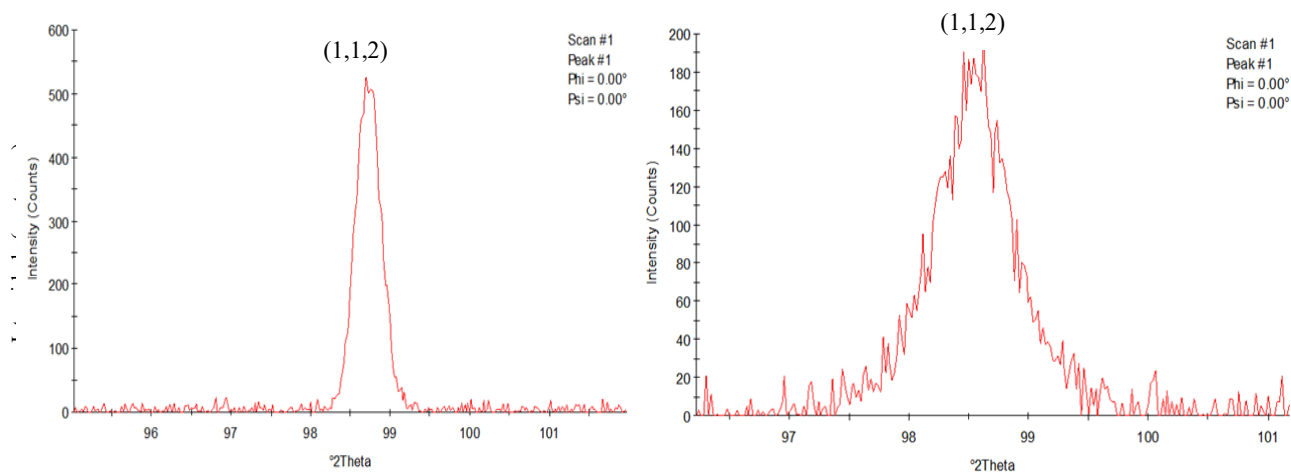


Figura 2.14. Picos do WC antes (a) e depois do jateamento (b)

Tabela 2.6. Parâmetros aplicados no cálculo das tensões residuais

Método	Análise unidirecional de tensão
Material:	WC
K_{α}:	$K_{\alpha 1}$
d sem deformação (d_0)	0,1015 nm
$\sin^2(\psi)$ sem deformação :	0,4
Tensão de Corte:	0

A posição do pico foi medida para diferentes ângulos ψ (0 a 45°) de modo a ter um modelo para registo o mais fidedigno possível. A tensão é avaliada através da relação $d\Theta\psi$ vs $\sin^2\psi$ (figura 2.15).

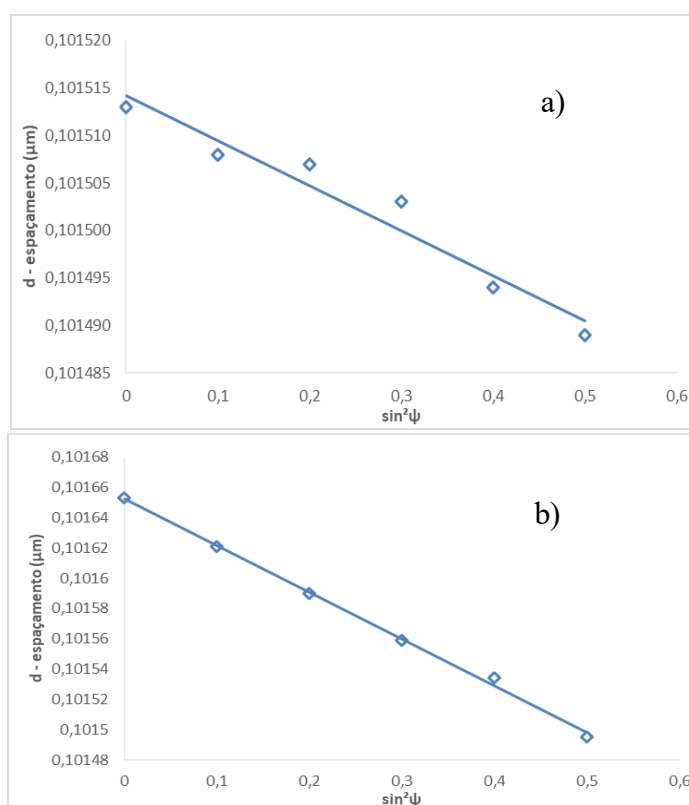


Figura 2.15. Distância interplanar função de $\sin^2\psi$ para corpo de prova não jateado (1) a) e jateado (4) b)

2.4.2 Medição das tensões residuais pela via numérica

Com o propósito de se ultrapassar as limitações e imprecisões patentes nos métodos que atualmente existem, procurou-se aplicar uma metodologia que permitisse obter o valor das tensões residuais por simulação numérica das curvas carga-profundidade (P-h) das indentações.

Para realizar a simulação numérica é necessário ter o conhecimento prévio da tensão limite de elasticidade σ_0 e também dos valores dos parâmetros K e n da lei de Swift do material ($\sigma = K(\epsilon_0 + \epsilon)^n$), com: $\sigma_0 = K(\epsilon_0)^n$; σ e ϵ representam respectivamente a tensão e a deformação plástica num ensaio de tração.

Com recurso à equação 1 e aos valores de dureza (H) e módulo de elasticidade (E) determinados por ensaio de indentação, obteve-se numa primeira instância o valor de σ_0 (Antunes *et al*, 2007) (com $E_r = E / (1 - \nu^2)$):

$$\frac{Er}{H} = 0,231 \left(\frac{Er}{\sigma_0} \right) + 4,910 \quad (1)$$

com $E = 550$ GPa e $\nu = 0,3$, têm-se $\sigma_0 = 2817$ MPa; o valor de ϵ_0 foi considerado igual a 0,005, como acontece muito habitualmente; atendendo a que o material tem dureza elevada, será de esperar um pequeno encruamento e como tal foi escolhido um $n = 0,01$.

Nestas condições (na tabela 2.7) mostram-se os valores dos parâmetros, elásticos e plásticos, utilizados na primeira simulação, com o o objetivo de ajustar a curva simulada à curva experimental P-h para uma pastilha do tipo A não jateada. Para obter o ajuste fino alterou-se sucessivamente o valor de K (e conseqüentemente σ_0) da lei de Swift, fixando os restantes parâmetros. Na tabela 2.8 mostram-se os parâmetros para os quais ocorre sobreposição das curvas de carga, simulada e experimental.

Tabela 2.7. Parâmetros do material nas condições iniciais

n	0,01
σ_0	2817 MPa
ϵ_0	0,005
K	2971 MPa
E	550 GPa
H	11 GPa

Tabela 2.8. Parâmetros do material após otimização

n	0,005
σ_0	2627 MPa
ϵ_0	0,002
K	2771 MPa
E	550 GPa
H	11 GPa

A metodologia para determinação das tensões residuais consiste em fazer sucessivas simulações, com valores de tensões residuais de compressão pré-definidos, até acontecer a sobreposição das curvas de dureza (P-h) simuladas com as experimentais dos provetes em que se pretendem conhecer estas tensões residuais (Sakharova *et al*, 2011).

Os parâmetros utilizados nestas simulações são os do material após otimização (tabela 2.8) e os valores introduzidos na simulação das tensões residuais foram 0,5; 1,0; 1,2 e 1,4 GPa, de compressão.

2.5 Adesão do Revestimento

Para a avaliação da adesão do revestimento ao substrato realizaram-se ensaios de indentação deslizante (*Scratch test*) e por fim ensaios de desempenho. Nestes ensaios o objetivo foi detetar se, efetivamente, o processo de jateamento promoveria uma influência positiva no desempenho da pastilha de corte num processo de torneamento, a aplicação mais comum.

2.5.1 Indentação deslizante

O *scratch test* como é mais conhecido, em português indentação deslizante, é um ensaio de avaliação da adesão do revestimento que consiste numa carga aplicada, através de um indentador, que aumenta com o movimento da amostra segundo a direção xx' , de modo a avaliar a adesão/coesão do revestimento (figura 2.16).

A carga crítica L_{c2} será a carga onde a falha adesiva ocorre.

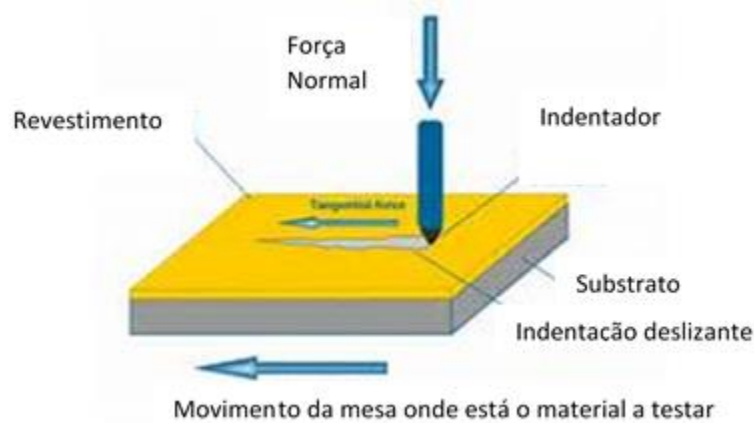


Figura 2.16. Esquema de indentaç o deslizante (adapt. www.pvd-coatings.co.uk)

O equipamento de indentaç o deslizante   da marca CSEM – REVESTEST (figura 2.17).

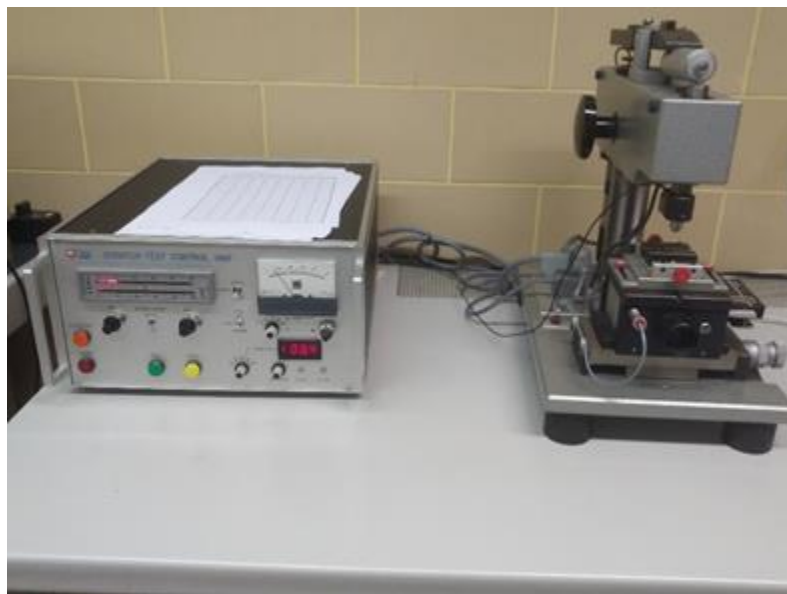


Figura 2.17. Equipamento de indentaç o deslizante

As falhas criadas na superf cie podem ser classificadas de acordo com a norma europeia EN 1071-3, em adesivas ou coesivas dependendo se estas surgem, respetivamente, na interface do substrato/revestimento ou no interior do revestimento, para uma carga cr tica espec fica a qual se denomina respetivamente de Lc_2 e Lc_1 .

Lc_2 depende da ades o entre o revestimento – substrato, do raio do indentador, da taxa de carregamento, espessura do revestimento e das tens es residuais presentes no revestimento e substrato.

2.5.2 Ensaio de Desempenho

As pastilhas de designação A e com a geometria indicada na figura 2.18 foram ensaiadas. Duas delas com jateamento e outras duas sem jateamento (nas condições operatórias seguintes: tamanho de partícula de alumina $D_{50} = 121 \mu\text{m}$, $v = 20 \text{ mm/s}$ e $p = 0,3 \text{ MPa}$), valores otimizados para o melhor compromisso entre tensão e rugosidade. O revestimento era composto por várias nanocamadas, com alumina preta inclusive, com $15 \mu\text{m}$ de espessura depositado por via de CVD.

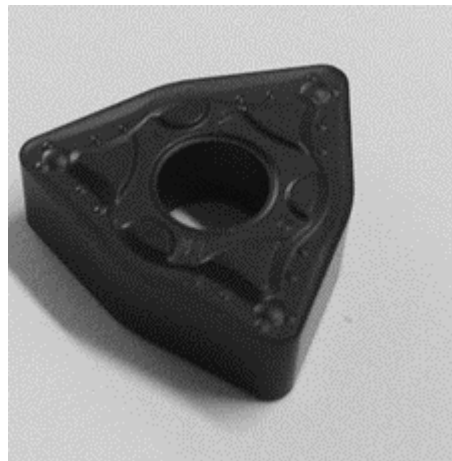


Figura 2.18. Pastilha Ensaçada

O critério de análise foi o comportamento das pastilhas nos primeiros 15 min de maquinagem, parando o ensaio de 3 em 3 min com o intuito de ir acompanhando e registrando a evolução do desgaste.

Os parâmetros de corte foram definidos para a montagem indicada na figura 2.19 e tiveram como referência ensaios similares já realizados pela empresa Palbit para avaliação de desempenho de pastilhas de corte (tabela 2.9).

Os parâmetros de corte foram definidos tendo como referência ensaios semelhantes já realizados pela empresa para avaliação deste tipo de ensaios de desempenho da pastilha (tabela 2.8).

Tabela 2.9. Parâmetros de corte

F_n (força de avanço)	0,03 mm/rev
A_p (profundidade do corte)	0,25 mm
V_c (velocidade de corte)	160 m/min

O material maquinado foi um aço ligado 34CrNiMo6, maquinado normalmente por esta classe de WC-Co, na indústria metalomecânica.



Figura 2.19. Montagem para os ensaios de corte

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Composição química

O corpo de prova (pastilha de corte simplificada) analisado em detalhe é constituído essencialmente por WC e 6,2% Co (corpo de prova A) sem tratamento superficial. Este foi seccionado por um processo de corte por EDM de modo a que a zona de análise fosse a secção transversal da pastilha e sem deformação plástica significativa, e em seguida polida.

3.1.1. Antes Jateamento

Na secção transversal dos corpos de prova testados, cujo objetivo final é serem revestidos por MTCVD, há uma zona superficial de cerca de 25 μm de profundidade com uma microestrutura diferenciada da zona mais interior (figura 3.1). Esta zona é a referenciada na literatura como a zona de gradiente químico, onde se procura possuir como ligante apenas o Co, em detrimento de outros constituintes fragilizantes, como será evidenciado mais tarde.

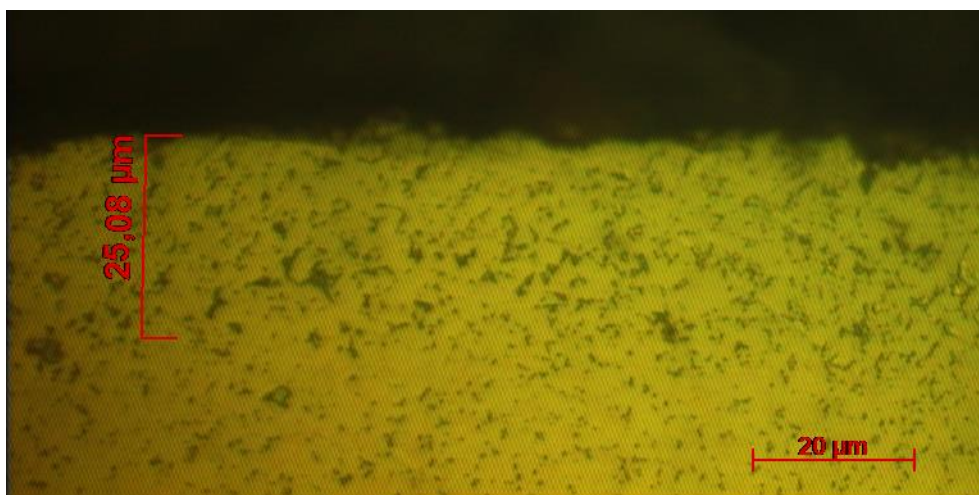


Figura 3.1. Microestrutura de uma secção transversal de uma pastilha (micografia ótica, 100x)

A análise incidiu em duas zonas distintas em profundidade, e para cada uma em quatro zonas do corpo de prova não jateado (figura 3.2) com o propósito de demonstrar essencialmente, numa forma semiquantitativa, a distribuição dos elementos (figura 3.3 e tabelas 3.1 e 3.2).

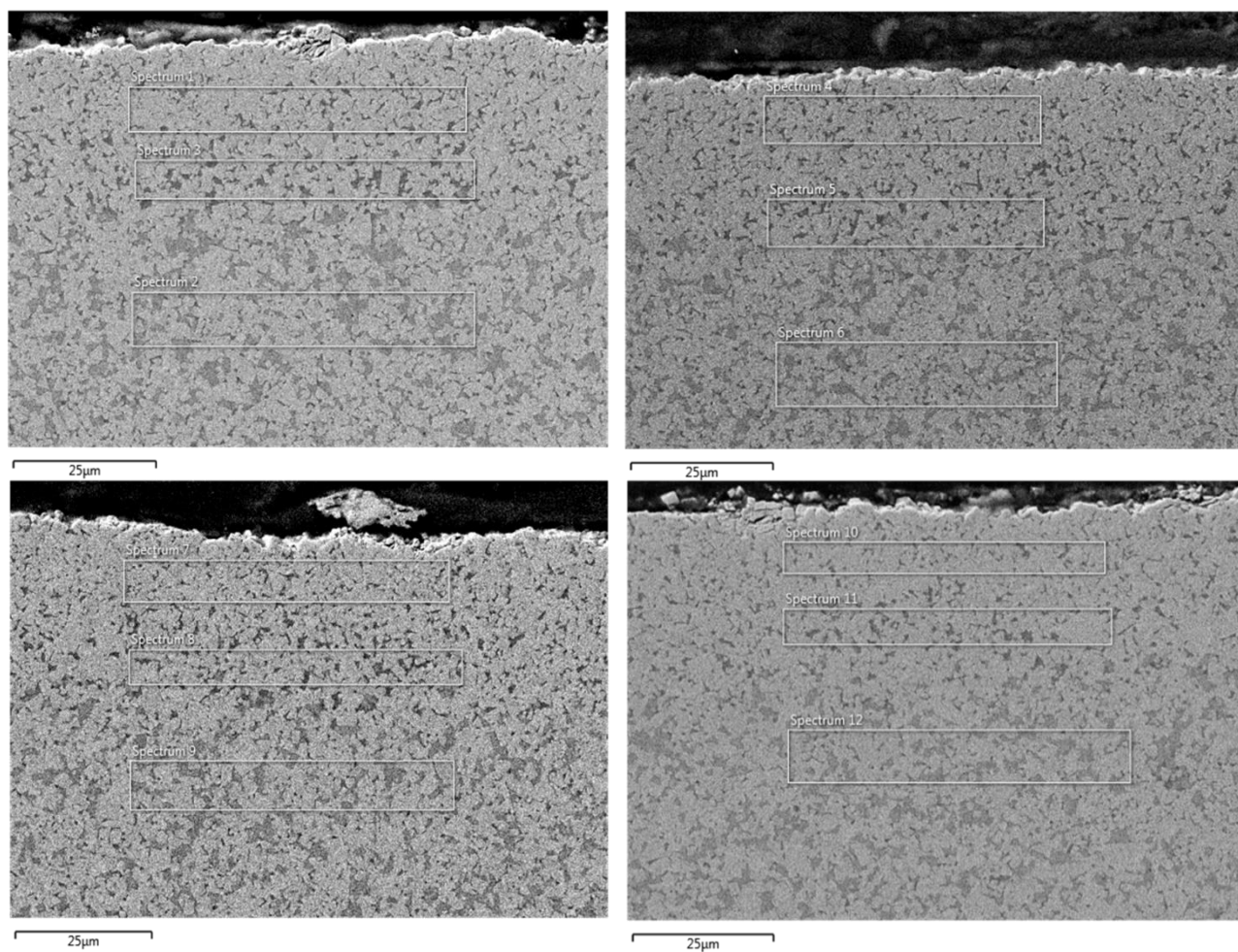


Figura 3.2. Morfologia da secção transversal da pastilha não jateada (SEM)

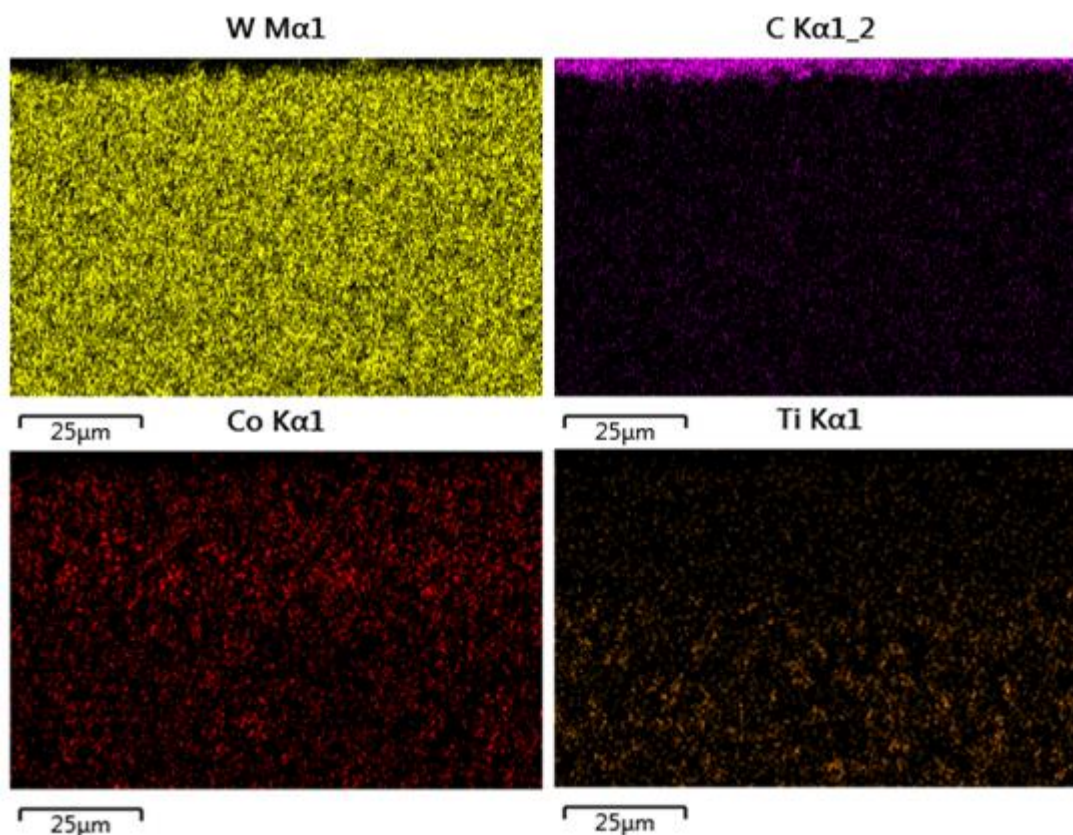


Figura 3.3. Distribuição dos elementos químicos ao longo da secção transversal (EDS)

Tabela 3.1. Composição química da secção transversal da zona mais próxima da superfície ($e < 25 \mu\text{m}$)

Elemento (wt. %)	W	C*	Co
Zonas próximas da superfície			
1	81,9	8,7	9,4
4	80,6	10,2	8,5
7	82,2	9,4	8,4
10	82,6	9,6	7,8
Média	81,8	9,5	8,5

Tabela 3.2. Composição química da secção transversal ($e > 50 \mu\text{m}$)

Elemento (wt. %)	W	C*	Co	Ti
Zona afastada da superfície				
2	78,1	10,8	4,6	3,9
6	76,3	10,9	4,4	3,3
9	79,6	11,6	5,2	3,5
12	78,7	10,4	4,5	3,6
Média	78,2	10,9	4,7	3,6

* a coloração cinzenta deve-se ao facto de se considerar que o doseamento de C por EDS é pouco rigoroso

Da análise dos resultados é claro que o teor de W se mantém sensivelmente constante, qualquer que seja a profundidade da zona analisada. Contudo, o Co tem tendência a diminuir a zona de gradiente ($< 25 \mu\text{m}$) para o interior em detrimento do Ti. Este resultado vem demonstrar que a superfície do carboneto de tungsténio foi previamente preparada para receber um revestimento duro. Na verdade, de acordo com a bibliografia disponível (Suzuki *et al* 1981) há necessidade de um enriquecimento em Co na superfície evitando a presença de carbonetos e carbonitreto cúbicos frágeis. Promover a formação de um gradiente no carboneto de tungsténio de Co é assumido como necessário, pois induz a presença apenas de uma fase essencialmente dúctil (Co) evitando a propagação de fissuras, durante a aplicação. Várias metodologias têm sido propostas por diferentes autores (Schwarzkopf *et al* 1988; Gustafson *et al* 1994; Frykholm *et al* 2004; Yang *et al*, 2014; Tang *et al*, 2016)) para a formação da zona superficial em gradiente.

Do mapa de distribuição dos diversos elementos e da análise semiquantitativa é possível inferir a distribuição de cada elemento nas zonas pré-definidas da amostra, e está de acordo com o expectável e observado previamente em microscopia ótica (figura 3.1).

Como se pode observar pela figura 3.3 existem gradientes de concentração notórios no Co e Ti. O primeiro apresenta uma zona de transição onde possui um enriquecimento e depois decai quando se aproxima do interior. Este comportamento no caso do Ti este começa a ser mais visível à medida que vai aumentando a distância à superfície.

3.1.2. Após Jateamento

Na secção transversal respeitante ao corpo de prova previamente jateado foram adotadas duas zonas de análise (figura 3.4), uma mais próxima (e < 25 μ m) e outra mais afastada da superfície, com o propósito de averiguar se existiria alguma diferença provocada pelo jateamento nos gradientes de composição química (tabelas 3.3 e 3.4).

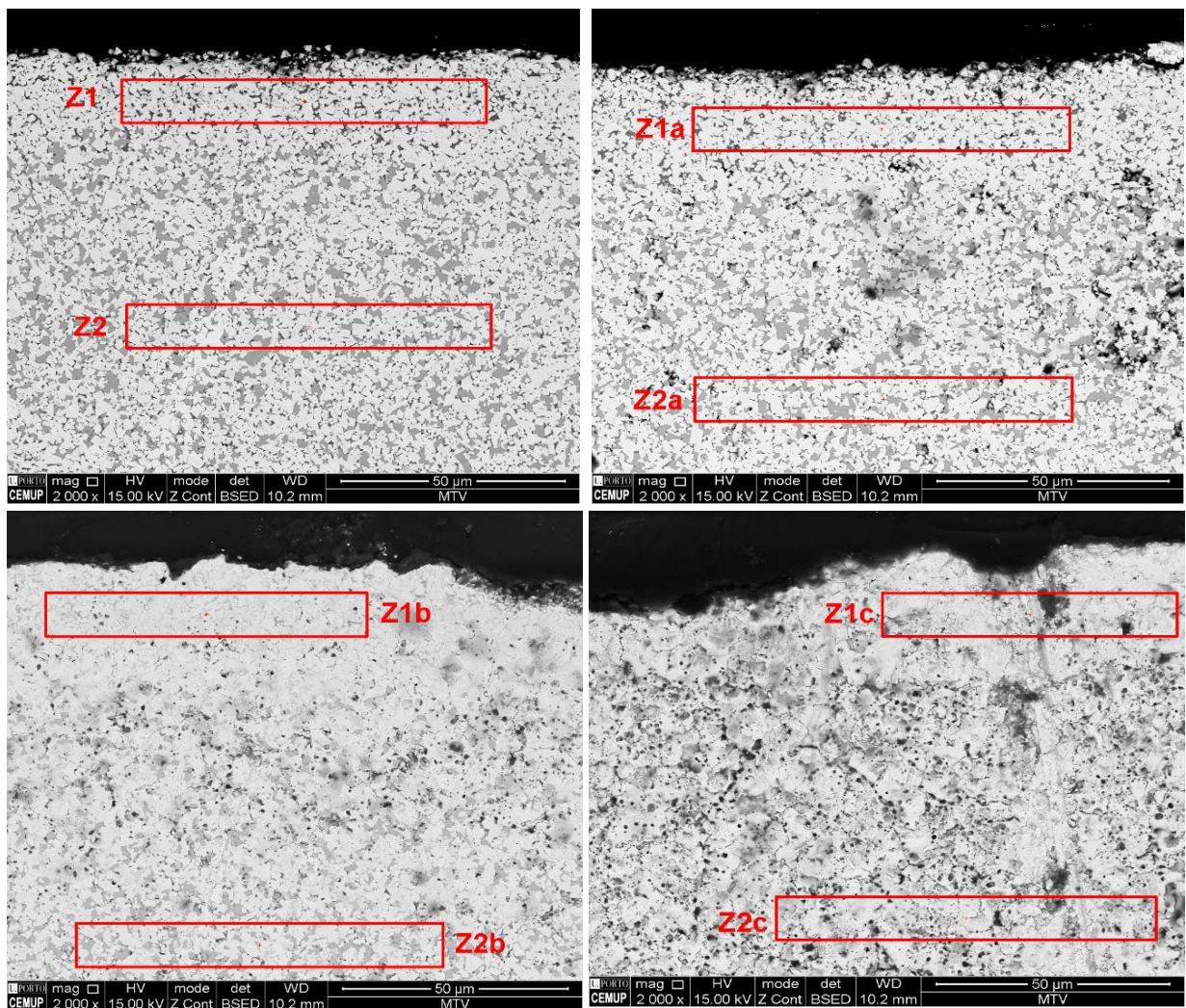


Figura 3.4. Morfologia do corpo de prova jateado (SEM)

Tabela 3.3. Composição química da secção transversal da zona mais próxima da superfície ($e < 25 \mu\text{m}$)

Elemento (wt %)	W	C	Co
Zonas próximas da superfície			
Z1	84,3	6,7	7,6
Z1a	84,4	6,8	7,3
Z1b	86,9	5,3	7,1
Z1c	82,6	7,3	7,2
Média	84,6	6,5	7,3

Tabela 3.4. Composição química na zona mais afastada da superfície

Elemento (wt %)	W	C	Co	Ti
Zona afastada da superfície				
Z2	84,6	6,9	4,2	3,5
Z2a	84,8	6,8	4,0	3,3
Z2b	83,8	7,0	4,1	3,7
Z2c	80,1	9,3	3,9	2,3
Média	83,3	7,5	4,1	3,2

Após jateamento não houve uma alteração significativa no gradiente de composição química quer na região mais próxima quer na mais afastada da superfície, com excepção a poder ser feita ao Co, uma vez que após jateamento o seu teor à superfície diminui.

3.2. Tensões residuais avaliadas por recurso a DRX

O estudo das diversas variáveis em análise, como o teor de Co no corpo de prova (%); a velocidade linear da mesa giratória (mm/s) e o tamanho de partícula do abrasivo (μm) no estado de tensões induzido pelo jateamento foi realizado por recurso à difração de raios X, recorrendo à metodologia descrita no capítulo 2.

3.2.1. Variação do teor de Co

Como foi anteriormente referido o teor de Co pode variar nas diversas classes de WC, dependendo da sua aplicação. Este elemento que tem um papel essencial no comportamento mecânico da pastilha em serviço, pode também desempenhar um papel proativo no jateamento, pela absorção de parte da energia fornecida pelo choque das partículas.

Assim, se procurou perceber para diferentes níveis de jateamento efetuados a influência da percentagem do teor de Co no estado de compressão criado na superfície da pastilha (tabela 3.5).

Tabela 3.5 Tensões residuais de compressão função %Co (d_{50} alumina = 121 μm)

Tensões residuais		
%Co	6,2	8,0
Sem jateamento	122 MPa	203 MPa
Com jateamento	1333 MPa (v=20 mm/s)	1195 MPa (v=20 mm/s)
	1305 MPa (v=60 mm/s)	1175 MPa (v=60 mm/s)

Como se pode constatar da tabela 3.5 a variação de aproximadamente 2% de Co, antes do jateamento conduz a um ligeiro incremento do estado de tensões residuais, expectável como já foi referido, devido às tensões intrínsecas de origem térmica e à rectificação.

Após jateamento as tensões residuais instaladas são significativamente aumentadas, e o acréscimo do teor de cobalto contribui, se bem que ligeiramente, para o

decréscimo do estado de tensões, para as duas velocidades lineares da mesa giratória (mm/s). O Co a fase dúctil, existente na superfície do corpo de prova jateado, associado ao WC, induz, para as mesmas condições de tratamento, uma absorção de energia por deformação plástica que é tanto mais significativa quanto o teor do Co é elevado, logo um decréscimo nas tensões residuais no corpo de prova.

3.2.2. Variação da Velocidade linear da mesa

Um dos parâmetros do equipamento de jateamento cujo o seu papel na introdução de tensões residuais na pastilha de corte se procurou evidenciar foi o da velocidade linear da mesa giratória (tabela 3.6). Este parâmetro é diretamente responsável pela definição do tempo de tratamento a que o corpo de prova está sujeito durante o jateamento, visto que a velocidade linear da mesa giratória se relaciona com o tempo que esta demora a dar as voltas necessárias para cada posição de jateamento. Portanto, quanto menor a velocidade maior será o tempo de jateamento.

Tabela 3.6 Tensões residuais de compressão função da velocidade da mesa (mm/s) (d_{50} alumina = 121 μ m)

Parâmetro	Tensões residuais			
	v (mm/s)	0	20	60
Sem jateamento				
(6,2% Co)		122 MPa		
(8,0% Co)		203 MPa		
Com jateamento				
(6,2% Co)		1333 MPa	1305 MPa	
(8,0% Co)		1195 MPa	1175 MPa	

A menor velocidade linear da mesa giratória faz com que se consigam introduzir na pastilha estados de tensões de compressão superiores aos de maior velocidade. No entanto, ainda que a diferença de tempo de tratamento a que o corpo de prova está sujeito

seja significativa ($v= 20 \text{ mm/s}$, $t=1000 \text{ s}$; $v=60 \text{ mm/s}$, $t=700 \text{ s}$), o mesmo não se pode dizer do valor das tensões introduzidas, uma vez que é reduzida a variação efetiva.

3.2.3. Variação do tamanho de partícula de alumina

Para o estudo da influência do tamanho de partícula no estado de tensões induzido na superfície foi analisado o efeito do seu tamanho de partícula usada no jateamento, $d_{50} = 121 \text{ }\mu\text{m}$ (Mesh150) e $d_{50} = 22 \text{ }\mu\text{m}$ (Mesh400), para um teor de Co de 6,2% (A) (tabela 3.7).

Tabela 3.7 Tensões residuais compressivas função do tamanho da partícula no jateamento (6,2% Co)

Parâmetro	Tensões residuais		
	0	120	22
d₅₀ (μm)			
Sem jateamento	180 MPa		
	200 MPa		
Com jateamento			
($v=20 \text{ mm/s}$)		1333 MPa	1195 MPa
($v=60 \text{ mm/s}$)		1305 MPa	926 MPa

A variação do tamanho de partícula é um parâmetro significativo para obter um estado de tensões residuais diferenciado. Vários autores demonstraram numa forma sustentada que as diferenças provocadas pelo tempo de tratamento são mais significativas quando a partícula de alumina, que constitui o abrasivo, tem um tamanho menor.

De igual forma com a variação crescente do tamanho de partícula introduzem-se estados de tensão superiores aos que ocorrem para partículas de menor tamanho, mesmo até que os alcançados para um tempo de tratamento superior.

3.3. Avaliação da Rugosidade

Na figura 3.5 estão representados os valores de rugosidade medidos em diferentes zonas de três corpos de prova com 6,2% Co (A), o primeiro sem qualquer tratamento superficial ($\sigma_{res} = -203$ MPa), os dois últimos com tratamento superficial de um abrasivo de alumina (Al_2O_3), com $d_{50} = 121\mu m$ ($\sigma_{res} = -1333$ MPa) e $d_{50} = 22\mu m$ ($\sigma_{res} = -1185$ MPa).

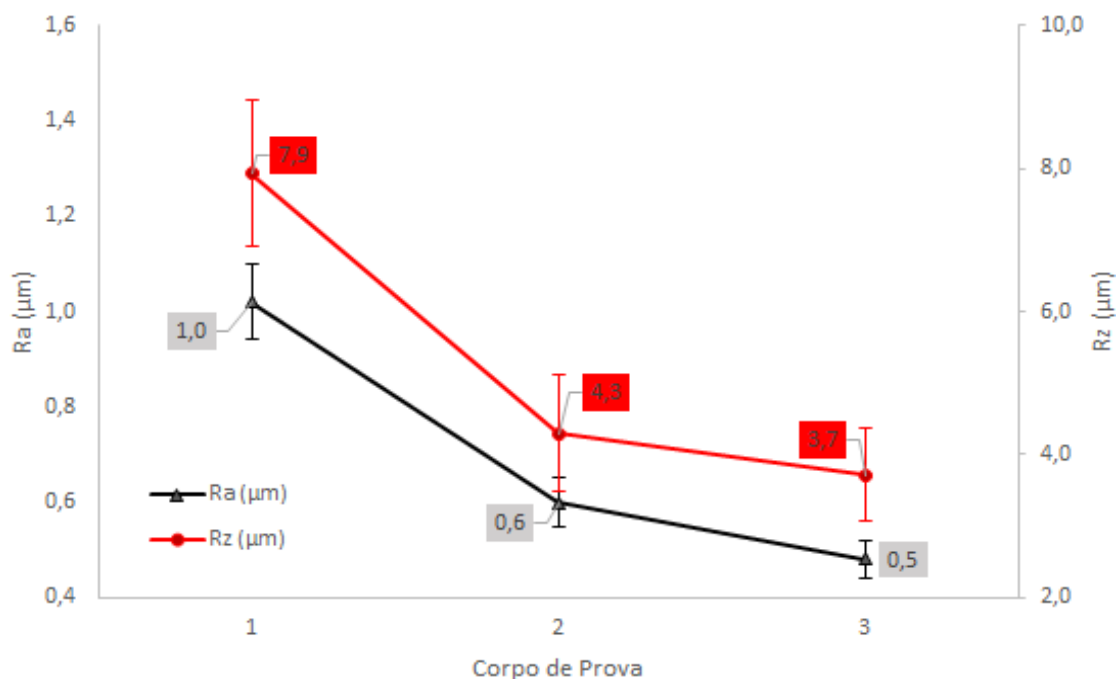


Figura 3.5 Rugosidade dos corpos de prova (6,2% Co), em função do tamanho de partícula

Tal como seria de esperar por estudos anteriores similares (Tonshof, 1998), o jateamento efetivamente melhora consideravelmente o estado superficial, no entanto, aumento do tamanho de partícula abrasivo provoca um pior acabamento superficial, relativamente a tamanhos de partícula mais pequenos.

O estado de tensões inserido na pastilha também se relaciona diretamente com os valores de rugosidade, na medida em que, para corpos de prova jateados, quanto maior o estado de tensões, pior será o acabamento superficial.

3.4. Avaliação da Dureza

A dureza pode contribuir para uma avaliação indireta do estado de tensões existente na superfície jateada. Por outro lado, poderá permitir também ter acesso ao módulo de elasticidade dos diferentes materiais/condições analisados além disso, pode realçar efeito do gradiente e do acabamento na secção transversal do corpo de prova em estudo.

De notar que o conhecimento das curvas carga/descarga poderá permitir aplicar um modelo teórico, que foi desenvolvido para cálculo das tensões residuais em superfícies (cf. Cap. 2).

3.4.1. Ultramicrodureza

Os resultados mostram que quando se têm composições químicas similares, as diferenças são realmente somente mais significativas quando se compara os corpos de prova que foram ou não alvo de jateamento, prova evidente de que o processo de acabamento só por si aumenta a dureza superficial do material. Os corpos de prova que surgem na figura 3.6 são identificados na tabela 3.8.

Tabela 3.8 Identificação dos corpos de prova da figura 3.6

Nº Corpo de Prova	Tamanho de partícula de Al ₂ O ₃ (µm)	Velocidade linear da mesa giratória (mm/s)	% Co
9	Sem jateamento		6,2
10	121	20	6,2
11	121	60	6,2
12	37	20	6,2
13	37	40	6,2
14	37	60	6,2

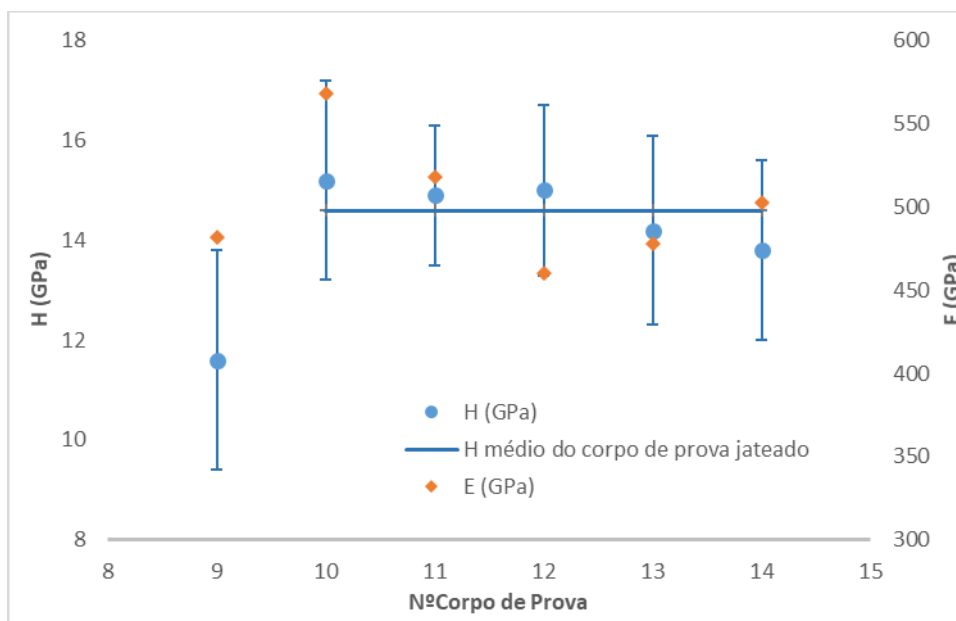


Figura 3.6. Influência do jateamento na Dureza e Módulo de Young (6,2% Co)

Como se constata pela figura 3.7 os valores de dureza tendem para valores similares da ordem de 14 GPa, se o tamanho partícula de jateamento for da ordem de 22 e 37 μm , qualquer que seja a velocidade da mesa. Contudo, para valores da partículas de jateamento da ordem de 121 μm há uma tendência para valores de dureza superiores ($> 14,3$ GPa).

Tabela 3.9 Identificação dos corpos de prova da figura 3.7

Nº Corpo de Prova	Tamanho de partícula de Al_2O_3 (μm)	Velocidade linear da mesa giratória (mm/s)	% Co
1	Sem jateamento		8
2	22	20	8
3	37	20	8
4	121	20	8
5	22	60	8
6	37	60	8
7	121	60	8
8	37	40	8

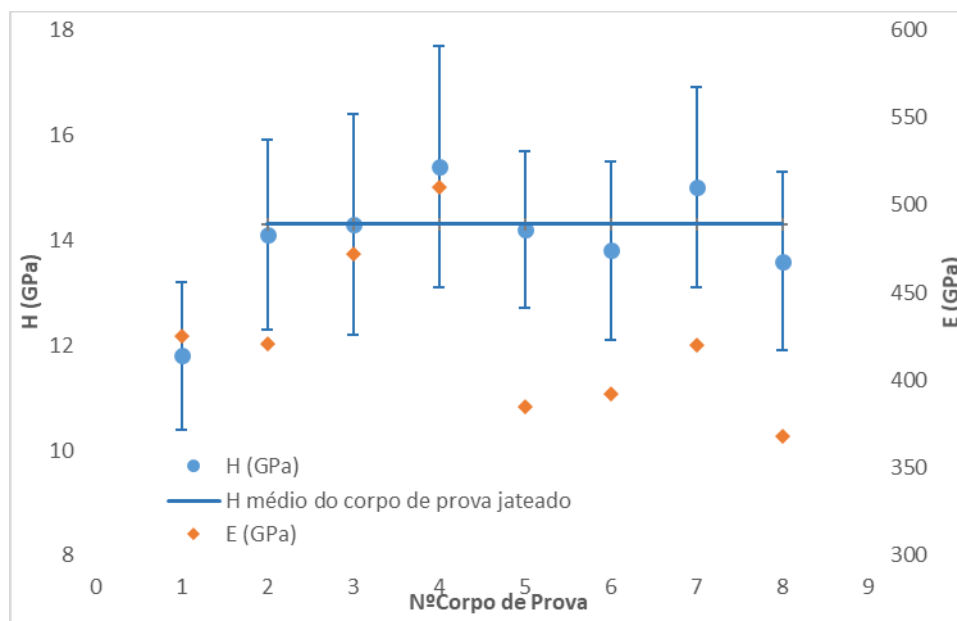


Figura 3.7. Dureza e Módulo de Young do corpo de prova (8,0% Co)

Pela consulta da tabela 3.10 é notório que o gradiente de composição química influencia os valores medidos à superfície da pastilha, sendo estes ligeiramente superiores na ausência desse mesmo gradiente.

De modo a viabilizar esta comparação, entre um corpo de prova com e sem gradiente, a pastilha foi retificada para retirar a zona possuidora do gradiente de composição (retirou-se 2 mm), e sujeita a uma temperatura de 300°C durante 3 horas para aliviar as tensões provenientes da retificação.

Tabela 3.10. Dureza e Módulo de Elasticidade com e sem gradiente composicional (sem jateamento)

Amostra	%Co	H [GPa]	E [GPa]
9	6,2	11,6	482
15	6,2	13,2	519

3.4.2. Nanodureza

Por via desta análise foi pretendido apurar, através de um completo mapeamento os valores da dureza nos 200 μm mais próximos da superfície.

Nesse sentido, foram efetuadas de 10 colunas de indentações em profundidade, desde 5 a 185 μm , com um espaçamento entre elas de 5 μm , segundo o eixo do YY' e de 20 μm segundo XX' (figura 3.8). O valor apresentado resulta da média, para cada linha horizontal de cerca de 20 indentações.

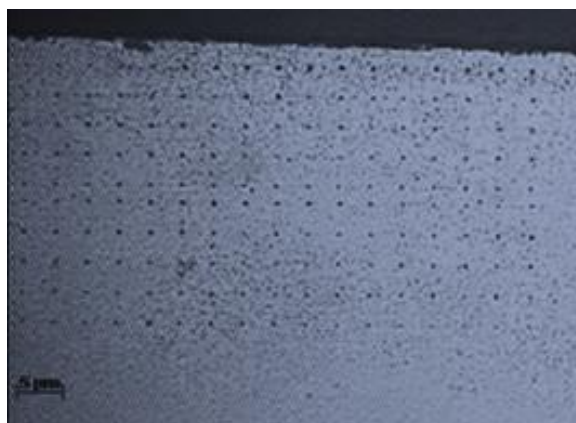


Figura 3.8. Imagem de nanoindentações da secção transversal

Para ter um valor de referência da dureza característica de cada corpo de prova os valores obtidos no centro, para o corpo de prova sem e com jateamento, foram de 18,5 e 18,3 GPa, respetivamente.

Tal como se pode confirmar na figura 3.9 a camada onde é visível um gradiente composicional, já observado em SEM, afeta realmente a dureza visível pelos dois valores mais próximos da superfície medidos. Ainda é de notar que de facto os valores de dureza, agora medidos a uma carga de indentação inferior, são maiores do que resultantes do ensaio de ultramicrodureza, facto comprovado num corpo de prova que não sofreu tratamento superficial.

De realçar ainda, a manutenção de sensivelmente a mesma diferença na ordem dos valores de dureza, sem e com jateamento, em relação aos verificados por ultramicroindentação.

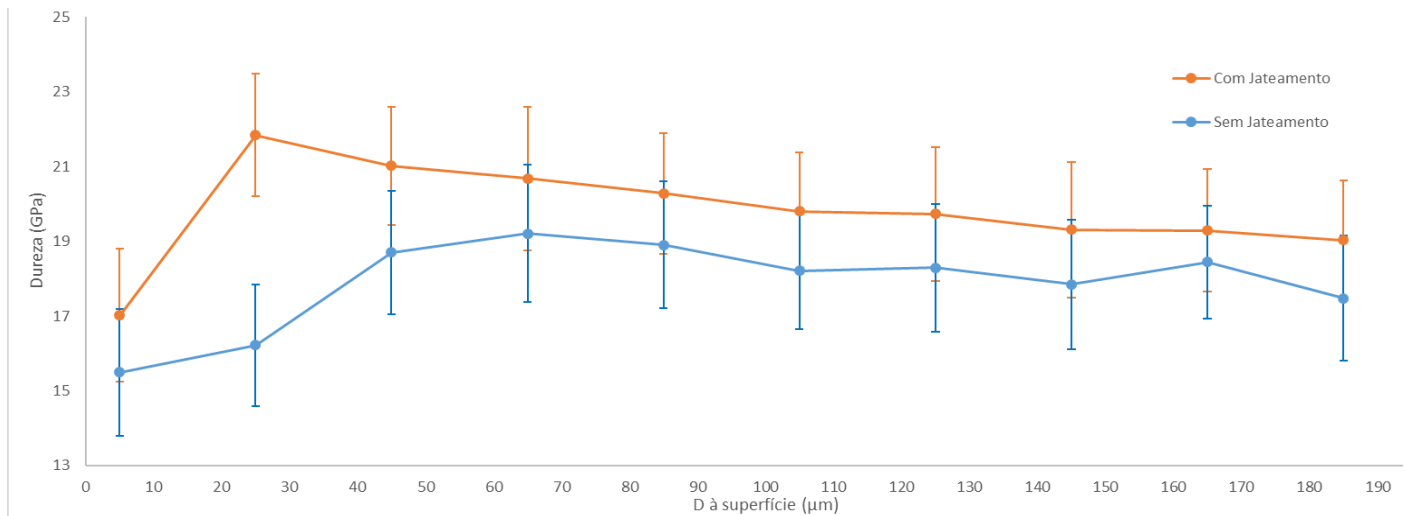


Figura 3.9. Variação da dureza num corpo de prova com e sem jateamento (6,2 % Co; 20 mm/s e 121 μm)

3.4.3. Relação Dureza e Tensões residuais de compressão

No caso da dureza, medida por recurso ao ultramicrodurómetro, os valores desta propriedade obedecem à mesma lei da variação das tensões residuais medidas DRX. A ligação específica da numeração às condições de jateamento dos corpos de prova, para a interpretação exclusiva da figura 3.10, pode ser consultada na tabela 3.11.

Tabela 3.11 Identificação dos corpos de prova, para provar H (GPa) vs Tensões (MPa)

Corpo de Prova	%Co	d ₅₀ de Al ₂ O ₃ (μm)	v (mm/s)
1	6,2	22	20
2	6,2	22	60
3	6,2	0	
4	6,2	121	60
5	6,2	121	20
6	8	0	
7	8	121	60
8	8	121	20

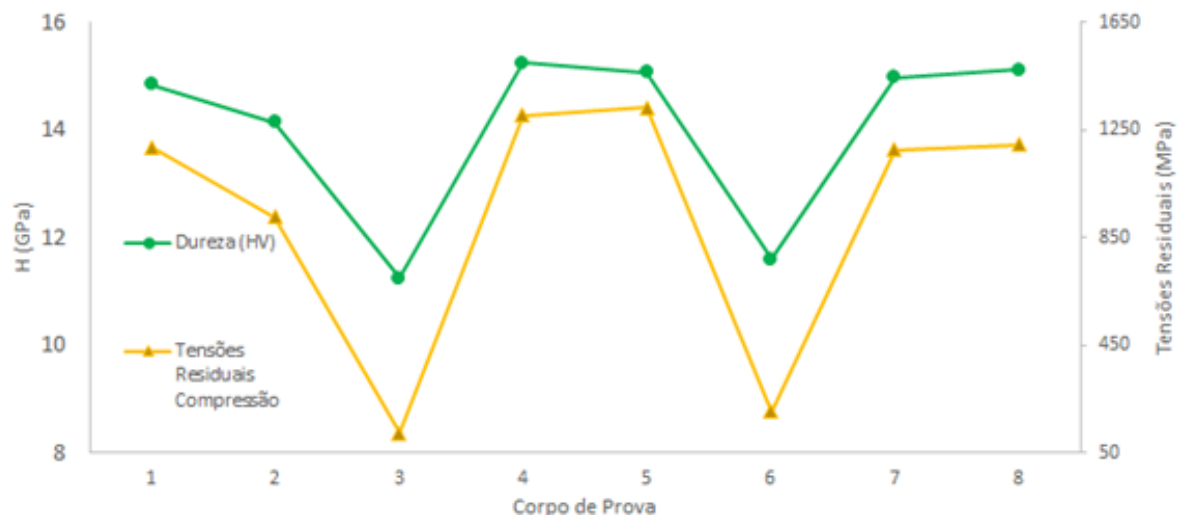


Figura 3.10. Relação entre a dureza e as tensões residuais

Assim, como se pode inferir da figura 3.10, a presença de um estado de tensões de compressão é, indubitavelmente, um mecanismo endurecedor para a superfície do corpo de prova. Este mecanismo é tão eficaz, quanto maior for o estado de tensões introduzido. Portanto, um controlo preciso das condições de jateamento, permite prever qual será o comportamento (deformação plástica) da superfície após jateamento.

3.5. Avaliação das tensões residuais por simulação numérica

Primeiro passo, o alinhamento das duas curvas, experimental e teórica, de modo a que seja possível na curva teórica simular o incremento crescente dos valores das tensões de compressão selecionados (figura 3.11).

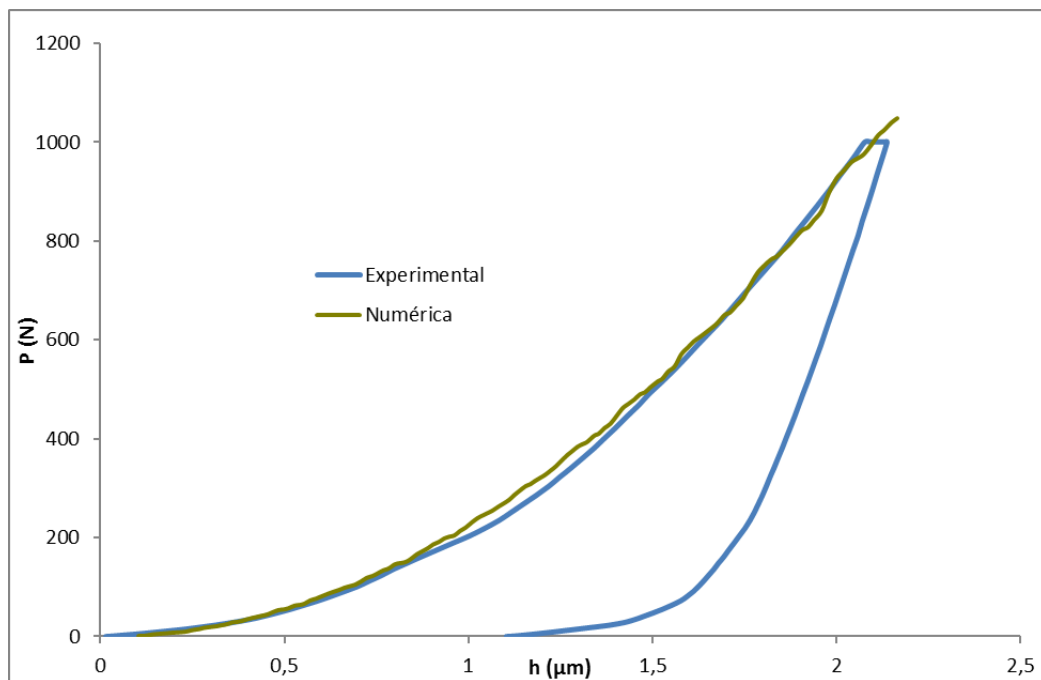


Figura 3.11. Sobreposição das curvas P-h, numérica e experimental, sem tensões residuais

Da figura 3.12 se constata que a simulação numérica permite prever da diminuição do h (profundidade) para um mesmo valor de P (carga aplicada), com o aumento do valor das tensões inserido. No entanto, no caso em estudo a diferença observável é muito pouco significativa.

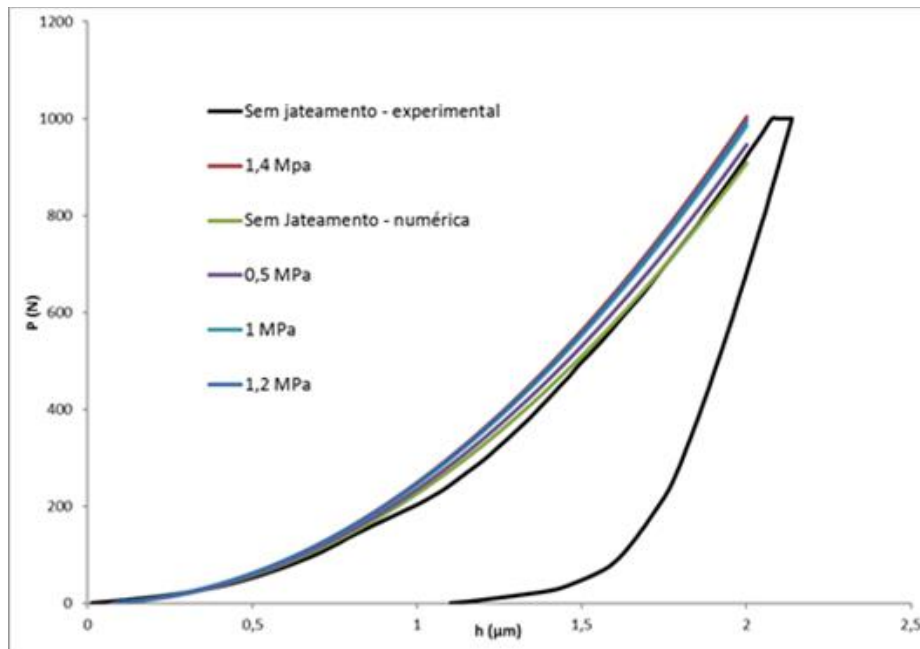


Figura 3.12. Evolução da curva P-h com o incremento numérico das tensões

Em contrapartida, a diferença entre as duas curvas que se relacionam com o corpo de prova jateado é notória (figura 3.13).

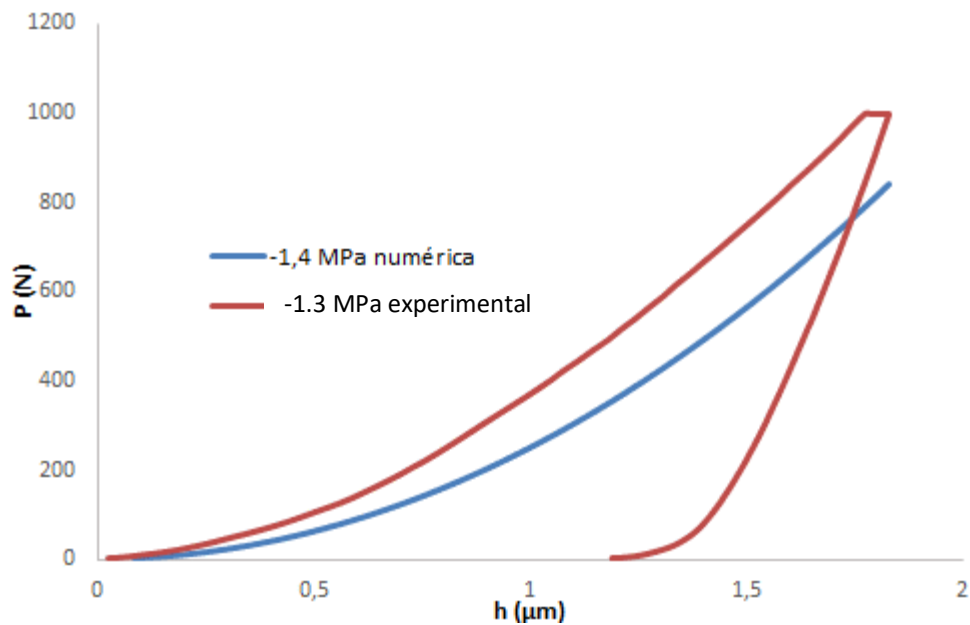


Figura 3.13. Comparação numérica vs experimental para uma tensão similar resultante de jateamento

Tal pode ser devido ao facto da simulação numérica considerar somente as tensões residuais como mecanismo de endurecimento. Este resultado pode demonstrar que o aumento da dureza do corpo de prova não se deve apenas à existência de tensões residuais de compressão, pode advir de outros fatores, como a taxa de encruamento do Co durante o jateamento.

3.6. Adesão do Revestimento

3.6.1. Indentação deslizante

A adesão dos revestimentos, propriedade fundamental para o desempenho tribológico do componente, foi então avaliada da forma descrita no Capítulo 2, por um ensaio de indentação deslizante com cada indentação a ter um comprimento de 8 mm (figura 3.14 e 3.15).

A gama de cargas aplicadas foi de 20 – 100 N com uma taxa de aplicação de carga de 10 N/mm. Efetuaram-se duas indentações em cada amostra, jateada (10) e não jateada (9), e com recurso ao microscópio ótico foi procurado observar quando tinham início as falhas, e de que tipo estas eram.



Figura 3.14. Micrografia de uma indentação completa de uma amostra que não foi jateada antes de ser revestida (10x)

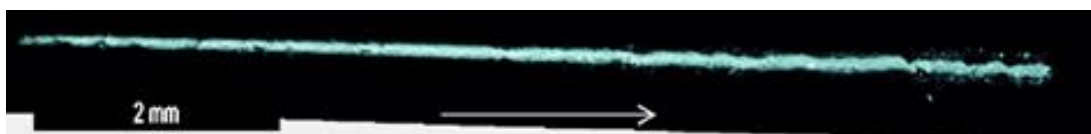


Figura 3.15. Micrografia de uma indentação completa de uma amostra que foi jateada antes de ser revestida (10x)

Através da análise cuidada da figura 3.16 é constatado que para este revestimento multicamada a técnica da indentação deslizante poderá não ser a mais adequada, já que se nota logo falhas no início do ensaio.

Estas, podem ser devidas, não a uma falha generalizada do revestimento na sua globalidade, mas sim à falha de um tipo de revestimento dos que constituem a multicamada, sendo esse responsável pelo aspeto geral de aparente perda de revestimento que se visualiza.

Ainda assim é passível de se dizer que as falhas adesivas no corpo de prova jateado previamente ocorrem cerca de 0,5 mm mais tarde, isto é tem uma carga crítica ligeiramente superior aos 20 N iniciais (cerca de 25 N).

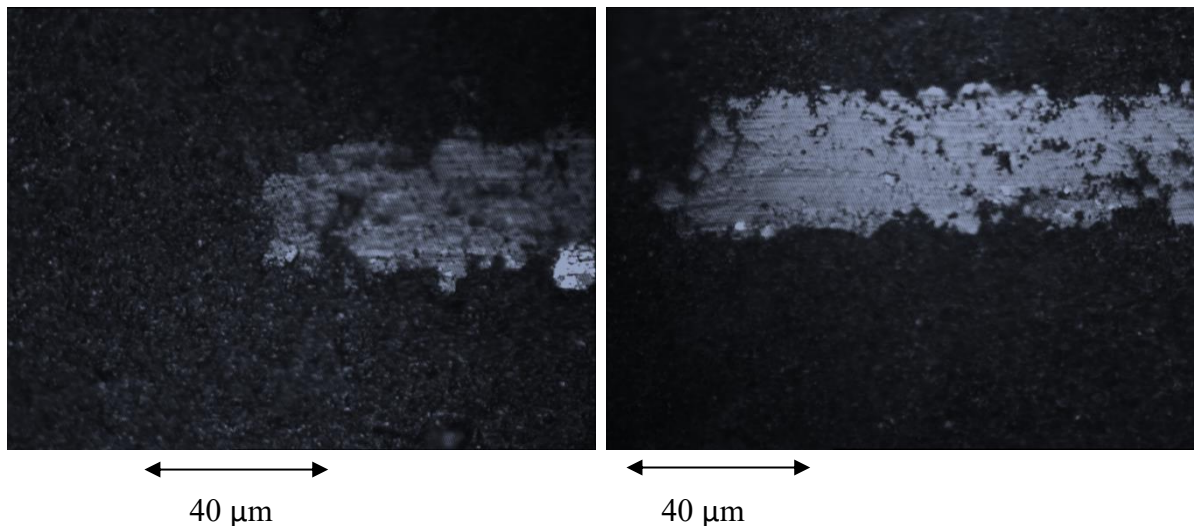


Figura 3.16 Falhas superficiais do corpo de prova revestido, não jateado a) e jateado b)

3.6.2. Ensaio de Desempenho

Pela figura 3.17 está visível que o comportamento em serviço das pastilhas de corte é, de facto, diferente devido ao processo de jateamento (nas condições $v = 20 \text{ mm/s}$; $d_{50} = 121 \mu\text{m}$). Por estes primeiros 15 min de ensaio se deduz que o desgaste no flanco evolui mais rapidamente no caso de um corpo de prova não jateado.

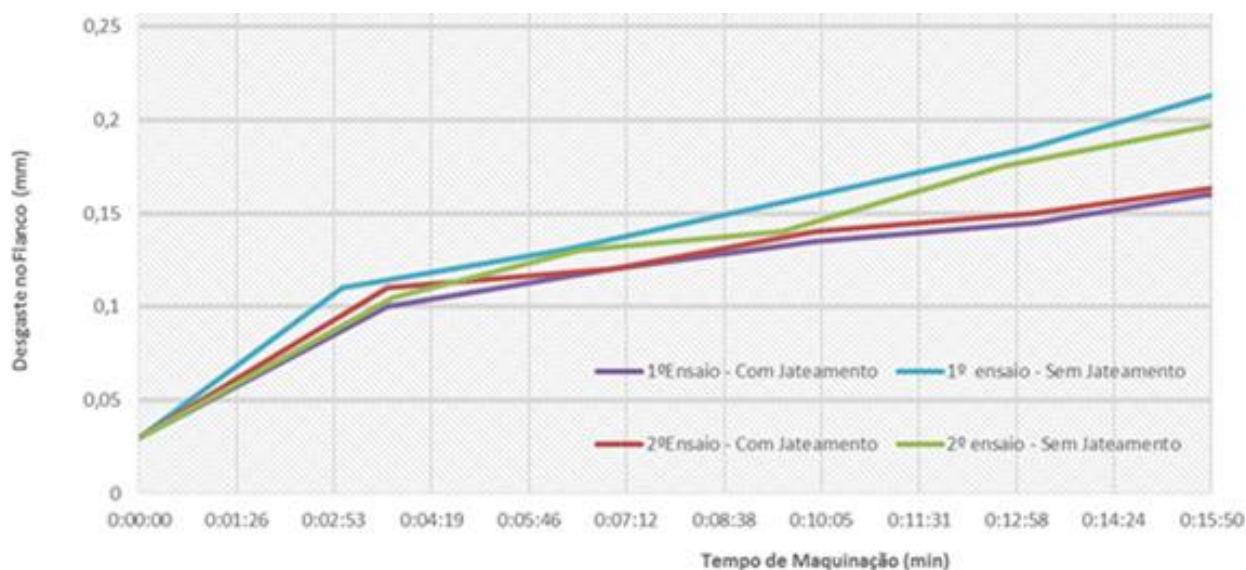
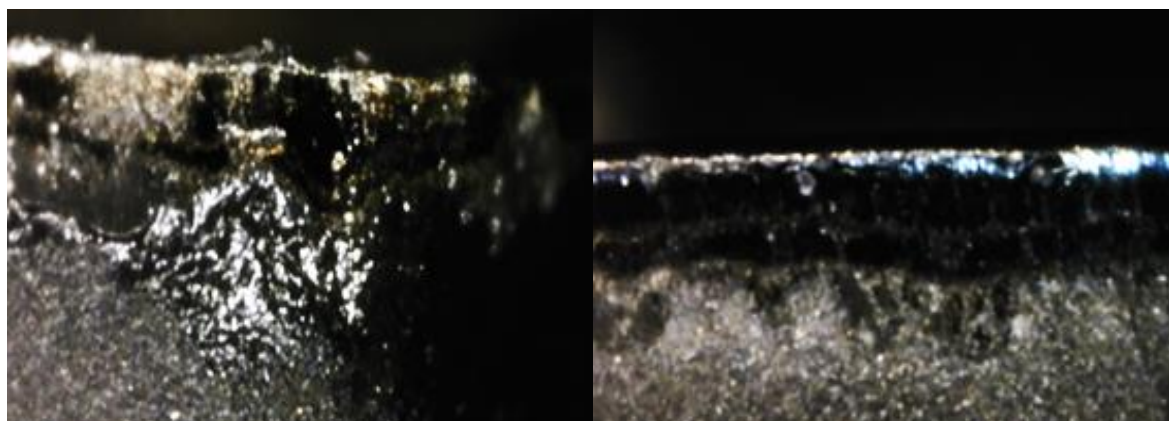


Figura 3.17 Evolução do desgaste nos corpos de prova ensaiados

Pelo próprio tipo de desgaste visível na zona de ataque da pastilha da corte, se consegue compreender que o jateamento para além de diminuir e proteger a pastilha, também tem influência no aspeto da mesma, isto é sustentado pelo facto da pastilha não jateada (figuras 3.18 a) e 3.19 a)) se apresentar com um desgaste mais irregular, ao contrário do que é visível na pastilha de corte (figuras 3.18b) e 3.19 b)) jateada previamente ao revestimento.



Figuras 3.18 Aspeto de uma pastilha não jateada a) e jateada b) ao fim de 3 min de ensaio



Figuras 3.19 Aspeto de uma pastilha não jateada a) e jateada b) ao fim de 13 min de ensaio

CONCLUSÕES

Através dos resultados de avaliação de tensões por DRX (método $\sin^2\psi$), foi possível por um lado, evidenciar o estado de tensões induzido pelo jateamento por via húmida em pastilhas, onde houve durante o seu processamento a preocupação de criar na superfície apenas WC- Co sem qualquer outro elemento na estrutura. Por outro, mostrar que é possível através da medição da dureza, por ultramicrodureza, ter uma réplica aproximada da evolução do estado de tensões introduzido no sistema, pela operação de acabamento.

Assim, ficou comprovado que os parâmetros a ter mais em conta para o processo extrapolativo são o tipo e fator de forma do abrasivo utilizado, uma vez que o teor de Co, para variações entre 6,2 e 8% e tempo de exposição não se manifestaram relevantes.

Em concreto, quando se aplicou os diferentes tamanhos de partícula de alumina, para as mesmas condições de velocidade linear da mesa giratória, de quantidade de movimento e concentração de abrasivo, se consegue inferir que, para tamanhos de partícula mais elevados ($d_{50} = 121 \mu\text{m}$), as variáveis controláveis do processo ao serem ajustadas em pouco ou nada diferenciam no valor introdução das tensões de compressão introduzidas. Ao contrário do que foi constatado para tamanhos de partícula mais reduzidos ($d_{50} = 22 \mu\text{m}$).

No que concerne à avaliação do valor das tensões instaladas na superfície da pastilha, por simulação numérica, ficou patente que esta via pode ser perfeitamente seguida (conjuntamente com as curvas experimentais carga /descarga resultantes dos ensaios de dureza), para prever a presença de estados de compressão na superfície da pastilha. No entanto, o cálculo dos seus valores, tal como na metodologia de DRX- método $\sin^2\psi$, está comprometido, pois a simulação só prevê o endurecimento da pastilha por via da presença das tensões de compressão e não a possível energia absorvida por encruamento da fase dúctil presente na pastilha (cobalto) ou a presença de gradientes de composição química.

Pela análise efetuada por SEM na secção transversal do corpo de prova, existem não só gradientes de composição química de elementos como o Ti, como endurecimento por variação do encruamento do Co após jateamento, que influenciam as curvas P-h e têm, necessariamente, de ser estritamente tidos em conta na medição da dureza.

A dureza do material tem uma relação de proporcionalidade direta com o aumento da introdução de tensões na superfície do corpo de prova, e, embora dentro dos corpos de prova tratados a diferença entre os valores de dureza, medidos pelo ultramicrodurómetro, não sejam díspares, ao ponto de terem patente a preponderância de um ou outro determinado parâmetro variável do jateamento, é possível aferir um aumento de dureza significativo de um corpo não tratado para um tratado. Esta conclusão, é partilhada pelos valores medidos em nanodureza, onde para além do valor inicial, se verifica também um súbito aumento do valor de dureza, na zona de transição visível (SEM).

A prova de conceito, mesmo com as particularidades associadas ao WC-Co, de que as tensões de compressão são benéficas na diminuição e controlo da propagação de fissuras e logo aumentam o tempo de vida do material, ficou comprovada apenas nos ensaios de desempenho, uma vez que a indentação deslizante não revelava o efeito do tratamento dos substrato na adesão filme/substrato. Na verdade, os defeitos observados parecem estar mais ligados à adesão das diversas intercamadas, do que à interface filme/substrato.

Do trabalho realizado foi possível criar um modo de procedimento rápido, para que de futuro para outros teores de ligante ou outro tipo de ferramentas, rapidamente se possa ter informação sobre as condições necessárias para a otimização das suas condições de jateamento, recorrendo a um sistema de avaliação rápido – a dureza.

Trabalhos Futuros

Os focos de trabalho futuro no seguimento deste estudo, poderão passar por:

- Testar mais variações, tal como ter uma % Co mais vincadamente diferenciada entre os corpos de prova, tempos de tratamento diferentes (apenas para tamanhos de partícula de abrasivo baixos), ou até outros ângulos dos esguichos;
- Analisar em detalhe a influência do tamanho da zona de gradiente (< 25 μm)
- Ensaiar mais vezes as pastilhas de corte caracterizadas, e outras com revestimentos diferentes e tipos de tratamento superficial, aferindo se a relação de melhoria de desempenho com o jateamento é consistente;

- Verificar para corpos de prova revestidos de diferentes maneiras e com diferentes elementos presentes no filme se, de acordo com os elementos presentes, existe algum que se destaca, por criar melhorias óbvias com o aumento do seu teor em %, no desempenho futuro da pastilha de corte.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Antunes, J. M. (2007). A new approach for reverse analyses in depth-sensing indentation using numerical simulation. *Acta Materialia*, 55, 69–81.
- Beier, M.H. (1999) *Deburring Manual*, Munchen: Carl Hanser Verlag
- Benedict, G. (1989) Nontraditional machining processes, In: *ASM Handbook Vol.16 machining*, ASM International, 509-510.
- Bouzakis, K., et al. (2001). Improvement of PVD coated inserts cutting performance, through appropriate mechanical treatments of substrate and coating surface, *Surf. and Coat. Tech.*, 146-147:443-450.
- Bouzakis, K., et al. (2005). Effect on PVD coated cemented carbides inserts cutting performance of micro-blasting and polishing on their substrates, *Surface and Coatings Technology*, in press.
- Bouzakis, K., Klocke, F., Skordaris, G., Bouzakis, E. (2011). Influence of dry micro-blasting grain quality on wear behaviour of TiAlN coated tools. *Wear*, 271(5-6), 783-791. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2011.03.010>
- Bouzakis, K.; Michailidis N.; Skordaris G.; Bouzakis E.; Biermann D.; Saoubi R.M. (2012). *CIRP Annals - Manufacturing Technology Cutting with coated tools?: Coating technologies , characterization methods and performance optimization. CIRP Annals -ManufacturingTechnology*,61(2),703-723.
- Byrne G.I.; Dornfeld D.I.; Denkena B: (n.d.). *Advancing Cutting Technology*, 2(I).
- Cavaleiro A., Vieira M.T. (1995): *Textos de apoio às disciplinas: Engenharia de Superfícies e Degradação e Protecção de Superfícies*. Universidade de Coimbra.
- Cheung, F. Y., Zhou, Z. F., Geddam, A., & Li, K. Y. (2008). Cutting edge preparation using magnetic polishing and its influence on the performance of high-speed steel drills, 8, 196–204.
- Costa J.D. (2011): *Estudo e caracterização de filmes finos à base de Nitreto de Crómio – Dissertação de mestrado Universidade de Coimbra*
- Denkena B.; Biermann D.: (2014). *CIRP Annals - Manufacturing Technology Cutting edge geometries. CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 63(2), 631-653. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2014.05.009>
- Faria, I. (2007). *Rectificação de Materiais Metálicos*.
- Fallqvist, M. (2012): *Microstructural, Mechanical and Tribological Characterization of CVD and PVD coatings for metal cutting applications*, Uppsala.

- Fox-Rabinovich G.; Paiva J.M., Gershman I.; Aramesh M.; Cavelli D.; Yamamoto K.; Dosbaeva G.; Veldhuis S. (2016) Control of Self-Organized Criticality through Adaptive Behavior of Nano-Structured Thin Film Coatings. *Entropy*, 18(8), 290.
- Frayman L., Klingensmith, M. (2009.). Advancements in cemented carbide products & processing www.generalcarbide.com.
- Frykholm, R., & Andrén, H. (2001). Development of the microstructure during gradient sintering of a cemented carbide, 67, 203–208.
- Grzesik, W. (2008). Influence of tool wear on surface roughness in hard turning using differently shaped ceramic tools, 265, *Wear* 327–335. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2007.11.001>
- General Carbide, *The Designer's Guide to Tungsten Carbide*, (2008), págs. 1-1Z. Zak Fang and Mark C. Koopman (2014), *Cemented Tungsten Carbide Hardmetal - An Introduction*, Elsevier até 2-8.
- Gissler W.; Jehn H.A. (1952): *Advanced Techniques for Surface Engineering*, Euro Courses, Mechanical and Materials Science, Volume1, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, the Netherlands, 102p
- Gustafson, P; Ostlund, A. (1994). Binder-Phase Enrichment by Dissolution of Cubic Carbides, 12, 129–136.
- Hakim, A. (2012). Characterization of Hard Metal Surfaces after Various Surface Process Treatments.
- História do wet blasting- [acedido no Web Site da Vapormatt a 19/4/2017 em https://www.vapormatt.com/news/history-wet-blasting](https://www.vapormatt.com/news/history-wet-blasting)
- Horowitz, I. (1982) In Germany, Oberfl"achenbe- handlung mittles Strahlmitteln (Surface Treatment with Blasting Media)
- ISO 3878:1983 - Vickers hardness test.
- Jain N.K; Jain, V.K. (2001): Modeling of material removal in mechanical type advanced machining processes: a state of the art review. In: *Instrumental Journal of machine tools and manufacture* 41, S. 1573 – 1635
- Jandeleit, J., Horn, A., Weichenhain, R., Kreutz, E. W., & Poprawe, R. (1998). Fundamental investigations of micromachining by nano- and picosecond laser radiation, 885–891.
- Kennedy D.M.; Vahey J.; Hanney D. (2005). Micro shot blasting of machine tools for improving surface finish and reducing cutting forces in manufacturing, *Materials & Design*, 26, 203-208.
- Klocke F., T. Schroeder, E. Bouzakis, A. Klein, (2007). Manipulation of coating and sub- surface properties in reconditioning of WC–Co carbide cutting tools, *Surface and Coatings Technology* 202 1194–1198
- Lange´s Handbook of Chemistry; Lange-N.A.; Twelfth Edition; (1972).
- Lassner E.; Schubert W.-D. (1998): *Tungsten - Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds - Vienna University of Technology, Vienna, Austria - págs. 321 – 362.*

- Lee W.E.; Rainforth W.M (1994):, Ceramic microstructures: property control by processing; 1ª edição, Londres.
- Milak O.C.; Minatto F.D.; Noni Jr. A., Montedo O.R.K. (2015), Wear performance of alumina-based ceramics -a review of the influence of microstructure on erosive wear
- Nyrot E. (2013):, Compressive stresses in cemented carbide, Uppsala Universitet
- Penrice-T.W. Alternative binders for hard Metals. Carbide and Tool Journal 1988; 20, (4): 12-15.
- Rodriguez, C. J. (2009). Cutting edge preparation of precision cutting tools by applying micro-abrasive jet machining and brushing.
- Sá C (2001): Análise de superfícies e interfaces por espectroscopia de electrões, CEMUP - Centro de Materiais da Universidade do Porto
- Sá C. (2006): Digital analyses of SEM images for materials characterization and interface/surface studies of biological materials, pp. 3-4.
- Sakharova N.A.; Prates P.A.; Oliveira M.C.; Fernandes J.V.; Antunes J.M. (2011): A Simple Method for Estimation of Residual Stresses by Depth-Sensing Indentation. Strain, 0, 1-13.
- Sarin V. K. (2014). Comprehensive hard materials.
- Semak V.V., Dahotre N.B., in: N.B. Dahotre (1998), ASM International, Ohio, p. 1
- Schade, P. (2010b). 100 years of doped tungsten wire, as above, 648-660.
- Schwarzkopf, M., Exner, H. E. (1988). Kinetics of Compositional Modification of (W , Ti) C-WC-Co Alloy Surfaces, 106, 225–231.
- Schröter, K. (1923). DRP 420.689: sintered hard metal alloy and procedure for its fabrication. Inventor: Karl Schroeter in Berlin-Lichtenberg. Patent owner:
- Silva D. (2011): Efeito de tratamentos térmicos Pós-Sinterização nas propriedades e tensões residuais de componentes de metal duro, Tese de mestrado integrado. Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Universidade do Porto. Faculdade de Engenharia
- Soares, E. "Produção de Ferramentas em Metal Duro", Palestra no âmbito da disciplina Materiais Avançados do Curso Mestrado Integrado Engenharia de Metalúrgica e Materiais
- Sockman, J., (2000): Deburring with Nylon filament brushes. In: *Manufacturing Engineering 126 N6*
- Storck, G.E.; White S.S. (1989): Abrasive jet machining. In ASM Handbook Vol 16: machining, ASM International, S. 283 - 300.
- Tang, J., Xiong, J., Guo, Z., Yang, T., Liang, M., Yang, W., Zheng, Q. (2016). Microstructure and properties of CVD coated on gradient cemented carbide with different WC grain size. RMHM, 61(December), 128–135.

- To, H.K.; Blawit, C. (1997). Influence of surface integrity on performance of coated cutting tools, 309, 345-350.
- Upadhyaya, G.S. (1998): Cemented Tungsten Carbides - Production, Properties, and Testing, New Jersey: Noyes Publication
- Upadhyaya A.; Sarathy D.; Wagner G. (2001): Advances in alloy design aspects of cemented carbides. Materials and Design 22 (511-517)
- Verdier M., Costil S., Coddet C., Oltra R., Perret O., (2003). On the topographic and energetic surface modifications induced by laser treatment of metallic substrates before plasma spraying, Applied Surface Science, 205 3-21.
- Viswanadham, R.K.; Lindquist P.G. (1986): Transformation-Toughening in Cemented Carbides: Part I. Binder Composition Control
- Yang, T. (2016). Microstructure, composition distribution and rupture performance of WC- (Ti , W) C-Ti (C , N) -Co gradient cemented carbonitrides with varied nitrogen.