



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **PI 0401449-9 A**



(22) Data de Depósito: 06/05/2004
(43) Data de Publicação: 20/12/2005
(RPI 1824)

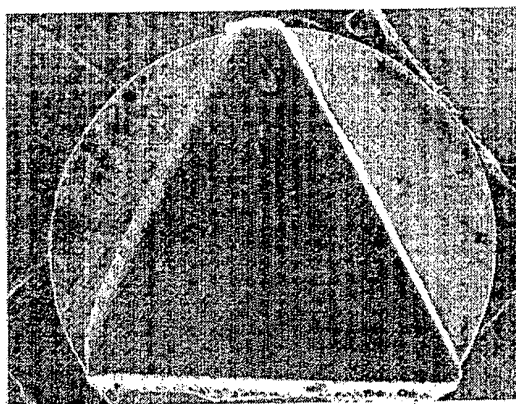
(51) Int. Cl⁷.:
B01J 3/06
C22C 26/00

(54) Título: **PEÇA DIAMANTADA E PROCESSO PARA SUA PRODUÇÃO**

(71) Depositante(s): Universidade Federal do Rio Grande do Sul (BR/RS)

(72) Inventor(es): João Alziro Herz da Jornada, Naira Maria Balzaretti, Altair Sória Pereira, Sergio Ivan dos Santos

(57) Resumo: "PEÇA DIAMANTADA E PROCESSO PARA SUA PRODUÇÃO". A presente invenção descreve processos de brasagem, soldagem e de aumento de aderência de filmes de diamante em substratos através do uso de altas pressões e altas temperaturas em câmaras de alta pressão dos tipos toroidal e chechevitza, bem como a peça diamantada resultante.



Relatório Descritivo

Peça Diamantada e Processo para sua Produção

Campo da Invenção

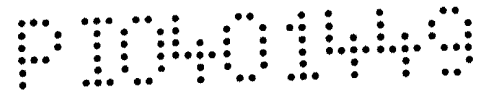
A presente invenção refere-se a processos de produção de peças
5 recobertas com filme de diamante. Mais especificamente, a presente invenção
refere-se a processos de brasagem, soldagem e aumento na aderência de
filmes de diamante CVD em substratos através da aplicação de altas pressões
e altas temperaturas.

A presente invenção refere-se ainda a um processo que confere um
10 novo uso para câmaras de alta pressão dos tipos toroidal e chechevitza para
os processos de brasagem, soldagem e aumento na aderência de filmes de
diamante em substratos. Estas câmaras foram desenvolvidas na antiga União
Soviética para a síntese de grãos de diamante e outros materiais superduros,
apresentando simplicidade e baixo custo quando operadas em pressões
15 adequadas. A presente invenção refere-se também ao dispositivo resultante da
brasagem, soldagem e aumento na aderência de filmes de diamante CVD em
substratos.

Antecedentes da Invenção

20 Nas últimas quatro décadas, o uso do diamante vem crescendo
gradativamente em muitas aplicações industriais, principalmente na usinagem
de materiais não ferrosos muito abrasivos. As propriedades ímpares do
diamante, que o tornam extremamente atraente para um grande número de
aplicações, incluem elevadíssima dureza, elevadíssima condutividade térmica
25 (seu valor é cerca de 4 vezes maior que a do cobre à temperatura ambiente),
inércia química, baixo coeficiente de atrito, compatibilidade biológica dentre
outras.

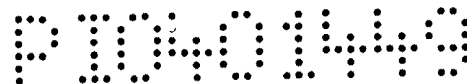
O diamante é uma fase cristalina do carbono, com rede cúbica de face
centrada, onde os átomos formam ligações do tipo sp^3 . Sua região de
30 estabilidade termodinâmica está situada acima de 1.4 GPa à temperatura



ambiente. Em pressões menores que 1.4 GPa, o grafite, que tem rede hexagonal contendo átomos com ligações do tipo sp^2 , é a fase estável do carbono. Apesar de o diamante e o grafite apresentarem uma pequena diferença em termos de energia livre, a conversão de uma fase para outra é muito difícil devido à grande barreira cinética existente entre estas duas fases, em virtude da natureza de suas ligações químicas. Essa barreira de energia é responsável pela metaestabilidade relativa das fases. Por isso, além da alta pressão para conversão de grafite em diamante, em geral é utilizado outro agente para ativar esta conversão, como alta temperatura e catalisadores.

O desenvolvimento da tecnologia para geração de altas pressões e altas temperaturas na década de 50 [Nas93] possibilitou a síntese do diamante a partir do grafite, nas condições acima mencionadas, onde o diamante é a fase de maior estabilidade do carbono. Esta fase é retida metaestavelmente à pressão e temperatura ambientes, onde o grafite é a fase termodinamicamente estável. O impacto na indústria provocado pela introdução do diamante sintético foi grande: atualmente mais de 92% do diamante para fins industriais é de origem sintética, produzido, principalmente, por técnicas de alta pressão e alta temperatura. Através desta técnica são produzidos grãos de diamante com ampla variedade de tamanhos e propriedades. Além disso, a técnica permite o crescimento de monocristais de diamante com vários quilates. A tecnologia de geração de alta pressão e alta temperatura viabiliza também a produção de compactos de diamante policristalino (PCD). Os grãos de diamante são considerados materiais superduros, e são amplamente utilizados na indústria de abrasivos, na produção de ferramentas de corte, usinagem em geral, mineração, perfuração, indústria automotiva, aeroespacial, moveleira etc.

As ferramentas diamantadas podem ser genericamente separadas em duas categorias: os rebolos, serras, limas etc., cuja principal característica é a ausência de uma geometria (aresta) de corte definida; na outra categoria estão as ferramentas monocortantes, como os monocristais de diamante para torneamento e insertos de compacto de diamante policristalino (PCD), onde existe uma geometria de corte definida. Dispositivos desta natureza são



largamente usados em processos de usinagem com ferramentas de corte (insertos ou "bits"), sendo normalmente feitos de metal duro. O fato destes dispositivos serem recobertos por uma camada de diamante confere a eles excelentes propriedades para usinagem, especialmente de materiais não-ferrosos. Contudo, o preço desses insertos é substancialmente maior, devido não apenas ao custo do recobrimento de diamante, mas também a problemas com a tecnologia de união (soldagem ou brasagem) entre o diamante e a base de metal duro. Normalmente este recobrimento pode ser feito de duas maneiras, sendo que em ambos os casos existem sérios problemas de adesão, o que limita muito o desempenho do inserto. Por um lado, pode depositar-se um filme fino de diamante diretamente sobre o substrato de metal duro, através do processo CVD (deposição química a partir do vapor). Neste caso há um sério problema de adesão, que exige tratamento especial do metal duro, o que fragiliza sua superfície. Por outro lado, pode se produzir em separado uma película de diamante, que é cortada e brasada sobre o metal duro. Neste caso a resistência do material de brasagem, geralmente à base de cobre (pois não se pode usar uma temperatura de brasagem muito alta sob pena de grafitar o diamante), bem como a própria adesão da brasagem são fatores muito limitantes da resistência mecânica. Além disto, o processo de brasagem por ser reativo, é complicado, exigindo controles rigorosos da atmosfera (ou vácuo) e dos outros parâmetros de processo. Dispositivos construídos segundo estas duas técnicas têm sido usados recentemente, porém em número relativamente limitado, por questões de custo/benefício. É interessante mencionar, ainda, que existe uma outra possibilidade para se ter diamante unido a uma base de metal duro, processando pó de diamante sobre um substrato de metal duro em alta pressão e alta temperatura, num processo de sinterização e soldagem simultânea. Neste caso obtém-se um compacto policristalino de diamante fortemente unido ao substrato de metal duro. Contudo, a camada de diamante contém uma fase ligante, usualmente o cobalto, que se infiltra vindo do metal duro. Isto acarreta vários problemas, como menor resistência da camada de diamante, impossibilidade de se obter

um gume de corte com alto acabamento, bem como a rápida grafitização da superfície cortante quando utilizadas altas velocidades de corte, acelerada pela presença do cobalto.

A literatura patentária fornece alguns exemplos de produção de peças diamantadas. O pedido internacional de patente WO 9311273, de University of Minnesota, descreve um método de produção de peças diamantadas que consiste na deposição de diamante sobre um substrato, sendo que a cobertura de diamante possui uma quantidade efetiva de área vazia que é posteriormente preenchida com um ligante. Após esta adição, efetua-se o crescimento da camada de diamante sobre o ligante, para ter uma cobertura eficiente. No entanto, é um processo que demanda muito controle, além de ser demorado pelo fato de compreender várias etapas.

O pedido internacional de patente WO 8901843, de Saville, descreve um processo para produção de ferramentas abrasivas que é caracterizado pela co-deposição dos grãos de material abrasivo, que pode ser diamante, e de um meio metálico ligante sobre uma ferramenta, sendo que os referidos grãos se mantêm na ferramenta simplesmente por ação do meio metálico ligante. No entanto, o referido processo, analogamente ao anterior, também necessita de um rígido controle para que a co-deposição não seja irregular e possa prejudicar a eficiência da ferramenta.

O pedido de patente norte americano US 2001/0031360, de Specified Surfaces & Interfaces, descreve um método de produção de uma peça diamantada durável. O referido processo consiste em empregar um ligante cerâmico sobre a superfície de trabalho, distribuir sobre o ligante cerâmico as partículas de diamante, depois empregar aquecimento até a temperatura de vidro da cerâmica para fundir as partículas de diamante com o ligante. Após esta etapa existe ainda uma etapa de cozimento, para que as partículas de diamante encontradas sobre ou embebidas no ligante se liguem ao ligante. No entanto, o produto final é diferente da peça descrita na presente invenção, onde utiliza-se um filme de diamante sobre o substrato, e não grãos soltos de diamante numa fase vítrea. Esta fase vítrea também representa uma fase

ligante, e, portanto, um material com menor dureza que o diamante. O filme de diamante utilizado na presente invenção não apresenta fase ligante.

A patente norte americana US 4,505,746, de Sumitomo Electric Industries, descreve um processo de produção de ferramentas diamantadas utilizando altas pressões e altas temperaturas. O referido processo consiste em 5 prover uma mistura de um pó de diamante composto por partículas com pelo menos 3 μm , um pó ultra-fino de diamante com partículas com no máximo 1 μm e um substrato, que é selecionado do grupo que consiste de carbonetos, carbonitreto, nitreto e boreto, com tamanho máximo de 1 μm e submeter 10 esta mistura a altas pressões e altas temperaturas para produzir as referidas ferramentas diamantadas. No entanto, o referido processo exige um controle rígido para o controle do tamanho de cada camada do filme de diamante, que ainda será depositado sobre a ferramenta, o que encarece substancialmente o processo.

15 Baseado nas limitações do estado da técnica, os inventores desenvolveram processos de soldagem, brasagem e aumento de aderência para a produção de peças diamantadas, que será melhor explicado a seguir.

Breve descrição das figuras

20 A figura 1 mostra o filme de diamante com o lado rugoso soldado em substrato de metal duro a 7.7 GPa e 1100° C.

A figura 2 mostra filme de diamante com o lado liso soldado em substrato de metal duro a 7.7 GPa e 1200° C.

Sumário da invenção

25 Em um aspecto da presente invenção, foram desenvolvidos processos para a produção de peças diamantadas com eficiência e baixo custo operacional relacionados à brasagem, soldagem e aumento da aderência de filmes de diamante em substratos. É, portanto, objeto da presente invenção 30 fornecer sistemas de produção de peças diamantadas, baseadas em

brasagem e soldagem, bem como um aumento de aderência dos filmes de diamante, com boa eficiência e baixo custo.

Em um outro aspecto da presente invenção, as peças produzidas pelo referido processo são peças de alta qualidade e com boas propriedades tribológicas, sendo úteis para a posterior utilização em processos de usinagem de materiais não ferrosos muito abrasivos. Portanto, é um adicional objeto da presente invenção fornecer peças ou ferramentas diamantadas com boas propriedades tribológicas.

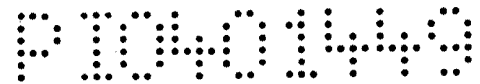
Em um adicional aspecto da presente invenção, desenvolveu-se um novo uso para câmaras de alta pressão dos tipos toroidal e chechevitza, para brasagem, soldagem e aumento na aderência de filmes de diamante CVD em substratos. Tais câmaras apresentam simplicidade, e baixo custo quando operadas em pressões adequadas, sendo, portanto, um adicional objeto da presente invenção fornecer novos usos para câmaras de alta pressão dos tipos toroidal e chechevitza.

Descrição Detalhada da Invenção

O presente invento está relacionado a um processo, um equipamento, bem como a um dispositivo ou ferramenta constituído por um substrato de boa dureza e razoável tenacidade, tipicamente "metal duro", recoberto por um filme de diamante ou outro material de alta dureza. O processo da presente invenção faz uso de alta pressão e alta temperatura, para promover uma forte união entre essas duas estruturas, com ou sem a ajuda de uma fase intermediária de brasagem.

Para efeitos da presente invenção, o termo "metal duro" designa materiais que possuem características similares ao carboneto de tungstênio sinterizado com aditivos.

No processo objeto desta invenção, um filme de diamante é intimamente unido a um substrato de metal duro, através da aplicação de alta pressão e alta temperatura tipicamente, usando câmaras de alta pressão constituídas por um par de bigornas com recesso central e uma gaxeta



especial de material cerâmico. Essa tecnologia de geração de alta pressão e alta temperatura é especialmente vantajosa devido à simplicidade e baixo custo. Os insertos de diamante fortemente soldados ao substrato de metal duro por alta pressão e alta temperatura, objeto desta invenção, podem ser produzidos basicamente de três maneiras:

- um filme de diamante auto-sustentado colocado sobre um substrato de metal duro (ou outro material de alta dureza e razoável tenacidade), sendo então processado em alta pressão e alta temperatura. Mesmo em temperaturas abaixo do ponto de fusão do ligante metálico do metal duro, usualmente cobalto, este poderá se difundir até a interface com o diamante, produzindo uma adesão muito forte, por reação química e por infiltração em micro-rachaduras e fronteiras de grão. Mesmo que não haja fase ligante, poderá também haver uma forte reação química entre o diamante e o substrato, produzindo grande adesão;

- pode-se, opcionalmente, colocar entre o diamante e o substrato um material de brasagem reativa, o que pode viabilizar boa adesão mesmo com processamento a temperaturas menores, sem necessidade de atmosfera controlada, e;

- em vez de usar um filme auto-sustentado, pode-se opcionalmente depositar diretamente uma película de diamante sobre o substrato referido acima, usando, por exemplo, uma das muitas técnicas de CVD, com ou sem um prévio tratamento do substrato, processando posteriormente o substrato assim recoberto com diamante em alta pressão e alta temperatura.

O processamento envolve tipicamente aplicação de pressão da ordem de 2,5 a 7,7 GPa e temperatura entre 900 e 1800 °C, por tempos da ordem de minutos, porém bons resultados podem ser também obtidos em situações onde a pressão, temperatura e tempo sejam bem diferentes daqueles mencionados.

Dentre os efeitos benéficos da alta pressão para promover melhora da adesão em processamentos de alta temperatura, pode-se ressaltar que a pressão tende a estabilizar a fase diamante, evitando a grafitização quando se

aplicam temperaturas maiores para efetuar a soldagem. Isto viabiliza melhores ligações químicas e também, em certos casos, reduz defeitos no diamante. Adicionalmente, a alta pressão elimina os vazios na interface entre diamante e substrato, promovendo um contato íntimo entre ambos, sem bolhas e viabilizando também uma eventual película de brasagem muito fina. A alta
5 pressão ainda facilita a penetração do ligante ou material de brasagem em interstícios e fronteiras de grão, aumentando ainda mais a adesão através do mecanismo da ancoragem. Além disso, o tratamento em alta pressão e alta temperatura tende a melhorar a qualidade do substrato, o que é
10 particularmente importante no caso do filme depositado diretamente sobre substratos que sofreram um tratamento prévio. Esse tipo de tratamento usualmente implica numa fragilização do substrato que tende a ser eliminada pelo tratamento em alta pressão e alta temperatura.

Nos processos de brasagem e soldagem apresentados, o filme de
15 diamante CVD auto-sustentado é inicialmente colocado sobre o substrato de carboneto sinterizado, com qualquer uma das faces do filme em contato com o carboneto, com ou sem a presença de um elemento ligante. O elemento ligante serve para ajudar o filme de diamante a se manter sobre o substrato, que pode ser, por exemplo, uma solda de AgCuTi na forma de folhas assim
20 como outros elementos ligantes conhecidos por aqueles versados na técnica. No processo de aumento de aderência, o filme de diamante é previamente depositado sobre o metal duro. O conjunto é, então, colocado numa célula de reação, dentro de uma gaxeta específica, e submetido à pressão desejada. Logo após, a temperatura é aumentada até o valor desejado e mantida pelo
25 tempo determinado. Na seqüência, a temperatura é diminuída até a temperatura ambiente, a pressão é relaxada e a câmara é aberta. O dispositivo final é então removido da célula de reação.

Exemplos

30 O exemplo aqui apresentado funciona como ferramenta de elucidação, descrevendo brevemente os aspectos práticos da presente invenção, com o

intuito de ilustrar, mas não limitar o escopo da presente invenção e das reivindicações anexas.

Os filmes de diamante auto-sustentados foram produzidos sobre substratos de silício, com 50 mm de diâmetro, num reator de microondas comercial. Os parâmetros do referido processo estão indicados na tabela abaixo.

Tabela 1

Substrato de deposição	Silício
Potência do reator	5 kW
Pressão	98 -113 Torr
Mistura de gases Fluxo	H ₂ : CH ₄ : O ₂ 532: 60: 9 cm ³ /s
Taxas de crescimento	9 - 12 μm/h
Temperatura do substrato	900 - 950 ^o C
Espessura do filme	100 - 500 μm
Cor do filme	escura (preto ou cinza)
Diâmetro do filme	50 mm

Após a deposição do filme e a separação do substrato de silício via ataque químico, o filme foi cortado em pedaços compatíveis com as dimensões dos substratos de metal duro utilizado.

No caso da deposição do filme diretamente sobre o substrato de metal duro, utilizou-se um reator de CVD com filamento aquecido, num processo convencional com uma mistura de CH₄ e H₂, e a espessura do filme foi da ordem de 20-50 μm.

Foram realizados experimentos na faixa de pressão entre 2,5 e 7,7 GPa e na faixa de temperatura de 900 a 1800^oC, em intervalos de tempo de 3 a 20 minutos, utilizando câmaras do tipo toroidal para produção de dispositivos de 3

mm de diâmetro e 2 mm de altura. A tabela a seguir apresenta alguns dos resultados obtidos para processos de 20 minutos.

Tabela 2

Processo	Pressão	Temperatura	Comentários
Soldagem	7.7 GPa	1700°C	resultado satisfatório
		1500°C	resultado satisfatório
		1200 °C	resultado satisfatório
		1100°C	resultado satisfatório
	5.5 GPa	1200°C	resultado satisfatório
	4.0 GPa	1200°C	resultado satisfatório
	2.5 GPa	1200C	resultado satisfatório
Brasagem	7.7 GPa	950°C	resultado satisfatório
		2.5 GPa	900°C

- 5 Os versados na arte apreciarão que pequenas variações na forma de condução dos processos descritos na presente invenção devem ser compreendidas como dentro do escopo da invenção e das reivindicações anexas.

Reivindicações

Peça Diamantada e Processo para sua Produção

1. Processo para produção de peças diamantadas, caracterizado pelo fato de
5 fazer uso de altas pressões e altas temperaturas em câmaras de alta
pressão dos tipos toroidal e chechevitza para promover uma forte união
entre o diamante e o substrato que será recoberto com o diamante.
2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do
referido diamante ser colocado sobre o substrato na forma de um filme de
10 diamante auto-sustentado.
3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do
referido diamante ser depositado sobre o próprio substrato na forma de uma
película de diamante.
4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato da
15 referida deposição ser efetuada por um processo de deposição química a
partir do vapor (CVD).
5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato das
referidas câmaras de altas pressões e altas temperaturas compreenderem
um par de bigornas com um recesso central.
- 20 6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato das
referidas câmaras compreenderem adicionalmente uma gaxeta.
7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato da
referida gaxeta ser de material cerâmico.
8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato da
25 referida pressão estar compreendida no intervalo entre 0,1 GPa e 10 GPa.
9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato da
referida pressão estar preferencialmente compreendida no entre 1,0 GPa e
7,7 GPa.
- 30 10. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato da
referida temperatura estar compreendida no intervalo entre 700°C e
2000°C.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato da referida temperatura estar preferencialmente compreendida no intervalo entre 900° C e 1800° C.
12. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de compreender adicionalmente um ligante entre o diamante e o substrato.
13. Peça diamantada, caracterizada pelo fato de apresentar uma forte união entre o diamante e o substrato sobre o está depositado o diamante, sob forma de filme fino ou espesso, após ser submetida a altas pressões e altas temperaturas em câmaras de alta pressão dos tipos toroidal e chechevitzá.

Figuras

Figura 1

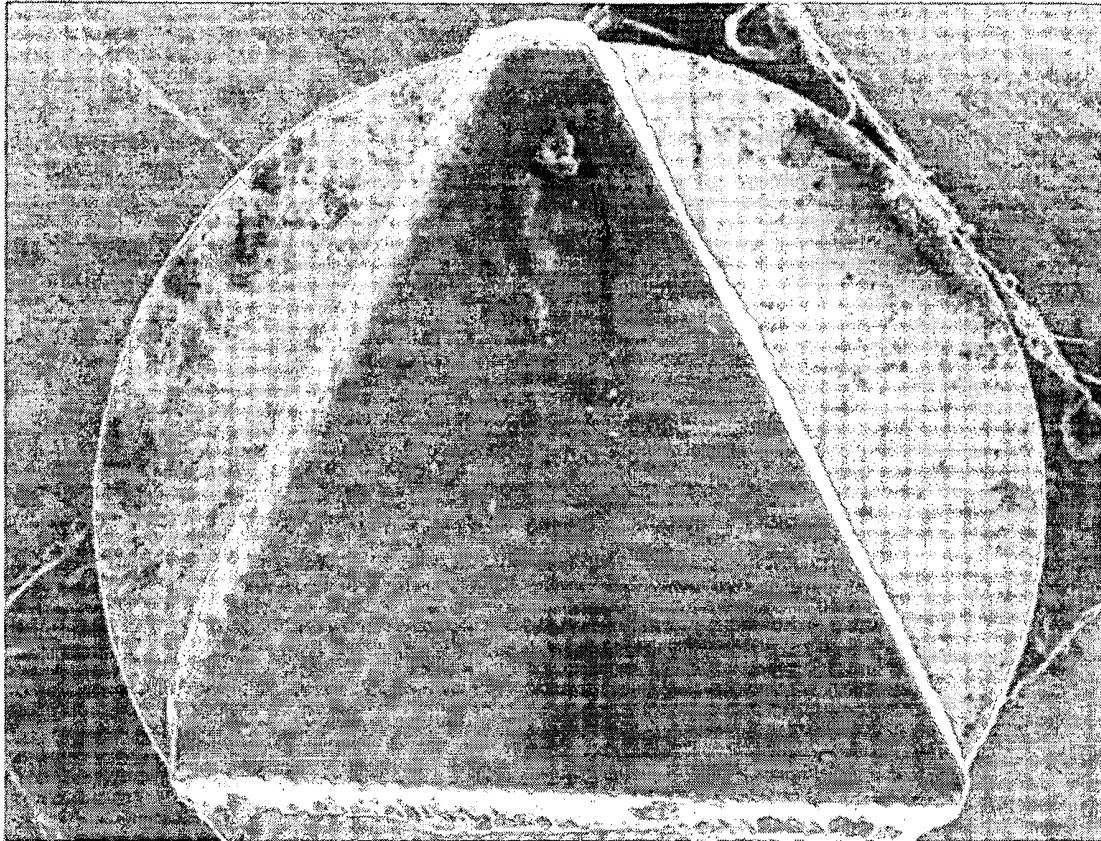
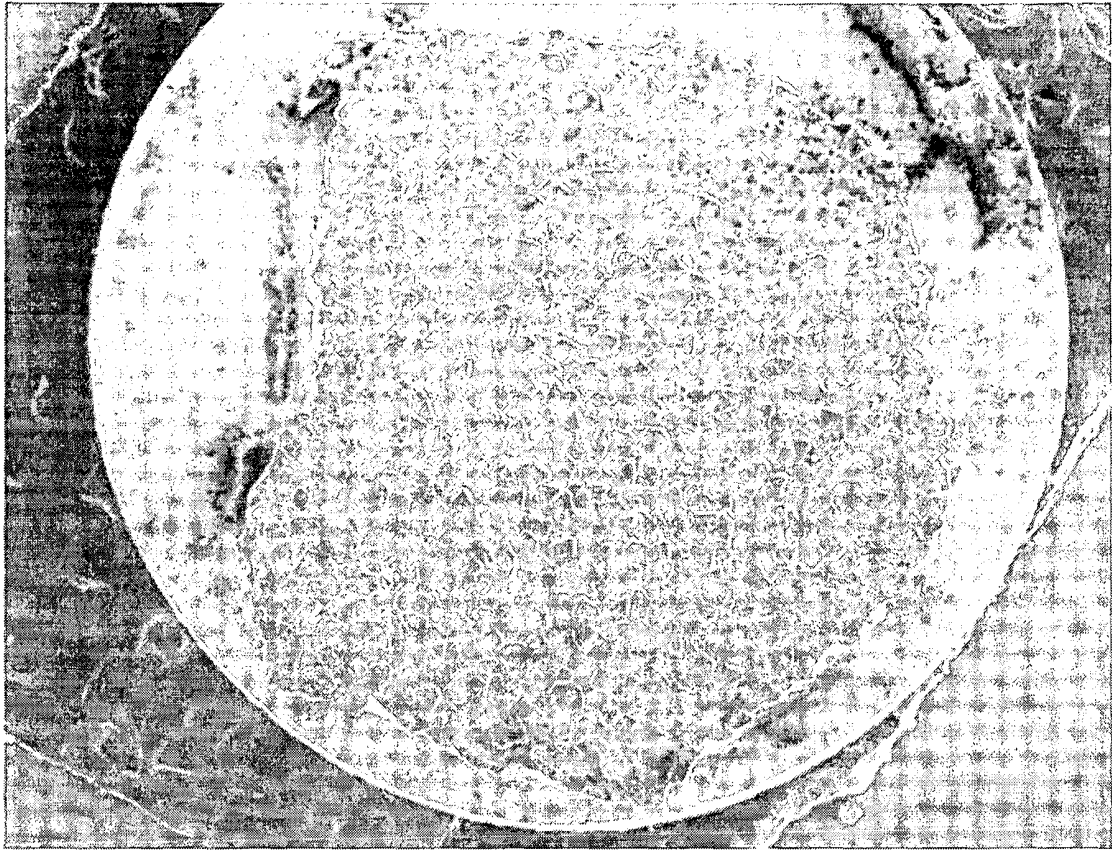


Figura 2



Resumo

Peça Diamantada e Processo para sua Produção

A presente invenção descreve processos de brasagem, soldagem e de aumento de aderência de filmes de diamante em substratos através do uso de 5 altas pressões e altas temperaturas em câmaras de alta pressão dos tipos toroidal e chechevitza, bem como a peça diamantada resultante.