

OBTENÇÃO DE MATERIAL NANOESTRUTURADO VIA APLICAÇÃO DE ALTAS PRESSÕES¹

Ana Lúcia Diegues Skury²
Francielle Tavares Gomes Batista³
Leonardo Gasparini Machado³
Guerold S. Bobrovitch⁴

Resumo

O processo de sinterização pode ser ativado através da adição de vários materiais metálicos e também não-metálicos. O principal problema quando da presença destes aditivos nos materiais compósitos diamantados (MCD) consiste na geração de tensões termo-mecânicas que podem causar a destruição do compacto durante os processos de confecção da ferramenta ou quando em condições de trabalho. Este problema provavelmente pode ser resolvido com a utilização aditivos sob a forma de nanopó. Supõe-se que, em condições termodinâmicas adequadas, seja possível reduzir a energia superficial das partículas, facilitando assim a aniquilação de lacunas. Esta é a característica que diferencia o método proposto no presente estudo e os métodos convencionais de produção dos MCD. No presente trabalho são apresentados resultados preliminares da produção de MCD nanoestruturado composto por diamante, WC, Co e carbono amorfo.

Palavras chave: Nanocompósitos; Diamante; Alta pressão

PRODUCTION OF NANOSTRUCTURED MATERIAL BY HIGH PRESSURE AND HIGH TEMPERATURE TREATMENT

Abstract

The sintering process can be activated by metallic or non-metallic materials additions. The presence of additives it's a main problem with can be generated thermal mechanical tensions and the destruction of the diamond composites. This problem was solved by the nanoparticles application in sintering reaction zone. In the present work are showed results that the WC, Co and amorphous carbon in nano-powder form can be utilized in the nanocomposites production.

Key words: nanocomposites, diamond, high pressure

¹ Contribuição técnica apresentada no 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

² DSc., Eng. Materiais, LAMAV- CCT- UENF - lucia@uenf.br

³ Aluna de Graduação, Eng Materiais, LAMAV – CCT – UENF

⁴ PhD, Eng. Mecânico - LAMAV – CCT – UENF – guerold@uenf.br

1 INTRODUÇÃO

O processo de sinterização do pó de diamante é realizado nos dispositivos de alta pressão (DAP) através da aplicação de altas pressões e altas temperaturas. A região de pressão e temperatura onde é possível a sinterização do diamante foi experimentalmente determinada. Foi notado que fora desta região, pressão acima de 8GPa e 1500°C, a grafitização dos diamantes é inevitável [1]. Em pressões acima de 7GPa ocorre a deformação plástica do diamante nas regiões de contato entre os grãos. Por outro lado, em temperaturas elevadas e em alta pressão o diamante possui um valor muito baixo de plasticidade. Isto explica a dificuldade em se obter compactos bem consolidados, ou seja, a eliminação dos poros existentes entre os grãos adjacentes e a minimização da grafitização dos grãos de diamante.

A análise dos dados reportados na literatura indica que, para a obtenção de MCD bem consolidados e termo-resistentes, é necessária a determinação das particularidades do processo de sinterização em altas pressões e altas temperaturas (APAT) [2,3]. Em se tratando de sinterização de MCD e aditivos nanoestruturados não existem informações a este respeito, o que demonstra o caráter inovador do presente trabalho. As particularidades da formação da estrutura do compósito obtido a partir de materiais nanoestruturados estão relacionadas com o mecanismo de sinterização. O claro entendimento da dependência entre a microestrutura, os parâmetros de sinterização e as propriedades finais dos compósitos é fundamental para a elaboração da tecnologia de fabricação deste material compósito em particular. Assim sendo, dentro deste contexto, no presente trabalho são apresentados os resultados preliminares relativos ao desenvolvimento da tecnologia experimental para produção de materiais nanoestruturados diamantados.

2 METODOLOGIA

A matéria-prima utilizada para a confecção dos compósitos foi pó de diamante, produzido na própria UENF, com tamanho de partícula entre 100-63 μm ; WC e Co com tamanho de partícula $\sim 50 \mu\text{m}$ e carbono amorfo, triturado até obtenção de tamanho de partícula $\sim 100 \mu\text{m}$. Para a preparação da mistura e obtenção do tamanho de partícula desejado foi utilizado um moinho de alta energia, marca SPEX. Foi utilizado um poder de forjamento de 10:1. A composição da mistura foi 70% pó de diamante e 30% de ligante (WC+Co+carbono amorfo). A mistura dos pós foi colocada no moinho e processada por 60 horas. Após o processo de moagem/mistura foram obtidas 6g de mistura. A etapa seguinte consistiu na compactação da mistura no interior da cápsula deformável. No interior do orifício central da cápsula é instalada a célula de reação que é composta por um aquecedor de grafite em forma de bucha, mistura reativa e tampas de grafite

Objetivando uma maior precisão nos dados obtidos foram realizadas as etapas de calibração da pressão e da temperatura segundo os procedimentos já bem conhecidos e descritos em vários trabalhos [4,5].

Por tratar-se de um trabalho exploratório, no presente estudo foi feita somente a avaliação da temperatura sobre a densidade e microestrutura dos compósitos, ou seja, todos os experimentos foram realizados sobre pressão constante. A temperatura foi variada entre 1300 e 1600°C em pressão de 6GPa. O tempo de processamento das amostras sob APAT foi de 30 s.

Após a execução dos processos de sinterização as amostras foram retiradas da prensa e submetidas à determinação da massa específica, utilizando o método da balança hidrostática, e à análise por microscopia eletrônica de varredura.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os parâmetros de sinterização de todas as amostras, assim como os valores da densidade dos compactos obtidos estão listados na Tabela 1. Para cada condição de tratamento foram sinterizadas três amostras.

Tabela 1. Massa específica aparente

Amostra	Pressão (GPa)	Temperatura (°C)	Densidade relativa (%)
M1	6	1300	44,0
M2		1400	35,0
M3		1500	32,5

Após o processo de sinterização os compactos foram diametralmente fraturados. Nas Figuras 1 a 3 estão apresentadas as micrografias relativas à região de fratura. As Figuras 4 a 6 apresentam a mesma região em maior aumento.

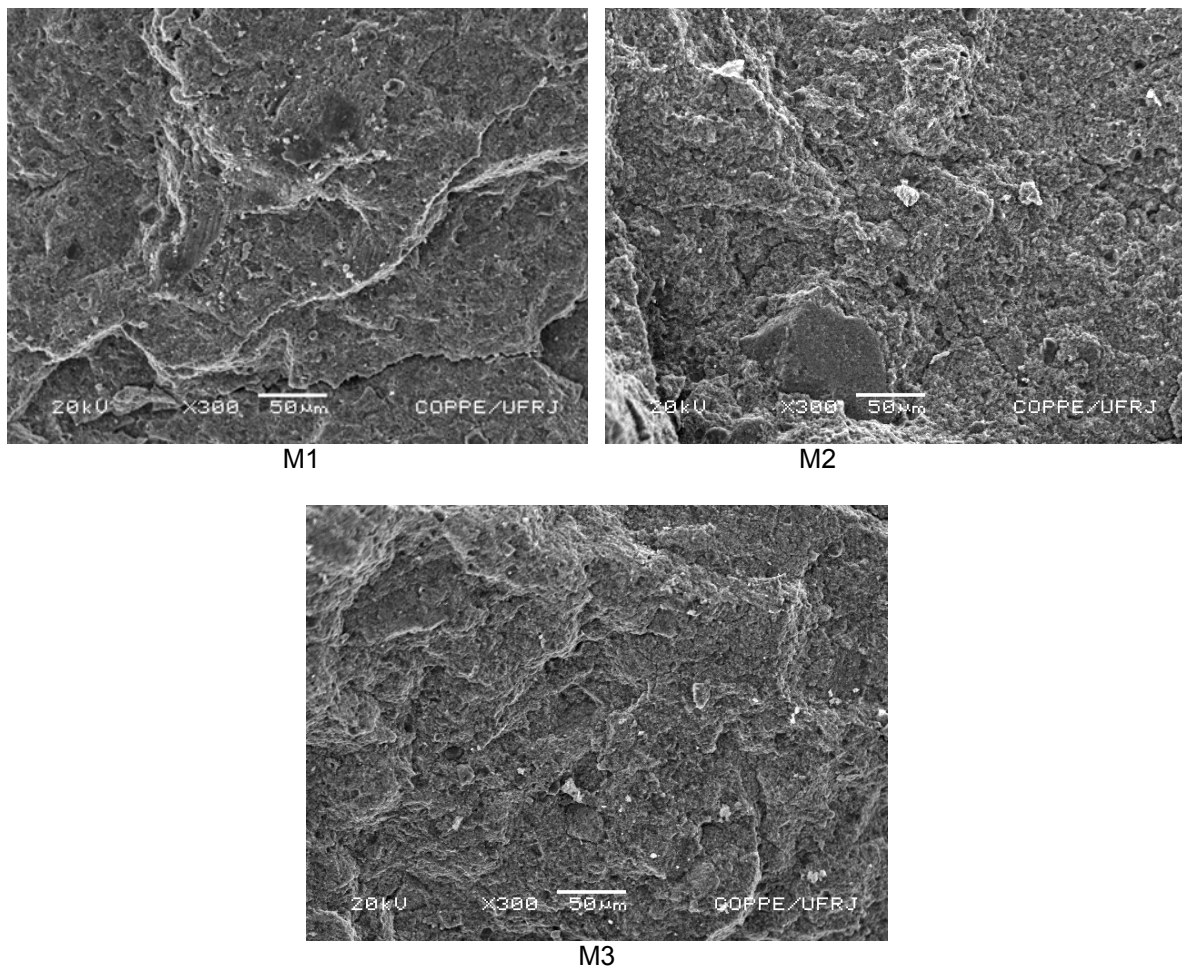


Figura 1. Aspecto geral da região de fratura das amostras sinterizadas.

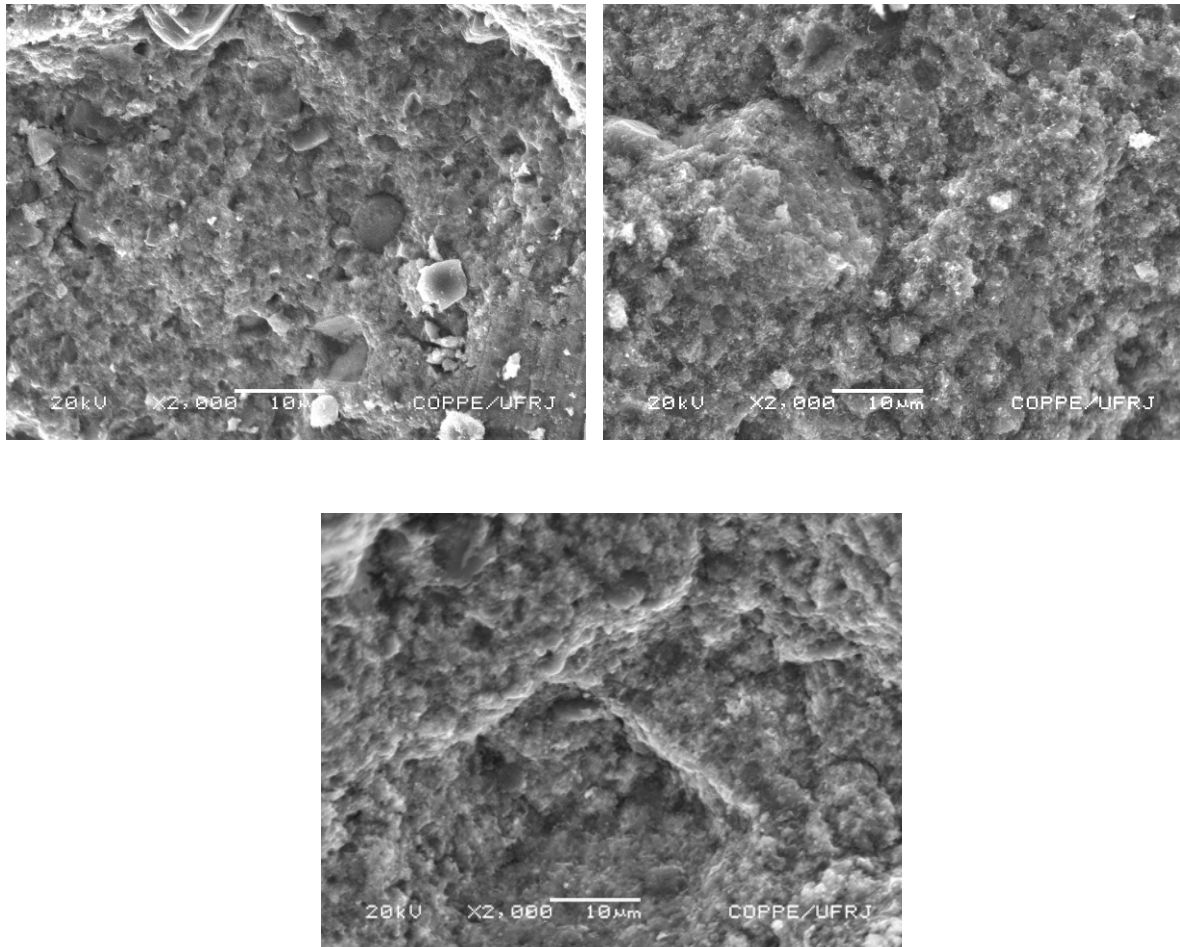


Figura 2. Aspecto geral da região de fratura das amostras sinterizadas em maior aumento.

Conforme pode ser observado na Figura 1, os compactos apresentam muitas trincas e microtrincas. Para uma melhor análise foram feitas micrografias em maior aumento, Figura 2. A análise das Figuras 1 e 2 e da Tabela 1 mostra que o aumento da temperatura provoca uma significativa queda na densidade das amostras. Por outro lado, nota-se que os diamantes não estão distribuídos de forma homogênea nas amostras. Isto pode ter sido resultado da não homogeneidade da mistura de partida, ou seja, o método de mistura aplicado pode não ser eficiente. Provavelmente os cristais de diamante que não se quebraram durante o processo de moagem estão inibindo a dispersão homogênea dos outros componentes da mistura. Assim, durante o processo de sinterização estes cristais podem formar agregados policristalinos.

Aparentemente não foram encontrados indícios de grafitação dos diamantes. Pode-se inferir que a presença do carbono amorfo pode ter contribuído para inibir o processo de grafitação.

Desta forma pode-se afirmar que o procedimento aplicado neste trabalho para a produção de materiais nanoestruturados a base de diamante é promissor. Deve ser ressaltado que os estudos estão ainda em fase inicial e que testes adicionais estão sendo realizados no LAMAV/CCT/UENF.

4 CONCLUSÃO

No presente estudo foi demonstrada a viabilidade de produção de materiais nanoestruturados a base de diamantes em condições de altas pressões e altas temperaturas. Foram produzidos compactos com valores de densidade próximos dos compactos comerciais.

REFERÊNCIAS

- 1 Azevedo, M. G. et al (2001) *The High Temperature – High Pressure Sintering of Diamond-Cu-Si-B Composite*. Diamond and Related Materials. V.10, p. 1607 – 1611
- 2 Bobrovnitchii, G. S., Osipov, O. S., Filgueira, M. (2003) *Some peculiarities of the diamond micro-powder sintering*. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials., v.21, p. 251 – 258
- 3 Voronin, G. A., Zerda, T. W., Qian, J. (2003) *Diamond-SiC Nanocomposites Sintered from a Mixture of Diamond and Silicon Nanopowders*. Diamond and Related Materials , vol. 12, p. 1477 - 1481
- 4 Skury, A.L.D. *The role of the 'graphitization degree' on the high pressure-high temperature diamond synthesis*. Diamond and Related Materials, 2003, 12, 10-11, pp 1999-2002.
- 5 Skury A. L. D., Bobrovnitchii, G. S., Monteiro S. N.*et al. Influence of the reactive mixture density on the diamond yield from a synthetic process*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2003, 21, 3-4, pp155-158