

## SÍNTESE DE DIAMANTES UTILIZANDO O SISTEMA Ni-Mn-C COM ADIÇÃO DE 4% DE FERRO\*

Quésia de Freitas Silva Fonseca Rodrigues<sup>1</sup>  
Ana Lúcia Diegues Skury<sup>2</sup>  
Sérgio Neves Monteiro<sup>3</sup>  
Guerold S. Bobrovitch<sup>4</sup>

### Resumo

A produção de diamante sintético pode ser influenciada por vários fatores, podendo citar o dispositivo para o tratamento á célula reativa sob Altas Pressões e Altas Temperaturas – APAT, elementos que podem ser adicionados ao sistema. No presente trabalho foi utilizado Ni-Mn-C com adição da porcentagens de 4% de Ferro, os parâmetros utilizados no processo de síntese foram 4,5GPa de pressão e 1250°C de temperatura, sendo estes parâmetros mantidos por 10 minutos no dispositivo do tipo concavidade central. O efeito de 4% de ferro adicionado a célula reativa pode ser observado a partir de análises de raio-x e microscopia eletrônica de varredura. A influência do ferro foi observada no mecanismo de nucleação e crescimento dos cristais e no rendimento do processo.

**Palavras-chave:** Síntese; Diamante; Ferro.

### SYNTHESIS OF DIAMONDS USING THE SYSTEM Ni-Mn-C WITH THE ADDITION OF 4% IRON

#### Abstract

The synthetic diamond production can be influenced by many factors and can quote the device for the treatment will reactive cell under High Pressures and High Temperatures - HPHT, elements that can be added to the system. In the present study we used Ni-Mn-C with the addition of percentages of 4% iron, the parameters used in the synthesis process were 4,5GPa pressure and temperature of 1250° C was accomplished and maintained for 10 minutes in the type hollow device central. The effect of 4% of iron added to the reactive cell can be observed from scanning electron microscopy, x-ray analysis. The influence of iron has been observed in the mechanism of nucleation and growth of crystals and the yield of the process..

**Keywords:** Synthesis; Diamond; Iron.

<sup>1</sup> Licenciatura em Física e Matemática, Mestre, Doutoranda, LAMAV/Setor de Materiais de Alta Dureza, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Bacharelado e Licenciatura em Física, Doutora, Professora, LAMAV/Setor de Materiais de Alta Dureza, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ, Brasil.

<sup>3</sup> Engenheiro, PhD, Professor, Instituto Militar de Engenharia, IME, Rio de Janeiro – RJ, Brasil

<sup>4</sup> Engenheiro, PhD, Professor Emérito, LAMAV/Setor de Materiais de Alta Dureza, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

A síntese de diamantes ganhou destaque na ciência dos materiais a partir de 1955, quando a equipe de pesquisadores da General Electric Company anunciou a produção de diamantes sintéticos utilizando o chamado método catalítico de síntese. O método consistia em uma mistura de grafite e metais confinada em uma célula de reativa e submetida a tratamento a altas pressões (acima de 4,2GPa) e temperaturas (acima de 1250°C) [1].

Podem ser citados entre os fatores influentes no processo de síntese o tipo de grafite, tipo de dispositivo de alta pressão, parâmetros do processo (tempo, temperatura e pressão e, principalmente o catalisador/solvente. Dados reportados na literatura como o catalisador/solvente influi de forma significativa nos resultados encontrados nos diamantes produzidos sinteticamente, em função deles, os catalisadores e os parâmetros são escolhidos para tratamento das células reativas sob altas pressão, temperatura, observando o dispositivo a ser utilizado durante o tempo de manutenção do processo.

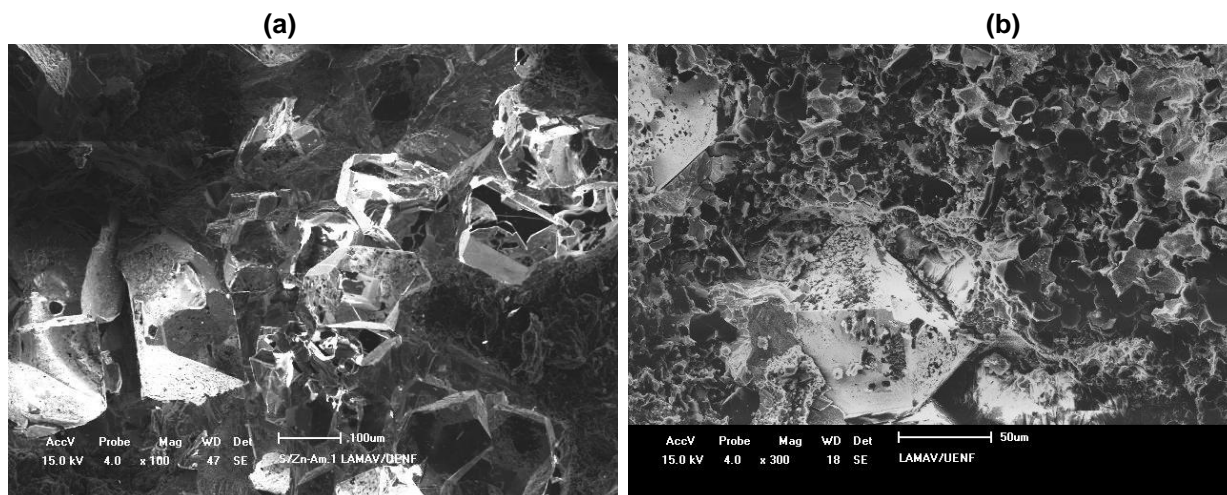
Estudos demonstram que além dos catalisadores, a utilização de pequenas quantidades de aditivos influencia de maneiras diferentes nos diamantes sintetizados [3], variando a produtividade, características morfológicas, além de outras propriedades [4,6].

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo desenvolvido no trabalho aqui apresentado teve a utilização do sistema Ni-Mn-C com adição de 4% de ferro á célula sob condições de altas pressões e altas temperaturas (APAT), cerca de 4,5GPa e 1.250°C, tratamento no dispositivo de alta pressão do tipo bigorna concavidade central de 2.500ton durante o tempo de 10minutos.

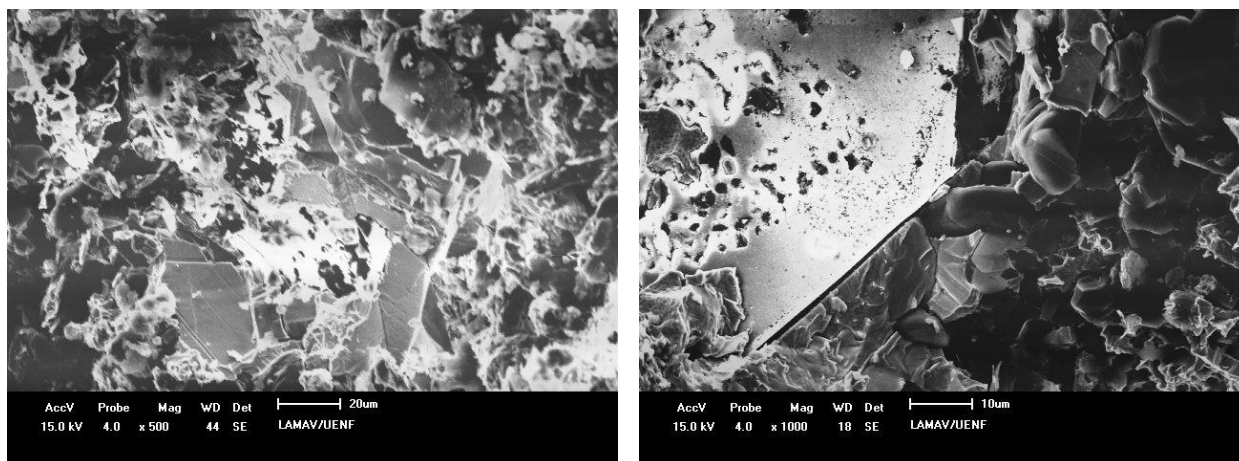
## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise da região de fratura dos aglomerados obtidos após a execução dos processos de síntese. Na figura 1e 2 obtida na micrografia de eletrônica de varredura a partir do aglomerado obtido com 4% de ferro e sem a adição de ferro. Notou-se que sem a adição do ferro os cristais apresentaram grande incidência de defeitos, característico dos cristais obtidos no sistema Ni-Mn-C utilizando o dispositivo de alta pressão (DAP) do tipo bigorna com concavidade central e parâmetros utilizados na pesquisa.



**Figura 1** - Região de fratura do aglomerado obtido sem adição de ferro (a); Região de fratura do aglomerado obtido com adição de 4% Fe.

Ainda em relação às análises da região de fratura dos aglomerados foram observadas algumas alterações na morfologia do grafite, Figuras 37 a 42.



**Figura 2** – Detalhe da interface grafite-diamante sem adição de ferro(c), Detalhe da interface grafite-diamante sem adição de ferro(d).

Na tentativa de se associar o grau de transformação, Figuras 3 e 4, e distribuição/composição do filme metálico induz à especulação de que quanto mais uniforme e denso (concentrado) é o filme maior deverá ser o grau de transformação, Na Figura 3 pode ser constada a presença do Mn e Ni na interface do diamante, permitindo supor a participação destes elementos, constituintes da liga, no processo de nucleação e crescimento dos cristais de diamante, durante a síntese.

Na Figura 4, o mapeamento pontual por EDS, detecta na superfície do cristal componentes da liga e o elemento Fe, que neste caso foi adicionado a mistura na porcentagem de 4%.

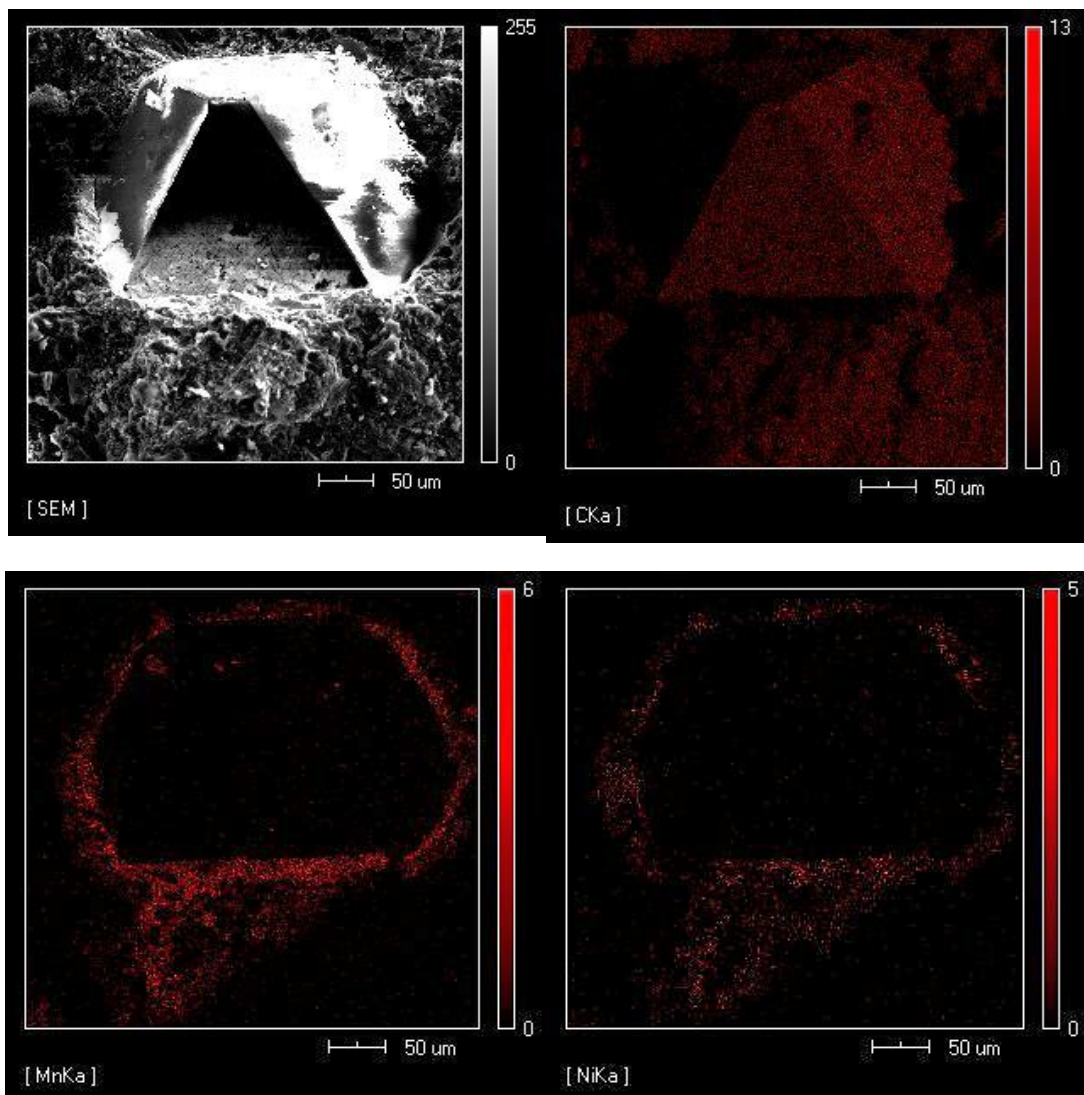
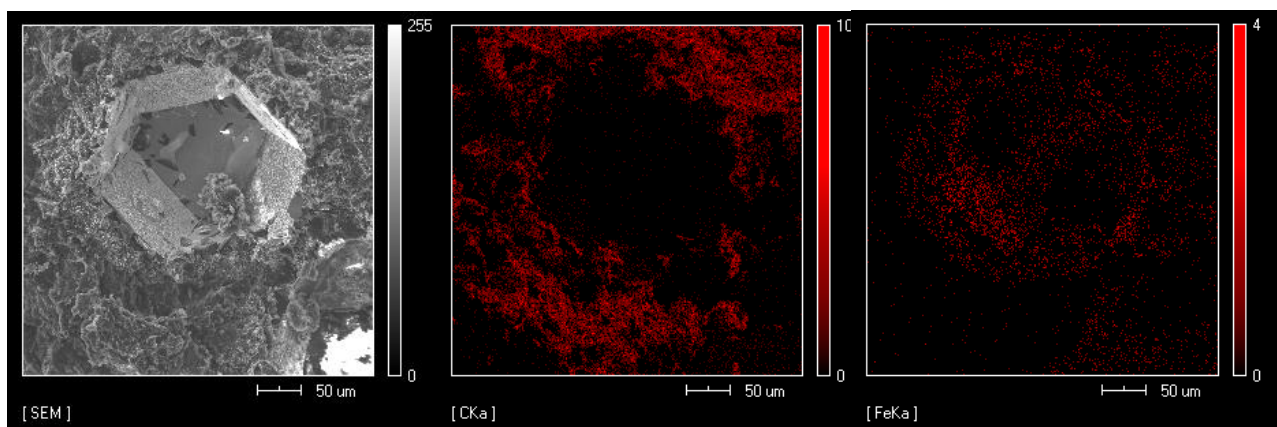
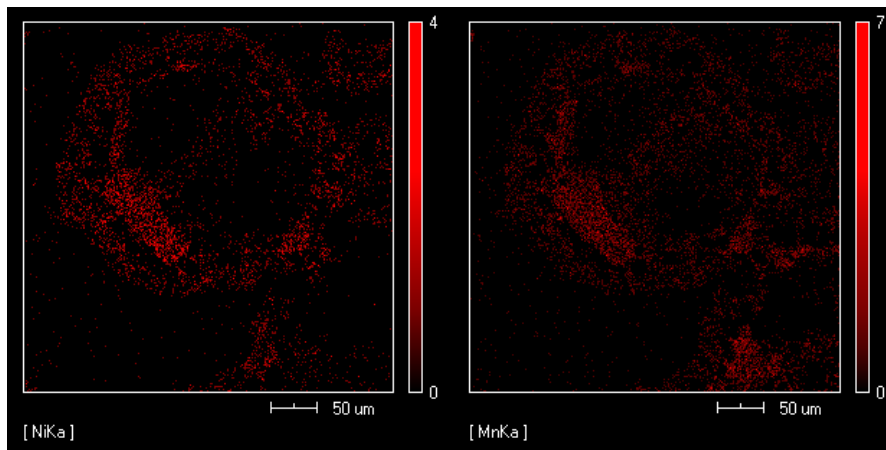


Figura 3 – Mapeamento por EDS da região de fratura sem adição de Fe





**Figura 4** – Mapeamento por EDS da região de fratura com 4% de Fe.

A tabela 1, resultados referente ao rendimento, produtividade e teor de grafite transformado no sistema com estudado Ni-Mn-C, com objetivo comparativo dos resultados referente aos cristais de diamante obtidos sem a presença de ferro na célula reativa e com adição de 4%Ferro.

**Tabela 1** – Rendimento, produtividade e teor de grafite transformado.

Teor de Ferro (%)	Rendimento (g)	%Produtividade ( $\alpha$ )	% Grafite Transformado
<b>0</b>	4,576	15,855	24,735
<b>4</b>	5,046	17,484	27,276

A quantidade de cristais isentos de defeitos, seja na forma, na superfície ou como inclusões, é mínimo, independente da presença ou não de Ferro. Entretanto, é importante salientar que se trata uma característica dos cristais obtidos a partir da tecnologia utilizada, ou seja, em que os defeitos surgem devido aos gradientes de pressão e temperatura no interior da câmara de compressão.

#### 4 CONCLUSÃO

Os resultados da pesquisa apresentaram maior rendimento(g) para o teor de 4% de Ferro, logo apresentou a maior porcentagem de grafite transformado. Supondo a partir dos dados apresentados que a presença do ferro na zona de reação favorece o processo de nucleação.

A produtividade do processo e as características dos cristais (granulometria e morfologia) são diretamente dependentes dos parâmetros de síntese [2,3,5]. Nesse contexto pode-se inferir que adições de 4% de ferro alteram de tal forma o processo síntese permitindo a obtenção do maior rendimento (em comparação ao rendimento do processo sem a presença do ferro).

#### Agradecimentos

UENF, CAPS

## REFERÊNCIAS

- 1 Akaishi, M., Kanda, M., Yamaoka, S., (1990) "Synthesis of Diamond from graphite-cabonate systems under very hight temperature and presure", In: Journal of Crystal Growth *Diamond Science and Technology*. North – Holland pp. 578-581.
- 2 Bobrovnichii, G. S. (2007) Relation Between the Defect Morphology of Synthetic Diamonds and Its Mechanical Strength. *Technology in Metallurgy and Materials*, v. 4, n. 3, p. 63-68.
- 3 Liu, W. Q., Ma, H. A., Han, Q. G., Hu, M. H, Li, R., Zeng, M. H., Jia, X. P. (2009) The character of Fe-Mn-1 powder catalyst and its influence on the synthesis of diamond. *Journal of Crystal Growth*, p. 3310-3313.
- 4 Shipilo, V. B., Dutov, A. G., Komar, V. A., Azarko, I. I. (2006) Diamond crystallization in the Mn-Ni-C system with gray iron additions. *Chemistry and Materials Science*, v. 42, n. 5, p. 484-486.
- 5 Skury, A. L. D. (2007) Zinc adition efect in diamond yield process in high pressure high temperature conditions. *Revista Matéria*, v. 12, n. 2.
- 6 Sunagawa, I., (1990) " Growth and morphology of diamond crystals under stable and metastable conditions." *Journal Cryst. Growth*, vol. 99, pp 1156-1161.