

# A EXPERIÊNCIA DA UTILIZAÇÃO DO REGISTRO E CONTROLE AUTOMÁTICO NA PRODUÇÃO DE MATERIAIS SUPERDUROS SOB ALTAS PRESSÕES<sup>1</sup>

Guerold S. Bobrovnitchii<sup>2</sup>

William da Silva Vianna<sup>3</sup>

Ana Lúcia D. Skury<sup>4</sup>

Sérgio Neves Monteiro<sup>5</sup>

## Resumo

Tanto para ciência quanto para tecnologia industrial da produção de materiais superduros, diamante e nitreto cúbico de boro, a automação com uso de tecnologias modernas tem valor significativo, principalmente no registro de parâmetros do processo. Na UENF duas prensas hidráulicas especiais com força de 630 e 2500 toneladas, destinadas para pesquisa na área de materiais superduros, foram modernizadas aplicando o controle computadorizado. Neste trabalho foi realizada a comparação entre os dados parametrizados no sistema automatizado de controle para síntese de pó de diamantes e os dados obtidos a partir dos registros reais durante a execução do processo. Foi notado que os dados programados não coincidem com resultados registrados, em relação à pressão no cilindro principal o desvio apresentado foi de até 1,0%, em relação da corrente elétrica e do aquecimento de até 0,7%. A aproximação das partes do dispositivo de alta pressão (espessura crítica da gaxeta) em até 2,5%. Nessas condições não há a possibilidade de produzir o diamante com garantia de rendimento. Após análise da situação, foi proposta metodologia para aperfeiçoamento do funcionamento das prensas.

**Palavras-chave:** Alta pressão; Síntese; Materiais superduros; Precisão; Prensa dispositivo de alta pressão.

## THE KNOW-HOW IN AUTOMATIC CONTROL AND REGISTRATION FOR SUPERHARD MATERIAL PRODUCTION UNDER HIGH PRESSURES

### Abstract

So much science as industrial technology for superhard material production, diamond and BCN, the automation with modern technologies has significant value, main registration at process parameters. In UENF two industrial special presses with force 630 and 2500 tons were modernized applying the control computerized. In this work the comparison was accomplished among the parametrization data in automated system and data obtained from real registrations synthesis process. It was noticed that scheduled data parametrization don't coincide with registered results, about pressure inside main cylinder was deviation up to 1,0%, heating electric current 0,7% and distance between parts at high pressure device up to 15%. In those conditions there is not possibility to produce the diamond with efficiency warranty. After situation analysis, was propused methodology for improvement operation presses.

**Key words:** High pressure; Synthesis; Superhard materials; Precision; High pressure presses device.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil.*

<sup>2</sup> *Eng. Mecânico. PhD. Professor emérito LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000. Horto. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28025-630. E-mail: guerold@uenf.br*

<sup>3</sup> *DSc. Professor CEFET Campos. Rua Dr. Siqueira 273. Pq. Dom Bosco. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28030-130. E-mail: wvianna@cefetcampos.br*

<sup>4</sup> *Física. DSc. Professora LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000. Horto. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28025-630. E-mail: lucia@uenf.br*

<sup>5</sup> *Eng. PhD. Professor Titular LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000. Horto. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28025-630. E-mail: sergio.neves@ig.com.br*

## 1 INTRODUÇÃO

Nas publicações relacionadas com os processos industriais e as pesquisas científicas para produção de diamantes sintéticos, em condições de altas pressões e altas temperaturas, são apresentadas informações parciais relativas aos equipamentos e dados de controle dos parâmetros de síntese. Em revistas internacionais e raramente são encontradas informações a respeito dos parâmetros, solventes/catalisadores, fonte de carbono, particularidades da síntese e construção dos dispositivos de alta pressão (DAP) utilizados, etc. A explicação desse fato pode estar relacionada com o *know-how* de cada tecnologia e ainda falta de instrumentos para registrar os valores dos parâmetros diretos e indiretos que influenciam sobre a produtividade do processo de síntese de diamantes. Mas o mercado mundial já está apresentando o fluxo de 600t de diamante por ano, por isso pode ser dito que cada tecnologia desenvolvida para qualquer companhia produtora de diamante está ligada em algum grau com automatização.

Embora já passado meio século da produção dos primeiros diamantes sintéticos, as informações sobre os estudos dos processos com utilização destas inovações não foram totalmente abertas.

Em Borimsky<sup>(1)</sup> foi apresentada a arquitetura de um sistema computacional empregado para registrar os parâmetros do processo de síntese. Segundo o autor, o sistema possui característica que permite interligá-lo a diversos processos tecnológicos possibilitando registrar os parâmetros relativos a síntese: pressão, corrente, potência e tensão.

No trabalho de Fukunga<sup>(2)</sup> foi utilizada prensa especial (Máquina Kamata Cia., Saitama, Japão). De acordo com o autor pressão de trabalho da prensa foi controlada usando uma pequena bomba auxiliar. A potência elétrica de aquecimento foi provida enquanto monitorava-se a voltagem e corrente no sistema aquecedor. A potência da unidade tiristorizada foi regulada em função da diferença entre o valor medido na entrada do controlador e a temperatura desejada. Um suprimento de água, utilizada como fluido refrigerante, foi introduzido nos canais existentes entre a bigorna e os blocos de apoio. No referido trabalho não foram apresentados detalhes técnicos da montagem, sinais, tipo de controladores, algoritmos de controle, tipo dos sensores, assim como não foi descrito se o controle de pressão foi realizado de forma manual ou automática. Os parâmetros indiretos como temperatura do fluido de refrigeração, vazão do fluido de refrigeração não foram citados e considerados.

Em ao controle dos parâmetros do processo de síntese, nos trabalhos de Wakatsuki,<sup>(3)</sup> Wang<sup>(4,5)</sup> e Pink<sup>(6)</sup> foram propostos diagramas para síntese simples e complexa com os seus respectivos parâmetros de pressão e potência em função do tempo. Diagramas para síntese simples e complexa apresentam traços semelhantes, ou seja, obrigatórios: acionamento do aquecimento após atingir valor de pressão pré-determinado; desacionamento do aquecimento antes da redução da pressão, aguardando um tempo necessário para a refrigeração da célula reativa; redução da pressão. Nos trabalhos analisados não foram apresentadas informações dos possíveis métodos e equipamentos para o controle efetivo dos parâmetros.

No trabalho de Bobrovintchii<sup>(7)</sup> foi desenvolvido projeto de modernização das prensas de 2.500 toneladas de força (fabricadas na Rússia) instaladas na UENF com sistema de supervisão, controle e aquisição de dados (SCADA) que atendesse as necessidades científicas. O novo comando possibilitou registrar diversos parâmetros e principalmente fornecer dados para análises científicas nos estudos da síntese e sinterização sob altas pressões.

Neste trabalho foi realizada a comparação entre os dados parametrizados no sistema automatizado de controle para síntese de pó de diamantes e os dados obtidos a partir dos registros reais durante a execução do processo. Após análise da situação, foi proposta metodologia para aperfeiçoamento do funcionamento das prensas. Esse aperfeiçoamento pode acarretar melhoras nas propriedades dos materiais obtidos após o processo de síntese.

Na literatura não foram identificadas informações sobre o sistema e/ou algoritmos de controle utilizados para manter a pressão e temperatura no processo de síntese. Acredita-se que esse tipo de informação é know-how de cada empresa.

## 2 METODOLOGIA

As sínteses de diamantes foram realizadas em prensas de forças de 630 e 2500 toneladas utilizando dispositivo de alta pressão (DAP) tipo bigorna toróide de metal duro<sup>(9)</sup> e aço rápido,<sup>(10)</sup> respectivamente.

Foram preparadas cápsulas deformáveis de calcita com mistura reativa de grafite e liga solvente de Mn-Ni, mantendo os parâmetros dimensionais e peso com incerteza de até 1%.

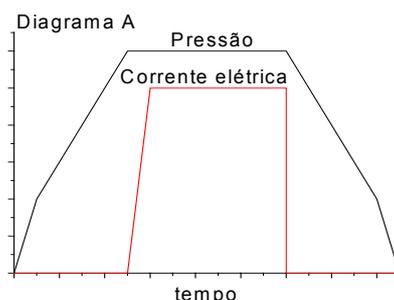
As sínteses foram realizadas com auxílio do sistema SCADA.<sup>(7)</sup> Este sistema possibilitou registrar os parâmetros diretos: pressão hidráulica no cilindro principal da prensa ( $P_1$ ), corrente (I), potência (W), tensão (V) elétricas e tempo do processo de síntese; e indiretos: altura crítica ( $h_c$ ), vazão e temperatura do fluido de refrigeração (Q,T), resistência elétrica (R) da mistura reativa, temperaturas (T) dos elementos do DAP, entre outros.

Antes da realização da síntese foram feitas as calibrações de pressão  $P_2$  e temperatura  $T_2$  dentro de câmaras de compressão para cada DAP e prensa, em conformidade com metodologia apresentada por Vianna,<sup>(8)</sup> fornecendo as equações,  $P_2=f(P_1)$ ;  $T_2=f(I \text{ ou } W)$ .

Na programação do comando foi determinado controle constante e fixo da pressão hidráulica  $P_1$  e corrente elétrica de aquecimento da célula de reação. Após os parâmetros determinados e inseridos no sistema SCADA foram comparados com os registros obtidos durante o processo de síntese, usando o sistema de MN-Ni-C

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra o diagrama típico para ambas prensas de manutenção de corrente elétrica e pressão hidráulica parametrizados no sistema SCADA para ser executado durante o processo de síntese nas prensas. Pode ser observado que o aumento da pressão é realizado em duas etapas devido ao acionamento de uma e duas bombas hidráulicas. O aumento da corrente elétrica foi parametrizado em rampa com taxa constante.

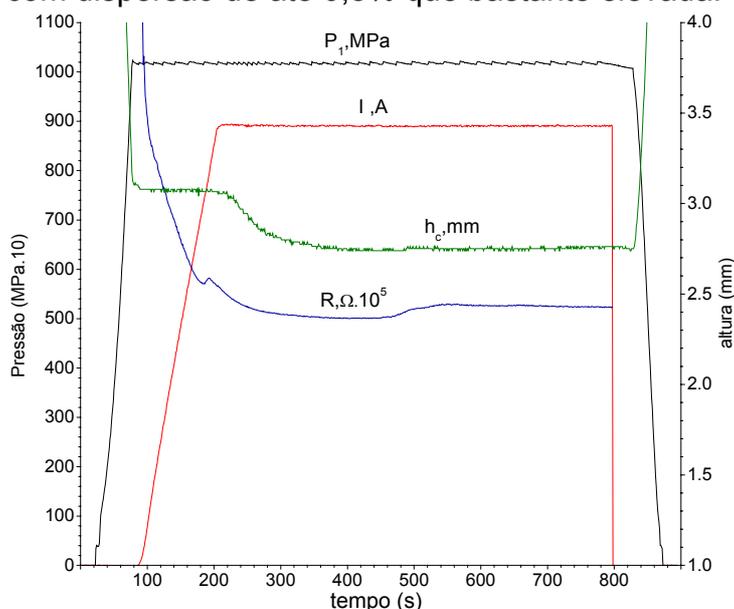


**Figura 1** – Diagrama geral simples, parametrizado, de manutenção de pressão e corrente elétrica de aquecimento durante o processo de síntese.

Após as sínteses foram obtidos registros dos parâmetros do processo. A Figura 2 mostra o registro típico obtido para processo com corrente elétrica  $I$  e pressão  $P_1$  hidráulica controladas.

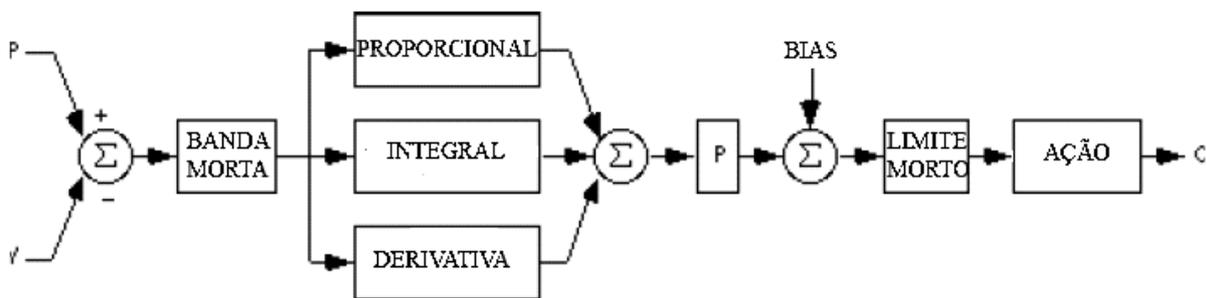
Pode ser observado que existem diferenças entre as curvas programadas e as curvas reais da pressão  $P_1$  e corrente  $I$  (parâmetros indiretos). A rampa de subida da pressão apresenta algumas curvaturas que podem ser explicadas pelas deformações sofridas pelas partes do DAP e principalmente deformação plástica e elástica da cápsula deformável. Durante o patamar da manutenção da pressão  $P_1$  hidráulica o sistema SCADA faz uso de controlador com parâmetros de proporcional, integral e derivativo (PID) para manter a pressão  $P_1$  constante. Esse parâmetros PID são ajustados seguindo uma metodologia específica de acordo com o processo. Porém, como pode ser visto na Figura 2 a pressão  $P_1$  não é exatamente constante durante a sua manutenção, devido a utilização do multiplicador hidráulico para geração de pressão  $P_1$ . Em torno de 100MPa, observa-se os saltos na linha do gráfico relacionados com a mudança do curso do multiplicador. Este efeito provoca diminuição da precisão da manutenção de  $P_1$  de até 1,2% e está ligado aplicação cíclica da força da prensa sobre o DAP que podem causar a influência negativa no processo de crescimento dos cristais.

A curva  $I$  também não apresenta a linearidade e precisão da manutenção da corrente elétrica com dispersão de até 0,8% que bastante elevada.



**Figura 2** - Curvas dos parâmetros controlados corrente elétrica (A) em 890 A, pressão  $P_1$  hidráulica em 102 MP e altura  $h_c$  crítica da gaxeta e resistência  $R$  elétrica da cápsula deformável para prensa de força de 2500ton.

O controlador PID utilizado no sistema SCADA apresenta funcionamento que pode ser explicado a partir do esquema apresentado na Figura 3. O valor da pressão  $P_1$  hidráulica parametrizado é subtraído da pressão real medida. Esse valor é utilizado para o cálculo de proporcional para eliminar a diferença entre o valor parametrizado e o medido. Além disso, são realizados cálculos de integração para remover desvios de regime e derivativo para promover antecipação da correção em função da taxa do desvio entre o valor parametrizado e o medido. Entretanto, a saída desse controlador atua em um elemento final de controle tipo on-off (multiplicador de pressão) fazendo com que a atuação e conseqüente registro da medição da pressão apresentem variações de até 1 % em forma de dente de serra conforme pode ser observado na Figura 2. O PID não pode eliminar os fenômenos da inércia de atuação da bomba, multiplicador e cilindro principal. Por este motivo é melhor complementar o esquema hidráulico da prensa com bomba auxiliar com vazão controlada.



**Figura 3** – Diagrama básico de funcionamento do controlador PID utilizado no controle da pressão hidráulica e corrente elétrica de aquecimento.

O registro da corrente elétrica aparentemente apresenta constância no valor referente ao patamar (Figura 2). Entretanto, um segundo controlador PID atua nesse controle procurando manter o valor da corrente elétrica conforme o parametrizado no diagrama apresentado na Figura 1. Pode ser observado na Figura 2 que a resistência elétrica da célula reativa varia durante o processo de síntese e de acordo com Vianna<sup>(8)</sup> esse comportamento da curva do registro da resistência elétrica está relacionado com as etapas do processo de síntese. Conseqüentemente o controlador PID deve atuar para manter a corrente elétrica nos valores definidos previamente. Porém podem existir desvios de até 0,7%, pois o controlador atua após a existência do mesmo.

Na Figura 2 também pode ser observado também uma redução de aproximadamente 0,4 mm na altura crítica da gaxeta que surge quando é finalizada a rampa de aquecimento. Esse valor pode corresponder em até 4,0% do valor original da altura da gaxeta. Isso demonstra e confirma os dados da literatura que mesmo sob pressão hidráulica controlada, a pressão na câmara de compressão varia durante o processo de síntese. Esta mudança de uma operação de síntese à outra (Figura 4) com precisão de 2,5%, que apresenta a irregularidade do processo de síntese no caso da utilização da construção do DAP tipo bigorna.

## 4 CONCLUSÕES

Os resultados possibilitaram concluir que:

- O controlador PID utilizado no sistema SCADA apresenta resposta adequada, mas a elemento final de controle tipo on-off dificulta atuar no processo com variações de pressão hidráulica menor que 1%. Dessa forma, deve ser substituído por inversor de frequência que atue diretamente na bomba hidráulica de alta pressão. Essa substituição pode melhorar as condições da formação da alta pressão e conseqüentemente o material obtido após a síntese.
- O controle da pressão hidráulica deve também considerar a medição altura crítica da gaxeta como parâmetro para efetuar a correção da pressão na câmara de compressão durante o processo de síntese. Esse parâmetro indireto pode servir como referência para reduzir a variação da pressão na câmara de compressão e conseqüentemente obtenção de cristais de melhor qualidade.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERJ pelo apoio financeiro durante o desenvolvimento dos trabalhos.

## REFERÊNCIAS

- 1 BORIMSKY, I. A., JEREBKO, V. A., KOTENKO, Y. V. Sistema de armazenamento de informações das transformações de fases nos materiais sob ação de APAT – parâmetros usando computador pessoal. Coletânea de obras científicas do ISM da Academia Nacional de Ciência Kiev - Ucrânia, ISBN 966-96209-4-5, pp. 179-184, 2003.
- 2 FUKUNAGA, O., KO, Y. S., KONOUE, M., OHASHI, N., TSURUMI, T. Pressure and temperature control in flat-belt type high pressure apparatus for reproducible diamond synthesis. Tokyo Institute of Technology, Japan. Diamond and Related Materials, vol. 8, pp. 2036–2042. 1999.
- 3 WAKATSUKI, M. Fomation and Groyth of Diamond – For Understanding and Better Control of The Process. Institute os Materials Science, University of Tsukuba, Tsukuba, Japan. Rev. High Pressure Science Technologe., vol. 7, pp. 951-956, 1998.
- 4 WANG, Y. TAKANABE, R., KAGI, H., TAKANO, K. J., WKATSUKI, M. Advances in New Diamond Science and Technology, ed. By Saito, MY, Tokyo, v. 521, 1994.
- 5 WANG, Y., WAKATSUKI, M. Proc. 3rd International Symposium on Advanced Materials 1996, ed. By Akaishi M. et. al., National Institute for Research in Inorganic Materials. Tsukuba, p. 271, 1996.
- 6 PINK, R. L. Modelo para comando em processos de aquecimento do volume de reação da célula de alta pressão., Em Tratamento de materiais por altas pressões. Ed. IPM, Kiev, pp. 132-137, 1987 (em russo).
- 7 BOBROVINTCHII, G. S., VIANNA, W. S., TAVARES, L. O., GOMES, D. A. Síntese e sinterização dos materiais superduros usando comando programável e prensa. Anais da Associação Brasileira de Metalurgia. São Paulo. ISSN 1516392X, vol. 60, pp. 1782-1791. 2005.

- 8 Vianna, W. S. Estudo da influência dos parâmetros diretos e indiretos sobre a produtividade do processo de síntese de diamantes usando sistema de automação desenvolvido. Tese de doutorado. Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense. Campos dos Goytacazes - RJ. Brasil, pp. 122-135.
- 9 Patent of USA, ICI B30b 11/32. High pressure processing apparatus. V.F. Verestchagin, L.G. Khvostantsev, 1974.
- 10 Patent da Ucrânia, No 5087, ICI B01j 3/06. High pressure High temperature apparatus. A.I. Prikhna, A.i. Borimsky, D.A. Nagorny. Pub. Bul.No7-1, 2812.94.