

# ANÁLISE DA MIGRAÇÃO DA FASE LÍQUIDA DURANTE A SINTERIZAÇÃO DE PÓ DE DIAMANTE PELO MÉTODO DA INFILTRAÇÃO<sup>1</sup>

*Guerold Sergueevitch Bobrovnitchii<sup>2</sup>*

*Ana Lúcia Diegues Skury<sup>3</sup>*

*Sérgio Neves Monteiro<sup>4</sup>*

*Rômulo Crespo Tardim<sup>5</sup>*

## **Resumo**

A sinterização do pó de diamante sob ação de altas pressões até 7,0 GPa e altas temperaturas até 1700° C pode ser realizada através de dois métodos: compactação da mistura de pó de diamante com pó ligante a frio e depois a quente, e compactação do pó de diamante a frio, formando um esqueleto, com posterior infiltração do material ligante dentro do esqueleto diamantado. Neste trabalho foi mostrado que durante a sinterização do pó de diamante pelo método da infiltração sob altas pressões, a migração da fase líquida ocorre em conformidade com a Lei de Darci. Os estudos da migração foram feitos usando a granulometria do pó de diamante de 5/3, 10/7, 20/14, 40/28 µm e ligantes Cu, Co e Ni. As amostras foram sujeitas às altas pressões de 4,0, 6,0 e 7,7 GPa e altas temperaturas entre 1000 e 1600° C, durante 2, 5, 10, 15 e 20 s. O coeficiente de infiltração varia de 0,88 a 6,41, confirmando que a sinterização por migração da fase líquida depende de muitos fatores.

**Palavras-chave:** Migração; Fase líquida; Alta pressão; Diamante.

## **ANALYSIS OF THE LIQUID PHASE MIGRATION DURING THE SINTERING OF DIAMOND POWDER USING THE INFILTRATION METHOD**

### **Abstract**

The sintering of diamond powder with high pressures (up to 7,0 GPa) and high temperatures (up to 1700° C) can be made through two methods: cold compacting of a diamond powder and binder mixture and later a hot one; and cold compacting of diamond powder, creating a skeleton which will be infiltrated by a binder material. In this work it is shown that during the diamond sintering process, through the method of infiltration under high pressures, the migration of the liquid phase occurs in compliance with the Darci Law. The studies about migration had been made by using diamond powder with grain sizes of 5/3, 10/7, 20/14, 40/28 µm and Cu, Co and Ni as binders. The samples had been submitted to the high pressures of 4,0, 6,0 and 7,7 GPa and high temperatures from 1000 to 1600° C, during 2, 5, 10, 15 and 20 s. The infiltration coefficient varies from 0,88 to 6,41, confirming that the sintering process with migration of the liquid phase depends on many factors.

**Key words:** Migration, Liquid phase, High pressure, Diamond.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 62° Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.*

<sup>2</sup> *Professor Emérito do SMSD/LAMAV - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), Av. Alberto Lamego, 2000, Campos dos Goytacazes, RJ – Brasil. CEP 28013-600*

<sup>3</sup> *Professora Associada do SMSD/LAMAV - (UENF)*

<sup>4</sup> *Professor Titular do LAMAV – (UENF)*

<sup>5</sup> *Graduando em Engenharia Metalúrgica e de Materiais – (UENF)*

## 1 INTRODUÇÃO

A obtenção dos compósitos diamantados pode ser feita através de dois métodos de sinterização via altas pressões e altas temperaturas.<sup>(1)</sup> Estes  $p$ ,  $T$  – parâmetros variam nos intervalos de 5,0 até 9,0 GPa e de 1000 até 2300° C, dependendo da tecnologia aplicada. O primeiro método consiste na aplicação de compactação a frio sobre a mistura de pó de diamante com metal ligante, e posterior compactação a quente da mesma mistura. No outro método, é aplicada a compactação a frio no pó de diamante, a fim de se formar um esqueleto diamantado, e um aquecimento posterior do conjunto, durante o qual o metal ligante funde e penetra no esqueleto.<sup>(2)</sup> Durante o processo de aquecimento, podem ser identificados dois mecanismos: deformação plástica das partículas que fortalece o esqueleto diamantado, e penetração da fase líquida de material ligante de fora para dentro do esqueleto diamantado poroso.

## 2 PARTE TEÓRICA

O fluxo de uma fase líquida tem as suas próprias particularidades e pode ser analisado como um fluxo laminar de líquidos homogêneos através de meios porosos, segundo a Lei de Darcy:<sup>(1)</sup>

$$V = \frac{K_p \cdot A}{\hat{h}} \cdot \frac{\Delta p}{h} \quad (1)$$

onde:  $V$  – Variação volumétrica por unidade de tempo durante o fluxo através da seção transversal de área  $A$ ;

$\hat{h}$  – Viscosidade dinâmica da fase líquida;

$\Delta p$  – Diferença de pressão na espessura da amostra  $h$ ;

$K_p$  – Coeficiente de penetrabilidade.

Esta equação pode ser transformada em equação diferencial, em função da velocidade do fluxo e do tempo:

$$\frac{dh}{dt} = \frac{K_p}{\hat{h}} \cdot \frac{\Delta p}{h} \quad (2)$$

Integrando esta equação, se obtém:

$$h^2 = 2 \cdot \frac{K_p}{\hat{h}} \cdot \Delta p \cdot t \quad (3)$$

A expressão  $2 \cdot (K_p/\hat{h})$ , que serve como coeficiente de proporcionalidade, pode ser chamada de coeficiente de penetração,<sup>(2)</sup> ou constante da velocidade de penetração.

A equação (3) por sua vez, pode ser apresentada com o aspecto:  $h^2=4 \cdot q \cdot t$  e, na qualidade de constante da velocidade de impregnação, define a grandeza  $q=0,5(K_p/\hat{h})\Delta p$ .

Em conformidade com o trabalho de Erchev e Bytchkov<sup>(3)</sup> já publicado, a viscosidade dinâmica pode ser determinada através da equação seguinte:

$$\dot{\eta} = \rho \cdot v = \rho \cdot A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{R \cdot T}\right) \quad (4)$$

onde:  $v$  – Viscosidade cinética;  
 $\rho$  – Densidade do líquido;  
 $E_a$  – Energia de ativação do fluxo viscoso;  
 $T$  – Temperatura absoluta;  
 $R$  – Constante universal dos gases;  
 $A_0$  – Constante de viscosidade cinética.

Desse modo, a expressão abaixo define uma curva parabólica:

$$q = \frac{K_p \cdot \Delta p}{2 \cdot \rho \cdot A_0} \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{R \cdot T}\right) \quad (5)$$

No trabalho de Andreev e Botchetchko<sup>(4)</sup> foi estudada a dependência entre temperatura e constante da velocidade de impregnação para os metais Ni, Co e Cu em pó de diamante, sob a pressão de 8,0 GPa. O tempo de migração da fase líquida,  $t$ , para uma profundidade pré-estabelecida  $h$ , foi determinado durante o processo de sinterização. Os resultados mostram que durante a sinterização sob alta pressão, a migração da fase líquida ocorre em conformidade com a Lei de Darci e com a equação (5). Foi notado também, que os fatores de alta importância que determinam a cinética de impregnação são diferença de pressões,  $\Delta p$ , coeficiente de penetração,  $K_p$ , e energia de ativação,  $E_a$ .

A sinterização dos policristais diamantados nos dispositivos de alta pressão, devido às particularidades do seu funcionamento, começa com o processo de compressão a frio, que provoca a trituração das partículas de diamante. Isto leva à uma mudança nos valores de granulometria e na superfície relativa do pó, formando uma estrutura porosa. As medições feitas pelo método de porometria de mercúrio mostraram que com o aumento da granulometria do pó de partida (inicial) a porosidade geral diminui, e o diâmetro médio dos poros, aumenta.<sup>(4, 5)</sup>

Para descrever a distribuição dos poros obtida experimentalmente em conformidade com suas dimensões, a melhor alternativa é o uso da Lei de Gauss:

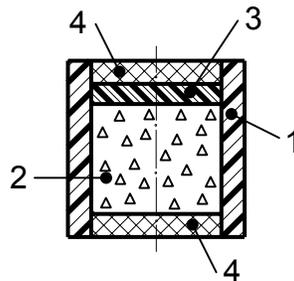
$$d(d_x) = B \cdot e^{-\frac{(d_x - d_0)^2}{\sigma^2}} \quad (6)$$

onde:  $d_x$  – Diâmetro de qualquer poro;  
 $d_0$  – Diâmetro médio dos poros;  
 $B$  – Constante;  
 $\sigma$  – Dispersão da distribuição dos poros.

### 3 METODOLOGIA DOS EXPERIMENTOS

Para estudar a cinética da migração da fase líquida dentro do pó de diamante, foram utilizados diamantes obtidos através do sistema Ni-Mn-C, com granulometria de 5/3, 10/7, 20/14, 40/28  $\mu\text{m}$ , produzidos na UENF. Os metais penetrantes utilizados foram Cu, Ni e Co.

O arranjo da célula reativa foi igual para todos os experimentos: Dentro do forno de grafite com formato cilíndrico, foram instalados o volume de pó de diamantes com altura inicial de 5 mm no centro, um disco do metal escolhido no topo superior, e o lacre da célula que consiste de duas tampas de calcita. Este arranjo pode ser observado na Figura 1.



**Figura 1.** Arranjo da célula reativa: 1 – forno; 2 – pó de diamante; 3 – disco de metal penetrante; 4 – discos de proteção termoelétrica.

A célula reativa é montada em uma cápsula deformável de calcita, e o conjunto instalado na concavidade de 13,5 mm do dispositivo de alta pressão tipo bigorna toroidal.<sup>(6)</sup> Na primeira etapa, é realizada a calibração do conjunto “cápsula deformável – dispositivo de alta pressão – prensa” com o auxílio de métodos já desenvolvidos.<sup>(7)</sup>

Os parâmetros da sinterização escolhidos são: pressões da ordem de 7,7 GPa, temperaturas de 30, 1000 e 1600° C, e tempo de aplicação simultânea de pressão e temperatura variando nos valores de 2, 5, 10, 15 e 20 s. Estes parâmetros foram programados com precisão de  $\pm 1,0\%$ , através do comando automatizado da prensa hidráulica especial de 630 toneladas de força.

Depois de realizada cada operação de sinterização, foram medidas as camadas do metal que penetrou no volume compactado de pó de diamante, com o objetivo de determinar o coeficiente de impregnação, para posterior confirmação com dados já existentes.

### 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados do estudo da penetração dos metais ligantes dentro do volume comprimido de pó de diamante com granulometria variável são apresentados na Tabela 1. Como pode ser observado, há uma certa regularidade no comportamento, o que permite o seguinte agrupamento:

- O grau de penetração depende da temperatura na câmara de compressão e da temperatura de fusão do metal;
- A fluidificação do metal ligante tem início a temperaturas abaixo do seu ponto de fusão. Por exemplo, o cobalto tem a temperatura de fusão de 1493° C, mas com a

aplicação de 1000° C, a penetração do metal no volume de pó compactado com alta granulometria já tem início;

- A velocidade de penetração varia em função de cada metal e da granulometria do pó de diamante utilizado;

- A penetração não é igual em todos os pontos da fronteira. Na região da superfície próxima à parede do forno, observa-se que a penetração é um pouco maior. Este comportamento pode ser explicado por não existir uma distribuição uniforme da temperatura na câmara de compressão.

- A cinética da penetração confirma que o coeficiente de penetração,  $K_p$ , e a energia de ativação,  $E_a$ , não são iguais em todas as direções da amostra, durante o processo de infiltração.

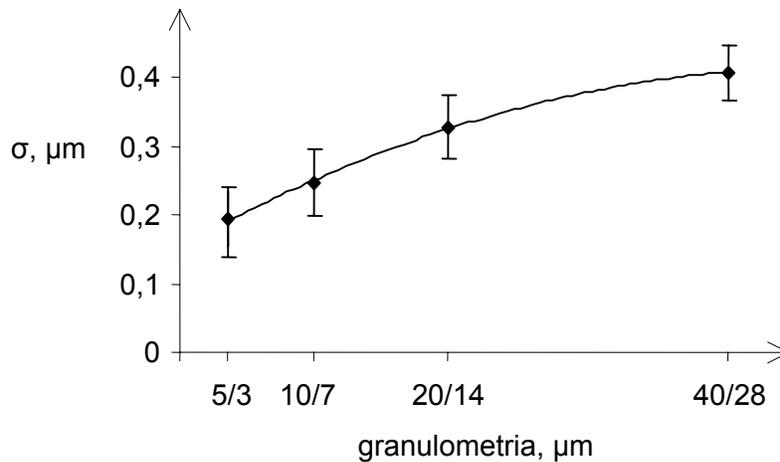
**Tabela 1.** A mudança do grau de penetração dos metais durante a sinterização.

Granulometria do pó ( $\mu\text{m}$ ) e metal penetrante	Temperatura $T$ , ° C	Tempo $t$ , s	Profundidade da penetração, mm, e observações
5/3 cobre 5/3 cobalto	30 30	2 5 2 5	Na superfície de contato do disco de metal existem marcas das faces das partículas de diamante. Quase não tem marcas profundas.
5/3 cobre	1000	2 5 10 15 20	0,4-0,45 0,7-0,85 0,85-0,95 0,95-1,0 0,95-1,2 } A fronteira de penetração do metal é ondulada. } Há penetração mais rápida na parte externa da amostra.
5/3 cobalto	1000	2 5 20	0 0,2-0,3 – penetração em forma de bicos 0,3-0,4
5/3 cobre	1000	2 10 15	2,8-3,0 – fronteira do metal que penetra tem a forma  4,6-4,8 5,0 – penetração atingiu a altura da amostra do pó
5/3 cobalto	1500	2 5 10 15 20	1,2-1,25 2,0-2,3 3,0-3,2 3,8-3,9 4,2-4,3 A penetração do metal tem dificuldade
10/7 cobre	1500	2 5 10 15 20	0,6-0,65 0,9-1,0 1,1-1,3 1,8-2,2 2,8-3,2 A velocidade de penetração está aumentando
10/7 cobalto	1000	2 5 10 15 20	0-0,2 0,28-0,37 0,39-0,46 0,5-1,0 1,2-1,8 A fronteira de penetração do metal é ondulada
10/7 cobre	1000	2 5 10	3,2-3,3 4,2-4,3 5,0 Difícil identificação da posição dos metais

10/7 cobalto	1500	2 5 10 15 20	0,5-0,6 0,8-1,05 1,2-1,4 1,9-2,5 2,6-3,5	Velocidade de penetração está aumentando
20/14 cobalto	1500	2 5 10 15 20	0,4-0,5 0,8-0,95 1,5-1,7 2,4-2,6 3,9-4,3	A fronteira do metal é ondulada
20/14 níquel	1000	2 5 10 15 20	0,6-0,8 0,95-1,05 1,8-1,9 2,8-3,4 4,2-4,5	A fronteira do metal é ondulada
40/28 cobre	1000	2 5 10 15 20	1,0-1,2 1,8-2,1 2,6-2,9 3,8-4,6 5,0	A melhor estrutura encontrada
40/28 cobalto	1000	2 5 10 15 20	0,5-0,6 1,0-1,2 1,6-1,8 2,6-2,9 4,2-4,5	A fronteira é ondulada
40/28 níquel	1000	2 5 10 15 20	0,6-0,7 1,0-1,3 1,7-1,9 2,5-3,0 4,5-4,7	Há aumento da penetração nas áreas de contato com o aquecedor
40/28 cobre	1500	2 5 10	2,3-2,5 4,2-4,4 5,0	A fronteira da penetração se mostra linear
40/28 cobalto	1500	2 5 10 15 20	0,6-0,8 1,1-1,3 1,7-2,0 3,0-3,6 5,0	A fronteira da penetração se mostra linear
40/28 níquel	1500	2 5 10 15	0,8-0,95 1,8-1,9 2,9-3,8 5,0	A fronteira da penetração se mostra linear

Os experimentos de compactação a frio mostraram a dependência entre a distribuição de diâmetros dos poros obtidos durante a compactação a frio sob a pressão de 7,7 GPa, e a granulometria inicial do pó de diamante. Com base neste fato, conclui-se que com o aumento do tamanho dos grãos de diamante, a dispersão também aumenta. Isto atesta o fato experimental determinado na trituração dos pós, e ampliação do espectro dos poros provocada por esta ação. Além disso, pode ser dito que há um limite no aumento da dispersão,  $\sigma$ .

A dependência apontada permite desenvolver o estudo da distribuição de poros em compactos de pó formados a frio e sob alta pressão. Estudo esse que ainda é inédito tomando como base dados experimentais.



**Figura 2.** Dependência da distribuição de poros e granulometria inicial do pó para amostras obtidas durante a compactação a frio de pó de diamante.

Os valores necessários para esta descrição são apresentados na tabela 2. Principalmente  $d_0$ ,  $\sigma$  e  $A$  que constituem parte da equação (6).

**Tabela 2.** Características estruturais dos poros em compactos obtidos pela compressão a frio de pó de diamante sob a pressão de 7,7 GPa.

Granulometria do pó inicial, $\mu\text{m}$	$d_0$ , $\mu\text{m}$	$\sigma$ , $\mu\text{m}$	$A$ , $\mu\text{m}^{-1}$	$K_p$ , $\mu\text{m}^2$	Porosidade relativa
5/3	0,31	0,1938	2,96	3,22-7,88	0,28
10/7	0,35	0,2467	2,41	4,16-9,95	0,26
20/14	0,39	0,3278	1,84	4,94-10,4	0,23
40/28	0,43	0,4082	1,51	5,68-11,0	0,20

No trabalho de Scheidegger<sup>(1)</sup> foi apresentado um modelo de meio poroso que consiste em feixes de capilares retos e paralelos. Entretanto, os dados obtidos correspondem a outro modelo no qual todos os capilares também representam um fluxo paralelo, mas mudam o diâmetro dos poros em função da distribuição de suas dimensões. Neste caso, o coeficiente de penetração,  $K_p$ , deve ser expresso de outra forma.

Evidentemente, mesmo que o coeficiente de penetração seja calculado através de diferentes fórmulas, ele deve possuir sempre a mesma característica: com o aumento da granulometria, tem-se a diminuição do valor do coeficiente de penetração, ocasionando um aumento na profundidade da penetração. Este efeito é difícil de ser comprovado matematicamente, entretanto, dados experimentais permitem elaborar um raciocínio:

- Para granulometrias finas, praticamente não existe trituração dos grãos de diamante sob ação de altas pressões. O espectro é estreito e a imagem real,

neste caso, se aproxima bastante do modelo de feixes de capilares paralelos com diâmetro constante;

- Experimentos mostram o aumento da porosidade à medida que é diminuída a granulometria dos cristais. Isto não leva a um aumento na penetração, pois simultaneamente, o diâmetro dos poros,  $d_0$ , diminui bruscamente. Pode-se concluir então, que a penetração diminuirá, haja visto que  $K_p$  é proporcional a  $d_0^2$ ;
- Com o aumento da granulometria do pó de partida, o modelo do tipo paralelo, que considera a distribuição dos poros como sendo função das suas dimensões, é mais próximo da realidade que o modelo dos capilares retos com diâmetro constante.

Estes fatores mencionados devem ser considerados junto com outras particularidades da penetração ligadas às condições de sinterização sob altas pressões. Ao alcançar a pressão de trabalho, o aquecimento é ligado, e logo o metal penetrante começa a fundir. Mas paralelamente, ocorre a deformação plástica das partículas de diamante sujeitas à ação simultânea de altas pressões e altas temperaturas.

No trabalho de Gerasimenko, Andreev e Bepal'ko,<sup>(8)</sup> é mencionado que se um compacto composto exclusivamente de diamante é submetido a altas pressões e temperaturas durante um tempo de 6 a 8 segundos, dentro do campo de estabilidade do diamante, a porosidade aberta e a dimensão dos poros passam a não depender da granulometria inicial do pó e atingem os valores de 1,5% e 40 nm, respectivamente.

Neste trabalho foi observado através de experimentos, que durante a penetração de níquel, cobre ou cobalto em um compacto de diamantes com granulometrias determinadas, o comportamento da constante de velocidade de infiltração é próxima a de uma exponencial.<sup>(9)</sup> Isto possibilita avaliar, conforme a dependência descrita na equação (5), tanto a energia de ativação do fluxo viscoso,  $E_a$ , quanto o coeficiente de penetração,  $K_p$ . Com este objetivo, através do método dos mínimos quadrados e a partir

de dados experimentais da fusão tipo  $q(T) = a \cdot e^{-\frac{b}{t}}$ , foram determinados os coeficientes "a" e "b", e em seguida, utilizando a equação (5), foram calculados  $K_p = \frac{2 \cdot a \cdot \rho \cdot A_0}{\Delta p}$  e

$E_a = b \cdot R$ . Através dessas considerações, foi determinado que as grandezas da constante de viscosidade cinética,  $A_0$ , e a densidade do metal líquido,  $\rho$ , praticamente não diferem dos valores publicados anteriormente.

Segundo o trabalho de Erchev e Bytchkov,<sup>(3)</sup>  $\rho \approx 7820 \text{ kg/m}^3$  e  $A_0 = 5,68 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2/\text{g}$  para o níquel; e  $\rho \approx 7980 \text{ kg/m}^3$  e  $A_0 = 4,031 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2/\text{g}$  para o cobalto. É necessário salientar que o valor da precisão das avaliações de 50%, é determinado tanto pelo intervalo confiável da medição das grandezas experimentais,<sup>(4,9)</sup> quanto pelas suposições feitas para o comprimento rígido da equação (5) e a permanência de  $\rho$  e  $A_0$ .

Os valores obtidos de  $K_p$ , apresentados na Tabela 3, são menores que os obtidos através de porometria,<sup>(8)</sup> embora possuam a mesma ordem de grandeza. Cabe ressaltar também que durante a infiltração, a diminuição de  $K_p$  de  $10^{-4}$  para  $10^{-7}$  ocorre duas vezes mais rápido. Este dado ilustra o fato conhecido da ativação da sinterização do pó de diamante na presença da fase líquida metálica.

Os valores de  $K_p$  calculados com base na equação (5) são grandezas efetivas médias, pois, evidentemente, na realidade  $K_p$  muda tanto com o tempo, quanto com o aumento da profundidade da infiltração. O aumento da fração inicial de pó que aumenta o coeficiente de penetração no início do estágio da penetração (depois da fusão) influencia analogamente sobre o resultado final da penetração que determina a cinética da infiltração sob altas pressões e temperaturas.

**Tabela 3.** Valores das grandezas que descrevem a cinética da infiltração em pó de diamante, em conformidade com a equação (5).

Granulometria inicial do pó	Metal penetrante	$K_p \cdot 10^{-7}$ , $\mu\text{m}^2$	$E_a$ , kJ/mol
5/3	Cobre	-	7,8
5/3	Cobalto	1,01	30,4
10/7	Cobre	0,93	7,6
10/7	Cobalto	0,89	25,5
20/14	Cobalto	1,27	30,6
20/14	Níquel	1,62	24,8
40/28	Cobre	-	8,65
40/28	Cobalto	5,98	62,1
40/28	Níquel	6,41	45,9

A energia de ativação do fluxo viscoso,  $E_a$ , pode ser definida da seguinte forma:<sup>(10)</sup> É a altura da barreira de potencial necessária para separar cada partícula do líquido quando ele passa do estado de oscilações para o estado de vagação causal. Evidentemente, quanto mais partículas líquidas ficam no estado de vagação causal, menor a viscosidade do metal líquido. Como pode ser visto em Erchev e Bytchkov,<sup>(3)</sup> a energia de ativação do fluxo viscoso para o cobre é 33,6 kJ/mol e para o cobalto é 37,3 kJ/mol. Na Tabela 2 são apresentados os dados da avaliação da  $E_a$  com base nos resultados da infiltração em pó de diamante sob altas pressões. Com relação às grandezas, elas são próximas ao citado acima. Isto justifica a hipótese sobre o fato de que o fluxo viscoso do líquido penetrante controla a velocidade do processo de infiltração.

Os valores  $E_a$  determinados pela penetração de Ni e Co dentro do pó com diversas granulometrias são 35,1 kJ/mol para o níquel, e 37,1 kJ/mol para o cobalto, coincidindo com os valores obtidos por Erchev e Bytchkov.<sup>(3)</sup>

## CONCLUSÕES

- Foram realizadas pesquisas experimentais e teóricas para esclarecer a cinética da migração da fase líquida metálica durante a sinterização do pó de diamante, utilizando o método da infiltração;
- Os dados obtidos mostraram que, do ponto de vista quantitativo, há diferença entre os valores do coeficiente de penetração calculados e experimentais, mas a tendência de penetração é a mesma;
- Para pó de diamante com granulometria fina, foi notada a dificuldade de penetração ligada tanto com a resistência associada à porosidade fechada, quanto com a resistência dos capilares muito finos. Além disso, a molhabilidade

de cada metal influencia muito intensamente neste caso. Por exemplo, para as mesmas condições, a penetração de cobre é mais rápida e mais efetiva;

- Durante o desenvolvimento de qualquer processo de sinterização de pó de diamante com ligante metálico, é necessário levar em consideração os valores do coeficiente de penetração e da energia de ativação.

## REFERÊNCIAS

- 1 SCHEIDEGGER, A. E. **Física do fluxo dos líquidos através do meio poroso**. Ed. Gostoptekhizdat, Moscou, p. 252, 1960.
- 2 LISOVSKY, A. F. **Migração da fusão dos metais em corpos sinterizados compostos**. Ed. Naukova Dumka, Kiev, p. 253, 1984.
- 3 ERCHEV, G. C.; BYTCHKOV, Yu. B. **Os fundamentos físico-químicos da implantação racional de aços e ligas**. Ed. Metalurgia, Kiev, p. 360, 1982.
- 4 ANDREEV, O. N.; BOTCHETCHKO, A. A. A influência da porosidade do micropó comprimido de diamante sobre a sinterização dos policristais pelo método da impregnação. In: A influência das altas pressões sobre a estrutura e propriedades de materiais superduros. Ed. ISMAN, Kiev, Ucrânia, p. 45-52, 1985.
- 5 BOBROVNITCHII, G. S.; OSIPOV, O. S.; FILGUEIRA, M. **Some peculiarities of diamond micropowder sintering**. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. v. 21, nº 5-6, p. 251-258, 2003.
- 6 VERESTSHAGIN, L. F.; KHVOSTANTSEV, L. G. US Patent nº 3854854. **High pressure producing apparatus**. 1974.
- 7 BOBROVNITCHII, G. S.; VIANNA, W. S. Metodologia para a medição da temperatura no dispositivo de alta pressão com grande volume usado na síntese de diamantes. In: 60º Congresso da ABM, Belo Horizonte. **Anais**. v. 1, p. 3078-3087, 2005.
- 8 GERASIMENKO, V. K.; ANDREEV, O. N.; BESPAL'KO, O. P. **Estudo dos policristais sinterizados por métodos de porometria de mercúrio**. Journal of Superhard Materials, nº 2, p. 12-14, 1986.
- 9 SHULZENKO, A. A.; GARGIN, V. V.; SHISHKIN, V. A.; BOTCHECHKA. **The polycrystalline materials based on diamond**. Ed. Naukova Dumka, p. 192, 1989.
- 10 SHVIDKOVSKY, E. G. Propriedades viscosas dos metais fundidos. In: Hidrodinâmica dos metais fundidos. Ed. AN USSR, Moscou, p. 45-55, 1958.