

CARACTERIZAÇÃO DE DIAMANTES PRODUZIDOS NO SISTEMA NI-MN-ZN-C VIA APLICAÇÃO DE ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS ¹

Ana Lúcia D. Skury²
Humberto César Chagas Vilela³
Guerold S. Bobrovitchii⁴

Resumo

Atualmente a produção industrial de diamantes é feita via aplicação de altas pressões e altas temperaturas em presença de metais solventes catalisadores. Os cristais obtidos são caracterizados pela presença de vários tipos de defeitos estruturais e morfológicos. Do ponto de vista da aplicação a identificação dos defeitos dos diamantes sintéticos é de grande relevância, uma vez que estes afetam diretamente as propriedades dos cristais. No presente trabalho são apresentados resultados que mostram que cristais sintetizados no sistema Ni-Mn-Zn-C apresentam como características principais a morfologia do tipo resinóide e elevada friabilidade.

Palavras chave: Diamante; Alta pressão; Caracterização.

CHARACTERIZATION OF DIAMONDS PRODUCED IN THE NI-MN-Zn-C SYSTEM UNDER HIGH PRESSURES AND HIGH TEMPERATURES

Abstract

Now the industrial production of diamonds is made through application of high pressures and high temperatures in presence of catalytic solvent metals. The obtained crystals are characterized by the presence of several types of structural and morphologic defects. Of the point of view of the application the identification of the defects of the synthetic diamonds is of great relevance, once these affect the properties of the crystals directly. In the present work they are presented results that show that crystals synthesized in the system Ni-Mn-C present as main characteristics the morphology of the type resinóide and high friability.

Key words: Diamond synthesis; Synthetic diamond; Properties.

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

² Física. DSc. Professora LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000. Horto. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28025-630. E-mail: lucia@uenf.br

³ Aluno de Graduação em Eng. de Materiais., LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000. Horto. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28025-630. E-mail: hcv_@yahoo.com.br

⁴ Eng. Mecânico. PhD. Professor Titular LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000. Horto. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28025-630. E-mail: guerold@uenf.br

1 – Introdução

Atualmente a produção industrial de diamantes é feita via aplicação de altas pressões e altas temperaturas em presença de metais solventes catalisadores. Os cristais obtidos são caracterizados pela presença de vários tipos de defeitos estruturais e morfológicos. Do ponto de vista da aplicação a identificação dos defeitos dos diamantes sintéticos é de grande relevância, uma vez que estes afetam diretamente as propriedades dos cristais [1-5].

No caso da produção de pó de diamante, além da morfologia, uma das propriedades mais relevantes para sua aplicação em operações de retífica fina é a friabilidade. Diamantes friáveis são aqueles que apresentam elevada fragilidade e, por isso, sob esforço tornam-se quebradiços. Esta propriedade faz com que os cristais estejam sempre com as pontas de corte afiadas [6].

No presente trabalho os cristais de diamante foram sintetizados em condições de altas pressões e altas temperaturas no sistema Ni-Mn-Zn-C. Em função dos resultados obtidos, algumas especulações em relação ao processo de formação e crescimento dos cristais são apresentadas.

2 – Metodologia

Os cristais de diamante foram sintetizados pelo método das altas pressões e altas temperaturas. Como matéria-prima foram utilizados pó de grafite, marca Unimetal, liga Ni₄₀Mn₆₀ (% em massa) sob a forma de cavacos e pó de zinco (99.9% pureza). A mistura foi preparada na seguinte composição: 48% de grafite, 48% de liga NiMn e 2% de zinco (% em massa). Os pós foram misturados em misturador do tipo Y e, em seguida, compactados no interior da cápsula deformável. Finalizando a montagem da célula de reação foram colocados os discos de calcita e aquecedores de grafite. O esquema de montagem está apresentado na figura 1.

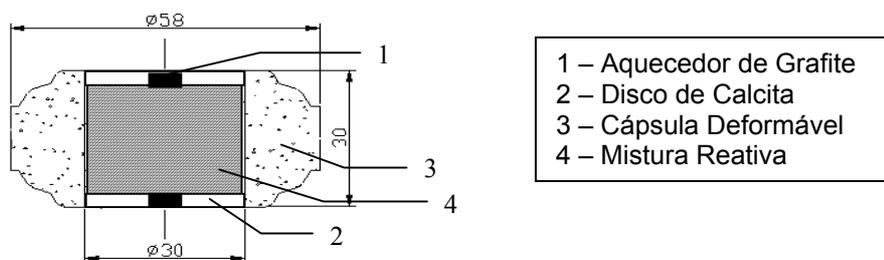


Figura 1 – Esquema de montagem da célula de reação.

Após a montagem, a célula de reação é instalada no interior do dispositivo de alta pressão. Os parâmetros de síntese foram 4,7GPa e 1300°C.

A calibração da pressão foi realizada em temperatura ambiente, utilizando sensores de bismuto (transição I-II em 2.55 GPa) e de PbSe (em 4,3GPa). Desta forma é possível correlacionar a pressão no cilindro principal da prensa com a pressão no interior da câmara de alta pressão. Como a pressão no interior da câmara pode variar devido à diversos fatores, o valor real da pressão pode diferir do valor observado em cerca de 5%.

A temperatura foi calibrada utilizando-se um termopar de cromel-alumel diametralmente inserido no centro da célula de reação. Faz-se então uma correlação entre o valor da corrente elétrica e o valor temperatura medido pelo termopar. O

efeito da pressão sobre a f.e.m do termopar não foi levado em consideração para a construção das curvas de calibração.

Cada ciclo de síntese teve a duração de 10 minutos. Após o processo de síntese um aglomerado composto por diamantes, grafite não transformado e outros compostos foi formado no interior da célula de reação. Os cristais de diamante foram extraídos do aglomerado através de processo de purificação em meio ácido.

Após a purificação os cristais obtidos foram separados por granulometria e posteriormente analisados em microscopia ótica e eletrônica.

Para a determinação da friabilidade dos cristais foi utilizado o equipamento FRIETESTER 1, fornecido pela empresa Composite Complex sediada em Kiev. Para a realização dos ensaios são pesados 2 quilates de diamantes os quais são colocados no recipiente apropriado que, por sua vez, é instalado no frietester. Após a realização de cada ensaio deve ser determinado o índice “C” (crush index). De acordo com dados reportados na literatura [6], o índice “C” é definido como a razão entre o número de partículas existentes antes do teste e o número de partículas em uma determinada granulometria após o ensaio. No presente trabalho, por questões de ordem prática, o índice “C” foi determinado de forma comparativa. Ou seja, “C” foi determinado como a razão entre a massa inicial dos cristais em uma dada granulometria, a qual será tomada como padrão, e a massa dos cristais quebrados após o ensaio.

3 – Resultados e Discussão

Conforme pode ser observado nas figuras 2 e 3, os cristais obtidos apresentaram morfologia variada. Observa-se que os cristais possuem habito do tipo cubo-octaédrica. São notados também cristais fragmentados, conhecidos como resinóides [6], figura 3c.

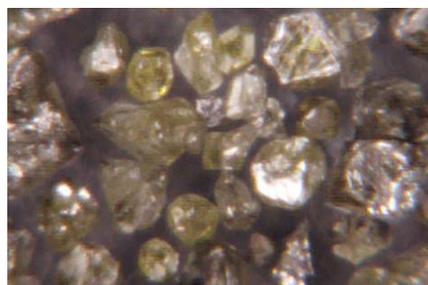


Figura 2 – Aspecto geral dos diamantes em microscopia ótica.

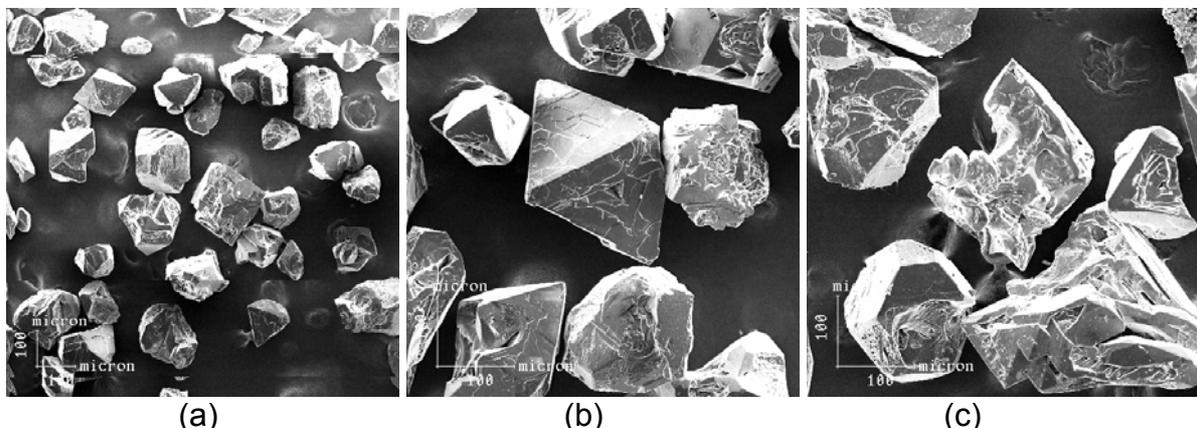


Figura 3 – Micrografias dos cristais de diamante. (a) aspecto geral; (b) destaque para cristal cubo-octaédrico; (c) fragmentos de cristais.

Não foram encontrados cristais isentos de defeitos. Além disso, como pode ser visto na figura 4, a superfície dos cristais é irregular. As rugosidades na superfície indicam que a velocidade de crescimento dos cristais foi significativa. A diferença entre as morfologias dos cristais pode ser explicada em função da força motriz do crescimento: elevada força motriz resulta em cristais com superfícies e morfologia irregular e baixa força motriz produz cristais bem formados.

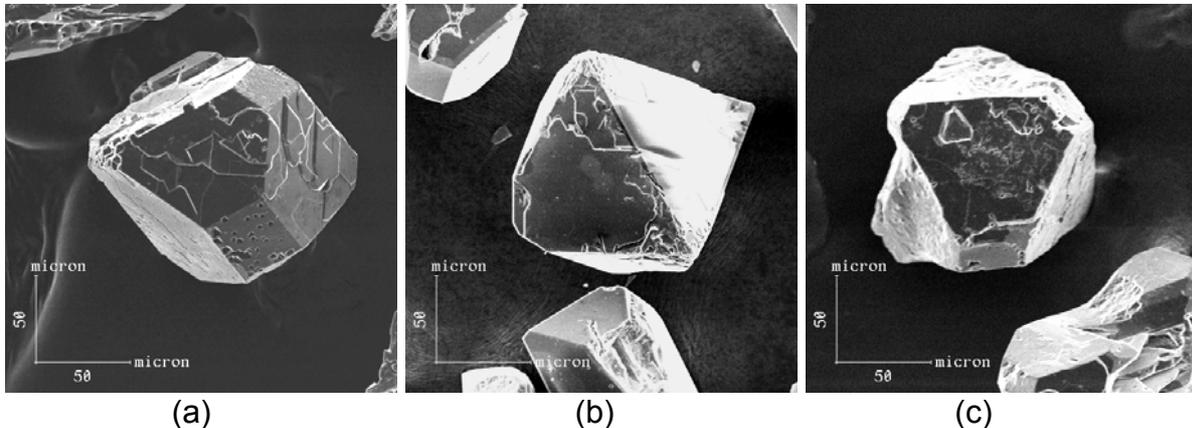


Figura 4 – Micrografia dos cristais. (a) e (b) cristais com morfologia definida; (c) cristal do tipo resinóide.

Na figura 5 está apresentado o gráfico com a distribuição granulométrica característica observada para os cristais sintetizados no sistema Ni-Mn-Zn-C. A análise deste gráfico mostra que a maioria dos cristais obtidos encontram-se na faixa entre 250 e 53 μm . Este comportamento pode ser explicado em função da elevada taxa de nucleação dos cristais. Aparentemente a presença do zinco na zona de reação, ou seja, no ambiente de crescimento dos cristais, está promovendo um aumento do aparecimento dos centros de nucleação. De acordo com os dados reportados na literatura, quanto maior é a quantidade de centros de nucleação maior é a probabilidade de formação de cristais de baixa granulometria.

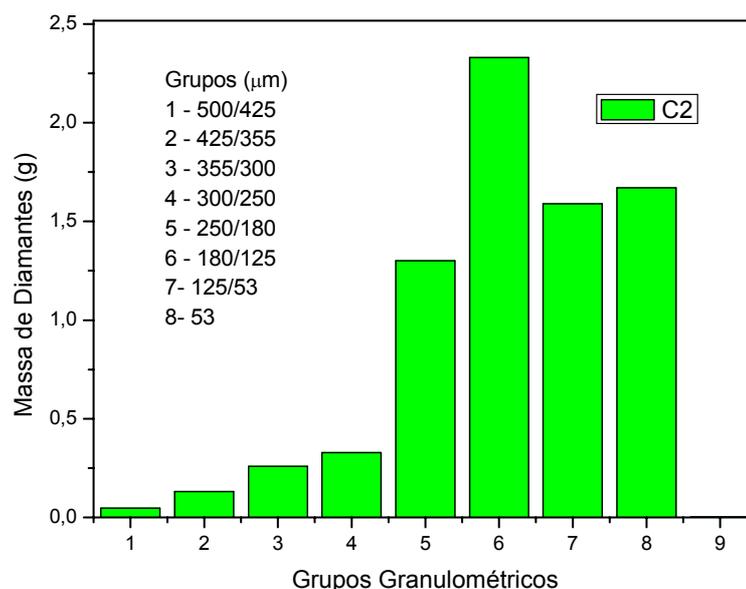


Figura 5 – Distribuição característica da granulometria dos cristais.

Para a determinação da friabilidade foi escolhida a granulometria referente aos grupos 4 e 6, ou seja, entre 300/250 e 180/125 μm . Conforme descrito metodologia, todos os experimentos foram realizados nas mesmas condições de operação do equipamento. Cada teste teve a duração de 30 segundos. Após cada teste os cristais foram recolhidos e novamente submetidos à separação granulométrica. Os resultados obtidos para a distribuição granulométrica dos cristais estão apresentados nas tabelas 1 e 2.

Tabela 1 - Resultados para a distribuição granulométrica após o teste de friabilidade para a granulometria 300/250 μm

Granulometria (μm)	Massa dos Cristais (g)
250	0,109
250/212	0,088
212/180	0,025
180/150	0,058
150/125	0,010
125/106	0,049
106/90	0,023
90/63	0,015
63/53	0,008
53/38	0,015
38/fundo	0,003

Tabela 2 – Resultados para a distribuição granulométrica após o teste de friabilidade para a granulometria 180/125 μm

Granulometria (μm)	Massa dos Cristais (g)
125	0,195
125/106	0,138
106/90	0,021
90/63	0,024
63/53	0,005
53/38	0,015
38/fundo	0,005

Nas figuras 6 e 7 estão apresentados, respectivamente, os gráficos referentes à distribuição da granulometria 300/250 μm e 180/125 obtida após os ensaios de friabilidade. A comparação entre estes dois gráficos mostra que os diamantes de maior granulometria exibem maior friabilidade. Este fato já era esperado uma vez que a resistência mecânica é função do tamanho dos cristais, ou seja, cristais menores tendem a ser mais resistentes. Este comportamento pode ser melhor visualizado em termos do índice de quebra (C), cujo cálculo está descrito na metodologia. Na tabela 3 estão apresentados os resultados obtidos para o índice de quebra para as duas granulometrias testadas.

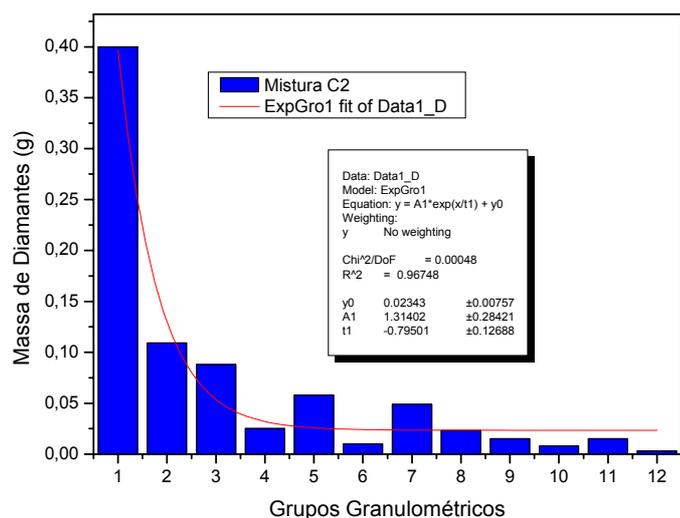


Figura 6 - Distribuição granulométrica após teste de friabilidade para faixa 300/250µm.

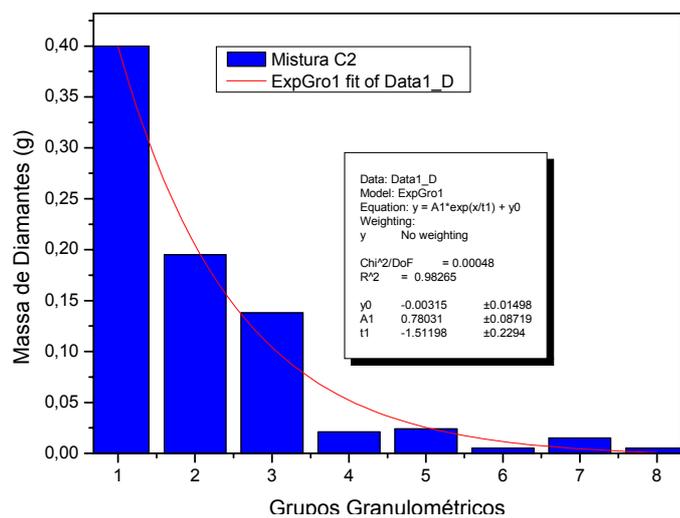


Figura 7 - Distribuição granulométrica após teste de friabilidade para faixa 180/125µm.

Tabela 3 – Resultados para o índice de quebra

	Granulometria	
Índice	180/125	300/250
C	0,493	0,165

De forma geral os diamantes sintetizados no sistema Ni-Mn-C apresentam, respectivamente, os valores de C médios de 0,693 para granulometria 180/125 e 0,385 para 300/250. Comparando-se estes valores com aqueles listados na tabela 3 pode-se então afirmar que a presença do zinco na zona de reação promove um significativo aumento da friabilidade dos cristais.

4 – Conclusão

De acordo com os dados apresentados e discutidos no presente trabalho pode-se concluir que os diamantes sintetizados no sistema Ni-Mn-Zn-C apresentam morfologia variada. A maioria dos cristais apresentou forma irregular, do tipo resinóide. A principal característica dos cristais obtidos foi a presença de superfície rugosa. Os cristais foram caracterizados como cristais de elevada friabilidade, quando comparados com os cristais sintetizados no sistema Ni-Mn-C. De acordo com a caracterização realizada pode-se afirmar que estes cristais são apropriados para aplicação em operações de retífica fina e polimento.

5 – Referências

- [1] Skury, A.L.D., Bobrovnitchii, G.S., Monteiro, S.N., Mendonça, F.A.C.N, (2003) "Influence of the reactive mixture density on the diamond yield from a synthetic process". International Journal of Refractory Metals. 21, pp 155-158
- [2] BUNDY, F. P., HALL H. T., STRONG H. M. AND WENTORF R. H. (1955). Man made diamonds. Nature, n. 176, p. 51-55.
- [3] DWERS, C. (2000). Industrial diamond: application, economics and a view to the future. Industrial Diamond Review, n. 3, p. 176-182.
- [4] Fedosayev, D.V., Deryagin, B.V., Varasavskaya, I.G. (1984). The Crystallization of Diamond. Nauka, Moscow, Chapter 3, p. 45.
- [5] A.L.D. Skury, G.S. Bobrovnitchii and S.N. Monteiro (2006). A parametric relationship for synthesized diamond powder. Diamond and Related Materials, Volume 15, Número1, p. 61-66.
- [6] Moore, M. (1985). Diamond Morphology. Industrial Diamond Review, Vol.45, p. 67.