

## ESTUDO DA FRIABILIDADE DOS DIAMANTES OBTIDOS NO SISTEMA Ni-Mn-C COM ADIÇÃO DE FERRO VIA APLICAÇÃO DE ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS\*

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

### Resumo

Os diamantes obtidos no sistema Ni-Mn-C com adição de teores de ferro de 0% a 5% foram submetidos ao teste de friabilidade para avaliação da resistência mecânica ao impacto. A resistência dos cristais pode ser influenciada por vários fatores como o dispositivo de alta pressão, sistema catalisador/solvente, tempo de síntese, tipo de grafite. No presente estudo os diamantes foram obtidos sob pressão de 4,5GPa e temperatura 1250°C de, com período de processo de 10 minutos, utilizando o dispositivo do tipo bigorna concavidade central. Os teste de friabilidade foram realizados no friatester, onde é determinado o índice de quebra em função do teor de ferro adicionado foi avaliada o índice de quebra e os fragmentos ou cristais que resistiram ou não ao impacto. Foi constatada uma significativa influência do teor de ferro sobre a friabilidade dos cristais

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

### FRIABILITY STUDY OF DIAMONDS SYNTHESIZED USING Ni-Mn-C SYSTEM WITH IRON ADDITIONS

#### Abstract

The diamonds obtained in the synthesis process in Ni-Mn-C system with added iron content of 0% to 5% were subjected to testing friability for evaluation of resistance to mechanical impact. The resistance of the crystals can be influenced by several factors such as the high pressure device used for the treatment of reactive cell for the crystals, the catalyst / solvent system, synthesis time, type of graphite, among others. This study was synthetic diamond crystals under the 4,5GPa synthesis parameters of pressure and temperature of 1250°C, with a 10 minute processing period, the device used was the anvil central concavity. The influence of iron as an additive was evaluated from the resistance of the crystal subjected to the impact and evaluation after friability testing, the breakage rate and crystals or fragments or not withstood the impact was evaluated..

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

- <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

Muitos são os fatores que afetam o processo de síntese de diamantes. Entre eles pode-se citar o tipo de grafite, tipo de dispositivo de alta pressão, parâmetros do processo (tempo, temperatura e pressão e, principalmente o catalisador/solvente. De acordo com os dados reportados na literatura o catalisador/solvente influi de forma significativa, uma vez que em função dele é que são escolhidos os parâmetros de pressão e temperatura os quais, por sua vez, irão influenciar sobre a produtividade e características dos diamantes produzidos, tais como morfologia, granulometria e propriedades (mecânicas, óticas e eletromagnéticas) [1-5].

Dados mais recentes [6-7] têm demonstrado uma nova tendência nas pesquisas relacionadas com o processo de síntese de diamantes. Atualmente, busca-se o aperfeiçoamento do processo de forma a aumentar o rendimento por ciclo de síntese e, ao mesmo tempo, elevar as propriedades dos cristais obtidos. Nesse sentido existem duas novas vertentes. Uma está relacionada com a busca por novos tipos de catalisadores e a segunda refere-se à adição de metais ou compostos (daqui em diante chamados de aditivos) que normalmente não eram usados como catalisadores, mas que, adicionados à liga de base na mistura reativa, influenciam de forma marcante no processo de nucleação e crescimento dos cristais de diamante.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

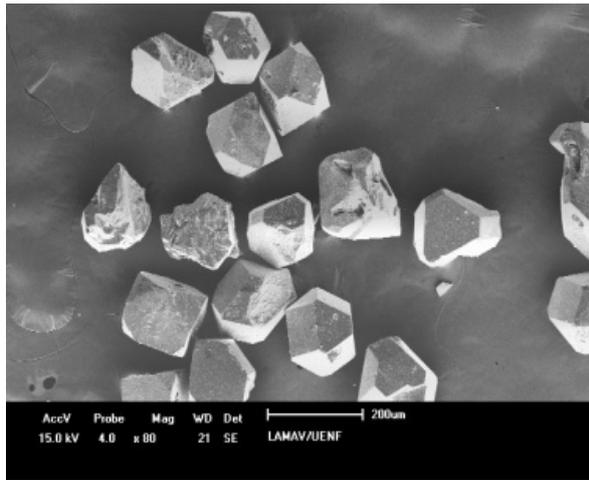
Foram utilizadas para a determinação da friabilidade dos cristais obtidos no presente trabalho as granulometrias de 300/250  $\mu\text{m}$  e 250/212  $\mu\text{m}$ . A morfologia dos cristais após o teste de friabilidade foram avaliadas a partir das imagens do microscopia eletrônica de varredura, para um comparativo do material retido e fragmentos dos cristais que passaram pela malha, após peneiramento.

O catalisador/solvente utilizado foi do sistema utilizado foi o Ni-Mn-C com adição de 0% a 5% de ferro à célula reativa tratada sob as 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.

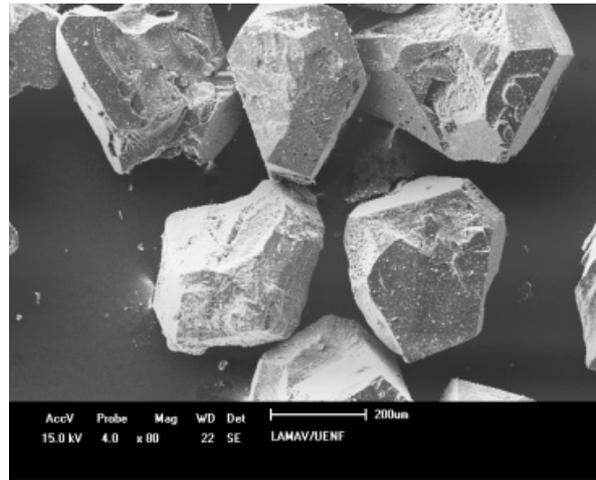
## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os cristais de diamantes obtidos no processo de síntese foram submetidos ao teste de friabilidade para avaliação da resistência mecânica ao impacto, a figura 1 permite avaliar a morfologia dos cristais obtidos a partir da variação dos teores de ferro adicionada a célula reativa e na figura 2 os mesmos cristais após os testes de friabilidade [3-4].

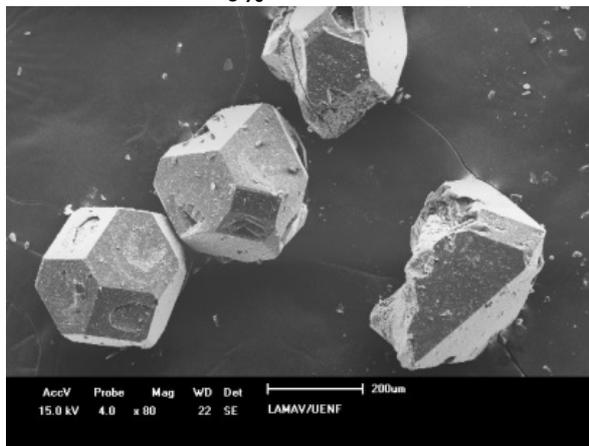
Para a determinação da friabilidade dos cristais obtidos foram escolhidas as granulometrias de maior produtividade, 300/250 $\mu\text{m}$  e 250/212  $\mu\text{m}$ . A figuras 2, mostra a morfologia dos cristais após o teste de friabilidade feito para os cristais sob o efeito dos variados teores de ferro (0% a 5%), as imagens do MEV permitem comparar o material retido na malha após o peneiramento e os fragmentos dos cristais que passaram pela malha.



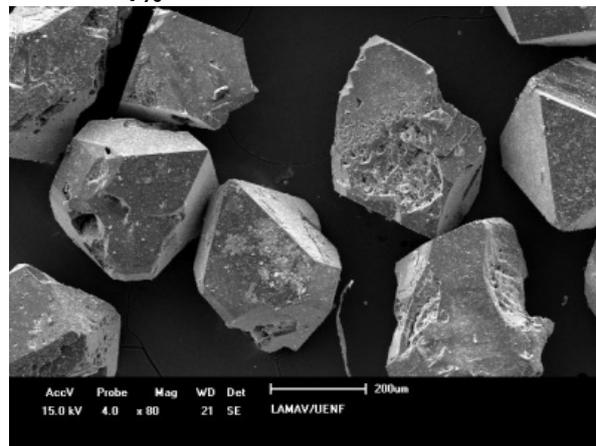
0%



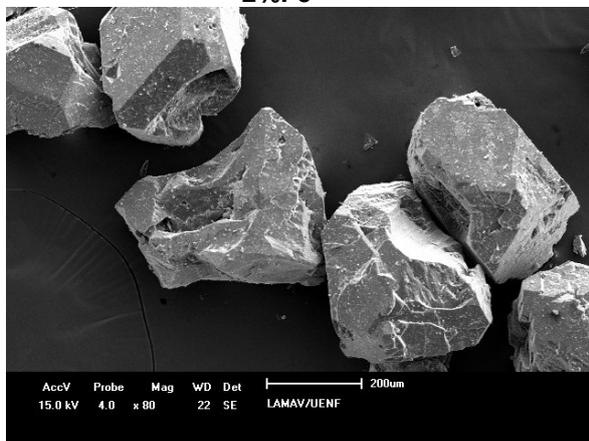
1%



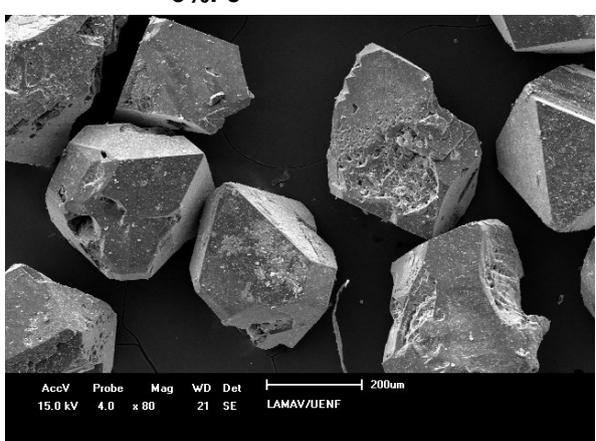
2%Fe



3%Fe

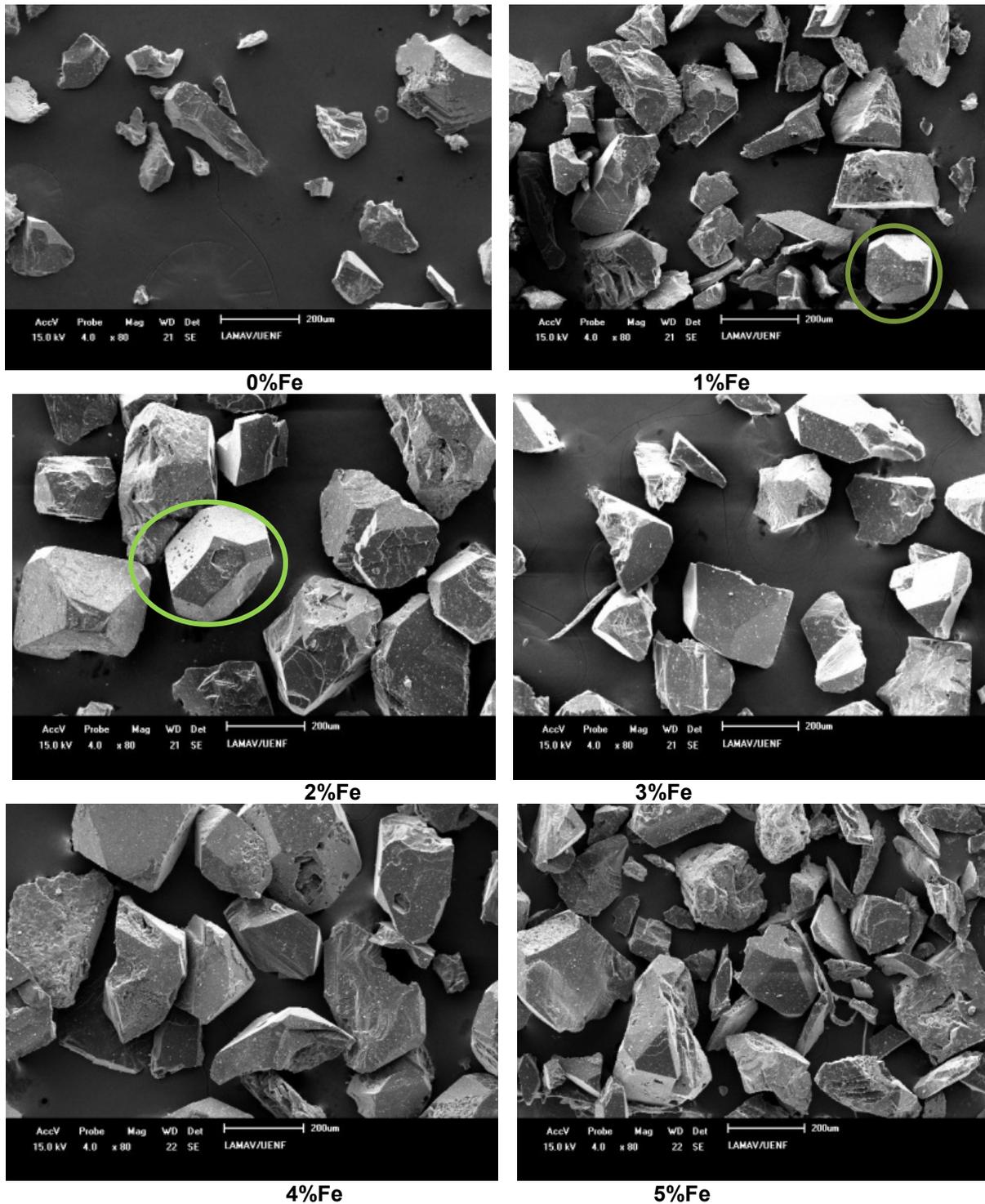


4%Fe



5%Fe

**Figura 1**– Micrografia dos cristais de diamante após o teste de friabilidade retido na peneira de 250/212µm.



**Figura 2** – Micrografia dos cristais de diamante após o teste de friabilidade granulometria 300/250µm.

A Tabela 1 apresenta o resultado para a determinação da resistência dos cristais de diamante ao impacto, associado a porcentagem de quebra e o cálculo do IF (índice de friabilidade) em conformidade com o teor de ferro adicionado

**Tabela 1** – Resultado dos testes de Friabilidade.

% Fe	250/212	212/150	(%)Quebra	IF	300/250	250/212	(%)Quebra	IF
0	0,202	0,147	49,6	0,0047	0,202	0,198	49,5	0,0047
1	0,185	0,209	54,2	0,0046	0,024	0376	94,0	0,0053
2	0,231	0,187	42,2	0,0048	0,148	0,252	63,0	0,0049
3	0,251	0,129	37,3	0,049	0,007	0,393	98,2	0,0054
4	0,145	0,257	63,7	0,0045	0,182	0,218	54,5	0,0047
5	0,250	0,117	37,4	0,0049	0,130	0,270	67,5	0,0054

Observa-se na Tabela 1, que o percentual de quebra do grupo granulométrico 300/250 $\mu$ m foi superior ao percentual do grupo 250/212 $\mu$ m, o que sugere que os mesmos são mais frágeis.

#### 4 CONCLUSÃO

A maior concentração de cristais de diamantes, independente do teor de Fe, foi observada para a granulometria de 212/150 $\mu$ m. Todas as amostras apresentaram comportamento semelhante, para os teores de 2 a 4% observou-se uma tendência para o deslocamento do pico em direção às granulometrias menores. A explicação provável é atribuir ao ferro um provável efeito catalítico sobre o processo de nucleação.

Para os cristais (250/212  $\mu$ m) o índice de friabilidade em relação aos aos cristais maiores (300/250  $\mu$ m) se mostraram mais resistentes, podendo atribuir ao fato da menor incidência de defeitos. Este comportamento não ocorreu para amostras com 1% de ferro, pois os mesmos apresentaram maior quantidade de inclusões.

#### Agradecimentos

UENF, CAPES e FAPERJ.

#### REFERÊNCIAS

- 1 Wei, H., XiaoPeng, J., HongSheng, ., *at al.* (2009). Effects of Ti additive on HPHT diamond synthesis in Fe-Ni-C system, n. 54 p.2978-2981.
- 2 Bobrovnichii, G. S. 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 Shipilo, V. B., Dutov, A. G., Komar, V. A., Azarko, I. I. (2005) Diamond Crystallization in the Mn-Ni-C System. *Inorganic Materials*, v. 41, n. 3, p. 235-238.
- 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. The role of the „graphitization degree” on the high pressure-high temperature diamond synthesis. *Diamond and Related Materials*, n. 12, p. 1999- 2002.
- 6 Liu, W. Q., Ma, H. A., Han, Q. G., Hu, M. H, Li, R., Zeng, M. H., Jia, X. P. (2009). The character of FeMn-1 powder catalyst and its influence on the synthesis of diamond. *Journal of Crystal Growth*, p. 3310-3313.
- 7 Liu, X. B., Ma, H. A., Zhang, M., Guo, W., Hu, M. H., Huang, G. F., LI, Y., Jia, X. P. (2011) Effects of zinco additve on the HPHT synthesis of dimond in Fe-Ni-C and Fe-C systems. *Dimond and Related Materials*.