

# OBTENÇÃO DE DIAMANTES NO SISTEMA Ni-Mn-C <sup>1</sup>

Valeska Sechkin Maciel <sup>2</sup>  
Ana Lúcia Diegues Skury <sup>3</sup>  
Guerold S. Bobrovnitchii <sup>4</sup>

## Resumo

O presente trabalho teve como finalidade avaliar a influência do tempo de síntese sobre o rendimento e a friabilidade dos cristais de diamante obtidos em condições de altas pressões e altas temperaturas no sistema Ni-Mn-C. Os resultados indicam que o rendimento do processo até seis minutos é significativamente afetado pelo tempo de síntese. A partir de sete minutos o rendimento não sofre alterações significativas. Por outro lado, os cristais obtidos em menores tempos de síntese exibiram menor friabilidade. Isto pode provavelmente estar associado ao fato de que em menores tempos os cristais exibem menor quantidade de defeitos.

**Palavras-chave:** Diamante sintético; Alta pressão; Friabilidade

## DIAMOND SYNTHESIS IN Ni-Mn-C SYSTEM

### Abstract

This study aims to evaluate the influence of the time in diamond yield process and friability of the diamond crystals obtained under conditions of high pressure and high temperature in the Ni-Mn-C system. The results indicate that the yield process up to six minutes is significantly affected by the synthesis time. From seven minutes the diamond yield does not suffer significant changes. Moreover, the crystals obtained in minors synthesis times exhibited lower friability. This probably can be linked to the fact that in times smaller the crystals exhibit fewer defects.

**Keywords:** Synthetic diamond; High pressure; Friability

<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> Mestranda, LAMAV - Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense, CCT/UENF, Av. Alberto Lamego, 2000, 28015-620, Campos dos Goytacazes, RJ – Brasil,

<sup>3</sup> D.Sc. Professora, LAMAV - lucia@uenf.br

<sup>4</sup> PhD, Professor Emérito, Laboratório de Materiais Avançados – LAMAV, guerold@uenf.br

## 1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de processos tecnológicos direcionados para a obtenção de diamantes em pó com propriedades específicas, tais como friabilidade, é uma das vertentes existentes na ciência dos materiais superduros. O diamante em pó pode ser aplicado em diversos tipos de operações, desde o polimento fino até como matéria-prima para a fabricação de policristais.

A friabilidade e a reduzida taxa de desgaste dos grão que compõem o pó de diamante são características que o tornam um componente indispensável nas operações abrasivas.

Atualmente o pó de diamante é obtido em condições de altas pressões e altas temperaturas. Estas condições podem ser atingidas tanto na forma estática quanto dinâmica, atualmente a produção industrial é realizada em condições de altas pressões estáticas, no qual uma mistura de grafite e uma liga metálica (solvente/catalisador) são então termobaricamente tratados na região de estabilidade termodinâmica do diamante.<sup>(1-5)</sup>

Embora as tecnologias aplicadas para a produção de pó de diamante estejam bem desenvolvidas, muitos aspectos relacionados com o processo de nucleação e crescimento dos cristais permanecem ainda não muito claros. Por exemplo, analisando os dados reportados na literatura sobre a cristalização dos diamantes no sistema Ni-Mn-C, pode-se notar que não existem informações que relacionem a variação de temperatura e tempo de síntese sobre a friabilidade dos cristais obtidos. Nesse sentido, no presente estudo são apresentados relativos à influência do tempo de síntese sobre a produtividade, distribuição granulométrica e friabilidade dos cristais de diamante obtidos no sistema Ni-Mn-C via aplicação de altas pressões e altas temperaturas.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a execução do processo de síntese foi utilizada a prensa de força 2500 toneladas, com dispositivo de alta pressão do tipo bigorna com concavidade com diâmetro de 55mm. A cápsula deformável foi produzida a partir da compactação em matrizes adequadas, sob pressão de 500MPa, do pó de calcita e ligantes. O esquema da cápsula já montada com a mistura homogênea está apresentado na Figura 1.

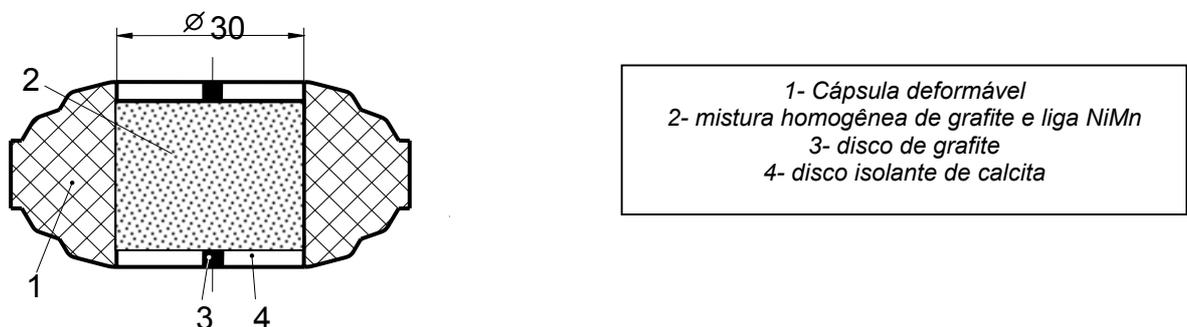


Figura 1- Esquema da cápsula deformável

Os parâmetros de pressão e temperatura utilizados para a execução deste estudo foram selecionados a partir de estudos anteriores.<sup>(6)</sup> A partir destes estudos foi notado que o maior rendimento para o processo de síntese foi obtido com os parâmetros de 4,5GPa e 1.300°C, sendo estas condições mantidas por cerca de

10 minutos. Portanto, para a avaliação da influência do tempo sobre o processo de síntese dos diamantes, foram executados ciclos de síntese com o tempo variando de 2 min a 10 min. Após o processo de síntese foi realizada a limpeza química dos diamantes, os quais posteriormente foram caracterizados em função da morfologia, granulometria e friabilidade.

A análise da morfologia foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um equipamento da marca JEOL modelo JMS6460 LV operando a 15 kV.

Para a determinação da friabilidade dos cristais utilizou-se o equipamento FRIETESTER 1, fornecido pela empresa Composite Complex sediada em Kiev. Para a realização dos ensaios para a determinação da friabilidade são pesados dois quilates (0,4 g) de diamantes e colocados no recipiente apropriado, figura 6 (d), 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, 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 estudo por questões de ordem prática, o índice “C” será determinado de forma comparativa. Desta forma, “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.<sup>(4)</sup> Todos os testes foram realizados sob as mesmas condições, ou seja, 2400 rotações por minuto e 100 ciclos. Após o final do teste, as partículas são novamente separadas por granulometria.

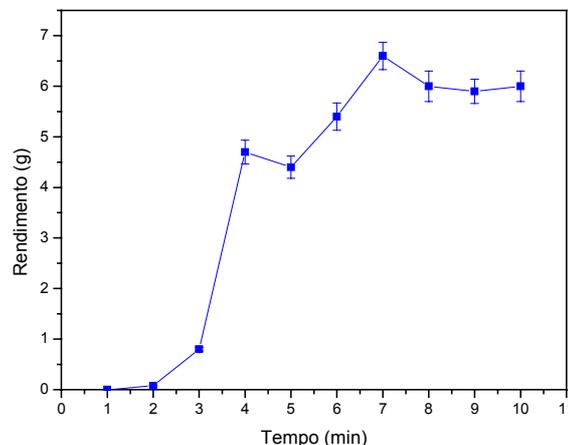
Foi também determinado o grau de transformação do grafite ( $\alpha$ ) em diamante e a velocidade da transformação ( $v$ ) equação (1).<sup>(3,4)</sup>

$$\alpha = 0,641 \cdot \frac{m_D}{m_G} \qquad v = \frac{\Delta\alpha}{\Delta t}$$

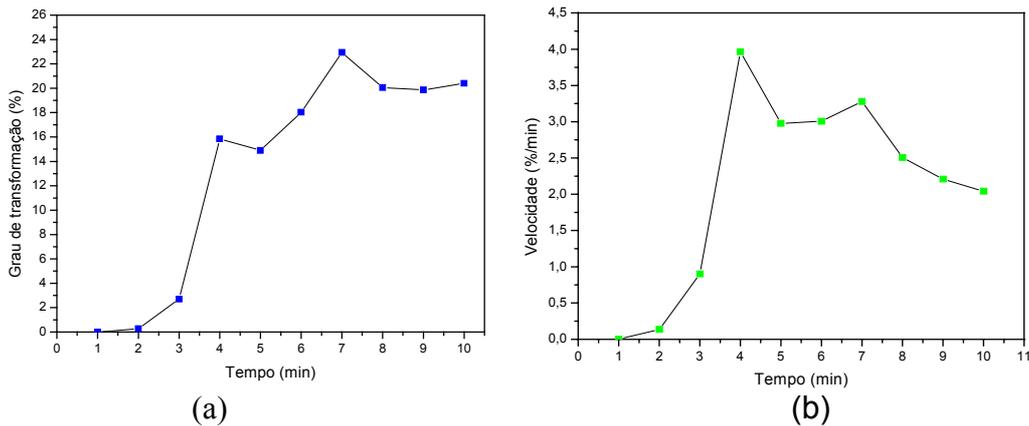
onde:  $m_D$  é a massa de cristais obtidos e  $m_G$  é a massa de grafite contida na mistura utilizada para a síntese.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O comportamento do rendimento do processo em função do tempo de síntese está apresentado na Figura 2. Na Figura 3 é mostrado o comportamento do grau de transformação do grafite em diamante e da velocidade de transformação.



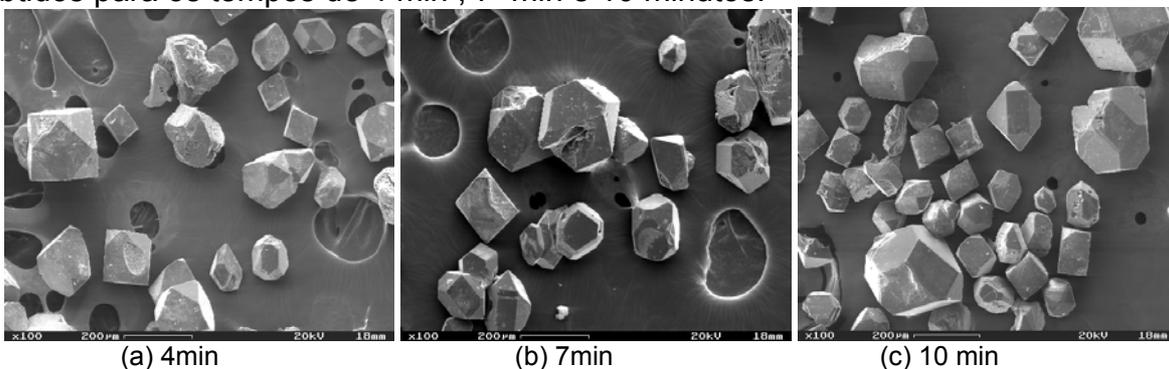
**Figura 2** – Variação do rendimento em função do tempo de síntese.



**Figura 3** – (a) Variação do grau de transformação em função do tempo; (b) variação da velocidade de transformação em função do tempo.

Conforme pode ser observado na figura 3, podem ser distinguidos três diferentes estágios de crescimento: primeiro de 1 min a 4 min, segundo de 4 min a 7 min e o terceiro de 7 min a 10 min. O primeiro está caracterizado por alta velocidade de crescimento. No segundo e terceiro estágios observa-se queda na velocidade de crescimento e, de forma distinta do primeiro estágio, um aumento do grau de transformação. Provavelmente este fato pode estar associado às condições de supersaturação da fusão metálica as quais, por sua vez, alteram as condições de cristalização dos diamantes.

Na Figura 4 estão apresentadas as morfologias representativas dos cristais obtidos para os tempos de 4 min, 7 min e 10 minutos.



**Figura 4** – Morfologia dos cristais para diferentes tempos de síntese.

A análise da Figura 4 mostra que, em termos de morfologia, não existem diferenças significativas. Entretanto, ao se analisar o estado superficial dos cristais pode-se notar que quanto maior o tempo de síntese menor foi o teor de defeitos superficiais observados.

A distribuição granulométrica dos cristais para cada tempo de síntese é mostrada no gráfico de barras apresentado na Figura 5. Conforme pode ser observado o perfil da distribuição é dependente do tempo. Com relação à quantidade de cristais em cada granulometria deve ser ressaltado que ela é dependente do rendimento do processo. Nota-se na Figura 5 que, quanto maior o tempo, a partir de 4 minutos, maior é a massa de cristais obtidos. Para facilitar a análise foram plotados dois gráficos (Figura 6) correspondentes à distribuição da granulometria dividindo-se em maiores e menores frações.

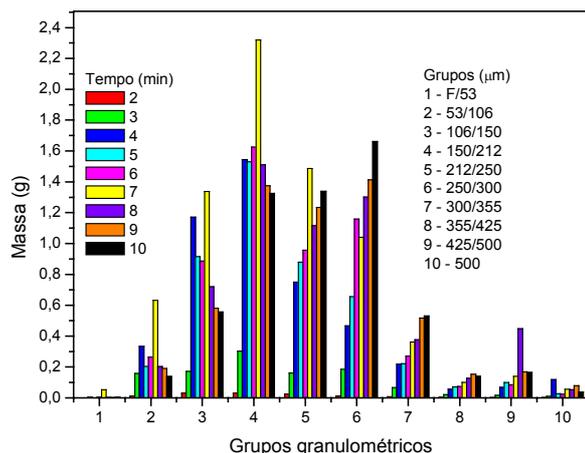


Figura 5 – Distribuição da granulometria.

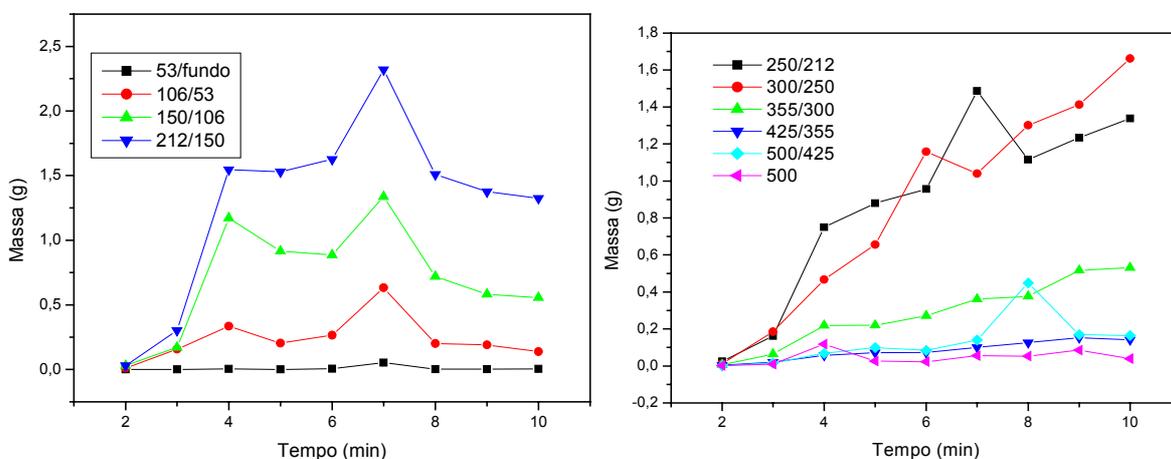


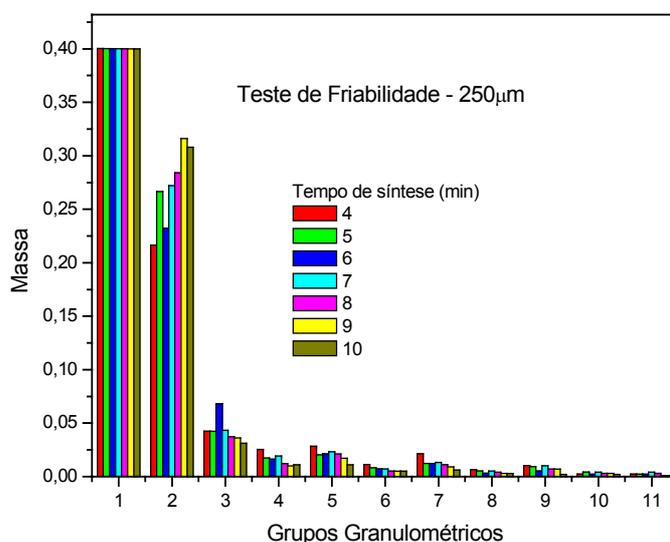
Figura 6 – Distribuição da granulometria por frações menores e maiores.

Uma comparação entre as Figuras 3 e 6(a) mostra que somente a distribuição granulométrica para os cristais menores apresenta o mesmo comportamento exibido pelo grau de transformação do grafite em diamante. Por outro lado, quando se observa a Figura 6(b) é notado que a quantidade de cristais presentes em cada uma das frações tende sempre para o aumento, sendo este mais expressivo para as granulometrias intermediárias (212 – 300  $\mu\text{m}$ ).

Estas observações conduzem à seguinte hipótese: até quatro minutos o processo de nucleação é concluído e os cristais alcançam rapidamente um tamanho característico. A partir de quatro minutos, não há mais nucleação, predomina o processo de crescimento dos cristais. Assim, tendo-se em vista o comportamento apresentado na Figura 6, caso os cristais não tenham atingido o tamanho característico eles se dissolvem e passam a servir de fonte de carbono para outros cristais que estejam em suas proximidades, justificando assim também a queda na velocidade de crescimento. Isto provavelmente poderia explicar a queda no grau de transformação e aumento no rendimento do processo.

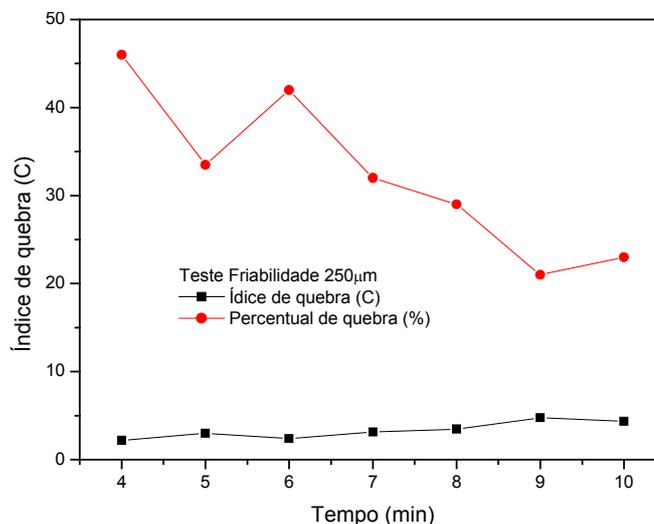
É conhecido que quanto menor a quantidade de defeitos, maior é a resistência mecânica dos cristais.<sup>(1,3,4)</sup> Sabe-se também que os cristais com menor incidência de defeitos são aqueles crescidos com baixas velocidades. A observação da figura 4 nos mostra que os cristais obtidos para 10 minutos de síntese aparentemente exibem menor quantidade de defeitos superficiais do que aqueles

obtidos para 4 minutos. Para a verificação desta suposição foram realizados testes de friabilidade para a granulometria de 250  $\mu\text{m}$ . Os resultados obtidos estão apresentados na Figura 7.



**Figura 7** - Distribuição da granulometria após teste de friabilidade.

De acordo com os resultados apresentados na Figura 7 confirma-se que quanto maior o tempo de síntese menor é a friabilidade dos cristais e, conseqüentemente, maior sua resistência mecânica. Uma melhor visualização destes resultados é apresentada na Figura 8.



**Figura 8** - Índice e percentual de quebra após teste de friabilidade.

Comparando-se todos os resultados apresentados pode-se notar que o maior rendimento foi obtido para o tempo de 7 minutos. Entretanto, os cristais com maior resistência são aqueles obtidos para o tempo de 10 minutos. Portanto, dependendo do destino dado aos cristais pode-se escolher o tempo de síntese mais adequado para a obtenção de diamantes com propriedades mecânicas pré-determinadas: menos resistentes usa-se o menor tempo e mais resistentes tempos maiores. Vale lembrar que quanto menor o tempo de síntese menor é o custo do processo de obtenção dos diamantes.

## 4 CONCLUSÕES

Baseado nos resultados obtidos com a pesquisa descrita no presente trabalho, pode-se concluir que:

- Em função dos resultados obtidos foi observado que a partir de 4 minutos o processo de síntese já apresenta rendimentos acima de 4g.
- Foi observado que a morfologia e tamanho dos cristais é afetada pelo tempo de síntese.
- Notou-se como característica do processo em estudo que a maior concentração dos diamantes constitui-se na granulometria entre 150 e 300  $\mu\text{m}$ .
- Quanto a friabilidade foi observado que, para a granulometria de 250  $\mu\text{m}$ , o tempo apresenta influência significativa. Quanto maior o tempo mais resistentes se tornam os cristais.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERJ e ao CNPq É também motivo de agradecimento a permissão para uso do MEV do PEMM da COPPE/UFRJ.

## REFERÊNCIAS

- 1 FIELD, J.E. **The Properties of Natural and Synthetic Diamond**, Londres: Academic Press, 1992, cap. 12, p. 473-513..
- 2 HOWES, V.R. **Physical Properties of Diamond**, Oxford: Clarendon Press,, 1965, p. 174.
- 3 SKURY, A.L.D.; BOBROVINITCHII, G.S.; MONTEIRO, S.N. A Parametric Relationship for Synthesized Diamond Powder. **Diamond and Related Mater.** v. 15, p. 61-66, 2006.
- 4 SKURY, A.L.D.; BOBROVINITCHII, G.S.; MONTEIRO, S.N. Effect of the Graphite Perfection on the HP-HT Diamond Synthesis in a Ni-Mn-C System. **Diamond and Related Mater.** v. 13, p. 1725-1730, 2004.
- 5 J.E. FIELD, H.M. HAUSER, I.M. HUTCHINGS, A.C. WOODARD, **Industrial Diamond Review** v. 8, p. 255-232, 1974.