

SÍNTESE E SINTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS SUPERDUROS USANDO COMANDO PROGRAMÁVEL E PRENSA ⁽¹⁾

*Guerold S. Bobrovitchii⁽²⁾
William da Silva Vianna⁽³⁾
Leonardo Oliveira Tavares⁽⁴⁾
Daniel Alves Gomes⁽⁵⁾*

Resumo

Os processos de síntese e sinterização de diamantes realizam-se sob parâmetros severos de pressão e temperatura (até 8GPa e 1800 °C) nos chamados dispositivos de alta pressão (DAP) capazes de sustentar estes valores por tempo determinado. Para geração destas pressões utiliza-se prensa hidráulica. O conjunto DAP e prensa é responsável pela estabilidade do processo de síntese e sinterização de materiais superduros. A engenharia sempre tenta otimizar este processo, pois a produtividade e qualidade dos produtos obtidos pela técnica da alta pressão dependem de muitos fatores e parâmetros. Na UENF a partir de 1997 funciona a prensa especial industrial com força de 2500 toneladas, modelo D0044 adquirida da empresa RayzanTyazh PressMash. Essa prensa não dispunha de recursos para facilitar a reprogramação de novas operações necessárias para pesquisas científicas. Também não possuía equipamentos que fornecessem dados para serem utilizados com fins científicos no estudo da síntese e sinterização sob altas pressões e temperaturas. Informações importantes como: influência da aproximação das partes do DAP, vazão e temperatura da água de refrigeração, alterações na corrente, tensão, resistência, potência elétricas de aquecimento durante a manutenção da pressão do processo de síntese, entre outras, não estavam disponíveis para serem analisadas. Foi desenvolvido projeto de modernização com sistema de supervisão controle e aquisição de dados (SCADA) que atendesse as necessidades científicas. O novo comando possibilitou aumentar a produtividade do processo em 1,2 vezes, vida útil do DAP em 10%, melhorar as condições de segurança e principalmente fornecer dados para análise científicas nos estudos da síntese e sinterização sob altas pressões.

Palavras-chaves: Automação; Síntese; HPHT; SCADA.

(1) 60º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia - 25 a 28 de junho de 2005 em Belo Horizonte

(2) 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

(3) MSc. Professor CEFET Campos. Rua Dr. Siqueira 273. Pq. Dom Bosco. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28030-130. E-mail: wvianna@cefetcampos.br

(4) Eng. T&T Automação. Rua Barão Lagoa Dourada 237, sl. 15. Centro. CEP 28035-211. E-mail: ttautomacao@ttautomacao.com.br

(5) Eng. T&T Automação. Rua Barão Lagoa Dourada 237, sl. 15. Centro. CEP 28035-211. E-mail: ttautomacao@ttautomacao.com.br

1 INTRODUÇÃO

Os processos de síntese e sinterização de diamantes realizam-se sob parâmetros severos de pressão e temperatura (até 8Gpa e 1800 °C) nos chamados dispositivos de alta pressão (DAP) capazes de sustentar estes valores por tempo determinado. Estes processos utilizam como fonte de força a prensa hidráulica. Isso significa que os principais parâmetros do processo são: pressão no interior da câmara de compressão (P_2) que está diretamente relacionada com a pressão no cilindro principal da prensa (P_1), temperatura (T) e tempo (t).

Foram publicados muitos trabalhos relacionados com a influência da pressão, temperatura e tempo na nucleação e crescimento dos cristais, qualidade dos compósitos sinterizados e produtividade dos processos. Entretanto em nenhum trabalho foram consideradas as influências dos parâmetros de segunda ordem. Esse fato tem explicação: a comunidade científica não presta atenção nos problemas relacionados com a automação dos processos que usam altas pressões e temperaturas.

No trabalho de Fukunaga, et. al. (1999), foi verificado que o controle e monitoração dos parâmetros do processo de síntese de diamantes são etapas fundamentais para permitir a repetibilidade do processo e, desta forma, obter a qualidade e quantidade adequada às aplicações. Entre esses parâmetros estão a pressão e temperatura que controlam a nucleação e crescimento dos diamantes nas condições de alta pressão e alta temperatura (Strong, et. al., 1971). Ainda em Fukunaga, et. al (1999), foi reportada técnica básica para controle e medição de pressão e temperatura no DAP flat-belt (FB), utilizando-se prensa especial. A pressão de carga da prensa foi controlada usando uma pequena bomba auxiliar. A potência elétrica de aquecimento foi provida enquanto monitorava-se a voltagem e corrente no aquecedor. A potência da unidade tiristorizada foi regulada em função da diferença entre o valor medido na entrada do controlador e a temperatura desejada. Na síntese de diamante industrial realizada com apoio desse sistema, utilizando DAP tipo Belt, controlando a pressão e temperatura com determinada precisão, foi possível obter diamantes com morfologia cubo-octaédrica e granulometria entre 0.1 e 0.7 mm. No referido trabalho não foram apresentados detalhes técnicos da montagem, sinais, tipo de controladores, algoritmos de controle, tipo e montagem dos sensores.

Borimsky (2003) propôs um sistema de monitoração e armazenamento das informações do processo sobre alta pressão e alta temperatura. O sistema é composto por módulos de entradas analógicas configuráveis para diferentes faixas e sinais elétricos como: tensão, corrente, resistência. Desta forma, caracterizou-se um sistema universal para tratamento de sinais e armazenagem de dados. Este sistema pode possibilitar a realização do registro dos parâmetros durante síntese em quaisquer prensas de construção conhecida com posterior análise de dados e sem nenhuma influência sobre o processo. O esquema inclui computador pessoal, software de configuração do sistema de armazenagem e tratamento da informação, dispositivos para medição de sinais analógicos ICP DAS I-7017, conversor para interface serial RS232 ICP DAS I7520, fonte de alimentação 24Vcc e módulo de isolamento galvânica. No referido trabalho não foram apresentados detalhes do software utilizado para aquisição dos dados e pré-requisitos de conhecimento necessário para operá-lo. Também não foi apresentada técnica para medição da altura crítica da gaxeta.

Todos trabalhos na área de automação do processo de obtenção de MSD, baseados na monitoração da maioria dos parâmetros, não apresentam dados sobre a execução do processo de maneira otimizada. Além da pressão, temperatura e tempo existe grande necessidade do controle de outros parâmetros. Por exemplo, de acordo com Bobrovnitchii, et. al. (1999), durante a manutenção da alta pressão e alta temperatura, ou seja, durante a síntese, a distância entre as bigornas (espessura crítica da gaxeta) deve ser controlada para diminuir a despressurização instantânea em forma de ejeção rápida acompanhada por onda de choque mecânica. Logo o parâmetro altura crítica pode possibilitar aumento na vida útil dos DAP e prensa (Shulhjenko, 1977).

Entretanto, no trabalho de Vianna (2001) foi apresentada uma metodologia para desligar a prensa no instante da ejeção rápida em forma de explosão, reduzindo, desta forma, os danos causados por este efeito. Essa metodologia considerou a variação do deslocamento ou pressão hidráulica (P_1) como parâmetro para o desligamento. Outro efeito que pode causar redução de produtividade devido à parada para manutenção é a chamada eletro erosão não controlada. Este fenômeno compreende o aquecimento pontual da bigorna e consequente fusão da mesma, podendo gerar perda do DAP. Este aquecimento pontual é gerado pelo aumento da resistência de contato que pode ser ocasionado pela redução da pressão interna da câmara de compressão. Também em Vianna (2001), encontram-se dados que indicam como identificar automaticamente este fenômeno e interromper o processo de síntese ou sinterização.

No trabalho de Potemkin (1998), foi proposto uma forma de avaliação da pressão durante o processo de síntese dos diamantes. O objetivo foi relacionar a altura da gaxeta com a pressão no interior da câmara de compressão durante a síntese do material superduro, possibilitando assim o uso do parâmetro "altura" para monitorar a pressão interna na cápsula deformada.

Em relação da manutenção da pressão durante a síntese, nos trabalhos de Wakatsuki (1998) e Wang (1994 e 1996), foi proposto que o diagrama de controle de pressão deve ser caracterizado com a combinação de dois estágios. Primeiro estágio com pressão inferior a necessário para transformação da grafite em diamante, promovendo tratamento da grafite. Segundo estágio com pressão superior a linha de equilíbrio.

No trabalho de Pink (1987) foram propostos dois diagramas para síntese geral 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. Logo, para realização otimizada da síntese e sinterização dos materiais superduros, além do sistema de armazenagem de dados do processo é necessário ter comando programável com alta flexibilidade para mudar o perfil do processo considerando todos os possíveis parâmetros. O trabalho proposto é justificado pelo fato que a rentabilidade do processo de síntese e sinterização é diretamente proporcional a produtividade e qualidade do material obtido. Além disso, o desenvolvimento de novas pesquisas direcionadas para produção de novos materiais superduros (MSD) necessita da obtenção de dados que possam ser posteriormente analisados.

2 PROJETO DE MODERNIZAÇÃO DO COMANDO DA PRENSA DE FORÇA 2500 TON, INSTALADA NA UENF

A prensa hidráulica industrial de força 2500 Ton, modelo D0044 fabricada pela empresa RayzanTyazh PressMash, instalada na Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF), não disponibilizava recursos para facilitar a reprogramação de novas operações. Ela foi projetada para produção industrial. Assim sendo, não foram previstos sistemas de registro e monitoração dos dados do processo destinados aos fins científicos. A leitura dos dados durante execução do processo de síntese era imprecisa e escassa. Só existia a possibilidade de realização de síntese semi-automática com único diagrama simples de manutenção da pressão e temperatura. A alteração dos parâmetros no programa era complexa e demorada. A combinação dessas características tornava os trabalhos científicos extremamente difíceis. Informações importantes como: altura crítica da gaxeta, vazão e temperatura da água de refrigeração, corrente, tensão, resistência, potência elétricas de aquecimento durante a manutenção da pressão do processo de síntese ou sinterização não estavam disponíveis para serem analisadas. Logo foi desenvolvido projeto de modernização com sistema de supervisão controle e aquisição de dados (SCADA) que atendesse, entre outras, as necessidades científicas. Esse sistema baseado em controlador lógico programável (CLP) permitiu de forma eficiente e segura a produção de diamantes e sinterização em prensas especiais que utilizam DAP.

O sistema de comando e controle inovador da prensa de 2500 Ton compreendeu automatização e supervisão da operação da unidade. Todos os controles e intertravamentos foram implementados na unidade central de processamento (UCP) de fabricação Phoenix Contact modelo IBS 24 RFC-430 ETH. Essa unidade foi instalada separadamente dos módulos de entrada e saída (I/O) interconectados por rede padrão Interbus-S. Ligados a estes módulos de I/O estão os sensores e transmissores dos sinais dos parâmetros. A altura crítica da gaxeta foi medida utilizando sensor laser L-GAGE da Banner Engineering Corp. Esse instrumento possui as seguintes características básicas: sensibilidade de 8 μm , range de medição de 75 a 125 mm. As temperaturas dos anéis do DAP foram medidas utilizando dois termopar tipo K de isolamento mineral. As temperaturas de saída e entrada do fluido de refrigeração foram medidas com três sensores tipo bulbo de resistência PT100. A medição da vazão de entrada do fluido de refrigeração do DAP foi realizada com transmissor de vazão tipo turbina, range de medição de 0 a 5 m^3/h e precisão de 0,5%. A pressão hidráulica no cilindro principal da prensa foi medida com transmissor de pressão manométrica com range de medição de 0 a 15 MPa e precisão de 0,25%. As medições de corrente e tensão elétricas de aquecimento foram feitas utilizando transformador de corrente e módulo conversor Vca para Vcc. A potência e resistência elétricas aplicadas e da cápsula deformada, respectivamente, foram calculadas e registradas utilizando a lei de ohm.

O sistema de comando e controle inovador foi programado para garantir a segurança dos operadores e equipamentos envolvidos no processo. Logo, algumas rotinas de intertravamento, bloqueios e avisos foram implementados. Também foi projetado controle de acesso de usuários.

A programação do novo sistema de comando e controle foi desenvolvida para atender as necessidades científicas e possibilitar a realização de síntese ou sinterização com a utilização de quatro diagramas de manutenção de P e T (A, B, C, D). Para cada diagrama o operador deve informar os níveis dos parâmetros, tempo

de manutenção e taxas de incremento e decremento dos parâmetros. A figura 1 apresenta o fluxograma geral do macro algoritmo desenvolvido para atender as necessidades do processo.

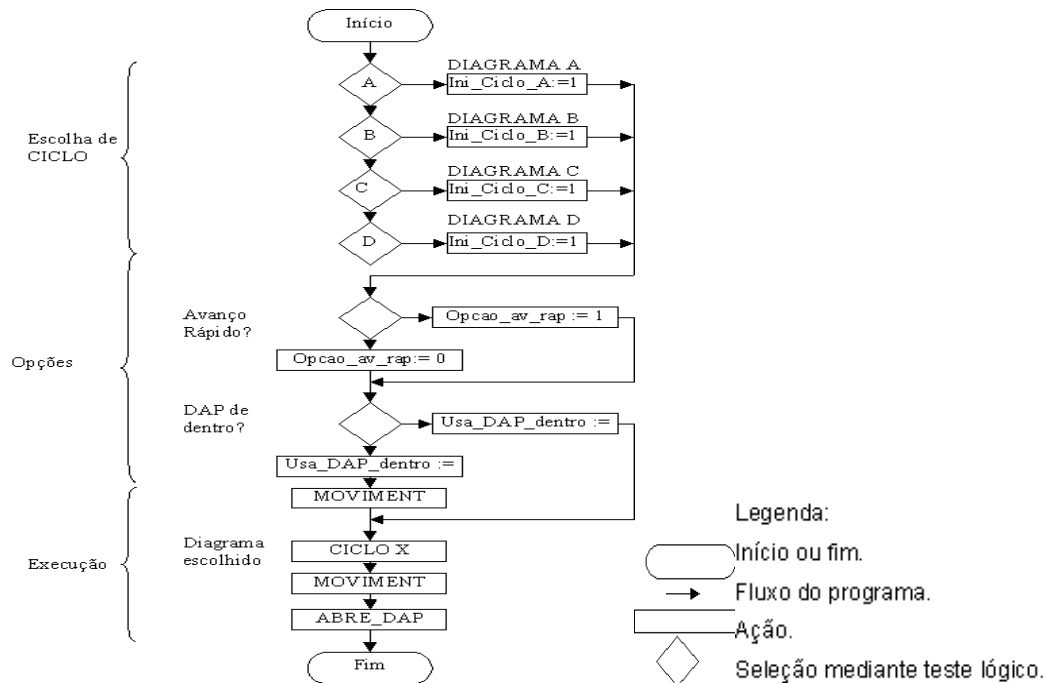


Figura 1. Fluxograma do algoritmo de seleção de diagrama, DAP e velocidade de aumento da pressão.

Na Figura 1, o bloco ação MOVIMENT executa um algoritmo de troca do DAP mantendo as condições de bloqueio e intertravamento. O bloco de ação CICLO X executa algoritmo de manutenção da P e T em função do diagrama escolhido (A, B, C, D). Algoritmos de cálculo da taxa de variação da pressão, corrente e tensão foram desenvolvidos para determinar e interromper o processo nos casos de: ejeção rápida em forma de explosão, curto circuito e eletro erosão não controlada.

A interface homem máquina (IHM) do sistema de supervisão foi desenvolvida utilizando Elipse Scada sobre o sistema operacional Windows® 2000P. Utilizando esta ferramenta foram desenvolvidas interfaces para: operação no regime manual e semi-automático; diagnóstico de comunicação/UCP; gráfico de tendência real; gráfico de tendência histórica; gravação de arquivos de dados em formato padronizado; parametrização dos quatro diagramas propostos; histórico de alarmes, diagnóstico de funcionamento do sistema, calibração do deslocamento; calibração da temperatura; calibração da pressão; matriz de causa e efeitos; entre outras. Através deste PC-AT tem-se acesso as telas de supervisão. Em cada tela foram implementadas funcionalidades, tais como: textos explicativos; botão de emergência; indicação de estados do processo e sistema; diagrama selecionado já parametrizado; indicações instantâneas; gráficos de tendência; usuário logado; alarmes; entre outras.

3 PARTE EXPERIMENTAL: SÍNTESE DOS DIAMANTES E SINTERIZAÇÃO DAS PASTILHAS DIAMANTADAS

Para síntese dos diamantes foram utilizados componentes comuns que são encontrados na produção industrial: DAP tipo bigorna com concavidade central

diâmetro 55mm; cápsula deformável feita de calcário com diâmetro do orifício 30mm; liga solvente/catalisadora com composição 50% Mn + 50% Ni; mistura reativa de grafite e liga (1:1); condutores de grafite amorfo; anel de PVC para formação da gaxeta; disco de molibdênio com espessura 0,3 mm.

Cada componente foi pesado e suas dimensões foram medidas. Os dados foram transferidos para o sistema SCADA desenvolvido. Com cápsula montada no DAP foi realizada a calibração da pressão P_2 e temperatura na câmara de compressão.

As sínteses foram realizadas com os diagramas A e D. Esses possibilitaram durante os processos operações com pré-aquecimento e variação controlada de P_1 e I . Foram feitas 100 sínteses.

Depois da síntese os aglomerados foram purificados obtendo o pó diamantado. Utilizando balança, peneiras e mesa vibratória, o pó de cada aglomerado foi pesado e classificado em relação da granulometria e morfologia.

Para a sinterização foram utilizados componentes comuns e individuais que foram fabricados no laboratório: DAP tipo bigorna com concavidade de diâmetro 55mm; cápsula deformável feita de calcita com diamantro interno 30mm; aquecedor de grafite em forma de cilindro; pó de diamante de granulometria 40/28 μm ; pó de silício com granulometria 60/40 μm ; tampa de grafite com espessura 3mm; tampa de calcita com espessura 3mm; cilindros de grafite.

Antes da montagem das cápsulas os pós de diamante e silício foram misturados e pré-compactados. Cada componente foi pesado e medido. Essas informações foram digitadas no sistema SCADA. Também foi realizada calibração da pressão e temperatura. A sinterização com aumento lento da pressão e temperatura foi executada com o diagrama D. Foram feitos 17 experimentos de sinterização.

As pastilhas diamantadas obtidas tinham diâmetro de 10 mm e 6 mm de altura. Essas foram submetidas a testes de densidade e dureza.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Como pode ser observado nos itens anteriores, o novo sistema inclui a possibilidade de registro dos parâmetros importantes do processo. Também foram consideradas as melhores soluções descritas em Fukunaga, et al (1999), foram incrementadas e melhoradas as soluções dos trabalhos de Borimsky, et al (2003), Vianna (2001), Wakatsuki (1998) e Pink (1987). Além disso, o novo sistema inclui a possibilidade de controlar a pressão e temperatura (não somente registrar, como foi proposto por Borimsky), desta forma aumentando a capacidade científica da prensa.

O novo sistema de comando também possibilitou de forma menos complexa realizar a calibração da pressão e temperatura. Os gráficos de registro possibilitaram comparar os registros da pressão no cilindro principal da prensa com a resistência elétrica do metal sensor, e corrente elétrica de aquecimento com a temperatura na câmara de compressão.

Após toda implementação foi possível registrar dados dos seguintes parâmetros: temperaturas e vazão do líquido de refrigeração na prensa; temperatura da superfície da Bigorna; altura crítica entre as bigornas; pressão hidráulica do cilindro principal; corrente, tensão e potência elétrica do aquecimento e resistência elétrica da cápsula durante o processo de síntese. Os gráficos da figura 2 apresentam um exemplo do registro dos parâmetros do processo de síntese com pressão hidráulica e corrente elétrica controladas.

A síntese do pó de diamante foi realizada de maneira automática com registro de todos os possíveis parâmetros. Um exemplo do registro é apresentado na figura 2 para pressões (A) e correntes (B) controladas. Pode ser observado que o comportamento da curva de aproximação das partes do DAP (F) não coincide com a curva de pressão (A). Isto indica que os dados do trabalho de Potemkin (1998) não correspondem com a realidade, em outras palavras, a espessura da gaxeta não é estável durante a aplicação simultânea da pressão e temperatura. No presente trabalho não foi analisada a espessura da gaxeta. Isto será pesquisa futura.

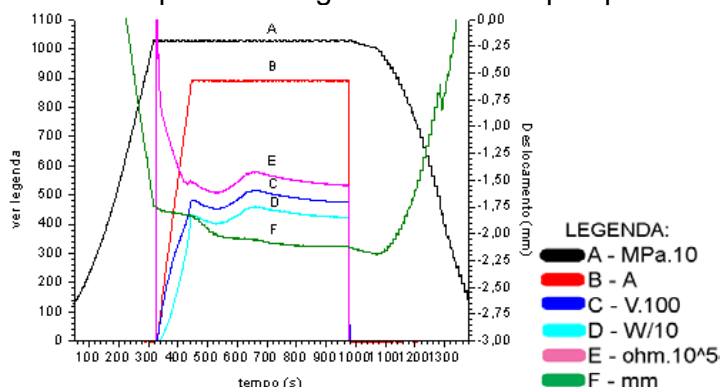


Figura 2. Curvas dos principais parâmetros do processo de síntese dos diamantes.

Propriedades do pó de diamante obtido são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Comparativa das sínteses sem comando e com comando nos diagrama A e D.

Nº	Característica do processo	Síntese sem comando	Síntese diagrama A	Síntese diagrama D
1.	Pressão, GPa	4,5 ±0,2	4,5 ±0,1	4,5 ±0,1
2.	Temperatura no centro da célula reativa, T °C	1210 ±40	1230 ±30	Pré-aquecimento 720 °C – 2 min. Aquecimento final 1220 ±30
3.	Duração, min.	13	10	9,5
4.	Quantidade do pó de diamante obtido por operação, quil.	21 ^{+2,0} -1,0	23 ^{+9,0} -2,0	25 ^{+3,0} -1,0
5.	Granulometria, % da massa de diamante obtida por operação.			
	500/400 µm	0,8	3,0	3,6
	400/315 µm	1,0	4,3	4,3
	315/250 µm	2,6	4,7	5,2
	200/160 µm	7,5	6,1	10,2
	160/125 µm	8,0	9,2	12,1
	125/100 µm	12,0	20,0	24,0
	100/80 µm	30,0	28,0	25,0
	80/63 µm	20,5	13,2	10,3
	63/40 µm	13,7	9,4	4,1
		3,9	2,1	1,2
6.	Morfologia, % da massa obtida dos diamantes.			
	Cristais com forma correta;	13,1	16,2	10,8
	Grãos de forma angular;	23,4	25,6	33,7
	Grãos de forma alongada;	29,5	35,3	29,2
	Grãos de forma laminosa.	34,0	22,9	26,3

A partir dos dados apresentados na Tabela 1 pode ser verificado que o novo sistema de comando influencia significativamente durante o processo e nos resultados finais. Os melhores resultados foram obtidos com o diagrama D. Este possibilitou, além de economia de energia e tempo de operação, um aumento na produtividade em 19 % por operação, 62 % por minuto e a qualidade do pó de diamante, tendo em vista o aumento no tamanho dos cristais. Isso pode ser explicado tanto pelo aumento da precisão de manutenção dos parâmetros e pré-aquecimento, quanto pela adequação às condições de pressão mais estáveis na câmara de compressão. Estas influências são parecidas com as consequências do diagrama de manutenção dos parâmetros apresentado por Wakatsuki (1998). Entretanto o diagrama A apresentou melhor resultado qualitativo.

Os compósitos de diamante-carbeto de silício (D-SiC) podem ser comparados somente se forem sinterizados nas mesmas condições, antes (amostra 1) e depois (amostra 2) da modernização.

Tabela 2. Tabela comparativa de propriedades das pastilhas sinterizadas.

Valor médio Amostra	Peso (g)	Densidade (%)	Dureza de Knopp, GPa
1	1,63 ±0,10	96,8	4,8 ±4
2	1,68 ±0,06	100,0	5,1 ±4

Como pode ser observado, existe uma melhora nas propriedades, mas isto não justifica totalmente as vantagens do novo comando. Existe a necessidade de prosseguir com estudos relacionados.

5 CONCLUSÕES

Desenvolver um sistema de comando, monitoração, registro e controle da prensa para o processo de síntese e sinterização de materiais superduros, foi uma tarefa complexa e importante para os fins científicos, pois existem diversas possibilidades de construção de diagramas de manutenção de P e T. O sistema proposto possibilitou a escolha e parametrização, através de interface gráfica, dos valores de P, T e t nos diagramas pré-programados. Além disso, as condições de segurança e seqüências de acionamento foram observadas e obedecidas na implementação do sistema de comando.

Os comandos das prensas industriais dos fabricantes conhecidos, não permitem a aquisição de dados para posterior análise. Também não oferecem mecanismos para identificar situações anormais como: eletro erosão, curto circuito das bigornas ou ejeção rápida do material da cápsula deformada, possibilitando assim interromper o processo. Após os testes do novo sistema, verificou-se que os algoritmos implementados foram capazes de identificar o início destas situações anormais. Isso significa economia de tempo e financeira do processo, pois se reduz as paradas para manutenção e danos ao equipamento.

Analisando as informações obtidas a partir dos testes do comando também se pode ressaltar que: a medição da distância entre as bigornas pode possibilitar a construção da curva de calibração da pressão no interior da câmara de compressão; é possível estabelecer um novo parâmetro para controle da pressão; pode indicar o momento do desligamento da prensa no caso de ejeção rápida em forma de explosão e pode indicar uma variação de volume da câmara de compressão. Sem este novo sistema o estudo desse parâmetro ficaria impossibilitado. Além disso, não

foram estudados os parâmetros vazão e temperatura de entrada e saída da água de refrigeração. Este novo sistema possibilita tal estudo.

O novo comando possibilitou aumentar a produtividade do processo, melhorar as condições de segurança e principalmente fornecer dados para análise científicas nos estudos das altas pressões.

Agradecimentos

A FAPERJ pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. 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*, v. 8, p. 2036–2042, 1999.
2. STRONG, H. M., BUNDY, F. P. Accurate Characterization of the High-Pressure Environment, NBS Special Pub., ed. E.L. Lloyd, v. 326, p. 283–290, 1971.
3. 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, p. 179-184, 2003.
4. BOBROVNITCHII, G. S., CARVALHO, E. A. Influência da precisão do Sistema “Prensa-Dispositivo de Alta pressão” nas condições de produção de materiais superduros, Anais do IV Congresso Íbero-Americano de Engenharia Mecânica CIDIM – 99, Santiago – Chile, v. 1, p. 153-157, 1999.
5. SHULSHJENKO, A. I. Estudo da mudança da pressão nas condições da síntese de materiais superduros. Em: Influência da alta pressão sobre os materiais, Ed. Academia das Ciências da USSR, p. 113, 1977 (em russo).
6. VIANNA, W. S. Estudo da influência da variação dos parâmetros elétricos sobre a produtividade do processo de síntese de diamantes em pó. Dissertação de mestrado. Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense. Campos dos Goytacazes. Brasil, p. 77-109, 2001.
7. POTEKIN, A. A., POLIAKOV, V. P. The evolution of pressure during diamond synthesis in a high pressure apparatus, *High Pressure Sci. Technol*, v. 7, p. 1004-1006, 1998.
8. WAKATSUKI, M. Formation and Growth of Diamond – For Understanding and Better Control of The Process. Institute of Materials Science, University of Tsukuba, Tsukuba, Japan. *Rev. High Pressure Science Technol.*, v. 7, p. 951-956, 1998.
9. WANG, Y., TAKANABE, R., KAGI, H., TAKANO, K. J., WAKATSUKI, M. *Advances in New Diamond Science and Technology*, ed. By Saito, MY, Tokyo, v. 521, 1994.
10. 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.
11. 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).

SYNTHESIS AND SINTHERIZATION OF SUPERHARD MATERIALS USING PROGRAMMABLE COMMAND AND PRESS ⁽¹⁾

Guerold S. Bobrovnitchii⁽²⁾
William of Silva Vianna⁽³⁾
Leonardo Oliveira Tavares⁽⁴⁾
Daniel Alves Gomes⁽⁵⁾

Abstract

The process of synthesis and sinterization of diamonds take place under severe parameters of pressure and temperature (until 8GPa and 1800 °C) called as devices of high pressure (DAP) capable to sustain these values for certain time. Such high pressures are generated by hydraulic presses. The group DAP and press is responsible for the stability of the process of synthesis and sinterization of superhard materials. The engineering always tries improvement this process, because the productivity and quality of the products obtained by the technique of the high pressure depend on many factors and parameters. In UENF starting from 1997 the industrial special press works with force of 2500 tons, model D0044 acquired of the company RayzanTyazh PressMash. That press didn't have resources to facilitate the programming of new necessary operations for scientific researches. It didn't also possess equipments that supplied data for they be used with scientific ends in the study of the synthesis and sinterization under high pressures and temperatures. Important information as: influence of the approach of the parts of DAP, flow and temperature of the water of refrigeration, alterations in the current, tension, resistance, potency electric of heating during the maintenance of the pressure of the synthesis process, among other, they were not available for they be analyzed. Modernization project was accomplished with system supervisory controls and data acquisition (SCADA) that assisted the scientific needs. The new command facilitated to increase the productivity of the process in 1,2 times, useful life of DAP in 10%, to improve safety's conditions and mainly to supply data for scientific analysis in the studies of the synthesis and sinterization under high pressures.

Key-words: Automation; Synthesis; HPHT; SCADA.

(1) 60^o Annual Congress of the Brazilian Association of Metallurgy - 25 to June 28, 2005 in Belo Horizonte

(2) Eng. Mechanic. PhD. Titular Teacher LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000. Horto. Campos of Goytacazes - RJ. ZIP CODE 28025-630. E-mail: guerold@uenf.br

(3) MSc. Teacher CEFET Campos. R. Dr. Siqueira 273. Pq. Dom Bosco. Campos of Goytacazes - RJ. ZIP CODE 28030-130. E-mail: wvianna@cefetcampos.br

(4) Eng. T&T Automação. R. Barão Lagoa Dourada 237, sl 15. Centro. ZIP CODE 28035-211. E-mail: ttautomacao@ttautomacao.com.br

(5) Eng. T&T Automação. R. Barão Lagoa Dourada 237, sl 15. Center. ZIP CODE 28035-211. E-mail: ttautomacao@ttautomacao.com.br