

METODOLOGIA DE SELEÇÃO DE MATERIAIS E TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO DAS
CÁPSULAS DEFORMÁVEIS UTILIZADAS NOS PROCESSOS DE SÍNTESE /
SINTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS SUPERDUROS.

ALAN MONTEIRO RAMALHO

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE

CAMPOS DOS GOYTACAZES, RJ

DEZEMBRO DE 2003.

METODOLOGIA DE SELEÇÃO DE MATERIAIS E TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO DAS
CÁPSULAS DEFORMÁVEIS UTILIZADAS NOS PROCESSOS DE SÍNTESE /
SINTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS SUPERDUROS.

ALAN MONTEIRO RAMALHO

“Tese apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção de título de Doutor em Ciências em Engenharia e Ciência dos materiais.”

Orientador: Prof. Guerold S. Bobrovnichii

CAMPOS DOS GOYTACAZES, RJ
DEZEMBRO DE 2003.

METODOLOGIA DE SELEÇÃO DE MATERIAIS E TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO DAS
CÁPSULAS DEFORMÁVEIS UTILIZADAS NOS PROCESSOS DE SÍNTESE /
SINTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS SUPERDUROS.

ALAN MONTEIRO RAMALHO

“Tese apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção de título de Doutor em Ciências em Engenharia e Ciência dos materiais.”

Aprovada em 19 de Dezembro de 2003.

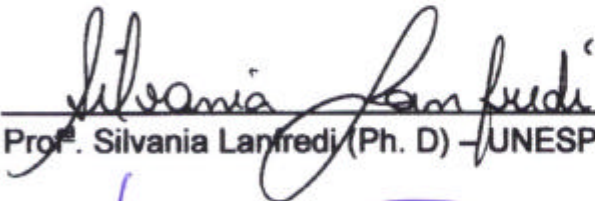
Comissão Examinadora:



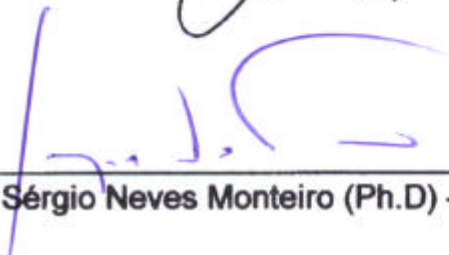
Prof. Guerold S. Bobrovnichii (Ph.D) – Presidente – UENF/LAMAV.



Prof Dilson Silva dos Santos (D.Sc.) – COPPE/UFRJ.



Prof. Sylvania Lanfredi (Ph. D) – UNESP.



Prof. Sérgio Neves Monteiro (Ph.D) – UENF/LAMAV.

Ramalho, Alan Monteiro

METODOLOGIA DE SELEÇÃO DE MATERIAIS E
TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO DAS CÁPSULAS
DEFORMÁVEIS UTILIZADAS NOS PROCESSOS DE
SÍNTESE / SINTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS
SUPERDUROS.

[Campos dos Goytacazes] 2003

242p. 29,7cm (CCT/UENF, D.Sc., Engenharia e
Ciência dos Materiais, 2003)

1. Cápsula Deformável 2. Gaxeta 3. Alta
Pressão.

I. CCT/UENF

II. Título (Série)

***Ao Mestre das Almas, que nos compreende e ama,
obrigado pelas pegadas na areia.***

Aos pais, Júlio César Monteiro Ramalho e Odiméa Carvalho Monteiro Ramalho, pelo apoio e serenidade do nosso lar.

A Manuella Vilar Figueiredo minha gratidão, meu amor e tudo de bom que meu coração pode fornecer.

Aos amigos que nos momentos difíceis souberam me compreender e jamais pensaram em me abandonar.

Aos sobrinhos, Daniel e Matheus, minha irmã Ana Lúcia e ao esposo dela, Claudson, pelo apoio, pelos bons momentos e pelo companheirismo.

Ao Tio Cláudio e família, pela atenção e pelos créditos depositados na minha força de vontade.

Aos Avós, Antônio Carvalho e Maria José Pinto Carvalho, pela ajuda e carinho extremo.

Ao Prof. Guerold S. Bobrovnitchii, minha gratidão por tentar fazer-me enxergar além das simples palavras e linhas.

Ao Prof. Alaor Simch de Campos, pelo carinho, exemplo, dedicação e amizade.

Aos Prof^(s) e Eng^o(s) Décio Simch de Campos, Jeremias Alves de Alencar e Josias da Silveira pelos ensinamentos e competência.

Agradecimentos

Ao Prof. Sérgio Neves Monteiro, minha gratidão pelos conhecimentos adquiridos nas suas aulas e por ser um exemplo de Professor.

Ao Prof. Serguey Mourachov, pelos ensinamentos úteis.

Ao Prof. Anatoly Matlakhov, pela paciência, ensinamentos e incentivos.

A Prof^ª. Loudmila Matlakhova, pelos momentos de sublime cultura.

A Prof^ª. Ana Lúcia Diegues Skury, pelas bons momentos de descontração, dicas, conhecimentos e amizade.

Ao Prof. Willian da Silva Vianna, pela ajuda nos momentos de extrema dificuldade, paciência e amizade.

Ao Técnico de Nível Médio Renan da Silva Guimarães, por ter sido o “braço direito” durante a realização dos experimentos, pela presteza e a amizade.

Ao Técnico Noil Freitas, pela presteza e experiência na manipulação do MEV.

A Escola Técnica Federal de Campos e seus Professores.

Aos amigos Ronaldo Quintanilha e Rafael Gomes.

Ao Cláudio Galeno Aquino Barbosa, pela amizade e incentivo.

Aos Estagiários da sala das prensas, pessoal da oficina e funcionários: Carlan, Igor, Márcio, Diego, Paulo, Ronaldo (DJ Gastura), Júlio César, Ítalo e outros.

Ao Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial – SENAI – CPF de Campos-RJ, e seus funcionários (Diretores, supervisores, instrutores, etc) pelo apoio e incentivo.

A FAPERJ (processo E-26/171.527/2001) pelo apoio financeiro.

Aos amigos da Universidade Católica de Petrópolis: José Luiz Fernandes Santos (Tuca), Ronaldo Quintanilha Gomes, Ronald Luiz Moreira de Sá, Eduardo Komaki de Paula, Beldo Salles Valle Macedo, Adriano, Verônica, Isabel Cristina, Cecília, Patrícia, Augusto, Arturo, Paulo Márcio, Marcos (Faustão), Gilberto, Eduardo (Bocão), Neuzimar, Roberto, Alex, Anderson, Marcos, Evandro, José Luiz (Metal), Ana Lúcia Ferreira, Robson, “Seu” Osmar, Marcos (Sombra), e outros.

Aos amigos da Universidade Estadual do Norte Fluminense: André do LECIV, Nilton, Gabriel, Telmo, Adail, Cinthia, Elaine, Cláudio Jacintho, Apóstolos, Márcio, Felipe, Frederico, Rodrigo Moretto, Rodrigo Leite, Rodrigo Soares, Guilherme Parentes, Alessandro Almeida (Sapulha), Ioanes, Paula, Michele,

Humberto, Elaine, Victor, Gisele, Rafael, Carlos Maurício, Gustavo Menezes, Fabiano, Carmem, Lúcio, Josué, Regina, Gina, João, Luiz Fernando, Elza, Jaqueline, Mayra, Rosimara, Edmilson, Edvaldo, José Ricardo, Nivaldo, Edson, Ricardo, Luciana, Valeska, Hécules e outros, pelo apoio, incentivo e amizade.

ÍNDICE ANALÍTICO

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	1
1.1. IMPORTÂNCIA DOS MATERIAIS SUPERDUROS NA INDÚSTRIA MODERNA.....	1
1.2. OS MÉTODOS DE PRODUÇÃO INDUSTRIAL DOS MATERIAIS SUPERDUROS.....	3
1.3. PARTICULARIDADES DA OBTENÇÃO DOS MSD PELO MÉTODO DAS ALTAS PRESSÕES ESTÁTICAS SOB ALTAS TEMPERATURAS.....	5
1.4. OS PROBLEMAS A SEREM RESOLVIDOS PELA TESE.....	5
 CAPITULO II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	 7
2.1. A IMPORTÂNCIA DAS ALTAS PRESSÕES NA CIÊNCIA E NA INDUSTRIA.	7
2.2. FORMAS DE OBTENÇÃO DOS MATERIAIS SUPERDUROS PELO MÉTODO ESTÁTICO.	8
2.3. ESQUEMA TECNOLÓGICO DA FABRICAÇÃO DOS MATERIAIS SUPERDUROS.....	9
2.4. OS DISPOSITIVOS DE ALTA PRESSÃO USADOS NA FABRICAÇÃO DOS MATERIAIS SUPERDUROS.....	12
2.4.1. HISTÓRICO E CONSIDERAÇÕES GERAIS.....	12
2.4.2. DISPOSITIVOS DE ALTA PRESSÃO TIPO BELT E GIRDLE.....	15
2.4.3. DISPOSITIVO DE ALTA PRESSÃO TIPO MULTIPISTÕES (CÚBICO, TETRAGONAL E OUTROS).....	18
2.4.4. DISPOSITIVOS DE ALTA PRESSÃO TIPO BIGORNAS COM CONCAVIDADE.	21
2.4.5. DISTRIBUIÇÃO DA PRESSÃO E TEMPERATURA NA CÂMARA DE COMPRESSÃO DOS DAP.....	23
2.5. O MEIO COMPRIMÍVEL NOS DAP TIPO BIGORNA COM CONCAVIDADE..	28
2.5.1. ANÁLISE DAS CÁPSULAS E GAXETAS USADAS PARA A GERAÇÃO DE ALTAS PRESSÕES E CONSOLIDAÇÃO DOS ELEMENTOS DO DAP.....	28
2.5.2. ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICO – MECÂNICAS DOS MATERIAIS USADOS PARA CÁPSULA DEFORMÁVEL E GAXETAS.....	29

2.5.2.1. A INFLUÊNCIA DO MATERIAL DA CÁPSULA SOBRE A GERAÇÃO DE ALTA PRESSÃO E ALTA TEMPERATURA.....	31
2.6. ESTUDO DO PROCESSO DA GERAÇÃO DA ALTA PRESSÃO NOS DAP E DAS PARTICULARIDADES DA FORMAÇÃO DAS GAXETAS.....	32
2.7. DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS BÁSICOS DA GAXETA E ESTUDO DA INFLUÊNCIA DELA SOBRE ALTA PRESSÃO.	40
CAPÍTULO III - JUSTIFICATIVOS E OBJETIVOS	44
3.1. IMPORTÂNCIA DO ESTUDO DO MATERIAL DA CÁPSULA E TAREFA TÉCNICA A SER RESOLVIDA NO PRESENTE TRABALHO.	44
3.2. OBJETIVOS DO TRABALHO.....	44
CAPÍTULO IV - METODOLOGIA GERAL	45
4.1. EQUIPAMENTOS E MATERIAIS UTILIZADOS.....	45
4.2. METODOLOGIA DO ESTUDO DOS MATERIAIS PARA CÁPSULAS DEFORMÁVEIS.....	47
4.2.1. ANÁLISES QUÍMICA E FÍSICA DOS MATERIAIS.....	47
4.2.2. ESTUDO DAS PROPRIEDADES DOS MATERIAIS EM RELAÇÃO À RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO.....	48
4.2.3. DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE DE MULTIPLICAÇÃO DE PRESSÃO PARA CADA MATERIAL UTILIZADO NA FABRICAÇÃO DA CÁPSULA.....	50
4.2.4. DEFORMAÇÕES PLÁSTICAS NAS SUPERFÍCIES DE TRABALHO DAS BIGORNAS DE BRIDGMAN.....	52
4.2.5. ESTUDO DA FABRICAÇÃO DAS CÁPSULAS DEFORMÁVEIS A PARTIR DA COMPACTAÇÃO DE PÓS.....	53
4.2.6. TESTES DA EFETIVIDADE DA GERAÇÃO DE ALTA PRESSÃO E ALTA TEMPERATURA NAS CÁPSULAS.....	63
4.2.7. TESTES DAS CÁPSULAS SOB CONDIÇÕES REAIS DE SÍNTESE / SINTERIZAÇÃO.....	72
4.2.8. ESTABELECIMENTO DA TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO DAS CÁPSULAS DEFORMÁVEIS E DISCOS DE PROTEÇÃO.....	74
CAPITULO V – DESENVOLVIMENTO TEÓRICO:.....	77
5.1. ESTUDO ANALÍTICO DAS ZONAS DE COMPRESSÃO PURA E DE FLUXO DE MATERIAL (OU CISALHAMENTO).....	77

5.2. SIMULAÇÃO COMPUTACIONAL DO PROCESSO DE COMPRESSÃO DOS DISCOS/AMOSTRAS NAS BIGORNAS DE BRIDGMAN POR MEIO DO MÉTODO DOS ELEMENTOS FINITOS (MEF).	84
CAPITULO VI – RESULTADO E DISCUSSÕES:.....	89
6.1. ANÁLISE E PRÉ SELEÇÃO DOS MATERIAIS PARA REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS.....	89
6.2. ESTUDO DAS PROPRIEDADES DOS MATERIAIS EM RELAÇÃO À RESISTÊNCIA AO CISLHAMENTO.....	111
6.3. DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE DE MULTIPLICAÇÃO DE PRESSÃO PARA CADA MATERIAL UTILIZADO NA FABRICAÇÃO DA CÁPSULA.....	118
6.4. DEFORMAÇÕES PLÁSTICAS NAS SUPERFÍCIES DE TRABALHO DAS BIGORNAS DE BRIDGMAN.....	120
6.5. ESTUDO DA FABRICAÇÃO DAS CÁPSULAS DEFORMÁVEIS A PARTIR DA COMPACTAÇÃO DE PÓS.....	122
6.7. TESTES DA EFETIVIDADE DA GERAÇÃO DE ALTA PRESSÃO E ALTA TEMPERATURA NAS CÁPSULAS.....	143
6.8. TESTES DAS CÁPSULAS SOB CONDIÇÕES REAIS DE SÍNTESE / SINTERIZAÇÃO.....	149
CAPÍTULO VII – CONCLUSÕES:.....	153
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:.....	157
ANEXO 1 – Bigornas de Bridgman de Aço Rápido.....	164
ANEXO 2 - Bigornas de Bridgman de Metal Duro.....	170
ANEXO 3 – Sistema de Centralização do Dispositivo de Bridgman.....	177
ANEXO 4 – Dispositivo de Compactação de Discos/Amostras para as Bigornas de Bridgman.....	182
ANEXO 5 - Molde para a Fabricação das Cápsulas da Prensa de 630Ton.....	187
ANEXO 6 - Molde para a Fabricação das Cápsulas da Prensa de 2500Ton.....	193
ANEXO 7 – Dispositivo de Compactação dos Discos de Proteção.....	201
ANEXO 8 – Molde para Compactação da Mistura Reativa para as Cápsulas da Prensa de 2500Ton.....	208

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1 - Comparação entre as durezas entre os diversos materiais.....	2
Figura 1. 2 - Escala de pressões comparando fenômenos diferentes.....	4
Figura 2. 1 - Esquema geral da tecnologia de obtenção dos materiais superduros...9	9
Figura 2. 2 – Linha de equilíbrio Diamante/Grafite.....	12
Figura 2. 3 – Dispositivo de alta pressão tipo bigornas de Bridgman.....	13
Figura 2. 4 – Dispositivo de alta pressão tipo “Belt”.....	17
Figura 2. 5 – Detalhe da câmara de compressão do dispositivo tipo “Belt”	17
Figura 2. 6 – Esquema da seção transversal de um DAP tipo “Girdle”..	18
Figura 2. 7 – Esquema do princípio de funcionamento do DAP tipo multipistões tetragonal.	21
Figura 2. 8 – Dispositivo multipistões cúbico de esfera.....	19
Figura 2. 9 – Dispositivo de alta pressão tipo multipistões cúbico com bigornas deslizantes.	19
Figura 2. 10 – Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal. .22	22
Figura 2. 11 – Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidades cônicas..23	23
Figura 2. 12 – Pressões atuando no pistão do “Belt”.....	24
Figura 2. 13 – Pressões atuando na câmara do “Belt”.....	24
Figura 2. 14 – Magnitudes das tensões radiais.	26
Figura 2. 15 – Distribuição da pressão (GPa) num DAP tipo bigorna com concavidade sob compressão, aquecimento e descarregamento..	27
Figura 2. 16 – Perfil da temperatura em celsius no DAP tipo bigorna com concavidade.....	28
Figura 2. 17 – Esquema do dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade.....	32
Figura 2. 18 – Campo das linhas de deslizamento dentro de uma cápsula deformável do DAP tipo toroidal.....	32
Figura 2. 19 – Câmara de compressão do DAP tipo bigorna com concavidade.....	35
Figura 2. 20 – Distribuição da pressão na câmara de compressão do DAP tipo bigorna com concavidade.....	36
Figura 2. 21 – Isobáricas da câmara de compressão do DAP tipo bigorna com concavidade.....	38

Figura 2. 22 – Variação relativa da força da prensa em relação ao tipo de revestimento da concavidade do DAP tipo bigorna.	38
Figura 2. 23 – Gaxeta após o uso no multipistões.	42
Figura 2. 24 – Resultado do estudo de estouros num DAP tipo multipistões.....	43
Figura 4.1 – Matriz de compactação usada para fabricação das amostras utilizadas nos ensaios com as bigornas de Bridgman.....	49
Figura 4.2 – Desenho representando o disco utilizado no ensaio de determinação do coeficiente de multiplicação de pressão.....	51
Figura 4.3 – Esquema da colocação do fio de Bi no interior da amostra com o auxílio de discos de aços.	52
Figura 4.4 – Matriz de fabricação dos CPs utilizados para verificar a perda de massa e a resistência à compressão das diferentes misturas	57
Figura 4.5 – Matriz de fabricação das cápsulas do dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis para uso na prensa de 2500Ton.	60
Figura 4.6 – Matriz de fabricação das cápsulas do dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal, para uso na presa de 630Ton.....	61
Figura 4.7 – Matriz de compactação e inserção da mistura reativa dentro da cápsula deformável usada no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis.....	64
Figura 4.8 – Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis, utilizado na prensa hidráulica de 2500Ton para a síntese dos MSD e instalada na UENF	65
Figura 4.9 – Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal, utilizado na prensa hidráulica de 630Ton para a sinterização dos MSD e instalada na UENF..	65
Figura 4.10 – Esquema da montagem do calibrante de Bi no interior da cápsula..	67
Figura 4.11 – Esquema da montagem do calibrante de PbSe no interior da cápsula.	67
Figura 4.12 – Circuito elétrico o qual é medida a variação da resistência elétrica por meio de um multímetro de alta resolução conectado a um computador.....	68
Figura 4.13 – Esquema da montagem da cápsula, usada no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal, para a calibração pelo método da fusão dos metais.....	69
Figura 4.14 – Diagrama de equilíbrio termodinâmico do cobre	70
Figura 4.15 – Esquema da montagem da cápsula, usada no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis, para a calibração pelo método do termopar.	72

Figura 4.16 – Esquema de fabricação das cápsulas deformáveis.	75
Figura 5. 1 – Fotografia do disco/amostra após ter sido comprimido.	77
Figura 5. 2 – Esquema da compressão da amostra entre as bigornas de Bridgman e das tensões atuantes sobre o elemento infinitesimal.	78
Figura 5. 3 – Variação da pressão em função da compressão do disco.....	81
Figura 5. 4 – Algoritmo para a determinação teórica da altura crítica (h_c).	82
Figura 5. 5 – Idealização da distribuição da pressão entre as bigornas de Bridgman em função da distância radial	83
Figura 5. 6 – Comportamento do disco/amostra submetido a compressão entre as bigornas de Bridgman.....	86
Figura 5. 7 – Resultado da distribuição das tensões equivalentes de Von Mises obtidas por meio do método dos elementos finitos (MEF). Foram realizados 100 incrementos para realização completa do modelo.....	88
Figura 6. 1– Difratoograma da calcita de origem Russa.	90
Figura 6. 2 – Difratoograma da calcita de Travessão de Campos/RJ.....	91
Figura 6. 3 – Difratoograma da calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES.....	92
Figura 6. 4 – Difratoograma da calcita de Italva/RJ.	94
Figura 6. 5 – Difratoograma da aragonita.....	95
Figura 6. 6 – Difratoograma do filito.....	97
Figura 6. 7 – MEV do pó de calcita Russa. Aumento de 2000x.	100
Figura 6. 8 – MEV do pó de calcita Russa. Aumento de 4000x.	101
Figura 6. 9 – MEV do pó de calcita de Travessão de Campos/RJ. Aumento de 2000x.	101
Figura 6. 10 – MEV do pó de calcita de Travessão de Campos/RJ. Aumento de 4000x.	102
Figura 6. 11 – MEV do pó de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES. Aumento de 1000x.	102
Figura 6. 12 – MEV do pó de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES. Aumento de 2000x.	103
Figura 6. 13 – MEV do pó de calcita de Italva/RJ. Aumento de 300x.	103
Figura 6. 14 – MEV do pó de calcita de Italva/RJ. Aumento de 1000x.....	104
Figura 6. 15 – MEV do pó de aragonita. Aumento de 1000x.	104
Figura 6. 16 – MEV do pó de aragonita. Aumento de 2000x.	105

Figura 6. 17 – MEV do pó de filito. Aumento de 2000x.	105
Figura 6. 18 – MEV do pó de filito. Aumento de 5000x.	106
Figura 6. 19 – Curva granulométrica da Calcita Russa.	107
Figura 6. 20 – Curva granulométrica da Calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES....	107
Figura 6. 21 – Curva granulométrica da Calcita de Travessão de Campos/RJ.	108
Figura 6. 22 – Curva granulométrica da Calcita de Travessão de Italva/RJ.....	108
Figura 6. 23 – Curva granulométrica da Aragonita.	108
Figura 6. 24 – Curva granulométrica do Filito.	109
Figura 6. 25 – Resultado da análise térmica da calcita de origem Russa.	109
Figura 6. 26 – Resultado da análise térmica da calcita de Travessão de Campos/RJ.	110
Figura 6. 27 – Resultado da análise térmica da calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES.	110
Figura 6. 28 – Determinação da altura crítica (altura final máxima) através do ensaio com bigornas de Bridgman de metal duro.	114
Figura 6. 29 – Diâmetro final das amostras de altura inicial de $\cong 6$ mm após serem comprimidas a 3,2MPa (pressão hidráulica) nas bigornas de metal duro.	114
Figura 6. 30 – Determinação da altura crítica (altura final máxima) através do ensaio com bigornas de Bridgman de aço rápido.	115
Figura 6. 31 – Diâmetro final das amostras de altura inicial de $\cong 6$ mm após serem comprimidas a 3,0MPa (pressão hidráulica) nas bigornas de aço rápido.....	115
Figura 6. 32 – Influência da temperatura sobre da altura crítica das amostras fabricadas com calcitas de Cachoeiro de Itapemirim/ES e com 10% de resina epóxi..	116
Figura 6. 33 – Influência da temperatura sobre da altura crítica das amostras fabricadas com calcitas de Cachoeiro de Itapemirim/ES e com 10% de resina álcool polivinílico.....	117
Figura 6. 34 – Influência da temperatura sobre da altura crítica das amostras fabricadas com calcitas de Cachoeiro de Itapemirim/ES e com 10% de resina poliéster.	117
Figura 6. 35 – Relação da altura (ou espessura) inicial da amostra versus a pressão de transformação do bismuto (Bi-I \rightarrow Bi-II à 2,55GPa).	119
Figura 6. 36 – Alguns dos equipamentos utilizados durante a determinação da primeira transição polimórfica do bismuto (Bi-I \rightarrow Bi-II – 2,55GPa)	120

Figura 6. 37 – Deformação plástica de 0,12mm causada durante o alívio de pressão de uma amostra de aragonita que havia sido submetida à pressão hidráulica de 3,5MPa.	121
Figura 6. 38 – Fotografia de uma cápsula que explodiu dentro de um DAP tipo bigorna com concavidade cônicas variáveis durante a aplicação da alta pressão e alta temperatura..	124
Figura 6. 39 – Fotografia de alguns diamantes obtidos a partir dos experimentos realizados com as cápsulas feitas de granulometrias inferiores a 125µm..	125
Figura 6. 40 – Carbonização ocorrida na secção transversal da cápsula.....	126
Figura 6. 41 – Variação de peso em função da temperatura aplicada nos CPs.	129
Figura 6. 42 – Resistência mecânica a compressão dos CPs versus temperatura.	130
Figura 6. 43 – Interação do pó de calcita com a resina epóxi. MEV aumento de 1000x.	131
Figura 6. 44 – Interação do pó de calcita com a resina epóxi. MEV aumento de 2000x.	132
Figura 6. 45 – Interação do pó de calcita com a resina poliéster. MEV aumento de 725x.....	132
Figura 6. 46 – Interação do pó de calcita com a resina poliéster. MEV aumento de 1000x.	133
Figura 6. 47 – Interação do pó de calcita com a resina de álcool polivinílico. MEV aumento de 1000x.	133
Figura 6. 48 – Interação do pó de calcita com a resina de álcool polivinílico. MEV aumento de 2000x.	134
Figura 6. 49 – Modelo idealizado da interação entre a resina e os pós presentes na mistura, onde: 1 – Partícula de granulometria fina; 2 – Resina; 3 – Partícula de granulometria mais grossa;	136
Figura 6. 50 – Secção transversal da cápsula fabricada com ligante de resina poliéster e submetida a alta pressão e alta temperatura	136
Figura 6. 51 – Carbonização ocorrida na secção transversal da cápsula.....	139
Figura 6. 52 – Cápsula deformável com o termopar montado em seu interior. Fotografia obtida após o ensaio de calibração de temperatura.	144
Figura 6. 53 – Corte transversal da cápsula deformável com o termopar e o tarugo de sal montados no seu interior.....	144

Figura 6. 54 – Curva de calibração da temperatura para as cápsulas deformáveis usada no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis.....	145
Figura 6. 55 – Curva de calibração da pressão para as cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis.....	146
Figura 6. 56 – Curva de variação da resistência elétrica versus a pressão hidráulica aplicada pela prensa sobre as cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal.....	147
Figura 6. 57 – Curva de calibração da pressão para as cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal.....	147
Figura 6. 58 – Cápsula com aglomerado após ser submetida a 900A e aproximadamente 5GPa.....	149
Figura 6. 59 – Aglomerados obtidos com as cápsulas importadas submetidas a 100MPa de pressão hidráulica, durante 10min e com corrente inicial de aquecimento de 875A. (Diâmetro médio dos aglomerados: 33mm).	150
Figura 6. 60 – Aglomerados obtidos com as cápsulas nacionais submetidas a 100MPa de pressão hidráulica, durante 10min e com corrente inicial de aquecimento de 875A.	150
Figura 6. 61 – Cápsula deformável toroidal após ser submetida ao processo de sinterização a 8GPa e temperaturas superiores a 1400°C.....	152
Figura 6. 62 – Aglomerado obtido após a sinterização a 8GPa e temperaturas superiores a 1400°C.....	152
Figura 6. 63 – MEV do aglomerado obtido após a sinterização a 8GPa e temperaturas superiores a 1400°C.....	152

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 6. 1 – Intensidade relativa (I-rel), ângulo de difração (2-Theta), distância interatômica (d_Fit(A1)) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (PDF-No) da calcita de origem Russa.....	90
Tabela 6. 2 - Intensidade relativa (I-rel), ângulo de difração (2-Theta), distância interatômica (d_Fit(A1)) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (PDF-No) da calcita de Travessão de Campos/RJ.....	91
Tabela 6. 3 - Intensidade relativa (I-rel), ângulo de difração (2-Theta), distância interatômica (d_Fit(A1)) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (PDF-No) da calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES.....	93
Tabela 6. 4 - Intensidade relativa (I-rel), ângulo de difração (2-Theta), distância interatômica (d_Fit(A1)) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (PDF-No) da calcita de Italva/RJ.....	94
Tabela 6. 5 - Intensidade relativa (I-rel), ângulo de difração (2-Theta), distância interatômica (d_Fit(A1)) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (PDF-No) da aragonita.....	96
Tabela 6. 6 - Intensidade relativa (I-rel), ângulo de difração (2-Theta), distância interatômica (d_Fit(A1)) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (PDF-No) do filito.....	97
Tabela 6. 7 – Resultado da análise dos elementos presentes:.....	106
Tabela 6. 8 – Valores de FA em função dos materiais cerâmicos pesquisados:.....	113
Tabela 6. 9 – Resultados do ensaio do coeficiente de multiplicação de pressão realizados nas bigornas de Bridgman de metal duro e pressão de 2,55GPa.....	118
Tabela 6. 10 – Parâmetros para a fabricação das cápsulas.....	122
Tabela 6. 11 – Resultados dos ensaios das cápsulas fabricadas com granulometria entre 500µm e 355µm, e testadas na prensa de 2500Ton.....	123
Tabela 6. 12 – Resultados dos ensaios das cápsulas nacionais fabricadas com granulometria inferior a 125µm, e testadas na prensa de 2500Ton.....	124
Tabela 6. 13 – Características gerais das resinas utilizadas (Callister, 2002; Felbeck, 1984; Via Farma Net, 2003):.....	127
Tabela 6. 14 – Experimentos realizados a 5GPa (100MPa de pressão hidráulica) e 1200°C (850A de corrente elétrica) com as cápsulas a base de resina poliéster....	137

Tabela 6. 15 – Experimentos realizados a 5GPa (100MPa de pressão hidráulica) e 1200°C (850A de corrente elétrica) com as cápsulas a base de álcool polivinílico.	138
Tabela 6. 16 – Resultados do experimento da avaliação da temperatura de pré-secagem em função da resina utilizada na mistura com calcita.....	140
Tabela 6. 17 –Altura inicial das cápsulas (experimentos realizados sob condições de síntese, ou seja, pressão hidráulica de 102MPa e I=875A).	142
Tabela 6. 18 – Resultado da calibração da temperatura com as cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal.	148
Tabela 6. 19 – Resultados do experimento sobre sinterização do pó de diamante com 5% de cobalto.....	151

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIações

MSD	Materiais Superduros.
cBN	Nitreto Cúbico de Boro.
CVD	Deposição química de vapor.
DAP	Dispositivo de Alta Pressão.
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura.
UENF	Universidade Estadual do Norte Fluminense.
p	Pressão.
s	Tensão normal.
t	Tensão cisalhante.
MEF	Método dos elementos finitos.
DAC	Diamantes abrasivos para corte.
RAD	Resinas abrasivas de diamantes.
CF	Síntese do diamante a partir do grafite por crescimento de filme.
CGT	Diamantes crescidos por gradiente de temperatura.

Resumo da tese apresentada ao CCT/UENF como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.).

METODOLOGIA DE SELEÇÃO DE MATERIAIS E TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO DAS CÁPSULAS DEFORMÁVEIS UTILIZADAS NOS PROCESSOS DE SÍNTESE / SINTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS SUPERDUROS.

Orientador: Prof. Guerold Sergueevitch Bobrovnitchii

Atualmente, representa um desafio técnico-científico a seleção de materiais para a fabricação de cápsulas deformáveis usadas na síntese e sinterização dos materiais superduros. Os materiais que podem ser utilizados nessa tarefa têm que possuir características específicas tais como: elevada resistência ao cisalhamento, resistência elétrica infinita, boa compressibilidade e alta inércia química. Além disso, a fabricação das cápsulas com os materiais selecionados seguem o uso de determinados parâmetros que não são fornecidos, pois representam segredos técnicos de produção industrial. A influência desses parâmetros sobre a fabricação das cápsulas é desconhecida. Este trabalho dedicou-se a realizar uma análise nos possíveis materiais nacionais que podem ser utilizados para a fabricação industrial de cápsulas deformáveis. Algumas das variáveis analisadas, como a altura crítica (compressibilidade) e resistência ao cisalhamento, foram estudadas utilizando as bigornas de Bridgman, feitas tanto de aço rápido quanto de metal duro. Os parâmetros de fabricação foram investigados através da variação dos mesmos e análise dos resultados obtidos após cada operação de síntese ou sinterização. Por fim, foi estudada a influência do material da cápsula sobre o estado de tensão e deformação das bigornas. Isso foi realizado com fórmulas analíticas e por meio de simulação numérica através do método dos elementos finitos (MEF). Os resultados obtidos possibilitaram concluir que com os materiais cerâmicos encontrados no território Brasileiro podem ser utilizados com sucesso absoluto na fabricação de cápsulas deformáveis.

Abstract of the thesis presented to CCT/UENF as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor in Sciences (D.Sc.).

METHODOLOGY SELECTION OF MATERIALS AND TECHNOLOGY OF PRODUCTION
OF CONTAINER USED IN THE PROCESSES OF SYNTHESIS / SINTERING OF
SUPERHARD MATERIALS.

Advisor: Prof. GUEROLD SERGUEEVITCH BOBROVNITCHII

Nowadays, the selection of materials and the production of container used in the synthesis and sintering of the superhard materials have been a technical-scientific challenger. The materials that can be used in that task must have specific characteristics such as: elevated shear strength, infinite electric resistance, compressibility and high chemical inertia. Besides, the production of the capsules with the selected materials requires the control of some parameters that are not easily found or supplied. This occurs because the parameters are secrets of production (Know - How). Therefore, the influence of those parameters on the capsules production is unknown. In this work was analyzed the national materials that can be used for the container production. Some parameters was studied using the Bridgman's anvils, as the critical height (compressibility) and shear strength, using anvils made of speed steel or hard metal. Other parameters were investigated through variation and results analysis under works conditions. Finally, it was studied the influence of material about the stress and strength of anvils. Also, the work was accomplished by analytics formulas and numeric simulation using the finite elements methods (FEM). The results obtained showed that the ceramic materials found in Brazilian territory can be used to manufacture the container, successfully.

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO

1.1. Importância dos Materiais Superduros na Indústria Moderna.

Definem-se materiais superduros (MSD) aqueles que possuem dureza Vickers (HV) acima de 40GPa (Veprek, 1999). Comercialmente há dois tipos de materiais dessa categoria que são empregados na indústria, o diamante e o cBN. O primeiro diamante sintético foi obtido por meio de síntese de materiais carbonáceos em meados da década de 1950 e o segundo foi sintetizado a partir do nitreto hexagonal de boro nos anos de 1960. Os dois materiais foram obtidos primeiramente por técnicas de alta pressão e alta temperatura. Atualmente outras tecnologias, ou métodos de obtenção, promissores encontram-se em uso, contudo a técnica mais difundida industrialmente continua sendo aquela utilizada primordialmente.

Independentemente da forma como são obtidos, os MSD são extremamente importantes em determinados processos industriais, principalmente naqueles onde a produtividade, o grau de acabamento superficial e a precisão são requisitos tanto para maior competitividade quanto para a própria fabricação do produto. Sem o emprego desses materiais, determinados ramos da indústria teriam seu desenvolvimento comprometido, tais como a exploração petrolífera, a indústria metal-mecânica e o processamento de rochas ornamentais.

Dentre os MSD o diamante é o que possui as propriedades mais notáveis. É o material mais duro comercialmente utilizado, mais que duas vezes a dureza dos seus melhores competidores, figura 1.1. Por essa razão é utilizado em operações de usinagem apesar do seu alto custo, que é compensado pela qualidade e alta produtividade alcançada. Além disso o diamante possui outras propriedades excepcionais como características termo-elétricas singulares (conduz calor sem conduzir eletricidade), ópticas e químicas, que o tornam o melhor material para uso especial em algumas indústrias tais como: medicina, química, eletrônica e outras tecnologias avançadas.

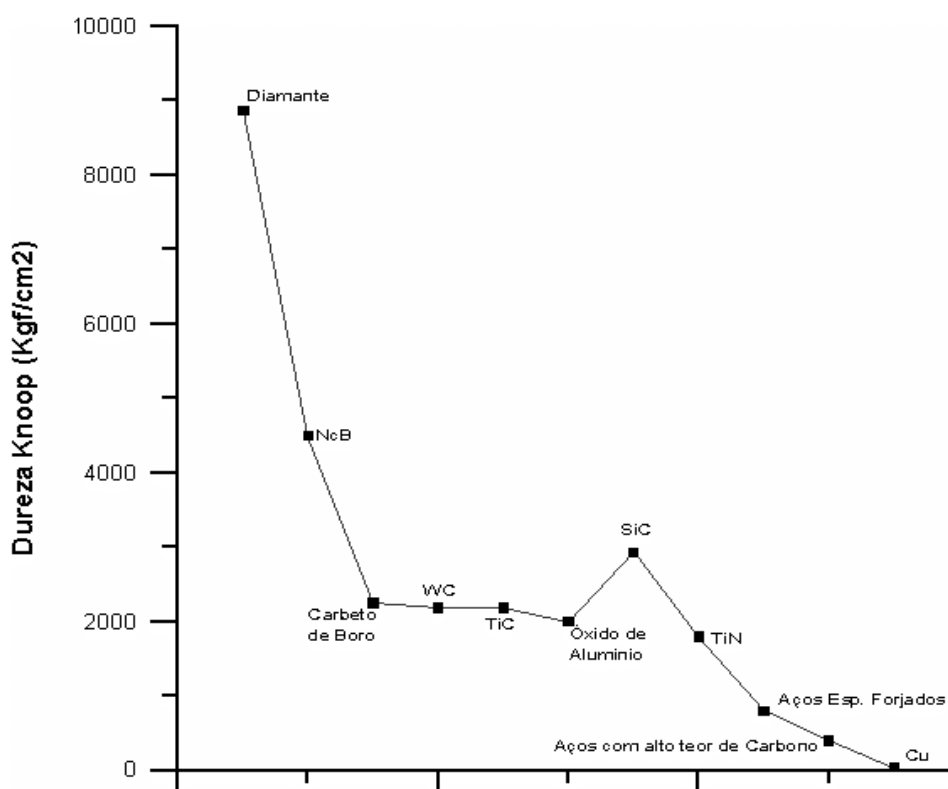


Figura 1. 1 - Comparação entre as durezas de diversos materiais (adaptado de Veprek, 1999).

A classificação dos MSD (diamantes e cNB) pode ser definida como (Stalin, 1982):

- Pós monocristais;
- Policristais sintetizados e sinterizados;

Em relação ao tamanho do grão e aplicação, os pós de MSD podem ser divididos nos seguintes grupos:

- Pó para retífica (granulometria entre 40 μ m e 2500 μ m);
- Micropó (granulometria entre 1 μ m e 60 μ m);
- Submicropó (granulometria inferior a 1 μ m);

Aplicação dos MSD como ferramentas:

A experiência acumulada durante cinquenta anos no emprego dos MSD demonstrou que há áreas específicas de aplicação desses materiais. Por exemplo, pós MSD são normalmente utilizados como ferramentas abrasivas, de corte e como dressadores. Esses pós são usados nas tecnologias onde faz-se necessário o tratamento de materiais não metálicos.

Os policristais de MSD são utilizados como ferramentas de corte em operações de usinagem e como pós abrasivos de materiais metálicos e não metálicos, tais como: ligas de alumínio com alto teor de Si, fibra de carbono, vidro, aços de alta resistência mecânica, etc.

1.2. Os Métodos de Produção Industrial dos Materiais Superduros.

O método das altas pressões estáticas sob elevada temperatura foi o primeiro a ser reconhecido oficialmente como responsável pela síntese dos diamantes. Essencialmente o problema de se fazer diamantes por este método é projetar um dispositivo de alta pressão (DAP), que é um conjunto de peças utilizadas dentro de prensas especiais capazes de converter a força gerada em altas pressões e ao mesmo tempo fornecer calor à amostra por meio de corrente elétrica. Com o emprego de novas técnicas de construção e materiais de elevada resistência mecânica, como o metal duro, foi possível fabricar um DAP no início da década de 1950 que possibilitou atingir e manter valores acima de 6 GPa sob temperaturas em torno de 1300°C por um longo período. O conhecimento teórico e experimental desenvolvido anteriormente sobre o diagrama de equilíbrio grafite – diamante forneceu base para os cientistas atingirem a síntese com os parâmetros citados. Atualmente é possível fabricar comercialmente por esse método diamantes monocristalinos, policristalinos e nitretos cúbico de boro (Bundy, 1977).

Na década de 1960 pesquisas com outro método de fabricação do diamante provou ser possível a obtenção dos diamantes com deposição química por vapor ou *chemical vapor deposition* (CVD). Para produzir diamantes por CVD misturas de gases carbonáceos e hidrogênio são dissociados, através de descarga elétrica e microondas, abaixo da pressão atmosférica numa temperatura alta, acima de 2000°C. O material resultante da dissociação deposita-se na superfície sob a forma de filme de diamante. O tipo de diamante que se deposita é o policristalino, que cresce numa estrutura colunar e bem densa. Dependendo das condições de crescimento o diamante CVD exibirá diversos tamanhos de grãos e texturas. Os diamantes CVD são livres de metais catalisadores e portanto sua estabilidade térmica aproxima-se a do diamante natural.

Essencialmente existem dois tipos de diamantes CVD: o depositado sob a forma de filmes finos (menos de 30µm de espessura) sobre um material desejado,

são tipicamente usados nas arestas de corte de brocas, e o depositado na forma de filmes espessos (até 1mm de espessura) sendo aplicável comercialmente desde 1992 pela empresa De Beers para uso na eletrônica e na óptica.

O custo do método de obtenção de diamantes por CVD, em comparação com o anterior, é determinante para a sua aceitação na indústria de ferramentas. Atualmente o custo é relativamente alto, mas é provável que diminua com o desenvolvimento da tecnologia (Balazik et al., 1998).

A obtenção de filmes de cBN por CVD também tem merecido pesquisas. Mesmo que seja possível de se desenvolver ferramentas revestidas com este material, até a presente data isto não tem sido claramente demonstrado (Balazik et al., 1998).

Outro processo de obtenção de diamantes é pelo método de ondas de choque, ou por explosão. Pressões de 14GPa podem ser alcançadas por um período de 1s sob temperatura em torno de 3000°C. Tamanhos de partículas disponíveis comercialmente por este processo são de aproximadamente 60µm e sua estrutura é policristalina. Este processo foi desenvolvido em meados da década de 1960 (Balazik et al., 1998).

A figura a seguir apresenta a comparação entre as faixas de pressão comumente encontradas e a pressão necessária para a síntese dos materiais superduros.

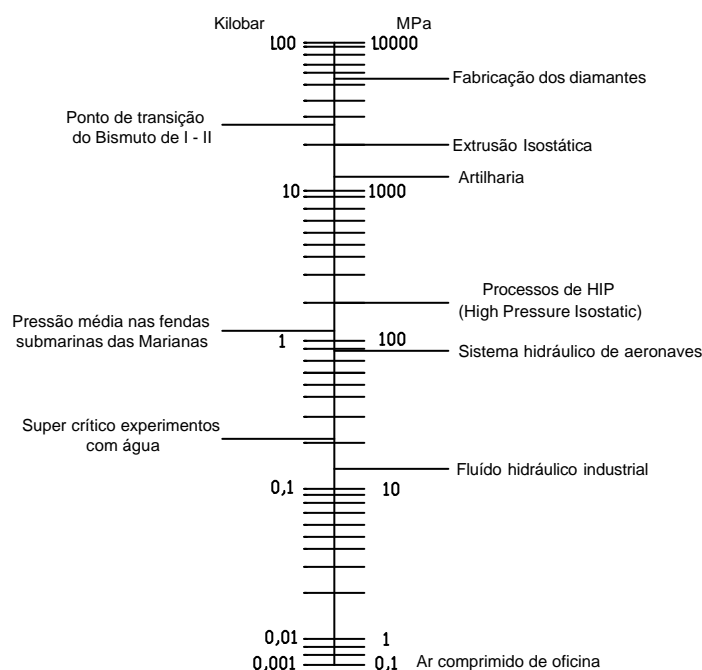


Figura 1. 2 - Escala de pressões comparando fenômenos diferentes (adaptado de Hall, 1972).

1.3. Particularidades da Obtenção dos MSD pelo Método das Altas Pressões Estáticas Sob Altas Temperaturas.

Como já mencionado, os materiais superduros podem ser fabricados por uma variedade de métodos. Contudo o método das altas pressões estáticas é o mais utilizado nas indústrias. A principal característica desse método é que o grafite é utilizado como uma fonte de carbono e a transformação de fase do mesmo é acompanhado pela fusão de metais catalisadores sob alta pressão e alta temperatura. No entanto para tornar isso possível é necessário utilizar uma prensa especial de grande capacidade que possibilita gerar força e corrente elétrica para o aquecimento. Atuando no interior dessa máquina trabalha o DAP com objetivo de converter a força da prensa em altas pressões, mantê-las durante um determinado tempo, e ao mesmo tempo, servir como circuito da corrente elétrica responsável pelo aquecimento da amostra. Por último, entre as partes que dividem o dispositivo de alta pressão é colocado o meio de transmissão de pressão, ou seja, o meio comprimível. Este acessório tem quatro funções básicas: transmissão de pressão de forma quase hidrostática para a amostra de grafite mais metais catalisadores (mistura reativa), fornecer tensões de apoio ou suporte para as peças mais carregadas do dispositivo de alta pressão, reter o calor gerado na mistura reativa por resistência elétrica e isolar eletricamente as partes que dividem o dispositivo de alta pressão, de modo que a corrente elétrica passe através da mistura reativa apenas.

1.4. Os Problemas a Serem Resolvidos pela Tese.

A tecnologia de obtenção dos diamantes sintéticos por altas pressões estáticas utilizada na Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF) emprega os DAP do tipo bigorna com concavidade, que foram desenvolvidos na Rússia para a fabricação de diamantes monocristalinos e policristalinos ou outros materiais superduros. Esses dispositivos resumem-se em duas partes iguais, superior e inferior, na qual cada uma delas possui no centro uma peça cilíndrica de metal duro ou aço rápido, denominada de bigorna, que são apoiadas lateralmente por anéis de cintamento feitos de aço de ultra-alta resistência. A superfície de trabalho da bigorna possui concavidade de modo a acomodar o meio comprimível, nesse caso

chamado de cápsula deformável. No centro da cápsula deformável há um furo passante onde é colocada a mistura reativa. O conjunto formado pelas superfícies de trabalho das bigornas das partes superior e inferior é denominado câmara de compressão, e no centro desta é colocado à cápsula com a mistura reativa. O deslocamento axial entre si das partes superior e inferior do DAP é responsável pela geração da alta pressão na cápsula deformável, a periferia desta, por sua vez, forma a gaxeta durante a etapa da compressão.

O problema chave de aperfeiçoamento da tecnologia industrial da produção dos materiais superduros pelo método das pressões estáticas consiste em elevar o rendimento dos DAP. Para isso é necessário desenvolver uma nova geometria das concavidades das bigornas de modo a garantir aumento na produtividade e diminuição dos custos.

Para o aumento da vida útil do DAP (que influência decisivamente no custo do produto obtido) têm grande importância as tensões de suporte nas peças mais carregadas (bigornas) do DAP. Essas tensões são fornecidas pela gaxeta e pelo cintamento. Por essa razão o estudo do estado mecânico das gaxetas é um problema técnico – científico para a produção racional dos materiais superduros, que determina o sucesso do processo na indústria. Portanto os objetivos do trabalho são:

1. Avaliação dos estado mecânico das gaxetas.
2. Elaboração de uma construção da cápsula deformável que possibilite aumentar o rendimento dos DAP usados na UENF.
3. Determinar material nacional (pedra litográfica) que possa atuar com sucesso como gaxeta.
4. Estudar as propriedades físico – químicas da pedra litográfica.
5. Analisar a influência da formação da gaxeta sobre as propriedades físico e mecânicas.
6. Analisar experimentalmente as deformações plásticas nas superfícies de trabalho das bigornas.

CAPITULO II – Revisão Bibliográfica

2.1. A Importância das Altas Pressões na Ciência e na Indústria.

O termo altas pressões se aplica a pressões hidrostáticas, ou quase – hidrostáticas acima de 1GPa, onde começa a existir sensível variação na maioria das propriedades de interesse para a Física do Estado Sólido e para a Engenharia dos Materiais. Apesar da dificuldade de se trabalhar com pressões muito elevadas, elas têm sido largamente utilizadas por representarem a maneira mais prática e controlável de se variar de modo significativo às distâncias interatômicas, parâmetro importantíssimo nas propriedades de um sólido. Além disso, como a pressão é uma variável termodinâmica, sua variação afetará o equilíbrio do sistema, possibilitando eventualmente transições de fases, para novos estados de equilíbrio. Esta possibilidade de criação de novas fases são interessantes para a ciência básica, onde novas fases são particularmente importantes, mas principalmente para produção materiais com determinadas propriedades de tecnológicos (Jornada, 1987).

A síntese dos MSD tais como o diamante e o cBN, representa hoje o maior uso da tecnologia das altas pressões. Atualmente tem havido muitos estudos sobre a produção de novas fases de materiais supercondutores e semicondutores (Jornada, 1987). Pressões em torno de 2GPa são usadas na indústria de compactação de pós, permitindo a sinterização de materiais com baixa porosidade. Esta área é interessante para o desenvolvimento das cerâmicas avançadas, onde propriedades específicas são obtidas através de um cuidadoso processamento. Há ainda previsões de que a técnica de compactação isostática a quente venha a se tornar imprescindível para a produção em massa de componentes cerâmicos que deverão equipar os motores térmicos do futuro, porém ela já é rotineiramente utilizada em algumas aplicações mais limitadas como a produção de ferramentas de corte de aço rápido e metal duro (Jornada, 1987).

A importância de novos materiais em aplicações críticas (indústrias aeroespacial, nuclear e conversão de energia) fornecerá maiores oportunidades para o campo das altas pressões (Spain, 1977).

2.2. Formas de Obtenção dos Materiais Superduros pelo Método Estático.

- *Síntese por Transição Direta de Fase.* A síntese dos diamantes ocorre sob pressões superiores a 13GPa em torno de 3000°C. A transição direta de fase do grafite para o diamante é a transformação da estrutura hexagonal para a estrutura cúbica (Pal'yanov et al, 1997).
- *Síntese na Presença de Metais Solventes Catalíticos.* É o processo mais estudado. A presença de elementos metálicos (pressão e temperatura), (Fe, Ni, Co, Mn, Cr, etc.) permite diminuir os parâmetros de pressão e temperatura da transição de fase do grafite para o diamante, em comparação com a transição direta. Esta forma de obtenção se subdivide em: síntese do diamante a partir do grafite por crescimento de filme (CF) e diamantes crescidos por gradiente de temperatura (CGT). O CF é o método básico na produção comercial dos diamantes sintéticos. A cristalização continua devido a diferença de solubilidade do grafite metaestável e do diamante estável, numa determinada temperatura sob alta pressão. O crescimento do diamante é realizado pela difusão do carbono através do filme (entre 0,01mm – 0,1mm) de metais fundidos que se formam em volta dos centros em que se iniciaram as cristalizações dos diamantes. O processo é caracterizado por altas taxas de crescimento e pela abundância de centros de cristalização. Essa forma de obtenção permite que cristais de até 1mm de partícula sejam produzidos (Pal'yanov et al, 1997).
O CGT é semelhante ao CF, contudo o transporte de carbono faz-se a partir de uma fonte, localizado numa temperatura mais elevada que a do cristal, para a superfície do mesmo, que está envolvida por metais fundidos.
- *Síntese Usando Catalisadores Não Metálicos e Cobre.* Pesquisas têm demonstrado que a 7,7GPa e a aproximadamente 2150°C a síntese do diamante ocorre na presença de determinados catalisadores de forma diferente daquela citada anteriormente. Carbetos, carbonáceos, óxidos, hidróxidos, sulfatos, cloretos e fosfatos são considerados como catalisadores solventes. O mecanismo do efeito desses compostos sobre a síntese ainda não está bem solucionado. Parece que alguns carbonatos de Li, Na, Ca, e Sr e Sulfatos de Na, Mg e Ca, e Hidróxidos de Mg e Ca, podem atuar como catalisadores do diamante na fase líquida. Quando a síntese se realiza na presença de óxidos de Cu, Mo, W e Ti, um completo ou parcial sistema de óxidos metálicos e óxidos de

carbono é estabelecido, este último funcionará como meio de transporte de carbono para a superfície do diamante que está crescendo. Sob pressões acima de 5,5 GPa numa faixa entre 1650°C - 1800°C o diamante é cristalizado na presença Na_2CO_3 fundido. É relatado também que acima de 6,0 GPa e sob temperatura acima de 1600°C o cobre apresenta efeito catalítico. Crescimento de diamantes foi alcançado usando Cu, Zn e Ge fundidos. Os novos catalisadores diminuem consideravelmente a taxa de crescimento do diamante em relação aos catalisadores tradicionais. Os hidrocarbonetos apresentam efeitos catalisadores no processo de transição do grafite para o diamante sob pressão de 8 GPa e temperatura entre 1200°C – 1600°C (Pal'yanov et al, 1997).

2.3. Esquema Tecnológico da Fabricação dos Materiais Superduros.

A tecnologia geral para a obtenção dos MSD pelo método das altas pressões estáticas pode ser dividida em etapas que influenciam decisivamente sobre a qualidade e o custo do produto final. A figura 2.1 mostra de forma generalizada às etapas (Ramalho, 1998). A seguir é apresentada uma descrição resumida dessas etapas.

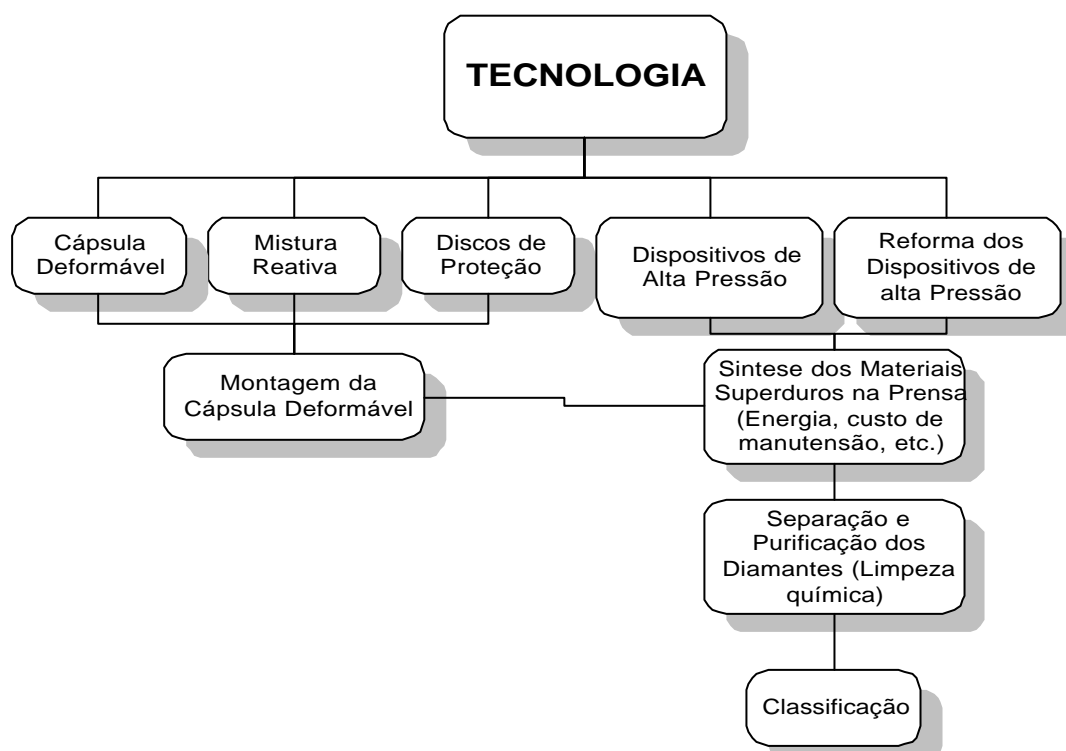


Figura 2. 1 - Esquema geral da tecnologia de obtenção dos materiais superduros.

Descrição das Etapas Tecnológicas:

- Cápsula Deformável. Produzidas a partir de materiais cerâmicos e usadas na síntese/sinterização dos materiais superduros, a produção dessas cápsulas representa um desafio técnico e científico. Primeiro devido a determinação do material a ser utilizado para a fabricação das cápsulas, pois este influi sobre as propriedades do produto a ser obtido, além de problemas ligados com a distribuição de tensões durante a compressão e no descarregamento do DAP. E segundo por estar relacionado com a fabricação de matrizes para a compactação do pó do material a ser utilizado, pois se deve considerar os diversos problemas, tais como a expansão elástica do material compactado, granulometria, geometria, grau de compressibilidade, ligantes, pressão de compactação, temperatura de secagem e outros (Gerasimovich et al, 1982). De acordo com as características de formação geológica da jazida as cápsulas também podem ser usinadas diretamente do material extraído, ou seja, em bruto.
- Mistura Reativa. Constitui na preparação da fonte de carbono, de acordo com a forma que será obtido o diamante, junto com os catalisadores. Na indústria normalmente se utiliza a liga de Ni-Mn que é fundida em fornos especiais e, depois de solidificada, são extraídos pequenos pedaços (cavacos) que serão depois colocados junto com grafite em pó fazendo uma mistura homogênea em camadas alternadas dentro da cápsula deformável (Novikov, 1983).
- Discos de Proteção. São feitos do mesmo material que a cápsula deformável, portanto têm que ter as mesmas características físicas sob alta pressão. Sua fabricação é por meio de matrizes ou usinado.
- Montagem da Cápsula Deformável. Esta etapa consiste na compactação da mistura reativa dentro da cápsula deformável e, se houver necessidade, fechamento das extremidades do furo da cápsula com os discos de proteção. A compactação da mistura reativa também exige matrizes de compactação especialmente construídas para esta finalidade.
- Dispositivo de Alta Pressão. Responsável pela conversão da força da prensa em alta pressão e pela transmissão da corrente elétrica que causa aquecimento da mistura reativa. O custo do DAP influi decisivamente no do produto, e de acordo

com o tipo de DAP utilizado pode-se obter diferentes tipos de materiais superduros.

- Reforma dos Dispositivos de Alta Pressão. Consiste em organizar o reaproveitamento das peças dos DAP após o mesmo ter atingido o limite da sua vida útil. Se, por exemplo, o DAP tipo bigorna com concavidade sofreu algum dano apenas na bigorna, este pode ter o cintamento aproveitado.
- Síntese dos Materiais Superduros na Prensa. Somente após toda a preparação descrita acima é que a cápsula, com a amostra (mistura reativa), no seu interior é colocada na câmara de compressão do DAP, que por sua vez é inserido no interior de uma prensa especial capaz de gerar força e corrente elétrica para o aquecimento. Obviamente há custos relacionados com manutenção mecânica do equipamento, consumo de energia elétrica e desgaste de blocos de apoio, e outros, que influenciam no orçamento final do produto.
- Separação e Purificação dos Diamantes. Depois da síntese o aglomerado resultante (mistura de grafite+liga de metais catalisadores+diamante) é removido do DAP. O aglomerado é então dissolvido em ácidos (normalmente $H_2SO_4+HNO_3$) para a liberação do diamante (limpeza química) (Shuda, 1986).
- Classificação. Os diamantes são classificados em grupos, de acordo com seu tamanho morfologia, pureza e condutividade elétrica. Por exemplo: diamantes sintéticos até $40\mu m$ são usados para polimento fino, lapidação e retífica. Diamantes entre $40\mu m$ e $500\mu m$ são utilizados para corte de metais duro, vidros, rochas e concreto, e na composição de rebolos para retificação de peças (Clark, 1998).

Os diamantes também são classificados segundo suas imperfeições como cristais extremamente perfeitos e cristais aparentemente imperfeitos. Comercialmente estes dois grupos são chamados de diamantes abrasivos para corte (DAC) e resinas abrasivas de diamantes (RAD). O primeiro possui boa resistência mecânica aliada à alta tenacidade. O segundo tem baixa resistência mecânica e são friáveis (Muncke, 1979).

2.4. Os Dispositivos de Alta Pressão Usados na Fabricação dos Materiais Superduros.

2.4.1. Histórico e Considerações Gerais.

Desde que os químicos descobriram entre 1792 - 1797 que os diamantes e o grafite são compostos pela mesma substância, surgiram esforços para converter um no outro. Dentre os que tentaram alcançar esse feito podem ser citados Boyle, Moisson, Lavoisier, Crookers, Davey, Friedel, Berthelot, Parsons, Tamann, Despretz, Ludwing, Bridgman, Leibig, Wohler e Bragg (Bobrovtnitchii, 2000).

Na década de 1920 foi amplamente divulgado que era possível fabricar diamante a partir do carbono do grafite. Isto estimulou vários cientistas a desenvolverem técnicas experimentais que pudessem ser utilizadas para este objetivo. Em 1938 Rossini e Jessup (Bundy, 1977) determinaram teoricamente as temperaturas de transformação do grafite em diamante com precisão suficiente que serviu de base para determinação, por meio de cálculos, dos valores de pressão e temperatura na qual as duas formas teriam igual energia termodinâmica. Desta forma foi possível determinar teoricamente uma linha de equilíbrio entre o grafite e o diamante, figura 2.2, mas somente até 800°C.

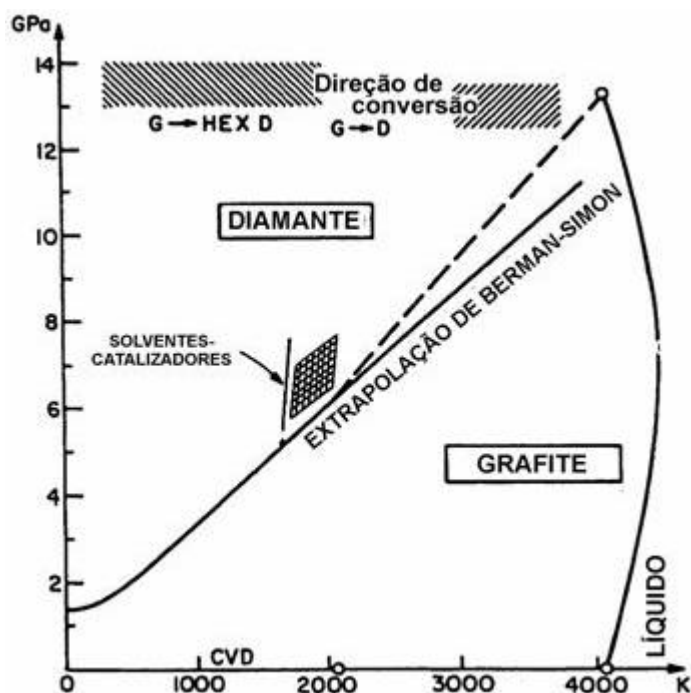


Figura 2. 2 – Linha de equilíbrio Diamante/Grafite (Bundy, 1977).

Neste âmbito destacam-se os trabalhos do físico Norte Americano Percy Willian Bridgman, que por seus avanços no campo das altas pressões recebeu o prêmio Nobel em 1948. O primeiro trabalho de Bridgman nesta área data de 1908 e o último de 1958. Bridgman contribui significativamente nos projetos de dispositivos de alta pressão (Hall, 1976), entre eles destaca-se o DAP tipo bigorna de Bridgman, que permite alcançar pressões acima de 20GPa e emprega o princípio de massa suporte, figura 2.3. Em 1941 a Carburundum Company, a Norton Company e a General Electric Company financiaram por cinco anos os trabalhos de Bridgman para construção de um dispositivo que permitisse a síntese do diamante. Os mais importantes resultados desse esforço foram à realização de experimentos onde o grafite era aquecido a 3000°C por uns poucos segundos numa pressão de 3 GPa. Estes experimentos demonstraram pela primeira vez o efeito da pressão na transição entre grafite e diamante. Bridgman freqüentemente comprimiu o grafite dentro da região de estabilidade do diamante mas sem produzi-lo. Hoje se reconhece que a grande barreira cinética, que separa a hidridação do grafite (sp^2) da hidridação do diamante (sp^3), constituiu no obstáculo que impediu o sucesso de Bridgman na síntese (Muncke, 1979).

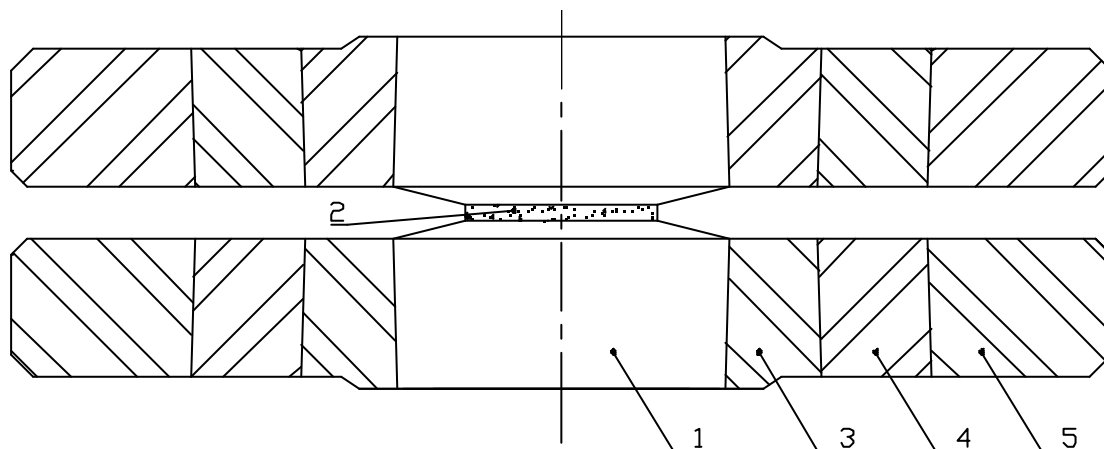


Figura 2. 3 – Dispositivo de alta pressão tipo bigornas de Bridgman, onde: 1 – Bigorna; 2 – Disco/amostra; 3, 4 e 5 – Anéis de cintamento.

No início dos anos 50 a equipe composta pelos cientistas H. T. Hall, F. P. Bundy, H. M. Strong e R. H. Wentorf, do Laboratório de Pesquisas da General Electric Company, começou a investigar o problema da síntese dos diamantes de duas formas: projetar o dispositivo de alta pressão e analisar as reações químicas possíveis. Teoricamente estava evidente que para produzir diamantes era necessário produzir alta pressão e temperatura, mas era desconhecido naqueles

anos qualquer dispositivo que pudesse obter e manter por um período significativo, altas pressões e temperaturas. Após alguns fracassos, que resultaram no acúmulo de conhecimentos, essa equipe desenvolveu um dispositivo que provou ser capaz de gerar e manter 5GPa sob temperaturas acima de 2000°C. Esse dispositivo foi denominado “Belt” e sua construção incorporou alguns componentes feitos de metal duro.

Oficialmente a síntese dos diamantes foi realizada com sucesso pela primeira vez em 16 de dezembro de 1954 no Laboratório de Pesquisas da General Electric Company em Detroit, EUA, utilizando o “Belt”, provando definitivamente a possibilidade de se obter diamantes pelo método das altas pressões estáticas sob elevadas temperaturas (Hall, 1976).

Contudo na década de 1950 os cientistas da General Electric não estavam sozinhos na tentativa de fazer diamantes. Não sabiam eles que a Companhia Elétrica Sueca, ASEA, já vinha financiando secretamente um excêntrico cientista chamado Baltazar Von Platen para sintetizar diamantes. Em 1949 a ASEA contratou uma equipe de cinco cientistas e engenheiros encabeçados por Erik Lunblad.

Como a General Electric, a equipe de Von Platen sabia que alta pressão e alta temperatura eram necessários para “quebrar” as ligações atômicas do grafite. E como a General Electric, eles também tiveram dificuldades de fazer uma máquina resistente o bastante para criar aquelas condições. A prensa de diamantes deles tinha uma concepção completamente diferente. Esta era formada por seis bigornas em forma de pirâmide, que quando juntadas formavam uma esfera em torno de uma amostra de grafite. A estrutura completa era envolvida por uma jaqueta de cobre e suspensa num tanque cheio de álcool submetido a 600MPa de pressão.

O aparelho completo era capaz de produzir pressões acima de 5GPa e a amostra de grafite era envolvida por térmite (mistura em partes iguais de pó de óxido e ferro e pó de alumínio), embora esta fosse capaz de elevar a temperatura até 2000°C, era instável e, combinada com o álcool, potencialmente explosiva.

O problema para a equipe sueca era que a máquina estava tão complicada que cada vez que eles colocavam o dispositivo sob alta pressão e alguma coisa quebrava, este tomava um dia inteiro para reparar o defeito e reconstruir o dispositivo. Eventualmente eles também perceberam que a adição de carbetos de

ferro na amostra de grafite diminuía o ponto de fusão da mesma. Eles tinham certeza que haviam descoberto a teoria da fabricação dos diamantes.

Em 16 fevereiro de 1953, aproximadamente um ano antes da General Electric, Erik Lundblad gerou altas pressões superiores a 8,3GPa e temperaturas de aproximadamente 2000°C por uma hora completa. Depois de se livrado da parcela de carbono agregado, ele ficou atônito, pois encontrou cristais de diamantes, não maiores que grãos de areia. Infelizmente, para Von Platen, a ASEA decidiu manter o experimento em segredo para evitar um competidor de roubar o “Know How” deles, como consequência o experimento não foi duplicado ou publicado, uma condição primordial para o reconhecimento científico das invenções, até depois do anúncio da General Electric. Como resultado o mundo técnico/científico jamais reconheceu oficialmente que foi a equipe de Von Platen que de fato fez o primeiro diamante sintético (Bundy, 1977).

Extra oficialmente se aceita que a equipe de cientistas trabalhando para ASEA obteve sucesso na síntese dos diamantes em 1953, com um dispositivo de altas pressões tipo multipistões de compressão hidrostática multiaxial. Tanto a equipe americana quanto a sueca utilizaram metais catalisadores para superarem barreira cinética e servir como meio de transporte de carbono, como foi sugerido pela primeira vez pelo cientista russo Leipunskii em 1939 (Novikov, 1985).

Talvez existam tantos dispositivos de alta pressão quanto pesquisadores, pois cada pesquisador parece desenvolver certos aspectos de acordo com o seu próprio ponto de vista e necessidade (Hall, 1964). Mas industrialmente observa-se que há um limitado número de dispositivos para o uso na síntese dos materiais superduros. Estes são: Bigornas com Concavidade, Belt – Girdle e Multipistões.

2.4.2. Dispositivos de Alta Pressão tipo Belt e Girdle.

O Belt foi o primeiro dispositivo capaz de operar altas pressões e altas temperaturas por um longo período de tempo. Pressões da ordem de 10GPa e temperaturas próximas a 2000°C foram alcançadas (Hall, 1976). A figura 2.4 mostra as várias partes de um “Belt”, que são descritas como: dois pistões cônicos de metal duro (1) que se movem entre si na direção a uma câmara de compressão cônica feita também de metal duro (2). A pressão é transmitida para a amostra, mistura reativa, contida dentro de um tubo de molibdênio (3). Este tubo serve como

um elemento de aquecimento por resistência elétrica da amostra. Tubos de grafite e tântalo também podem ser usados. A pressão é transmitida para a amostra contida dentro do tubo (3) pela cápsula de pirofilita (4). A pirofilita serve também como isolante termo-elétrico. A corrente elétrica passando através do tubo (3) serve para aquecer a amostra. A corrente entra neste tubo através do disco de molibdênio (6), que por sua vez encosta-se num anel de aço (5), que entra em contato com o topo do pistão. Um cilindro pequeno de pirofilita (7) fornece isolamento térmico às extremidades do tubo de molibdênio. O conjunto de gaxetas, composto de pirofilita (8 e 10) e aço (9), é responsável por manter a pressão dentro da câmara.

Anéis de cintamento feitos de aço endurecido (11) e (12) fornecem apoio lateral para a câmara. Os anéis de cintamento (13) e (14) fazem o mesmo para os pistões cônicos. Anéis (15) e (16) são feitos de aço macio de baixo carbono e são montados com o objetivo de absorver a energia liberada numa eventual falha dos anéis de cintamento. Para sustentarem as altas temperaturas de operação a câmara e os pistões cônicos devem ser constantemente resfriados. (Hall, 1976).

O "Belt" usa cápsula deformável de maneira similar a usada nas bigornas de Bridgman, mas existe algumas diferenças. Nas bigornas de Bridgman a gaxeta é um anel plano. O movimento dos pistões durante a compressão é determinado pela quantidade de material da gaxeta que pode ser comprimida. Para mais compressão deve-se aumentar a espessura da gaxeta. Entretanto para isso existe um limite de espessura da gaxeta. Se esse limite é superado a gaxeta se quebrará em pedaços permitindo que a amostra seja ejetada da câmara de compressão. No "Belt" a gaxeta é colocada num ângulo menor que o ângulo reto do eixo axial, como é mostrado na figura 2.5. No projeto do "Belt" a espessura "t" entre as setas A é a mesma espessura crítica se fosse usado um DAP tipo bigorna de Bridgman com um equivalente diâmetro das faces de trabalho. Entretanto no "Belt" o movimento relativo entre o pistão cônico e o cilindro cônico ocorre ao longo do eixo B. Neste eixo a espessura da gaxeta é dada por $s=t/\cos\theta$. Portanto o curso é correspondentemente maior se comparado com os dispositivos tipo bigorna e isto possibilita comprimir grandes volumes de amostras, o que na prática significa maior produção de diamantes. A força perpendicular atuando na área de contato entre a gaxeta e os componentes de metal duro (A) é reduzida pelo $\cos\theta$. Porém o atrito entre a gaxeta e o metal duro também será reduzido pelo $\cos\theta$. Quando este torna-se muito pequeno a gaxeta explodirá sob uma determinada pressão. (Hall, 1976).

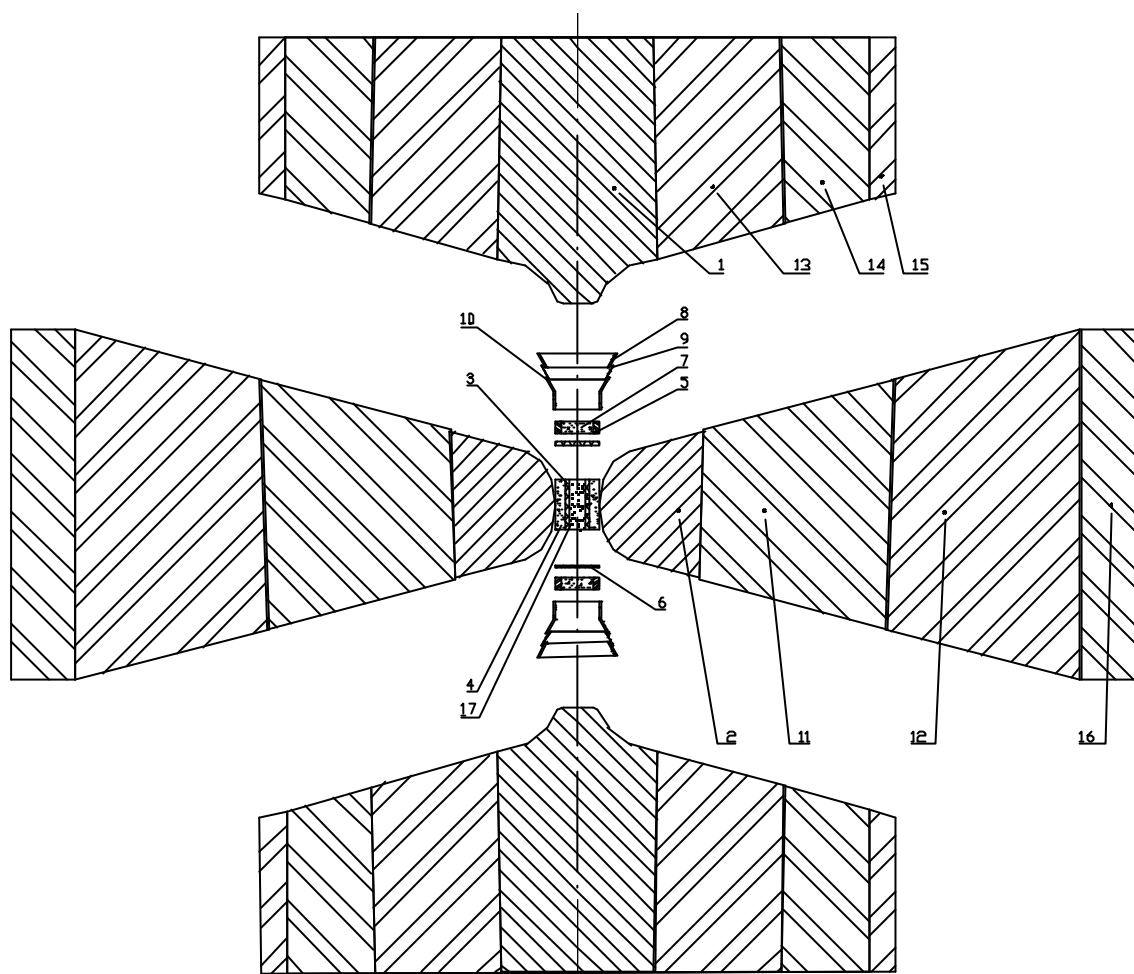


Figura 2. 4 – Secção do dispositivo de alta pressão tipo "Belt". 1 – Pistão de carbeto de tungstênio; 2 – Câmara de compressão de carbeto de tungstênio; 3 – Tubo aquecedor de molibdênio; 4 - Cápsula deformável de Pirofilita; 5 – Anel de aço; 6 – Disco de molibdênio; 7 – Cilindro de pirofilita; 8, 9 e 10 – Gaxeta composta de pirofilita e aço; 11, 12, 13 e 14 – Anéis de cintamento feitos de aço de alta resistência mecânica; 15 e 16 – Anéis de segurança feitos de aço macio; 17 – Mistura reativa (Hall, 1976).

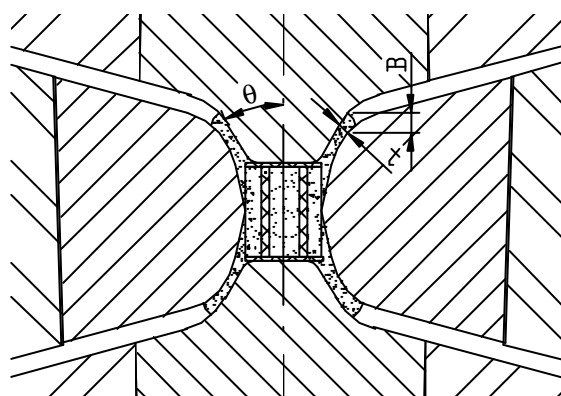


Figura 2. 5 – Detalhe da câmara de compressão do dispositivo tipo "Belt" (Hall, 1976).

Muito similar ao projeto do “Belt” é o que foi concebido por Wendel B. Wilson (Bundy, 1977) e denominado de “Girdle”, figura 2.6. Este dispositivo alcança 8GPa sob temperaturas superiores a 2500°C. Para muitas aplicações comerciais este dispositivo é preferível, pois sua fabricação é relativamente simples e apresenta grande volume na câmara de compressão (Bundy, 1977).

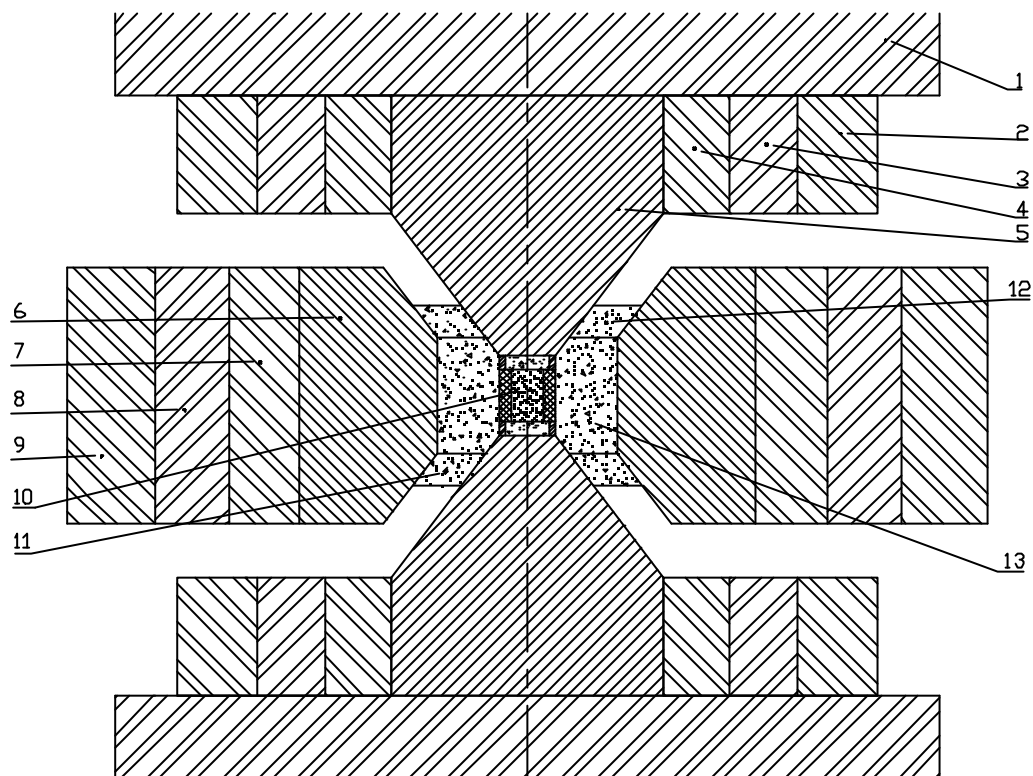


Figura 2. 6 – Esquema da seção transversal de um DAP tipo “Girdle”. 1 – Bloco de apoio superior da prensa; 2, 3,4 – Anéis de cintamento; 5 – Pistão de metal duro; 6 – Matriz de metal duro; 7, 8 e 9 – Anéis de cintamento da bigorna; 10 – Mistura reativa (Bundy, 1977).

2.4.3. Dispositivo de Alta Pressão tipo Multipistões (cúbico, tetragonal e outros).

A equipe de Von Platen desenvolveu em 1953 o DAP tipo multipistões cúbico a qual foi utilizado na primeira síntese não oficial dos diamantes. Neste equipamento, seis bigornas em forma de pirâmides, e com um determinado espaço entre elas, são montadas em torno de uma amostra formando uma câmara de compressão cúbica, figura 2.7a. Todo o conjunto é envolvido por uma membrana esférica feita de material deformável. O dispositivo é imerso num fluido que pode ser comprimido a alta pressão. Desse desenho foi desenvolvido à esfera deslizante

de Kaway (Onodera, 1987), que depois passou a usar dois estágios, figura 2.7b. Pressões de até 10GPa foram alcançadas com este dispositivo.

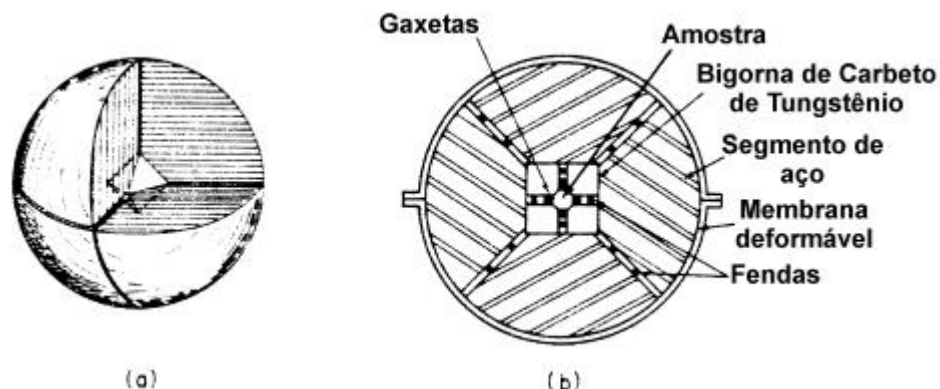


Figura 2. 7 – Dispositivo multipistões cúbico de esfera (a) Esquema mostrando o princípio de funcionamento das esferas deslizantes. Durante operação a esfera está envolvida por uma membrana de borracha deformável. Quando imerso num fluido hidrostático os segmentos são unidos, comprimindo a amostra. (b) Versão de dois estágios do dispositivo de esferas deslizantes. Os segmentos mais externos são feitos de aço e os segmentos internos são de carbeto de tungstênio. (Bundy, 1977).

O mais relevante avanço tecnológico na aplicação dos multipistões representa o sistema de bigornas deslizantes. A idéia fundamental é permitir que as bigornas suportem umas as outras de forma que as tensões desviadoras mantenham-se abaixo da resistência do material da bigorna durante a geração da alta pressão, figura 2.8. Na China são utilizados industrialmente os multipistões cúbicos, onde cada pistão é movido por cilindro hidráulico. A sincronização do movimento dos pistões é obtido por sistemas eletrônicos (Bobrovnichii, 2003).

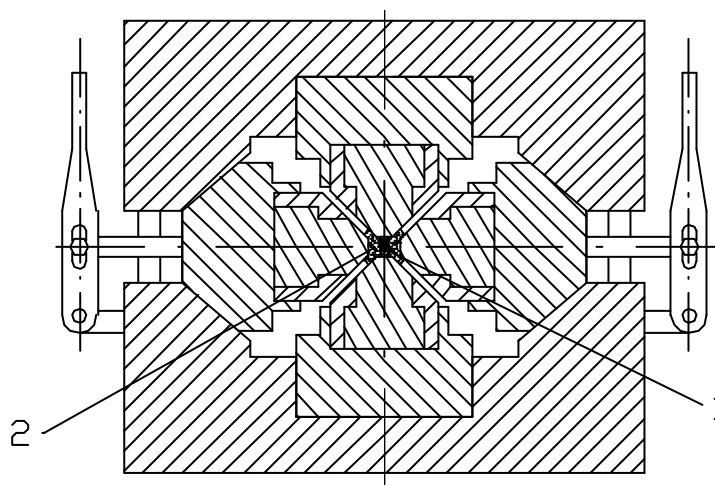


Figura 2. 8 – Dispositivo de alta pressão tipo multipistões cúbico com bigornas deslizantes (Onodera, 1987), onde: 1 – Mistura reativa; 2 – Gaxeta.

O DAP tipo multipistões cúbico é o mais utilizado industrialmente. Os demais tipos são empregados na ciência e em pesquisas. Ele possui o maior volume da câmara de reação em relação a todos o DAP e apresenta também boas condições hidrostáticas no seu volume, aproximadamente 25%, contudo sua operação é complicada e possui problemas relacionados com a vida útil das bigornas e sincronismo entre os pistões, quando são usados pistões acionados por cilindros hidráulicos (Novikov, 1990).

Estudos realizados (Spain, 1977) revelam que os principais fatores mecânicos que influenciam no rendimento dos multipistões são: características do material da cápsula e da gaxeta, calibração, distribuição da pressão, resistência elétrica da amostra e da gaxeta, ciclo de carregamento, etc.

O primeiro multipistões a ser utilizado na síntese dos materiais superduros foi o tetragonal em 1957. Inicialmente desenvolvido por Hall (Smith, 1974), muitas outras versões dessa construção tem sido fabricadas. Este dispositivo pode ser considerado como uma versão das bigornas de Bridgman em que as bigornas atuam em vários eixos, contudo o princípio da massa suporte é menos empregado.

A figura 2.9 mostra a lógica de um dispositivo tetragonal. No centro a amostra é comprimida simultaneamente por quatro bigornas acionadas independentemente por quatro cilindros hidráulicos. As bigornas possuem a forma de pirâmides triangulares truncadas na região da superfície de trabalho, mudando para a forma cilíndrica na região da base. Inicialmente a cápsula tetraédrica é comprimida de forma que seu material, normalmente pirofilita, é extrudado para as fendas entre as bigornas formando gaxetas. As bigornas fornecem tensões de suporte uma as outras através da carga sobre as gaxetas. Portanto o sucesso da operação com este dispositivo, e também de outros como o "Belt", depende da correta escolha do material da gaxeta. Este tem que ser capaz de deformar quando a carga é aplicada e ainda suportar grandes diferenças de tensão na seção transversal (Bobrovnitchii, 2000).

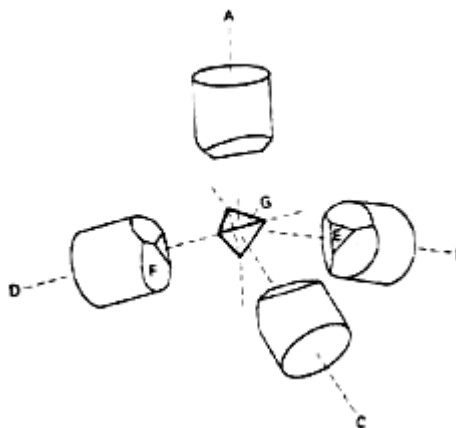


Figura 2. 9 – Esquema do princípio de funcionamento do DAP tipo multipistões tetragonal (Hall, 1976).

2.4.4. Dispositivos de Alta Pressão tipo Bigornas com Concavidade.

Esses dispositivos empregados na fabricação comercial dos MSD foram desenvolvidos a partir da década de 1960 principalmente nos países do leste europeu, como a Rússia, na época URSS. Suas vantagens são: simplicidade de operação, baixo custo de fabricação, alta produtividade, possibilidades de automação, etc. Na indústria dois tipos são mais utilizados:

- Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal:

É normalmente usado para síntese e sinterização de materiais superduros, sua capacidade de pressão atinge até 8GPa sob temperaturas até 1800°C. A figura 2.10 mostra as várias partes desse dispositivo, que são descritas como: duas bigornas (1), feitas de metal duro e com cavidades esféricas e toroidais na suas superfícies de trabalho, que se movem entre si formando a câmara de compressão. A alta pressão gerada na câmara é transmitida para mistura reativa (2) contida dentro da cápsula deformável (3), feita de calcita, que sob deformação passa a funcionar como gaxeta na região da concavidade toroidal, retendo a pressão na mistura reativa. A calcita também funciona como isolante termo-elétrico. A mistura reativa faz contato em ambas as extremidades com as superfícies de trabalho das bigornas, servindo desse modo como parte do circuito elétrico para o seu aquecimento por resistividade.

Anéis de cintamento feitos de aço alta resistência mecânica (4) fornecem apoio lateral para as bigornas. O anel mais externo de cada cintamento é feito de aço com menor grau de dureza que os demais com o objetivo de absorver a energia liberada numa eventual falha. A cavidade toroidal ao redor da concavidade esférica influi fortemente na eficiência da geração de pressão do dispositivo, pois devido a sua presença forma-se uma gaxeta (Novikov, 1985).

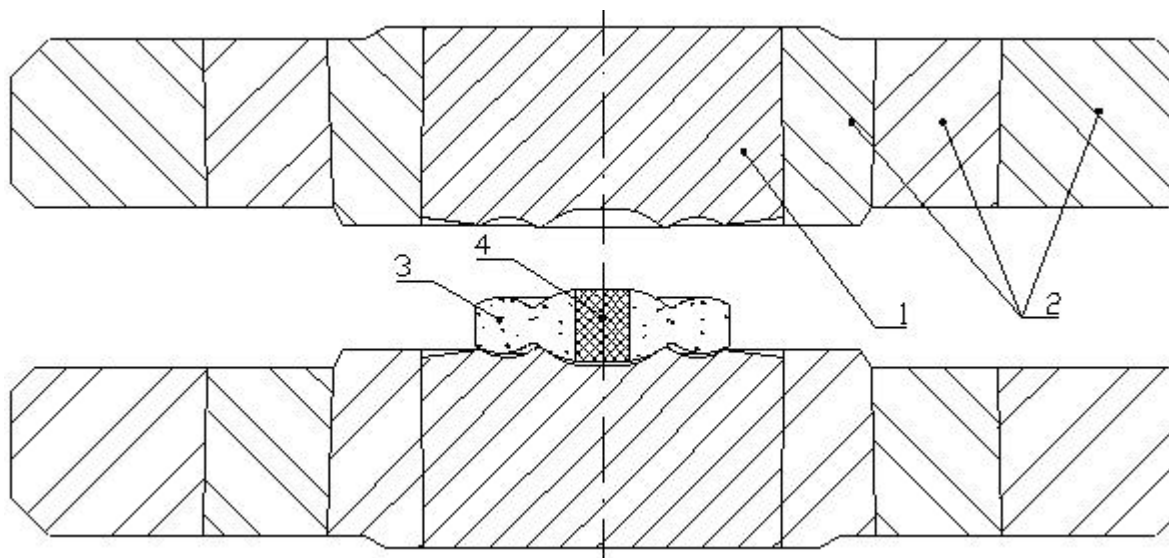


Figura 2. 10 – Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal. 1 – Bigorna de carbeto de tungstênio ou aço rápido; 2 – Anéis de Cintamento feitos de aço especial; 3 – Cápsula deformável; 4 – Mistura reativa.

- Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidades cônicas:

É usado para síntese de materiais superduros, sua capacidade de pressão atinge até 6GPa sob temperaturas próximas a 1600°C. A figura 2.11 representa as partes desse dispositivo que possui o princípio de funcionamento semelhante ao descrito no dispositivo anterior, sendo as seguintes diferenças principais entre ambos:

- 1 Uso do anel polimérico ao redor da cápsula com o objetivo de fornecer suporte a cápsula durante os estágios iniciais de formação da gaxeta. Desse modo o material da cápsula, a calcita, extruda-se entre as cavidades em torno da concavidade e forma uma gaxeta de maior espessura e com maior uniformidade.
- 2 Utilização de bigornas feitas de aço rápido devido à diminuição do custo.

- 3 Maior volume da câmara de compressão e, conseqüentemente, elevados valores de tempo e pressão hidráulica.

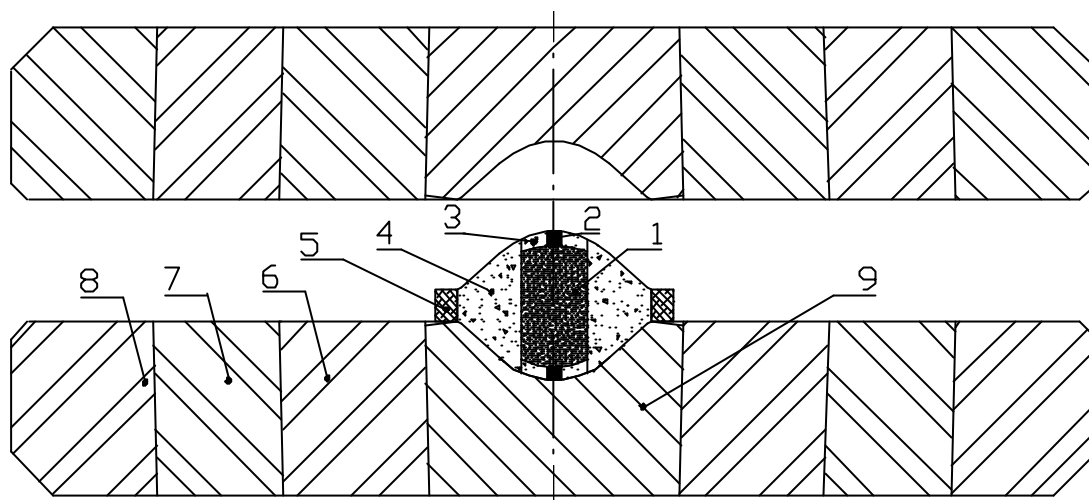


Figura 2. 11 – Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidades cônicas. 1 – Mistura reativa; 2 – cilindro condutor de grafite; 3 – Disco de proteção; 4 – Cápsula deformável; 5 – Anel de material polimérico; 6, 7, 8 – Anéis de cintamento; 9 – Bigorna de aço rápido;.

Em ambos os dispositivos o aumento da espessura crítica da gaxeta está relacionado ao aumento da estabilidade de trabalho das peças do DAP e, conseqüentemente, da sua vida útil. A experiência mostra uma maior espessura crítica diminui a pressão na periferia da concavidade, o que elimina o carregamento excessivo da mesma sob aplicação da força de trabalho. Isto também diminui a pressão na zona reativa durante o descarregamento o que acarreta numa menor possibilidade de desenvolvimentos de explosões ou estouros (Novikov, 1985).

2.4.5. Distribuição da Pressão e Temperatura na Câmara de Compressão dos DAP.

- Pressão e Temperatura no DAP tipo "Belt".

A análise da pressão restringe-se apenas aos elementos mais carregados, que são, sob o ponto de vista da resistência dos materiais, a câmara e o pistão.

Assumindo que a mistura reativa e cápsula deformável comportam-se como um líquido ideal, a pressão (P_0) é constante na região onde elas atuam. Já o

carregamento nas laterais cônicas do pistão e da câmara é realizado pelo material da gaxeta (normalmente pirofilita). A distribuição da pressão $p(s)$ nessas laterais pode ser descrita com base nas relações obtidas nas bigornas de Bridgman, ou seja (Vrbka, 1987):

$$p(s) = P_0 e^{-\frac{2\nu}{t}s}$$

Onde: ν é o coeficiente de atrito interno do material da gaxeta ;.

t - espessura da gaxeta sob carregamento;

s – variável linear na direção “ t ”.

A figura 2.12 representa a idealização dessas pressões sobre as superficiais de trabalho do pistão.

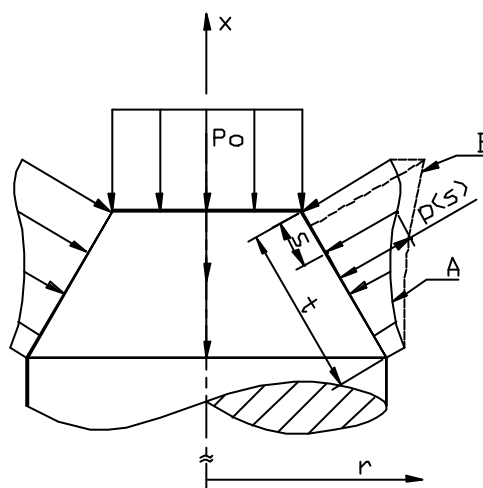


Figura 2. 12 – Pressões atuando no pistão do “Belt”. A curva “A” corresponde ao estado de tensão no início do carregamento e a curva “B” representa o estado de tensão durante a síntese (Vrbka, 1998)

Do modo semelhante idealiza-se a distribuição das pressões P_0 e $p(s)$ nas superfícies laterais cônicas da câmara como apresentada na figura 2.13.

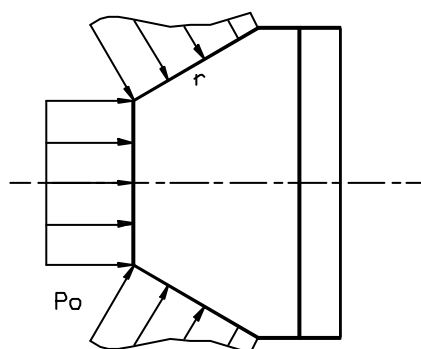


Figura 2. 13 – Pressões atuando na câmara do “Belt” (Vrbka, 1998).

Sobre a distribuição da temperatura na câmara de compressão do DAP tipo “Belt” não foi encontrado informações disponíveis.

- *Pressão e temperatura no DAP tipo “Multipistões”:*

Extensivas investigações foram realizadas sobre o comportamento mecânico da gaxeta dentro dos sistemas de geração de alta pressão, devido o modo de geração da pressão ser controlado pelas propriedades da mesma. As propriedades da gaxeta afetam a distribuição das tensões nas bigornas e o projeto otimizado dela é fortemente dependente das propriedades mecânicas dos materiais da bigorna, que são apoiados lateralmente pelo carregamento gerado na compressão da gaxeta, ou seja, pelo suporte lateral (Bobrovnitchii, 2000).

Na ordem para realizar a geração de pressão estável deve-se considerar dois requisitos para as características mecânicas das gaxetas: compressibilidade das gaxetas e suporte lateral.

A gaxeta deve possuir uma apropriada compressibilidade, capacidade de reduzir sua espessura, seja por compressão elástica, por compressão plástica, ou ambas. Quando as gaxetas são bastante “duras” elas não reduzem sua espessura sob compressão. Quando elas são muito macias elas não permanecem na posição e são extrudadas violentamente (explosão) devido ao elevado gradiente de pressão dentro das gaxetas.

Gaxetas que trabalham como suporte lateral tem que ter uma apropriada distribuição de pressão sobre os flancos de cada bigorna de forma a manter tensões diferenciais nas bigornas abaixo da resistência do material da bigorna para segurança da mesma, mas tão grande quanto possível para eficiente uso da resistência da bigorna. Isto é chamado de “intensificação condicional da pressão”, na qual a máxima resistência das bigornas é completamente empregada para gerar altas pressões por meio de sucessivos suportes laterais (Kozuki, 1986).

O estado de tensões nas bigornas é determinado pelas condições de fronteira, ou seja, pelas tensões atuando sobre todas as superfícies das bigornas em contato com as gaxetas e o meio comprimível. Portanto o estado mecânico das gaxetas é o fator primário no controle do estado de tensões nas bigornas e também na geração de pressão. A figura 2.14 representa as tensões na superfície de

trabalho de umas das bigornas de um dispositivo tipo multipistões cúbico (Yoneda et al, 1984).

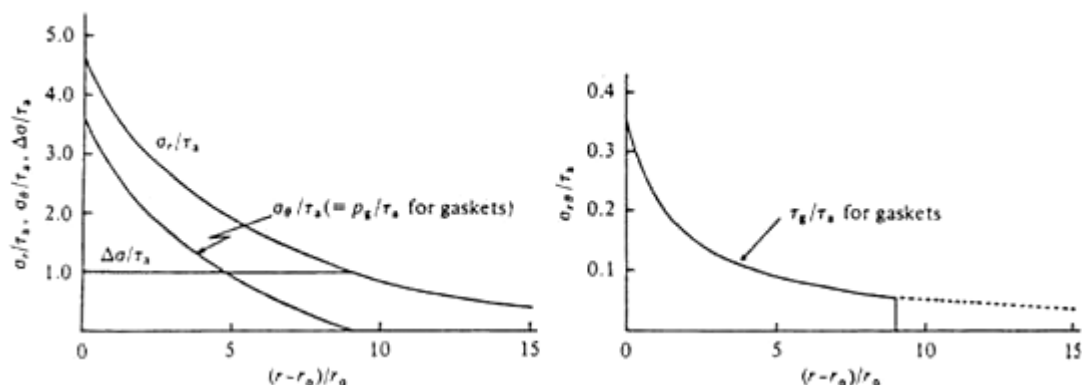


Figura 2. 14 – Magnitudes das tensões radiais, $\sigma_r(r)$, tensões tangenciais, $\sigma_\theta(r)$, diferença entre as tensões principais, $\Delta\sigma(r)$ e tensão de cisalhamento, $\sigma_{r\theta}(r)$, sob a limitação $\Delta\sigma(r)=\tau_a$, onde τ_a é uma característica do material. As dimensões da gaxeta são limitadas pelas relações $\omega=0,31$, onde ω =altura/comprimento da aresta truncada da bigorna, e $(R_0-r_0)/r_0=9$, onde R_0 é o raio externo da gaxeta e r_0 é o raio interno. Cada tensão é normalizada por τ_a . $\sigma_\theta(r)$ e $\sigma_{r\theta}(r)$ dados aqui para bigornas são identificados com $p_g(r)$ e $\tau_g(r)$, respectivamente, nas gaxetas (Yoneda et al, 1984).

Sobre a distribuição de temperatura na câmara de compressão do DAP tipo multipistões não foi encontrado informações disponíveis.

- *Pressão e temperatura no DAP tipo "Bigorna com Concauidades Cônicas"*.

Cálculos numéricos foram usados para estudo e determinação do estado de tensão e deformação nos componentes dos dispositivos de alta pressão tipo bigorna com concavidade quando estes são submetidos à compressão, aquecimento, resfriamento e descarregamento. Estes estudos priorizam as grandes deformações plásticas e elásticas sob altas pressões e altas temperaturas, considerando a anisotropia dos materiais e o atrito de contato entre os elementos (Novikov, 1984).

Nesses estudos foi determinado que as propriedades elásticas da cápsula deformável não influem significativamente no estado de tensão e deformação dos

componentes do dispositivo de alta pressão, portanto a escolha do material da cápsula é governada apenas pelo seu comportamento plástico (Novikov, 1984).

Os cálculos revelam que a pressão no interior da mistura reativa dentro da cápsula/gaxeta não excede a 40% do valor da pressão máxima obtida em torno da mesma, este comportamento é consistente com os valores obtidos experimentalmente. Desconsiderando a relação entre temperatura e comportamento plástico do material da gaxeta, a pressão na mistura reativa torna-se aproximadamente 60% do valor máximo. Portanto os materiais da gaxeta devem ser escolhidos de forma que o comportamento plástico deles mostre mínima dependência em relação à temperatura (Novikov, 1984).

A figura 2.15 mostra o resultado da distribuição de tensões nas cápsulas para os seguintes casos: (a) compressão a frio; (b) compressão com aquecimento sob temperaturas próximas a de síntese (1200°C); (c) durante o descarregamento.

Tentativas de modelamento computacional da distribuição da temperatura no DAP tipo bigorna com concavidade foram realizadas conforme exemplificado na figura 2.16 num esquema simplificado da câmara de alta pressão.

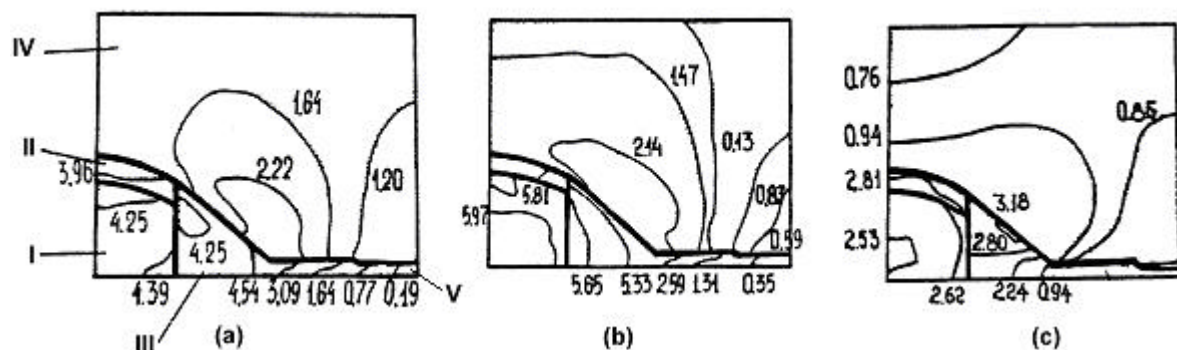


Figura 2. 15 – Distribuição da pressão (GPa) num DAP tipo bigorna com concavidade sob compressão, aquecimento e descarregamento, onde: I – Mistura reativa; II - Disco Aquecedor; III – Cápsula deformável; IV – Bigorna; V – Gaxeta; (a) Compressão com cápsula deformável; (b) Compressão sob aquecimento; (c) Descarregamento sob força de 0,24 da força máxima (Levitas, 1983).

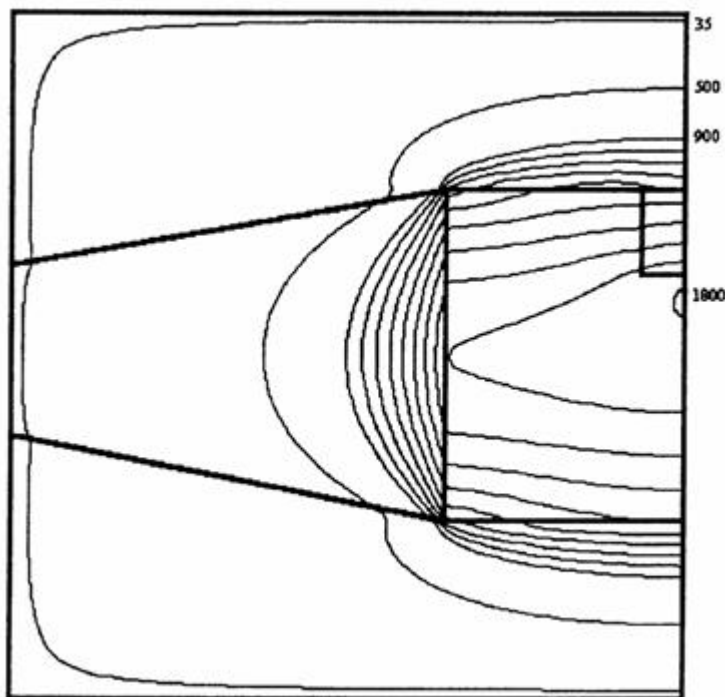


Figura 2. 16 – Perfil da temperatura em graus Celsius no DAP tipo bigorna com concavidade. (grafite tipo 1, $V=1,6V$; $I=976A$; $P=1562W$). As isotermas que não estão identificadas na figura variam em intervalos de $100^{\circ}C$ em relação aos valores mostrados. (Rangel, 1998).

2.5. O Meio Comprimível nos DAP Tipo Bigorna com Concavidade.

2.5.1. Análise das Cápsulas e Gaxetas Usadas para a Geração de Altas Pressões e Consolidação dos Elementos do DAP.

Atualmente existe uma grande quantidade de materiais que podem ser utilizados como cápsulas deformáveis para os DAP. Além da capacidade de transmitir e manter alta pressão, estes materiais devem ter boa resistência e estabilidade química, boa conformabilidade, baixo custo de obtenção, fácil processamento e conter componentes não tóxicos (Borimskii, 1985).

Para a escolha do material da cápsula é necessário saber suas propriedades mecânicas. A característica mais importante é a resistência ao cisalhamento e a sua compressibilidade. Além disso, para avaliação do curso de compressão, são necessários dados sobre a espessura da gaxeta submetida a diferentes pressões. É importante notar que no processo de formação da gaxeta há influência dos

seguintes itens: volume da câmara de compressão (concauidades), volume e densidade da mistura reativa, material e dimensões do anel polimérico (quando utilizado) dimensões externas, ângulos da superfície adjacente à concauidade, quantidades e dimensões dos ressaltos ou (reentrâncias) na superfície de trabalho (Novikov et al, 1985).

A otimização da cápsula pode ser feita para vários parâmetros. O parâmetro mais relevante é o índice econômico, o DAP para a síntese dos materiais superduros deve ter o menor custo de produção possível sob uma determinada força. Isto pode se alcançado aliando aumento da vida útil das peças do DAP em função do volume de trabalho e da eficiência mecânica do DAP, que significa relação entre esforço útil que atua somente na concauidade e o esforço gerado pela prensa hidráulica (Novikov, 1985).

As bigornas dos DAP são normalmente fabricadas de metal duro. Devido às severas condições de síntese (alta pressão e alta temperatura), esse material tem que possuir elevada resistência mecânica e térmica. A fratura (explosão) da gaxeta na região de alta pressão, causada pela perda da sua rigidez, gera cargas dinâmicas sobre o DAP, o que reduz significativamente sua vida útil, além de causar danos na prensa. Portanto a vida útil das bigornas é determinada pela distribuição das tensões sobre as mesmas (Novikov, 1985).

2.5.2. Estudo das Propriedades Físico – Mecânicas dos Materiais Usados Para Cápsula Deformável e Gaxetas.

Alguns pesquisadores (Wakatsuki, 1972; Gerasimovitchi, 1996) avaliaram a resistência ao cisalhamento dos materiais cerâmicos utilizados na fabricação das cápsulas deformáveis. Isso foi realizado comprimindo entre as bigornas de Bridgman, os discos/amostras feitos de pó dos materiais cerâmicos estudados. Esses discos eram fabricados por meio da compactação de pós, tendo o diâmetro igual ao das superfícies de trabalho das bigornas. A espessura dos discos era variável, a fim de se realizar cada compressão com uma espessura de disco diferente. A pressão de compressão era aumentada até um valor máximo, estabelecido previamente por um ensaio de calibração de pressão (esse ensaio esta detalhadamente descrito no capítulo IV). Os discos foram então comprimidos na ordem da menor para a maior espessura. A espessura inicial do disco era então

relacionada com a espessura final (alcançada sob compressão máxima). O resultado para cada disco com espessura diferente era anotado e registrado sob a forma de tabelas e gráficos.

Esse procedimento experimental revelou que a espessura final aumenta proporcionalmente a espessura inicial até um determinado valor. Após isso, a espessura final torna-se independente da espessura inicial. Isso determina que a máxima espessura de compressão de material (para um certo valor de pressão) foi alcançado. Essa espessura máxima de compressão, também denominada de espessura crítica, está relacionada com a resistência ao cisalhamento, podendo ser descrita pela seguinte fórmula:

Portanto a metodologia descrita acima é uma forma simples que pode ser utilizada para selecionar materiais cerâmicos para uso como cápsulas deformáveis (Wakatsuki, 1972).

Devido a simples construção, o dispositivo tipo Bigorna de Bridgman adquiriu ampla aplicação nas investigações sobre o processo de geração de pressões nas gaxetas e seu comportamento sob elevadas temperaturas (Wakatsuki, 1998).

Segundo pesquisas realizadas (Okai et al, 1973) a pressão é gerada dentro dos discos/amostras da seguinte forma: quando a carga é aplicada sobre as bigornas de Bridgman um fluxo plástico ocorre dentro dos discos/amostras na região anular próxima a periferia, formando a gaxeta. Uma pequena quantidade de material é extrudado para fora da câmara de compressão, ao passo que na região de escoamento uma força de atrito igual à resistência ao cisalhamento do material começa a atuar na interface entre a bigorna e o material da gaxeta. A pressão na região mais interna é mantida pela ação dessas forças de atrito. Quando pequenas cargas são aplicadas o escoamento plástico atua na periferia. Entretanto se as cargas são elevadas além de um determinado valor crítico, toda a gaxeta estará sob escoamento plástico e sua espessura diminuirá até o sistema alcançar o estado de equilíbrio (Yoneda et al, 1986). A pressão gerada não é hidrostática mas no caso analisado a plasticidade do material da gaxeta é tal que a pressão é quase hidrostática (Wakatsuki et al, 1972). Dessa forma é avaliada a espessura de compressão do material da gaxeta sob determinadas pressões (Gerasimovich et al, 1982).

O acúmulo de conhecimento sobre o comportamento do material por este método é uma valiosa contribuição na operação de outros dispositivos tais como multipistões, Belt e bigornas com concavidade.

2.5.2.1. A Influência do Material da Cápsula sobre a Geração de Alta Pressão e Alta Temperatura.

Os DAP trabalham sob pressões que superam o limite de resistência dos materiais a qual são fabricados. Para evitar falhas catastróficas nas peças que compõem o DAP, faz-se a consolidação das mesmas, submetendo-as a um estado tridimensional de tensões. Nos DAP que utilizam o meio sólido para essa consolidação, as tensões que são geradas no material da gaxeta cumprem essa finalidade. Simultaneamente as gaxetas limitam o curso de compressão das bigornas e determinam as características compressivas do DAP.

A eficiência da geração de pressão no DAP depende da distribuição e do valor das tensões de contato da gaxeta e das tensões atuantes nos elementos mais carregados, os dados presentes sobre a eficiência na geração de pressão nos vários tipos de DAP mostram que a grandeza do esforço aplicado na zona da gaxeta pode diferenciar-se da pressão na zona reativa. Assim, a eficiência do DAP do tipo "Belt" sob pressão na zona reativa de 5,5GPa é de 68%, e sob pressão de 7,7GPa é de 66%. A eficiência de um DAP semelhante ao "Belt" é de 38%, e para outra modificação da construção sob pressões entre 7,7GPa e 15GPa a eficiência está entre 28% - 22% respectivamente. Entre os diversos DAP do tipo bigorna com concavidade a maior eficiência sob pressão de 5,5GPa é do dispositivo com concavidade esférica de metal duro. O DAP do tipo toroidal caracteriza-se pela eficiência de 25% sob 7,7GPa. O valor variável da eficiência revela diferentes níveis de esforços de consolidação do material da gaxeta, e conseqüentemente diferentes tensões equivalentes que atuam na zona mais carregada (Levitas et al, 1983).

O valor das tensões equivalentes nos elementos mais carregados determina a vida útil do DAP. Para a construção do DAP a otimização está na realização da consolidação em todas etapas de trabalho do DAP que garantam a vida útil máxima. Cálculos já mostraram que a diminuição do ângulo entre o eixo do pistão e a face lateral do mesmo aumenta a eficiência dos DAP sob a mesma tensão equivalente. Outros DAP que tem a forma complexa da câmara de compressão, a

determinação e a realização da distribuição teórica das tensões de consolidação apresenta problemas mais sérios (Prikna et al, 1975).

2.6. Estudo do Processo da Geração da Alta Pressão nos DAP e das Particularidades da Formação das Gaxetas.

- Bigornas com concavidade toroidal:

Estudos realizados para o dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal, figura 2.17, com o auxílio do conjunto de programas de modelamento como o "Ductility" ajudam a explicar a distribuição das tensões na gaxeta e bigornas através das linhas de deslizamentos, figura 2.18 (Levitas et al, 1983).

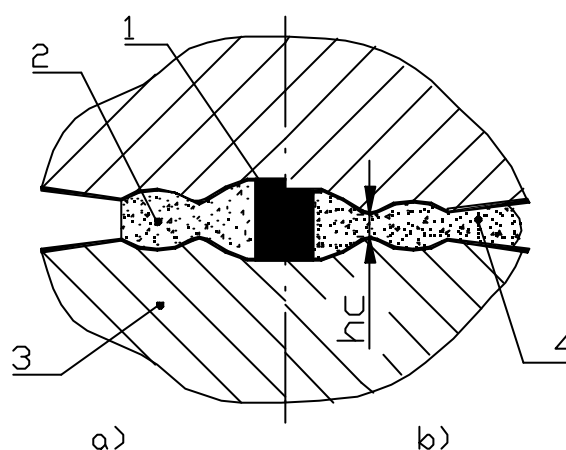


Figura 2. 17 – Detalhe da câmara de alta pressão do DAP alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal, onde: a) Cápsula antes de ser submetida ao carregamento; b) Cápsula durante a aplicação do carregamento; h_c – altura crítica 1 – Mistura reativa; 2 – Cápsula deformável; 3 – Bigorna; 4 – gaxeta formada.

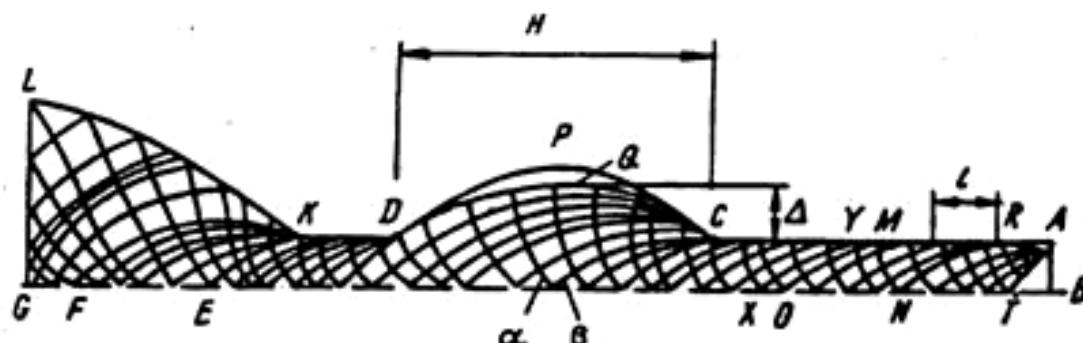


Figura 2. 18 – Campo das linhas de deslizamento dentro de uma cápsula deformável do DAP tipo toroidal (Levitas et al, 1983).

No caso mostrado na figura 2.18, quando o fluxo plástico do material na região do vão toroidal ocorre abaixo da linha de deslizamento DQC, o material acima dessa linha permanece rígido (indeformável), conseqüentemente o atrito na região do vão toroidal é igual à resistência ao cisalhamento nos pontos da linha de deslizamento, ou seja, o atrito é o máximo possível. Portanto, se na região de formação da gaxeta houver a presença do vão toroidal ocorre um aumento do nível do atrito de contato e conseqüentemente eleva-se o valor das pressões obtidas (Levitas, 1983)

Análises experimentais e numéricas determinaram que a pressão na região central da gaxeta (pressão de trabalho) é 22% maior utilizando-se o vão toroidal. Por outro lado, quando o máximo coeficiente de atrito de contato é alcançado na região da gaxeta, a presença do vão toroidal não afeta a pressão de trabalho, independente do valor de H (largura do vão). Isto mostra que quando o máximo coeficiente de atrito é obtido o uso do vão toroidal torna-se dispensável.

Se o atrito de contato entre o material da cápsula e a superfície de trabalho das bigornas obedecem às leis gerais da fricção sob deformação plástica, então a diminuição da espessura da gaxeta aumenta o nível de atrito e, para um determinado valor (mais precisamente para uma certa relação entre espessura da gaxeta pelo seu comprimento) torna-se o máximo possível.

O nível da pressão de trabalho depende também do processo de compressão (velocidade, temperatura, etc.), do fluxo do material da gaxeta proveniente da depressão da região da cavidade central e da maior pressão dentro da região de formação da gaxeta, selando o aumento da pressão na região da cavidade central. De acordo com este raciocínio a principal função da região toroidal consiste em aumentar o atrito quando a cápsula deformável é ainda relativamente espessa nos estágios iniciais de compressão.

Se o deslizamento ocorre ao longo da linha DQC então não é observado deslocamento relativo entre a gaxeta e a bigorna, o que diminui a probabilidade de formação de trincas na superfície da bigorna, acarretando o aumento da vida útil da mesma. Quando camadas de deslizamento próximo a linha DPC ocorrem, ou seja, dentro do vão então há uma diminuição da vida útil da mesma, pois o atrito de contato não atinge o máximo valor possível, dessa forma a presença do vão toroidal é ineficaz. Por outro lado, a presença de uma grande região (sem deslizamentos) compreendida por DPCQ é dispensável pois esta não acarreta no aumento do atrito

de contato e causa elevação na concentração de tensões na superfície de trabalho da bigorna. Por esse motivo existe uma relação otimizada entre a altura e a largura do vão toroidal.

A análise das linhas de deslizamento mostra que o coeficiente de atrito de contato depende essencialmente da geometria da deformação plástica central e não apenas da rugosidade da superfície de contato. Em particular o fenômeno teoricamente calculado do aumento do atrito para determinados tipos de deformações pode ser usado para aumentar o nível da pressão de trabalho.

Pequenos vãos toroidais produzem enfraquecimento da bigorna e grandes vãos toroidais podem exceder um valor específico de H para o qual o material da gaxeta deixa de escoar, ou seja, formação de uma grande região DPCQ.

O efeito dos vãos durante aquecimento tem sido analisado quantitativamente. Durante o processo de aquecimento a resistência ao cisalhamento do material da gaxeta diminui e o atrito de contato na região da gaxeta também diminui. Utilizando-se vão toroidal com dimensões da região DPCG significante, a temperatura na região da linha de deslizamento DQC é menor que na camada de contato quando não há o vão toroidal, portanto seu uso aumenta o atrito de contato.

Deve ser ressaltado que o efeito sobre o atrito na gaxeta é maior que a queda da resistência ao cisalhamento devido à elevação da temperatura. Portanto, na ausência de uma relação entre a tensão normal e a temperatura, dentro de uma faixa do vão toroidal não cresce a capacidade de carga da gaxeta mas também não diminui a capacidade de carga da bigorna.

Deve ser notado também que o aumento do atrito é mais significante para grandes valores de Δ (altura do vão), ou seja, maior tamanho da região DPCQ. Vão de pequeno tamanho não aumenta significamente o atrito durante o processo de aquecimento. Entretanto deve-se sempre considerar o enfraquecimento da bigorna ocasionado pelo crescimento do tamanho do vão (Levitas et al, 1983).

Portanto, conclui-se, que as dimensões da região toroidal tem que ser determinados depois de calculadas às seguintes distribuições: temperatura, tensões termo-elásticas na bigorna e tensões termo-plásticas, na cápsula e gaxeta, com o objetivo de determinar a relação entre a tensão normal e a temperatura. Além disso, variando a posição dos pontos K, D, P e C na bigorna pode-se obter o

máximo aumento possível da pressão de trabalho para uma determinada força de deformação do material da gaxeta.

- Bigorna com concavidade cônica:

Análises realizadas para este caso foram feitas experimentalmente com o objetivo de se determinar a distribuição da pressão ao longo da superfície de trabalho do dispositivo de dentro da gaxeta formada por este. Foram utilizados metais calibrantes, que mudam de fase sob determinada pressão, instalados em pontos específicos no interior da câmara de alta pressão, figura 2.19 (Prikhna et al, 1975).

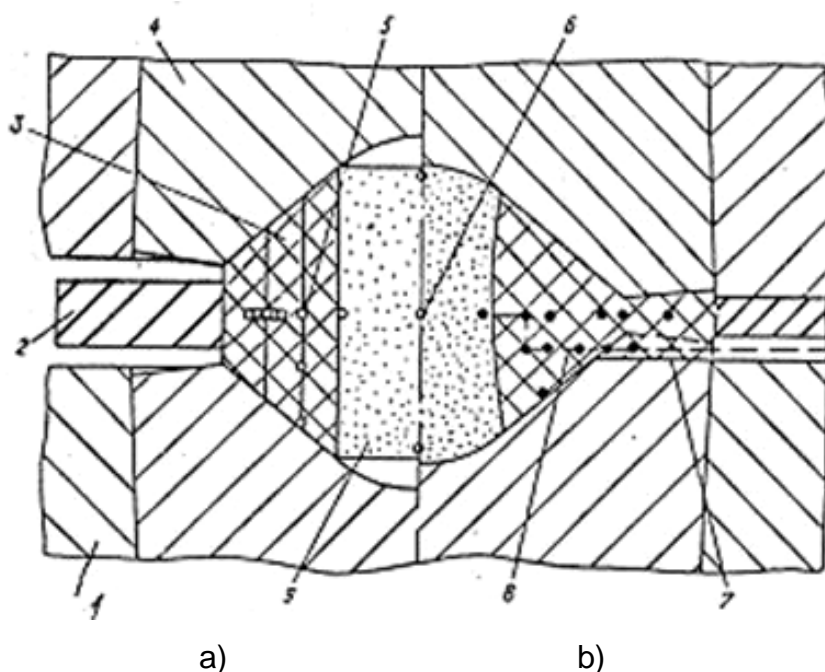


Figura 2. 19 – Câmara de compressão do DAP tipo bigorna com concavidade cônica, onde: a) antes da aplicação da alta pressão; b) durante a aplicação da alta pressão. 1 – Bigorna com ranhuras; 2 – Anel polimérico; 3 – Cápsula de pedra litográfica; 4 – Bigorna sem ranhura; 5 – Calibrante de trabalho; 6 – Calibrante estacionário; 7 – Ranhura; 8 – Linha de posição dos eletrodos; Mistura reativa. ° - posição do calibrante antes da compressão; • - Posição do calibrante durante a compressão (Prikhna et al, 1975).

A resistência elétrica dos calibrantes foi medida utilizando-se eletrodos de fios de cobre, que foram introduzidos na câmara de compressão através de uma

ranhura feita na superfície de trabalho da bigorna. Os resultados obtidos são representados graficamente na figura 2.20 (Prikhna et al, 1975).

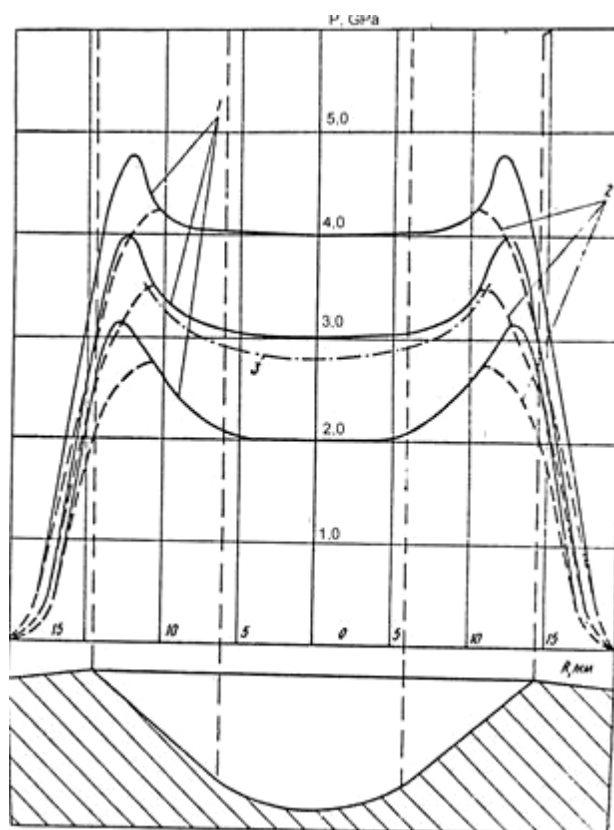


Figura 2. 20 – Distribuição da pressão na câmara de compressão do DAP tipo bigorna com concavidade cônica (Prikhna et al, 1975). 1 – Plano médio entre as bigornas; 2 – Ao longo dos eletrodos; 3 – Na superfície da cavidade;

Analisando as informações recebidas, foi possível concluir que a diferença entre a pressão mínima e máxima na região central varia de acordo com a intensidade da carga aplicada, por exemplo, para o caso estudado a diferença entre elas quando a pressão máxima vale 2GPa é de 25%, e quando a máxima torna-se igual a 4GPa essa diferença passa para 19%. Afastando-se do centro, a pressão diminuiu bruscamente até atingir os níveis da pressão ambiente. A queda da pressão ocorre em geral na área da gaxeta que fica próximo a da periferia atingindo valores de 1,6GPa/mm. Sob aquecimento a pressão cresce devido à expansão térmica dos constituintes da câmara. As altas pressões presentes ao redor da mistura reativa sofrem crescimento significativo da mesma durante a geração das altas temperaturas (Prikhna et al, 1975).

Os resultados obtidos sobre a distribuição de pressão no plano médio entre as bigornas do DAP e na superfície da concavidade, permitem avaliar qualitativamente a distribuição da pressão dentro da câmara de compressão. A imagem obtida permite avaliar o mecanismo de geração de pressão no volume de trabalho e na gaxeta (Prikhna et al, 1975).

A gaxeta é formada no período inicial da operação de compressão, ou seja é ocasionada pela deformação elasto-plástica do material da cápsula e o fluxo do mesmo para os espaços vazios entre as bigornas. Durante a aproximação das partes do DAP o material da cápsula extruda-se. Desse modo, o volume da gaxeta e parte do volume da câmara próximo a gaxeta é provem do fluxo material da cápsula que está sendo deformada. O material restante da cápsula permanece dentro da câmara de compressão, ficando sujeito à compressão axial. O comportamento desse material na compressão é como um líquido muito viscoso. Esse material pressiona a mistura reativa lateralmente, contudo a grande resistência ao cisalhamento do material da gaxeta sob condições de alta pressão não permite transformar a compressão axial em pressão hidrostática, não acarretando no aparecimento dos gradientes significativos de pressão.

A forma das isobáricas apresentadas na figura 2.21 depende da influência das forças de atrito entre a superfície da concavidade e o material da cápsula. A maior curvatura tem superfícies isobáricas no sentido vertical revela que as forças de atrito são maiores do que a resistência do material da cápsula ao cisalhamento nas condições dadas.

A influência das forças de atrito foi avaliada considerando a força da prensa necessária para a obtenção da transformação física do material calibrante que fica no centro da câmara. Para variar a força de atrito a superfície da cavidade foi revestida por uma camada de teflon e de carbeto de Si. Os experimentos mostraram que para alcançar determinada pressão no centro utiliza-se menor força para o teflon e maior para o carbeto de Si, figura 2.22. Isto revela a diminuição das forças de atrito no primeiro caso e aumento no segundo (Prikhna et al, 1975).

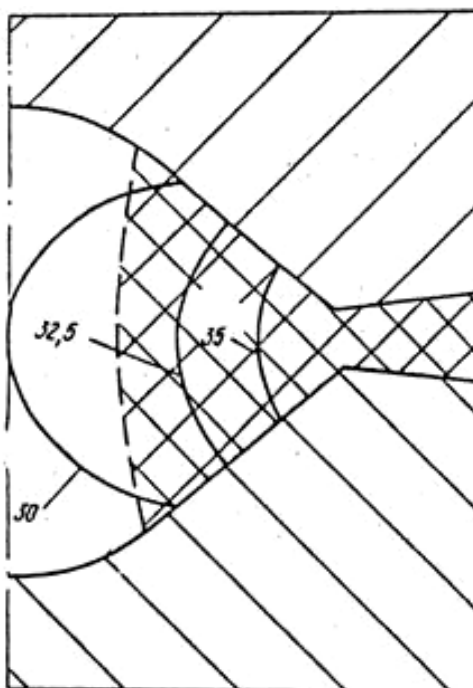


Figura 2. 21 – Isobáricas da câmara de compressão do DAP tipo bigorna com concavidade cônica. Corte axial sob pressão no centro de 3 GPa (Prikhna et al, 1975).

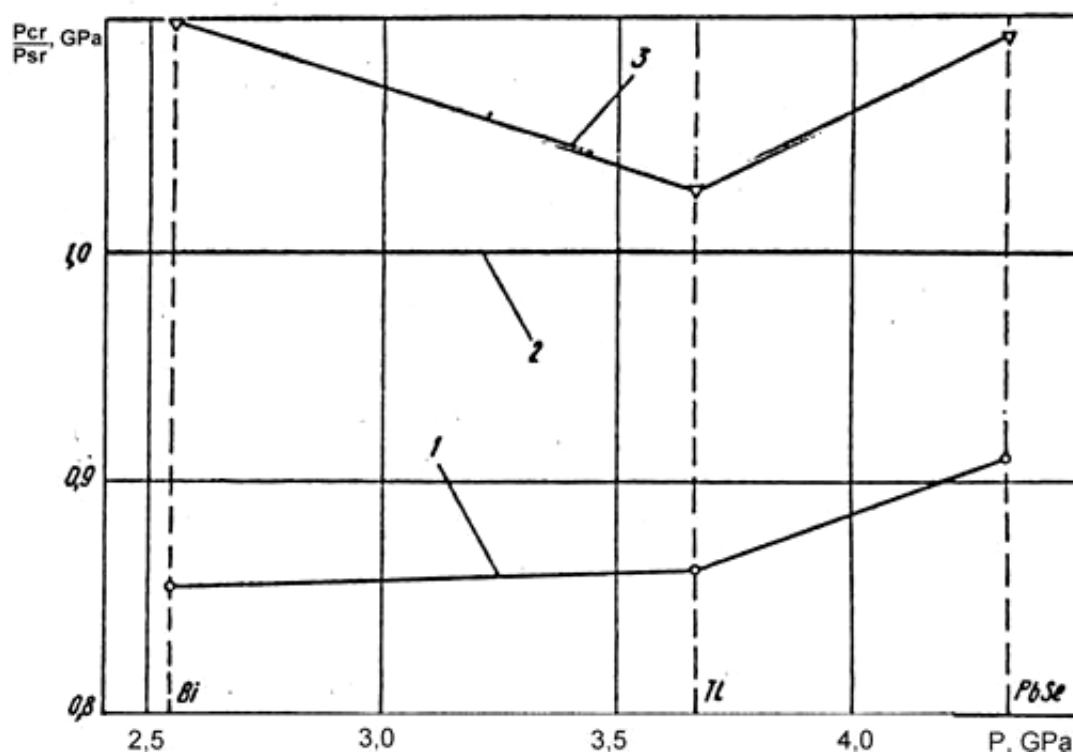


Figura 2. 22 – Variação relativa da força da prensa em relação ao tipo de revestimento da concavidade cônica do DAP tipo bigorna (Prikhna et al, 1975). Onde: Pcr e Pr => Pressão na concavidade com revestimento e sem revestimento, respectivamente. 1 – Teflon; 2 – Sem revestimento; 3 – Carbeto de Si;

- Bigorna com concavidades cônicas variáveis:

Esse tipo de bigorna, fabricada de aço rápido, apresenta a concavidade com inclinações cônicas variáveis e em torno dessa concavidade há alguns ressaltos. Na montagem da cápsula dentro do DAP é colocado em volta da cápsula um anel de material polimérico. O nível da pressão na periferia da concavidade sem o anel é explicado pela particularidade do método de geração desta pressão, ou seja, a destruição da parte externa da cápsula no período inicial do carregamento e a distribuição irregular dos estilhaços da cápsula sobre a superfície de topo da bigorna. A compressão dos estilhaços leva a formação da gaxeta de forma irregular e acarreta no surgimento das pressões de contato variáveis na superfície em torno da concavidade. A aplicação do anel muda o aspecto da deformação da cápsula cujo material extruda-se para os lados em torno da cavidade da bigorna. Dessa forma, a gaxeta é formada sob menor esforço devido ao apoio fornecido pelo anel no início da formação da gaxeta, fazendo com que a gaxeta se deforme igualmente. Por essa razão a eficiência da geração de pressão torna-se alta (55% sob pressão 5,5 GPa) (Prikhna et al, 1975). A pressão na gaxeta determina a alta pressão na região central e o valor da temperatura de aquecimento na zona de reação. Portanto, pressões relativamente baixas na periferia da concavidade garantem a possibilidade de aumento da pressão durante aquecimento (Levitas, 1983). O ressalto complementar na superfície ao redor da concavidade da bigorna causa aumento na espessura da gaxeta formada. (Levitas, 1983).

A pressão na periferia da concavidade não pode causar deformação plástica na superfície de trabalho da bigorna durante carregamento e deve, ao mesmo tempo, manter a pressão na câmara de compressão durante o aquecimento.

Durante o descarregamento a pressão na região da gaxeta diminui mais rápido que no interior da câmara de compressão. Por essa razão a velocidade de redução de pressão deve ser menor que a de aumento de pressão, pois assim evita-se a explosão do descarregamento ocasionada pela redistribuição das pressões (Bobrovnitchii, 2003).

A experiência tem mostrado que o aumento da espessura das gaxetas eleva a estabilidade do trabalho dos DAP, e conseqüentemente, sua vida útil. Isto é comprovado pelo decréscimo da pressão na periferia da concavidade, eliminando o sobrecarregamento, e diminuindo a pressão na mistura reativa durante o alívio da

pressão no sistema, o que evita explosões durante o descarregamento (Bobrovnichii, 2001).

Portanto, a otimização dos DAP do tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis está relacionada, principalmente, com a consolidação dos elementos mais carregados durante todas as etapas do funcionamento do DAP.

2.7. Determinação dos Parâmetros Básicos da Gaxeta e Estudo da Influência dela Sobre Alta Pressão.

A fabricação das cápsulas deformáveis para a síntese dos materiais superduros representa um desafio científico e técnico. O primeiro devido a determinação do material a ser utilizado para a fabricação das cápsulas, pois este influi sobre as propriedades do produto a ser obtido, além de problemas ligados com a distribuição de tensões durante a compressão e no descarregamento do DAP. O segundo está relacionado com a fabricação de matrizes para a compactação do pó do material a ser utilizado, pois deve-se considerar diversos problema como a expansão elástica do material compactado, granulometria, forma, geometria, grau de compressibilidade, ligantes, pressão de compactação e outros (Gerasimovitch et al, 1982). As cápsulas também podem ser usinadas diretamente do material extraído, ou seja, em bruto.

Os materiais utilizados para a manufatura das cápsulas devem apresentar propriedades bastante específicas (Bundy, 1976):

- Baixa tensão de cisalhamento
- Baixa condutividade térmica
- Propriedades elasto-plásticas determinadas
- Elevado ponto de fusão, o qual deve acompanhar o aumento da pressão (~ 1600 K)
- Ser quimicamente inerte em contato com metais nas condições de síntese
- Ter baixa compressibilidade
- Transmitir a pressão hidrostaticamente
- Os materiais mais utilizados são:

É praticamente impossível encontrar um material que apresente todas estas propriedades. Atualmente os seguintes materiais são utilizados:

- Pirofilita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- Pedra litográfica ($\text{CaCO}_3 95\% \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 5\%$)
- Mistura de diferentes óxidos

Cada um destes materiais possui suas vantagens e desvantagens. Nenhum deles, por exemplo, transmite hidrosticamente a pressão de trabalho de forma desejável (Hall, 1982). Portanto, a busca por materiais para a construção das cápsulas deformáveis apresenta grande importância, tanto prático quanto científico

Além disso, a escolha do material a ser utilizado para a fabricação das cápsulas deformáveis deve ser também condicionada pelo tipo de DAP utilizado.

A principal dificuldade durante a operação com dispositivos de alta pressão deve-se ocorrência de estouros (explosões), causada pela perda da resistência da gaxeta, que é formada pelo fluxo plástico de material proveniente da região central da cápsula. O estouro é um processo pelo qual a energia elástica armazenada na gaxeta, e nas bigornas, é convertida repentinamente em energia cinética. Bigornas, que são bastante caras, são freqüentemente destruídas pelas ondas de choque provenientes dessas explosões. (Yoneda, 1987).

As explosões podem ser explicadas por:

- Aumento do fator de escala;
- Pressão excessiva;
- Ausência, na gaxeta, de materiais com elevada energia de coerção, tais como metais;
- Ausência de materiais na gaxeta com alto módulo de compressibilidade;

Na figura 2.23 são representadas as formações de falhas e é suposto que elas são um fator positivo pois aliviam as tensões em todo o volume da gaxeta diminuindo as mesmas para valores abaixo do crítico. (Yoneda, 1987).

A experiência mostra que a probabilidade de ocorrência de estouros aumenta com a elevação da velocidade de carregamento, elevação da velocidade de descarregamento e com o tamanho absoluto do sistema (Yoneda, 1987), figura 2.24.

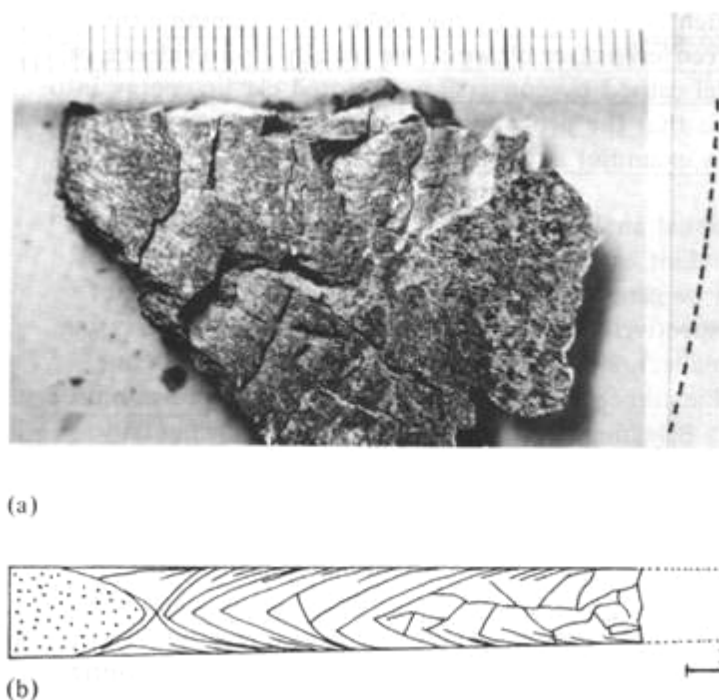


Figura 2. 23 – Gaxeta após o uso no multipistões. (a) Fotografia de uma gaxeta de pirofilita recuperada de dentro de um dispositivo tipo multipistões, na qual não sofreu estouro. Numerosas listras na superfície são observadas. A parte mais externa da gaxeta foi perdida, esta parte é muito frágil. (b) Esquema da seção transversal de uma gaxeta; observam-se muitas trincas orientadas sistematicamente na região interna (à esquerda), onde as gaxetas são sujeitas a pressões e tensões extremamente altas. Na região externas trincas são distribuídas mais irregularmente (Yoneda, 1987).

Conclui-se que o uso de metais dúcteis na composição do material da gaxeta é recomendado para prevenir os estouros, especialmente quando cargas extremamente altas são aplicadas (Yoneda, 1987).

Outro fator que influencia na vida útil dos DAP, em especial na bigorna, é a forma de carregamento. De acordo com a deformação, superfície de trabalho, material da gaxeta e material da bigorna, aparecem pressões de apoio de alto ou baixo nível. Estas tensões podem ser suficientemente elevadas para destruir a bigorna ou não criar um estado multilateral de tensões na mesma, o que também acarretará na sua destruição.

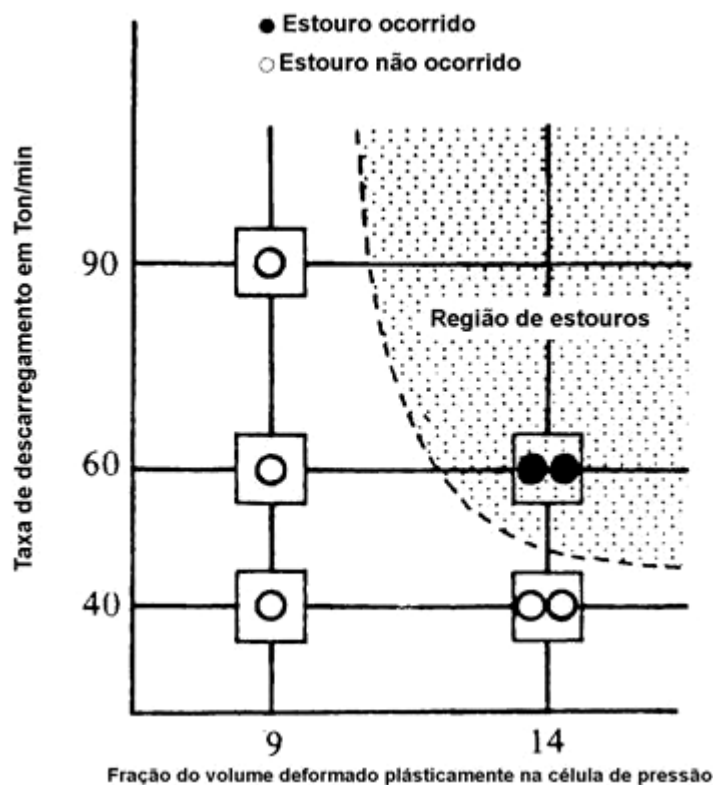


Figura 2. 24 – Resultado do estudo de estouros num DAP tipo multipistões. Um cilindro de plástico (com módulo de compressibilidade de $\sim 4\text{GPa}$), envolvido por uma cápsula de pirofilita. Foi esperada a ocorrência de explosões devido ao baixo módulo de compressibilidade se comparado ao da pirofilita ($\sim 70\text{GPa}$). Cada operação foi forçada com 600Ton ($\sim 13\text{GPa}$ de pressão interna), então descarregamentos rápidos (40 , 60 e 90Ton/min) foram realizados. Explosões mostraram estar mais presente em descarregamentos acima de 60Ton/min . Os resultados obtidos sugerem que os estouros ocorrem devido ao baixo módulo de compressibilidade e ao rápido descarregamento (Yoneda, 1987).

CAPÍTULO III - Justificativos e Objetivos

3.1. Importância do Estudo do Material da Cápsula e Tarefa Técnica a ser Resolvida no Presente Trabalho.

A produção industrial dos materiais superduros exige a aplicação de técnicas que empregam alta pressão e alta temperatura. Para suportar esses elevados parâmetros, são utilizadas prensas que empregam basicamente três tipos de DAP (matrizes): Belt, Bigornas com Concavidade e Multipistões. Para esses DAP são usados, como meio de transmissão de pressão, as cápsulas deformáveis fabricadas de materiais cerâmicos. Esses materiais influenciam significativamente os processos de síntese e sinterização dos MSD além de afetar a vida útil dos DAP. Atualmente, os processos de fabricação dessas cápsulas deformáveis constituem segredo industrial. Não há informações completas sobre a técnica de fabricação e sobre a influência dos materiais sobre o processo. Portanto, em relação à fabricação de cápsulas deformáveis, as tarefas técnicas a serem desenvolvidas no presente trabalho são:

1. Busca, análises e testes de materiais cerâmicos nacionais;
2. Busca, análises e testes de resinas poliméricas;
3. Elaboração da seqüência de fabricação;
4. Determinação de fatores da cápsula que influenciam nos parâmetros de síntese e sinterização;
5. Realização de síntese e sinterização com materiais e tecnologia nacionais;

3.2. Objetivos do Trabalho

Objetivo Geral:

1. Fabricar no Brasil e usando materiais nacionais as cápsulas deformáveis que possam ser utilizadas com sucesso, em relação às cápsulas atualmente importadas, na síntese e sinterização dos MSD;
2. Elaborar uma seqüência de fabricação industrial das cápsulas deformáveis;

Objetivos Secundários:

1. Estabelecer critérios para seleção de materiais cerâmicos e poliméricos que possam ser usados na fabricação de cápsulas deformáveis;
2. Determinar os parâmetros de fabricação das cápsulas deformáveis;
3. Elevar a vida útil dos DAP;
4. Aumentar a eficiência (produtividade) dos processos de síntese;
5. Elevar os conhecimentos sobre os processos envolvendo deformação plástica de materiais, através de estudos, por elementos finitos, da compressão das cápsulas nos DAP;

CAPÍTULO IV - Metodologia Geral

4.1. Equipamentos e Materiais Utilizados.

1. Equipamentos:

- a) Prensa hidráulica especial (usada para síntese dos materiais superduros) 2500Ton, modelo D0044 da RYAZANTYASHPRESSMACH.
- b) Prensa hidráulica especial (usada para sinterização dos materiais superduros) 630Ton, modelo D0138B da RYAZANTYASHPRESSMACH.
- c) Prensa hidráulica 100Ton, modelo LA4C 100B da L&A Ind. e Com. LTDA.
- d) Prensa hidráulica 20Ton, modelo DC-20-(350x300) – RED-LINE da DAN-PRESSE.
- e) Triturador de Mandíbulas de titânio, SCHMERSAL 1747.
- f) Moinho de bolas marca Gordelin, modelo 1A MB5.
- g) Peneira automática marca PRODUTEST.
- h) Balança de precisão de 0,001g modelo BB440 da GEKARA.
- i) Estufa QUIMIS Q-314D243 série 017 220V.
- j) Misturador / Homogeneizador MARCONI modelo 205
- k) Misturador / Homogeneizador
- l) Microscópio eletrônico de varredura (MEV).
- m) Equipamento de análise térmica, TA INSTRUMENTS, modelos: DSC 2010, TG 2960 e DMA 2980.
- n) Equipamento de Raios – x, SEIFERT, Modelo URD65 SOFT-APX63 / POWDER – Catodo de Cobre.
- o) Politriz, STRUERS DP-10.
- p) Máquina de corte, STRUERS, MESOTOM.
- q) Máquina de embutir amostra, Panambra.
- r) Microscópio óptico, QUIMIS 021-3.
- s) Multímetro MINIPA ET-2907.
- t) Computador Pentium III 500.

2. Dispositivos, matrizes de compactação e acessórios.

- a) Dispositivo de alta pressão tipo bigornas de Bridgman de aço rápido – Para pressões até 4,5GPa, anexo 1;

- b) Dispositivo de alta pressão tipo bigornas de Bridgman de metal duro – Para pressões até 8GPa, ver anexo 2;
- c) Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal;
- d) Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis;
- e) Sistema de centralização dos dispositivos de alta pressão tipo bigorna de Bridgman entre os punções da prensa de 630Ton, anexo 3;
- f) Matriz de fabricação dos discos para as bigornas de Bridgman, anexo 4;
- g) Matriz de fabricação da cápsula da prensa de 630Ton, anexo 5;
- h) Matriz de fabricação da cápsula da prensa de 2500Ton, anexo 6;
- i) Matriz para a fabricação dos discos proteção da prensa de 2500Ton, anexo 7;
- j) Matriz de compactação da mistura reativa da prensa de 2500Ton, anexo 8;
- k) Relógio comparador digital com fina resolução de 0,01mm, marca Mitutoyo;
- l) Base magnética para relógios comparadores, marca Mitutoyo;
- m) Micrômetro eletrônico digital, resolução 0,001mm, marca Mitutoyo.

4. Materiais.

- a) Aço AISI 4140;
- b) Aço AISI 4340;
- c) Aço AISI 1020;
- d) Aço AISI S1 (Villares VWM-3);
- e) Aço rápido Villares VWM – 2;
- f) Metal duro WC94% + Co6%;
- g) Anel feito de material polimérico;
- h) Calcita de origem russa;
- i) Calcita de Italva/RJ;
- j) Calcita Ivil (região de travessão, distrito de Campos dos Goytacazes/RJ);
- k) Calcita Itapemirim (região de Cachoeiro de Itapemirim/ES);
- l) Filito (fornecido pela empresa Matheus Leme Ltda.);
- m) Aragonita (fornecido pela empresa Matheus Leme Ltda.);
- n) Seleneto de chumbo (PbSe) em forma de pó da Sigma Aldrich;
- o) Bismuto (Bi) em forma de fio de 0,3mm de diâmetro, da Sigma Aldrich;
- p) Termopar tipo K (cromel - alumel) diâmetros entre 0,3mm – 0,5mm;

5. Programas para Uso Específicos de Engenharia;

- a) MSC.Marc Mentat 2001 – Software de elementos finitos;
- b) Elipse Scada V. 2.23 – Software de gerenciamento da prensa de 2500Ton;
- c) AutoCad 14 – Software para desenhos técnicos;
- d) Pascal – Software de programação;

4.2. Metodologia do Estudo dos Materiais para Cápsulas Deformáveis.

Nos estudos realizados, foram adquiridos materiais cerâmicos com características físicas semelhantes ao material importado (calcita do tipo pedra litográfica). Os materiais foram submetidos aos seguintes ensaios: 1- Análise Química e Física dos Materiais; 2 - Verificação da Resistência ao Cisalhamento; 3 - Determinação do Coeficiente de Multiplicação; 4 - Observação das Deformações Plásticas das Superfícies de Trabalho; 5 - Estudo da Fabricação das Cápsulas Deformáveis; 6 - Testes da Efetividade da Geração de Alta Pressão e Alta Temperatura nas Cápsulas; 7 - Testes das Cápsulas sob Condições Reais de Síntese/Sinterização; 8 - Estabelecimento da Tecnologia de Fabricação das Cápsulas Deformáveis e Discos de Proteção.

4.2.1. Análises Química e Física dos Materiais.

Objetivo: Investigar a pedra litográfica de origem russa para obter informações técnicas como textura, aspecto mineralógico e elementos químicos. Esses dados serviram como base para seleção dos materiais nacionais que foram analisados nos demais ensaios.

Descrição: Amostras de origem russa foram submetidas à investigação da textura, quantificação e qualificação dos elementos presentes através de ensaios por difração de Raios-X, microscopia eletrônica de varredura, análise química quantitativa (incluindo elementos maiores e menores proporções) e análises térmicas. Após essa etapa, amostras de materiais cerâmicos com características semelhantes à pedra litográfica (calcita) foram adquiridas através de contatos comerciais com empresas fornecedoras ou jazidas próximas à cidade de Campos

dos Goytacazes/RJ. Essas amostras foram submetidas às mesmas análises químicas e de Raios-X aplicadas ao material importado.

4.2.2. Estudo das Propriedades dos Materiais em Relação à Resistência ao Cisalhamento.

Objetivos: Determinação da espessura crítica, de cada material anteriormente analisado, através da compressão sob altas pressões por meio das bigornas de Bridgman. A espessura crítica corresponde à altura máxima que uma amostra alcança sob determinada pressão. Este parâmetro está diretamente relacionado com uma característica do material denominado resistência ao cisalhamento.

Descrição: Os materiais analisados foram triturados, ou obtidos na forma de pós, e peneirados. As granulometrias inferiores a 90 μ m foram separadas para a produção das amostras na forma de discos de diversas espessuras, numa matriz de compactação, conforme a figura 4.1. O diâmetro das amostras fabricadas, 26mm, foi feito de acordo com a dimensão da superfície de trabalho do DAP tipo bigornas de Bridgman empregada neste trabalho. A granulometria inicialmente havia sido definida em função dos estudos de combinações de diferentes faixas (Crespo, 2001), contudo testes posteriores nas bigornas de Bridgman revelaram que granulometrias superiores a 355 μ m eram propensas a explosões da amostra, tanto no aumento quanto no alívio de pressão. Portanto utilizou-se pós com granulometria inferior a 355 μ m na fabricação das amostras para os ensaios nas bigornas de Bridgman.

A espessura inicial utilizada no ensaio variou entre 0,5mm-5,0mm, com diferença de aproximadamente 0,5mm de uma espessura inicial em relação à outra. Foram produzidas no mínimo 5 amostras para cada espessura inicial, para fins de tratamento estatístico dos dados.

Com o objetivo de minimizar o desalinhamento do DAP tipo bigorna de Bridgman em relação ao eixo principal da prensa, um sistema de centralização com pinos e bucha foi projetado, fabricado e utilizado.

As amostras foram comprimidas com uma velocidade média de compressão de 0,01mm/s (característica mecânica da prensa hidráulica de 630Ton, modelo D0138B da RYAZANTYASHPRESSMACH).

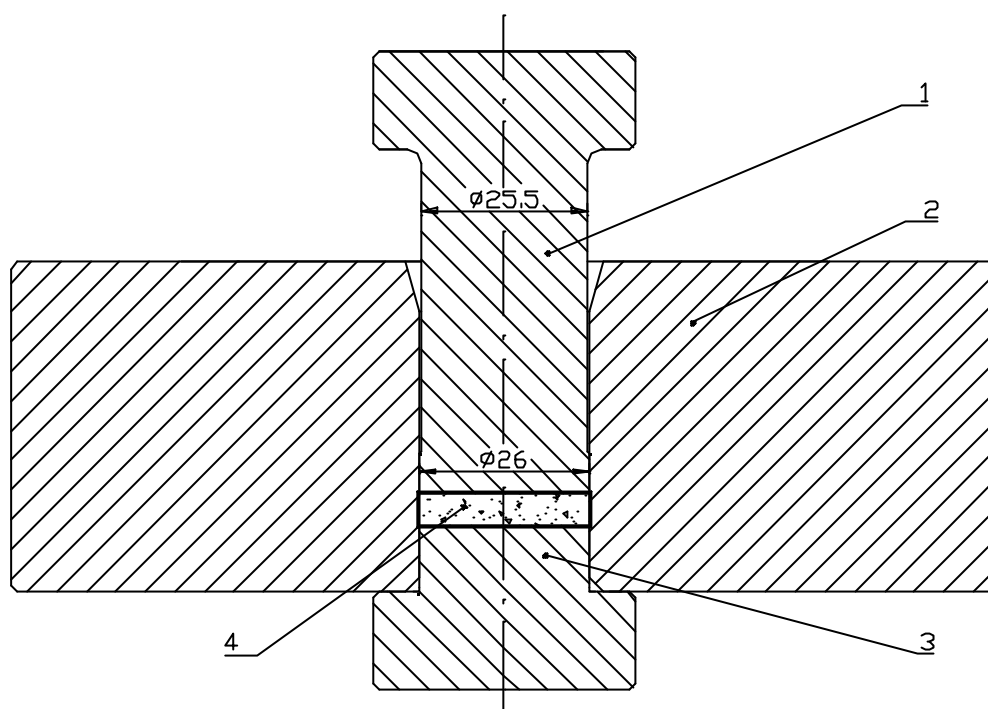


Figura 4.1 – Matriz de compactação usada para fabricação das amostras utilizadas nos ensaios com as bigornas de Bridgman, onde: 1 – Pistão superior; 2 – Recipiente; 3 – Pistão inferior; 4 – Pó a ser compactado.

Para os ensaios realizados foram utilizados dois pares de bigornas de Bridgman. Um par feito com bigornas de metal duro (WC94%+Co6%) e outro feito de aço rápido (VWM – 2).

A pressão máxima de compressão foi definida para cada par de bigornas de Bridgman em função do primeiro ponto de transição do Bi (Bi-I \rightarrow Bi-II $p=2,55\text{GPa}$). Para a bigorna de metal duro isso correspondeu a uma pressão hidráulica de 3,2MPa, valor médio de pressão observado tanto no aumento de pressão hidráulica, quanto no alívio, para diversos carregamentos e uma espessura do disco feito de calcita russa igual à aproximadamente 2mm. É interessante notar que essa pressão hidráulica gera um carregamento de 60,5Ton, ou uma pressão média de 1,14GPa na superfície de trabalho das bigornas de Bridgman com 26mm de diâmetro. Este valor da pressão média está de acordo com os trabalhos já realizados nessa área (Gerasimovich, 1998, Wakatsuki, 1972) utilizando as bigornas de metal duro.

Para o par de bigornas feitas de aço rápido adotou-se o mesmo procedimento usado para definir a pressão máxima de compressão relatado no

parágrafo anterior. A pressão hidráulica determinada foi de 4,0MPa, no entanto este valor causava constantes afundamentos (deformações plásticas) nas superfícies de trabalho das bigornas, principalmente nos teste com discos feitos de aragonita, após sucessivos experimentos preliminares sob pressões inferiores a estabelecida anteriormente, definiu-se como máxima pressão de compressão, para as bigornas de Bridgman feitas de aço rápido, o valor de 3,0MPa.

Antes e imediatamente após a compressão, cada amostra teve a espessura inicial e final medida por um micrômetro. Os dados obtidos foram utilizados na montagem de curvas gráficas que relacionam *Altura Inicial versus Altura Final* de cada material.

A conclusão deste estudo foi à determinação da altura crítica do material através da análise num gráfico da *Altura Final versus Altura Inicial* e o selecionamento de três materiais que apresentam alturas críticas mais próximas a da calcita russa. Foi observada também a área final da superfície de trabalho da amostra após a compressão, pois pequenas áreas indicavam uma concentração de pressão o que provavelmente está relacionada com a deformação das bigornas.

4.2.3. Determinação do Coeficiente de Multiplicação de Pressão para Cada Material Utilizado na Fabricação da Cápsula.

Objetivo: Avaliar se os materiais selecionados no item anterior apresentam maior ou menor capacidade de gerar alta pressão em relação à calcita russa. O coeficiente de multiplicação de pressão (M) consiste da razão entre a pressão obtida no centro do disco comprimido e a pressão média sobre a bigorna (Gerasimovich, 1998).

Descrição: 5 amostras (discos), para cada um dos três materiais selecionados no item anterior, foi fabricada seguindo o mesmo procedimento de fabricação das amostras utilizadas nos ensaios com bigornas de Bridgman. No centro de cada amostra foi inserido um metal calibrante (material que muda de fase sob uma determinada pressão), figura 4.2. O metal calibrante utilizado foi o bismuto, com diâmetro de $\approx 0,4\text{mm}$ e comprimento equivalente à espessura da amostra. Para a inserção do fio de Bi utilizou-se de um par de discos de aços com os diâmetros das superfícies de trabalho correspondente às amostras, conforme esquema da figura 4.3. A compressão das amostras, com o fio de bismuto inserido

no centro, foi realizada no dispositivo de alta pressão tipo bigorna de Bridgman. O monitoramento da transformação do Bi foi realizada graficamente por meio do acompanhamento da variação da sua resistência elétrica. Para isso utilizou-se um multímetro (MINIPA – 2709) com precisão de $0,001\Omega$ conectado a um microcomputador.

O coeficiente de multiplicação de pressão (M) e o valor da pressão média (p_m) sobre a superfície de trabalho de cada amostra, podem ser determinados através das seguintes fórmulas:

$$M = \frac{p_c}{p_m} \quad (4.1)$$

$$p_m = \frac{p_h \cdot (d_{cL})^2}{(d_b)^2} \quad (4.2)$$

Onde: p_c - Pressão no centro da amostra (medida com o calibrante de pressão);

p_h - Pressão no cilindro principal da prensa (pressão hidráulica);

d_{cL} - Diâmetro do cilindro principal da prensa;

d_b - Diâmetro da superfície de trabalho da bigorna;

A espessura inicial de cada amostra foi em torno de 3mm. Esse valor é superior a espessura crítica de qualquer um dos materiais envolvidos neste estudo, conforme já observado em testes e na revisão bibliográfica (Gerasimovich, 1998 e Wakatsuki, 1972).

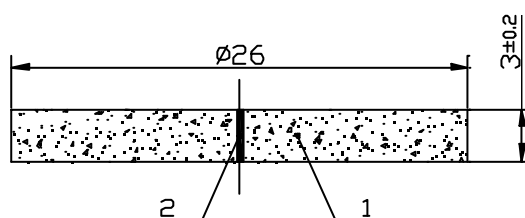


Figura 4.2 – Desenho representando o disco utilizado no ensaio de determinação do coeficiente de multiplicação de pressão, onde: 1 – Disco de calcita e 2 – Fio de bismuto.

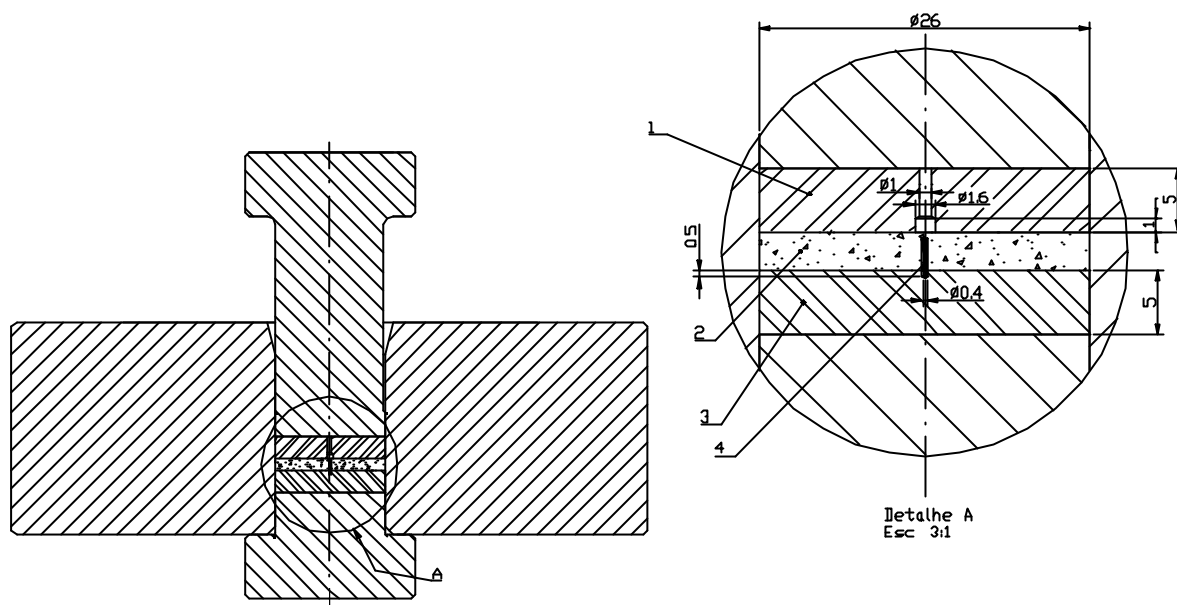


Figura 4.3 – Esquema da colocação do fio de Bi no interior da amostra com o auxílio de discos de aços, onde: 1 - Disco superior de aço; 2 – Amostra; 3 – Disco inferior de aço; 4 – Fio de bismuto.

4.2.4. Deformações Plásticas nas Superfícies de Trabalho das Bigornas de Bridgman.

Objetivo: Verificar as deformações plásticas nas superfícies de trabalho das bigornas de Bridgman após a compressão de cada disco (amostra), realizado nos ensaios anteriores. O valor do afundamento (variação dimensional da planicidade da superfície de trabalho) ser relacionado com os materiais usado na fabricação dos discos e das bigorna de Bridgman (metal duro ou aço rápido).

Descrição: cinco amostras na forma de discos e com espessura inicial de aproximadamente 5mm, fabricadas de cada um dos três materiais selecionados nos testes anteriores, foram comprimidas até a pressão hidráulica correspondente a primeira transformação do bismuto, ou seja, pressões hidráulicas de 3,2MPa para as bigornas de metal duro e de 4,0MPa para as bigornas de aço rápido. Após cada operação as bigornas de Bridgman eram inspecionadas em relação a deformações plásticas superficiais, utilizando a mesa de trabalho da retificadora vertical e relógio comparador (Mitutuyo, precisão de 0,01mm) montado numa haste com base magnética.

As deformações plásticas verificadas foram relacionadas com a pressão aplicada pela prensa hidráulica, o material da amostra e o material da bigorna

empregado. Após a deformação plástica ter sido analisada, as bigornas foram retificadas.

4.2.5. Estudo da Fabricação das Cápsulas Deformáveis a Partir da Compactação de Pós.

Objetivo: Determinar os valores dos parâmetros de compactação usados na fabricação das cápsulas para os dispositivos de alta pressão do tipo bigorna com concavidade. Os parâmetros analisados foram: 1- Granulometria; 2 - Tipos de ligantes; 3 - Quantidade de ligante na mistura. 4 - Forma de realizar a mistura; 5 - Faixa de temperatura de pré-secagem do pó; 6 - Pressão de compactação; 7 - Temperatura de secagem da cápsula deformada; 8 - Altura inicial das cápsulas, ou massa da cápsula. Também foram avaliados os custos unitários da cápsula e praticidade de fabricação da mesma.

O estudo está relacionado com a determinação das condições e parâmetros da compactação das cápsulas que foram utilizados nas prensas de força de 630Ton e 2500Ton em dispositivos de alta pressão do tipo bigorna com concavidade.

A avaliação final desse estudo foi realizada através de ensaios de síntese / sinterização sob condições reais de fabricação dos MSD.

Descrição:

Estudo da Granulometria: A pesquisa bibliográfica sobre a granulometria da pedra litográfica utilizada para a fabricação das cápsulas russas, indicou valores entre 355 μ m e 1000 μ m (Bobrovnitchii, 2002; Osipov, 2002), também são citados valores em torno de 355 μ m (Gerasimovich, 1998). Além desses valores foram fabricadas e testadas cápsulas produzidas a partir de pós com outras granulometrias e combinações de tamanhos diferentes, objetivando diminuir a porosidade das cápsulas, que é um dos responsáveis pela causa de suas explosões (Kindlein, 1999).

Os experimentos para determinar a faixa granulométrica mais indicada para a fabricação das cápsulas consistiram na realização de três bateladas, uma para cada tipo de faixa analisada (1,0 μ m-355 μ m; 500 μ m-355 μ m; >125 μ m). Para cada batelada foi produzida uma massa de 1000g da mistura de resina poliéster (ou epóxi) com pó de calcita, numa proporção de massa de 10% de resina com 90% de

calcita, que foram preparadas no misturador de hélices duplas por 1 hora, para serem usadas na fabricação das cápsulas utilizadas dos DAP tipo bigorna com concavidades cônicas (empregadas na prensa hidráulica especial de 2500Ton).

Após a preparação da mistura, a mesma foi peneirada até que quase toda a mistura tivesse passada pela peneira de 2mm, ficando com uma configuração granulada. Depois a massa granulada da mistura foi colocada numa estufa para a pré-secagem a 80°C por uma hora. Isso é feito para eliminar a umidade. Após a massa granulada ter sido resfriada dentro da estufa, a mesma foi dividida em diversas porções de aproximadamente 100g. Cada porção serviu para fabricação de uma cápsula numa matriz adequada (ver anexo 6), por compactação dos pós granulados na prensa hidráulica de 100Ton. Depois disso, a cápsula foi retirada do interior da matriz usando algumas ferramentas de desmontagem e a prensa de 20Ton. O processo de compactação foi então repetido, até ser fabricada uma determinada quantidade de cápsulas. Após isso, as cápsulas foram colocadas novamente na estufa a temperaturas entre 120°C - 130°C por uma hora, e esfriadas lentamente dentro da própria estufa. Isso foi feito para fornecer as cápsulas maior resistência mecânica (endurecimento). Depois disso, as cápsulas foram preenchidas com uma mistura reativa (ou grafite) qualquer, com uma massa em torno de 40g sob uma pressão de 10Ton. Isso foi realizada para cada faixa granulométrica pesquisa.

As cápsulas foram fabricadas a partir da mistura de resina com pó de calcita, utilizando as seguintes faixas granulométricas: 1,0 μ m-355 μ m; 500 μ m-355 μ m; >125 μ m, como citado anteriormente. Para cada faixa granulométrica foram fabricadas seis cápsulas. Após isso, as cápsulas foram então submetidas aos parâmetros de síntese, ou seja, valores acima de 5GPa e maiores que 1200°C (determinados pelo método indireto de calibração de pressão e temperatura realizadas previamente para as cápsulas feitas na Rússia).

Foram observados os surgimentos de trincas no DAP, deformações plásticas ou desgaste nas bigornas, altura da gaxeta formada e, principalmente, explosões. A capacidade de realizar síntese e gerar pressão também foi notada. As informações obtidas com os estudos utilizando as bigornas de Bridgman também foram empregadas neste estudo

Os dados obtidos, de acordo com os resultados, foram relacionados com a capacidade da cápsula de resistir à alta pressão sem que explosões ocorram durante todo o processo.

Tipos de Ligantes: Na literatura relacionada com a fabricação de cápsulas deformáveis é citado o uso da resina “Bakelite Laqqua” como ligante (Gerasimovich, 1998). Foram analisados o uso de resinas do tipo fenólicas (BAQPHEN 4101 – fornecida pela firma BAQ Indústria e Comércio Ltda e empregadas na fabricação da baquelite) e resinas de uso comercial, baixo custo e que sejam da mesma classificação polimérica da baquelite (polímero termoestável), como as resinas poliéster e epóxi. Também foi testado o uso do álcool polivinílico como ligante na fabricação das cápsulas, principalmente por este material não ser considerado nocivo para saúde. Os testes foram feitos analisando a influência da temperatura sobre a perda de peso de corpos-de-prova (CPs).

Para esse experimento utilizou-se a calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES, como o material cerâmico. Inicialmente a mistura de calcita com resina (álcool polivinílico, poliéster ou epóxi) foi realizada manualmente dentro de uma cuba, por cinco minutos aproximadamente. Depois a mistura foi colocada no misturador de hélices duplas por 1 hora. Para cada tipo de resina foi realizada uma mistura composta de 900g de calcita mais 100g de resina (o que significa uma proporção de 90% de material cerâmico com 10% de resina). Após essa operação, a mistura foi peneirada (malha 2mm) para a formação de grânulos e submetida a temperaturas entre 70°C--80°C por 1 hora.

Para a resina de álcool polivinílico foi realizado um preparo prévio da mesma antes de ser feita a mistura com o material cerâmico. A seguir é descrita essa preparação:

- O álcool polivinílico foi disperso em água, adicionando pequenas quantidades de álcool polivinílico a água que estava sendo aquecida e agitada por um bastão de vidro. A proporção dessa mistura foi de 10g de álcool polivinílico para 100ml da solução;
- A temperatura da solução foi elevada entre 85°C – 95°C e mantida nesse patamar por 1 hora. Deve-se ressaltar que se não for alcançada a temperatura mínima, o álcool polivinílico não se dissolverá, por mais

prolongado que seja o tempo de cozimento; (O álcool polivinílico não deve ser “super-cozido”. A fervura, entretanto, induzirá a formação de espuma);

Os CPs, citados anteriormente, foram fabricados numa matriz de compactação disponível, figura 4.4, a partir de 1 grama da mistura para cada tipo de resina estudada.

A pressão usada na compactação dos CPs foi de 500MPa. Cada CPs foi previamente pesado numa balança com precisão de 0,001g. Após isso, um determinado lote de CPs foi inserido no forno por 1 hora a uma temperatura já estabelecida. Depois desse tempo, o lote de CPs foi retirado do forno e pesado novamente. O percentual de variação de peso em função da temperatura foi registrado graficamente. Também foi observada e fotografada a variação da coloração dos CPs em função da temperatura. Após o ensaio da variação de peso em função da temperatura, foi analisada a resistência mecânica por compressão simples do CPs em função da temperatura de queima. Para este ensaio utilizou-se uma máquina de ensaios mecânicos universal Instron. Os CPs foram fabricados a partir da mistura das resinas com o material cerâmico especificado acima, numa matriz que garantisse que o diâmetro do corpo de prova fosse superior a duas vezes o seu diâmetro. A massa dos CPs foi constante.

Para cada tipo de resina estudada, fenólica, epóxi, poliéster e álcool polivinílico, foram fabricados 45 CPs. Um conjunto de 5 CPs, um para cada tipo de resina testada, foi submetida a cada uma das seguintes temperaturas secagem (em graus Celsius): 100, 130, 150, 170, 190, 210, 230, 250 e 270, por uma 1 hora.

Após a etapa anterior de secagem no forno, cada corpo de prova teve uma chapa de aço de 0.5mm de espessura e aproximadamente 15mm de diâmetro fixado com resina em ambas as extremidades, superior e inferior. Isso foi realizado para minimizar a fragilidade das bordas da extremidade durante a compressão na máquina de ensaios. Os resultados obtidos foram apresentados na forma de gráfico relacionando o carregamento máximo com a temperatura.

Após o teste de compressão, foram fabricadas cápsulas deformáveis para uso na prensa hidráulica de 2500Ton, seguindo o mesmo procedimento detalhado no estudo da granulometria. Contudo, a granulometria utilizada para o pó de calcita foi de 90 μ m, pois está dentro da faixa que rendeu melhores resultados nos testes sobre granulometria. Em seguida a cápsula foi submetida a altas pressões e

temperaturas (acima de 5GPa e 1200°C) para observar o seu comportamento em relação à capacidade de síntese e a ocorrência de explosões. Também foi observada a carbonização de acordo com o tipo de resina empregado. As resinas epóxi e poliéster, durante o processo de teste de fabricação das cápsulas deformáveis, foram misturadas com um catalisador próprio (endurecedor). Elas também foram utilizadas no processo de fabricação das cápsulas deformáveis sem o uso do endurecedor. A razão deste ato foi verificar a influência do uso do catalisador na resistência da cápsula, tanto em pressões ambientes, quanto sob altas pressões e altas temperaturas.

Também foi investigado o uso de ligantes naturais para substituir as resinas, tais como a bentonita e o silicato de sódio.

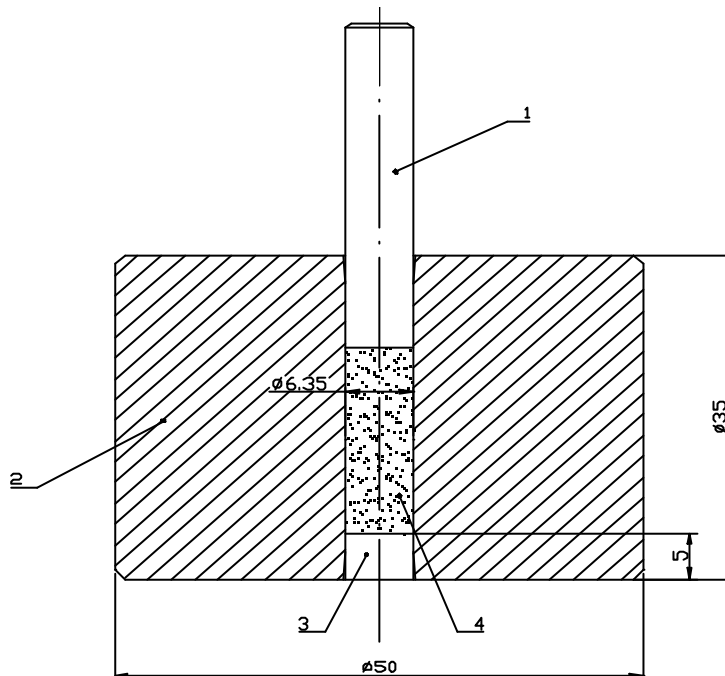


Figura 4.4 – Matriz de fabricação dos CPs utilizados para verificar a perda de massa e a resistência à compressão das diferentes misturas, onde: 1 – Pistão superior; 2 – Recipiente; 3 – Pistão inferior; 4 – Mistura Reativa.

Estudo da Quantidade de Ligante: A resina que obteve o melhor desempenho no item anterior foi empregada neste estudo. A porcentagem da resina, segundo dados da literatura sobre a fabricação de cápsulas deformáveis para o DAP tipo bigornas com concavidade (Gerasimovich, 1998), varia entre 1% a 15% em relação ao peso final da mistura resina mais material cerâmico (calcita, pirofilita, etc.). Fixando os demais parâmetros e variando de 2,5% entre 15% a 5% a

quantidade de resina na mistura, foram fabricadas 3 cápsulas para cada composição, num total de 15 amostras. A pequena quantidade de amostras deve-se, principalmente, evitar que as explosões decorrentes dos experimentos causem danos irreparáveis aos sistemas eletromecânicos das prensas hidráulicas especiais. Foram observados: a capacidade de compactação nas matrizes de fabricação das cápsulas, o desgaste dessas matrizes, a carbonização da cápsula e capacidade de evitar explosões durante todo o processo.

Forma de Realizar a Mistura: Depois de adicionado o ligante, deve-se efetuar a mistura de modo a se obter uma boa homogeneidade das substâncias presentes. Inicialmente a mistura era realizada manualmente e depois se passou a realizar com o emprego de um misturador orbital. Mais tarde fez-se o uso de um misturador de hélices duplas invertidas (MARCONI 205), recomendado para realizar a mistura entre resina e materiais cerâmicos que foram usados na fabricação de cápsulas deformáveis (Bobrovnichii, 2002). Os resultados demonstraram a maior eficiência do misturador de hélices, principalmente pela maior molhabilidade de material cerâmico pela resina polimérica. Para aumentar essa “molhabilidade” em alguns experimentos foi utilizada acetona junto da resina.

Estudo da Temperatura de Pré-Secagem do Pó: A pré-secagem é normalmente realizada a 80°C por 1h para causar um endurecimento rápido da resina que foi misturada ao pó cerâmico. Ainda que um catalisador, ou endurecedor, seja utilizado na resina antes desta ser misturada com o pó cerâmico, este aquecimento é recomendável para eliminar matérias voláteis contida na mistura composta por resina com material cerâmico (Bobrovnichii, 2000). Através do estudo proposto tentou-se eliminar esta etapa do processo de fabricação de cápsula (com a finalidade de economizar tempo, energia e aumentar a produtividade) e observar a influência desta ação sobre o grau de acabamento superficial das cápsulas, quantidade de resíduo que fica nas matrizes de compactação (o que gera maior desgaste das matrizes) e resistência mecânica das cápsulas durante o processo de síntese/sinterização.

Foram fabricadas três cápsulas para cada nível de temperatura de pré-secagem analisada. As temperaturas de pré-secagem foram 50°C, 80°C e 110°C, por um tempo equivalente a 1 hora.

Pressão de Compactação do pós nas matrizes: Após a pré-secagem dos pós, a mistura foi pesada e compactada em matrizes adequadas, figuras 4.5 e 4.6. Para a fabricação de cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis. A quantidade de mistura para se produzir cada cápsula foi de aproximadamente 100g e a pressão de compactação de 500MPa. Para as cápsulas empregadas no DAP tipo bigornas com concavidade toroidal a quantidade de mistura usada para fazer cada cápsula foi de 7,5g e a pressão de compactação de 280MPa. Essas pressões empregadas foram em função das recomendações da pesquisa bibliográfica (Bobrovitchii, 2000), das características mecânicas das prensas hidráulicas usadas na compactação (prensa de 20Ton para a cápsula toroidal e de 100Ton para a outra cápsula) e das propriedades mecânicas dos aços utilizados nas matrizes de compactação. No entanto, para a cápsula toroidal, apesar de essa apresentar bons resultados sob a pressão de compactação acima especificada, recomenda-se aumentar a pressão até 500MPa, a fim de diminuir a sua porosidade e evitar algumas explosões que ocorreram quando não foi utilizado anel polimérico em torno da periferia da cápsula.

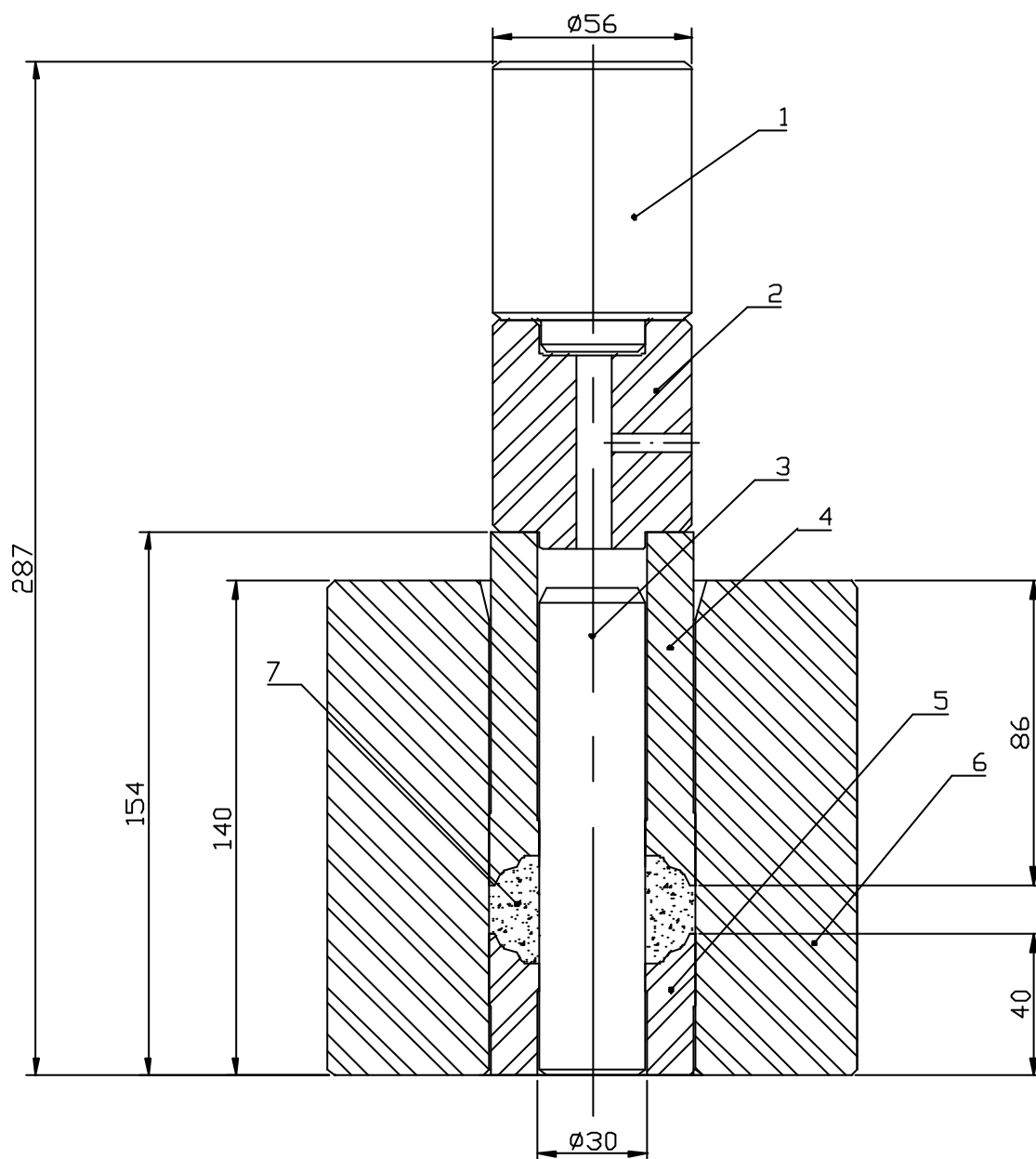


Figura 4.5 – Matriz de fabricação das cápsulas do dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis para uso na prensa de 2500Ton, onde: 1 e 2 – Pistões; 3 – Pino; 4 – Pistão inferior; 5 - Pistão superior; 6 – Recipiente de pressão; 7 – Mistura composta de material cerâmico mais resina

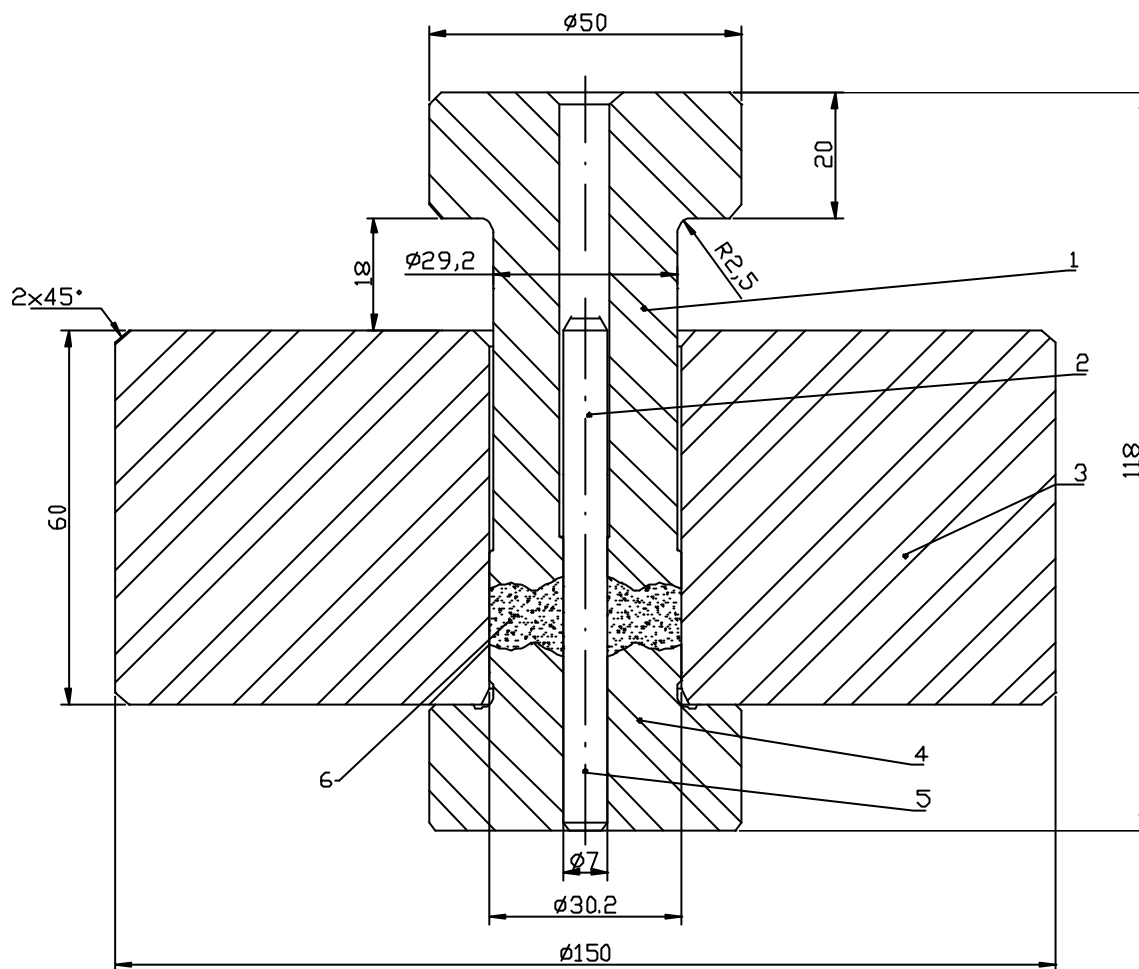


Figura 4.6 – Matriz de fabricação das cápsulas do dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal, para uso na presa de 630Ton, onde: 1 – Pistão superior; 2 – Pino; 3 – Recipiente de pressão; 4 – Pistão inferior; 5 – Cilindro de apoio; 6 – Mistura composta de material cerâmico mais resina.

Estudo da Temperatura de Secagem da Cápsula Deformada: A temperatura de cápsula deformada é algo em torno de 140°C num tempo de 1 hora, quando se utiliza ligante de “Bakelite Laqqua” (Bobrovnichii and Osipov, 2002). Com base neste dado, variou-se a temperatura de secagem das cápsulas feitas com a mistura escolhida nas etapas anteriores. Informações sobre os possíveis fenômenos que ocorrem nesse processo foram pesquisadas (principalmente em relação à temperatura de degradação do polímero) e os dados obtidos foram utilizados para os testes com a temperatura de secagem da cápsula deformada.

Foram fabricadas três cápsulas para cada nível de temperatura de secagem estudado. As temperaturas de secagem foram 100°C, 120°C, 140°C e 160°C, por um tempo de 1 hora.

As amostras sob a forma de cápsulas foram fabricadas por compactação, conforme procedimento já descrito anteriormente no estudo sobre granulometria. Depois de compactadas elas foram colocadas numa estufa, que foi previamente ligada, e somente depois de atingir a temperatura especificada no planejamento do deste experimento é que as amostras foram inseridas no interior da estufa. Após o tempo de 1 hora a estufa foi desligada e a amostra foi mantida no seu interior por 24 horas, com a finalidade de evitar choques térmicos que possam causar danos à cápsula. Depois desse período, foram observadas as formações de trincas superficiais, grau de acabamento externo (manchas, escamações, pós soltos, etc.), coloração e carbonização. Também foi avaliada a resistência da cápsula tratada sob esforços manuais pequenos (principalmente quanto à fragilidade das bordas e quinas). Após isso, a cápsula foi preenchida com uma mistura reativa e testadas, semelhantemente as etapas anteriores, sob altas pressões e altas temperaturas, onde foi analisada a ocorrência, ou não, de explosões e a capacidade de gerar altas pressões. A faixa de temperatura que apresentou os melhores resultados foi usada nos testes posteriores. Esse experimento foi feito para ambos os tipos de cápsulas utilizadas no laboratório.

Estudo da Altura Inicial ou Massa da Cápsula: A altura inicial da cápsula deformável depende da sua massa. Essa massa é estabelecida em função da capacidade da cápsula de formar a gaxeta durante o processo de compressão sob a síntese e sinterização. Cápsula com pouca massa (altura inicial pequena) podem provocar má formação da gaxeta, ou seja, gaxeta com altura crítica inferior a necessária para evitar o sobrecarregamento seguido de explosão. No lado oposto estão as cápsulas com muita massa (altura inicial grande). Neste caso há uma perda da estabilidade da cápsula durante a formação da gaxeta (na elevação da pressão) e a explosão também ocorre. Portanto, em relação à altura inicial ou massa, há uma faixa determinada na qual a cápsula pode trabalhar sem apresentar grandes problemas. Neste estudo pretendeu-se avaliar a altura inicial da cápsula, tomando como partida a altura inicial média das cápsulas russas. Isto foi feito fabricando cápsulas para uso no DAP tipo bigorna com concavidade utilizada na prensa de 2500Ton instalada na UENF. Essas cápsulas tiveram sua altura inicial variada de 1 em 1 milímetro aproximadamente, para mais e para menos, em

relação à altura inicial média das cápsulas russas (30mm), até se determinar os limites dessa faixa de variação.

Foram fabricadas três cápsulas para cada valor de altura inicial empregada. As alturas iniciais das cápsulas foram: 29mm, 30mm, 31mm, 32mm e 33mm.

Os resultados positivos obtidos neste ensaio foram utilizados na fabricação de cápsulas utilizadas na prensa de 2500Ton e serviram também como base para a fabricação de cápsulas usadas no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal usada na prensa de 630Ton.

4.2.6. Testes da Efetividade da Geração de Alta pressão e Alta Temperatura nas Cápsulas.

Objetivo: Avaliação da capacidade das cápsulas transmitir altas pressões e suportar altas temperaturas, comparando com esses os parâmetros obtidos com a cápsula importada da Rússia.

Descrição: A avaliação da efetividade das cápsulas em relação à capacidade de gerar, e suportar, os parâmetros necessários para a síntese, foi realizada através de testes de calibração e temperatura, comparando os dados obtidos com os previamente determinados com as cápsulas russas. Esses testes de calibração foram realizados sempre utilizando o mesmo tipo de mistura reativa (mistura importada da Ucrânia), compactadas com pressão de 140MPa e inseridas no interior da cápsula utilizando uma matriz de compactação e inserção de mistura reativa, conforme a figura 4.7. Isso foi realizado apenas para a cápsula usada no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis, figura 4.8, usados na prensa de 2500Ton.

Para a cápsula utilizada no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal, figura 4.9, usado na prensa de 630Ton, foi avaliada a capacidade de gerar altas pressões e altas temperaturas pelos mesmos testes de calibração de pressão e temperatura. Entretanto deve-se ressaltar que as cápsulas russas neste caso foram fabricadas por usinagem diretamente de blocos extraídos da jazida, portanto apresentam uma quantidade de porosidade inferior a cápsulas que são fabricadas via compactação de pós de calcita com resinas poliméricas. Isto, é claro, teve uma certa influência na resistência mecânica em relação a sua capacidade de gerar pressão e simultaneamente resistir a altas temperaturas. Além disso a mistura

reativa nesse caso (pós de diamante com aproximadamente 5% em peso de cobalto) foi montada manualmente com o auxílio de um tubo aquecedor (ou forno) de grafite. Os parâmetros para teste deste tipo de cápsula foram pressões da ordem de 7,7GPa e temperaturas em torno de 1500°C. A seguir são descritos os ensaios de calibração de pressão e de temperatura realizados para ambos os DAPs.

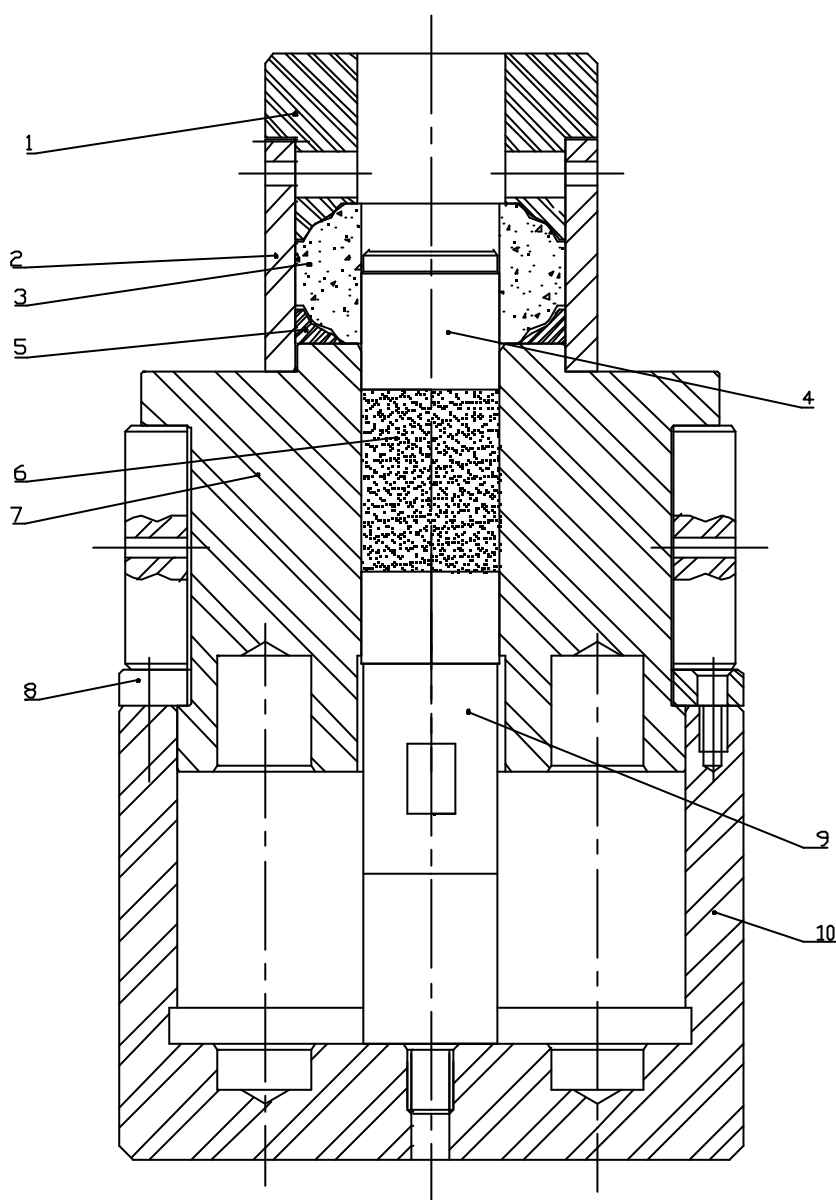


Figura 4.7 – Matriz de compactação e inserção da mistura reativa dentro da cápsula deformável usada no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis, onde: 1 – Fixador; 2 – Bucha; 3 – Cápsula Deformável; 4 – Pistão Superior; 5 – Anel; 6 – Mistura Reativa; 7 – Cilindro; 8 – Semi-anel; 9 – Pistão Inferior; 10 – Corpo;

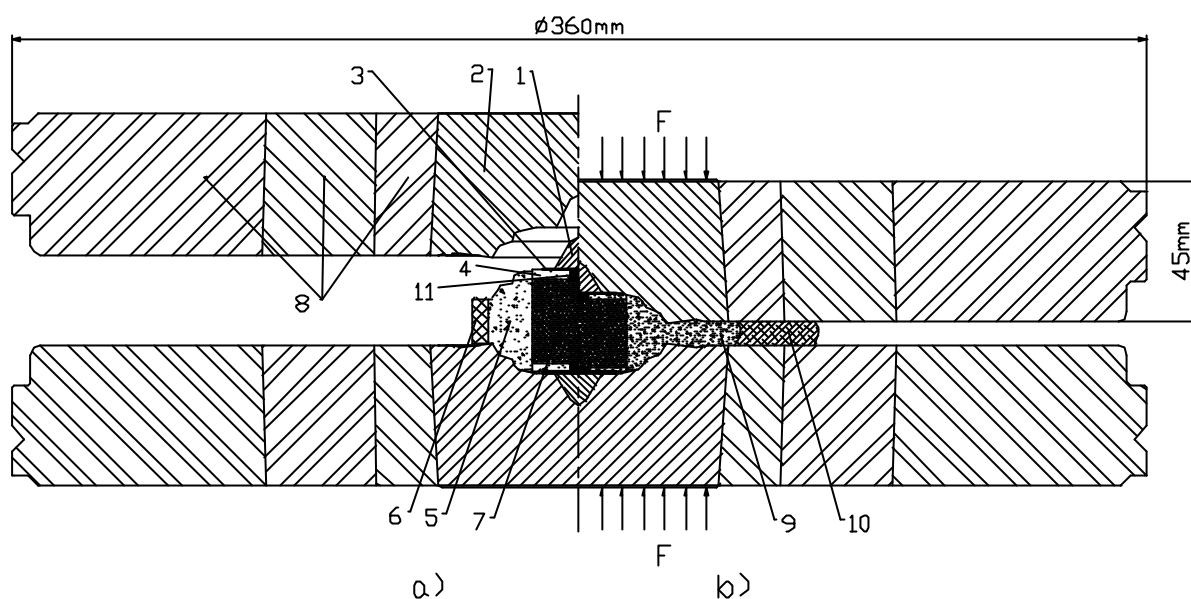


Figura 4.8 – Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis, utilizado na prensa hidráulica de 2500Ton para a síntese dos MSD e instalada na UENF. a) DAP antes de ser submetido à compressão; b) DAP durante a compressão. Onde: 1 – Cone de proteção fabricado de liga resistente ao calor; 2 – Bigorna de aço rápido; 3 – Chapa de molibdênio; 4 – Disco de proteção; 5 – Cápsula deformável; 6 – Anel polimérico; 7 – Mistura reativa; 8 – Cintamento; 9 – Gaxeta (formada pela extrusão da periferia da cápsula durante a compressão); 10 – Anel polimérico deformado 11 – Conductor cilíndrico de grafite.

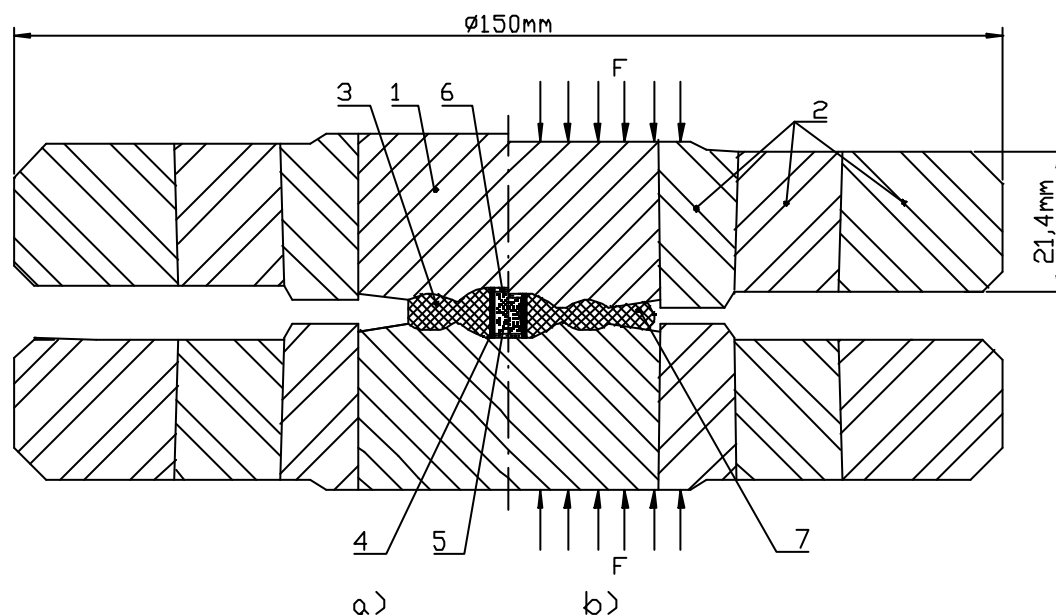


Figura 4.9 – Dispositivo de alta pressão tipo bigorna com concavidade toroidal, utilizado na prensa hidráulica de 630Ton para a sinterização dos MSD e instalada na UENF. a) DAP antes de ser submetido à compressão; b) DAP durante a compressão. Onde: 1 – Bigorna de metal duro; 2 – Cintamento; 3 – Cápsula

deformável; 4 –Tubo aquecedor de grafite; 5 – Mistura de diamante em pó mais ligante; 6 – Disco de proteção ; 7 – Gaxeta (formada pela extrusão da periferia da cápsula durante a compressão).

Calibração de Pressão: a calibração de pressão foi realizada pelo método indireto de medição da pressão, que se baseia na transformação de fase de um determinado metal, denominado calibrante. Ao ocorrer à transformação de fase há a variação da resistência elétrica do calibrante, que é indicado graficamente num computador conectado ao circuito, da qual a cápsula montada com a mistura mais o calibrante faz parte, por um multímetro de elevada resolução na escala de ohms ($0,001\Omega$). Quando essa transformação de fase ocorre sabe-se que uma determinada pressão foi alcançada no interior da cápsula, esse valor é então imediatamente associado ao valor da pressão hidráulica que está sendo fornecida pela prensa para a compressão da cápsula. Faz-se então uma associação entre a pressão hidráulica exercida pela prensa com a pressão obtida para a transformação de fase dos metais calibrantes. Desse modo é realizado a calibração de pressão.

Os metais calibrantes utilizados para a calibração de pressão foram o bismuto ($\text{Bi-I} \rightarrow \text{Bi-II}$ à 2,55GPa e $\text{Bi-III} \rightarrow \text{Bi-IV}$ à 7,7GPa) e o seleneto de chumbo (PbSe à 4,3GPa). O bismuto foi utilizado sob a forma de fio com diâmetro de 0,40mm e comprimento da ordem de 1,5mm. Já o PbSe foi usado na forma de pó prensado manualmente. A montagem das cápsulas com a mistura e o calibrante são mostradas nas figuras 4.10 e 4.11. O circuito elétrico, da qual a cápsula, o DAP e a prensa fazem parte, em que é monitorada a variação da resistência elétrica é esquematizado na figura 4.12. Alguns acessórios, como papelão ou cartolina, são utilizados para isolar determinadas partes da prensa do circuito elétrico e também para canalizar o movimento dos elétrons apenas pelo calibrante. Para a cápsula usada no DAP tipo bigorna com concavidade cônicas variáveis (prensa de 2500Ton), fez-se também uma montagem com bismuto de lado da cápsula e o PbSe do outro, com a finalidade de se aproveitar melhor o uso das cápsulas. Com o uso apenas do PbSe foi possível dispensar o uso do isolante de papelão, isso possibilitou realizar a síntese depois de cada ensaio com este calibrante.

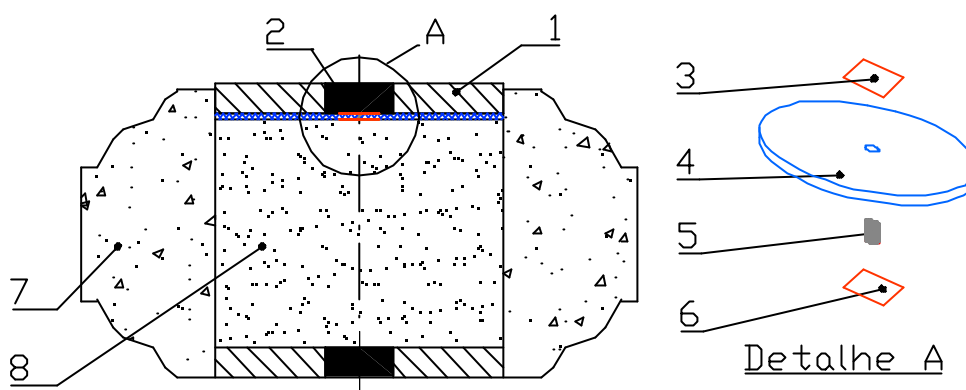


Figura 4.10 – Esquema da montagem do calibrante de Bi no interior da cápsula, onde: 1 – Disco de proteção; 2 – Bucha condutora de grafite; 3 – Folha de cobre; 4 – Cartolina; 5 – Fio de bismuto; 6 – Folha de cobre; 7 – Cápsula deformável; 8 – Mistura reativa.

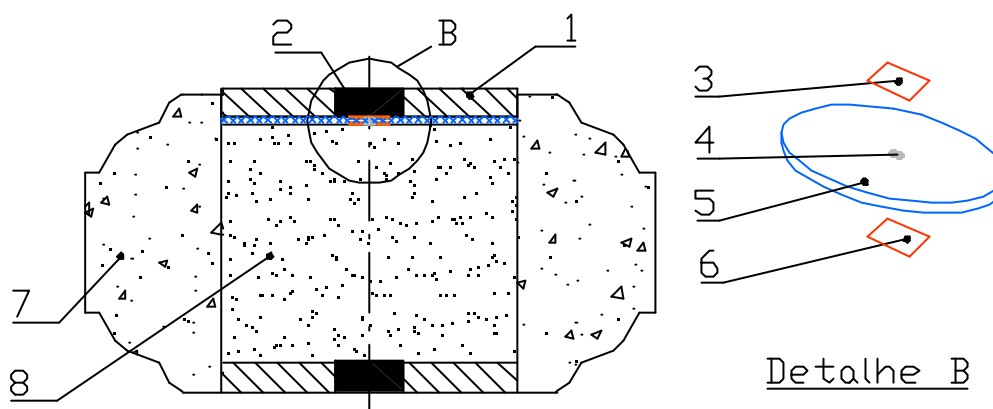


Figura 4.11 – Esquema da montagem do calibrante de PbSe no interior da cápsula, onde: 1 – Disco de proteção; 2 – Bucha condutora de grafite; 3 – Folha de cobre; 4 – Cartolina; 5 – PbSe em pó compactado; 6 – Folha de cobre; 7 – Cápsula deformável; 8 – Mistura reativa.

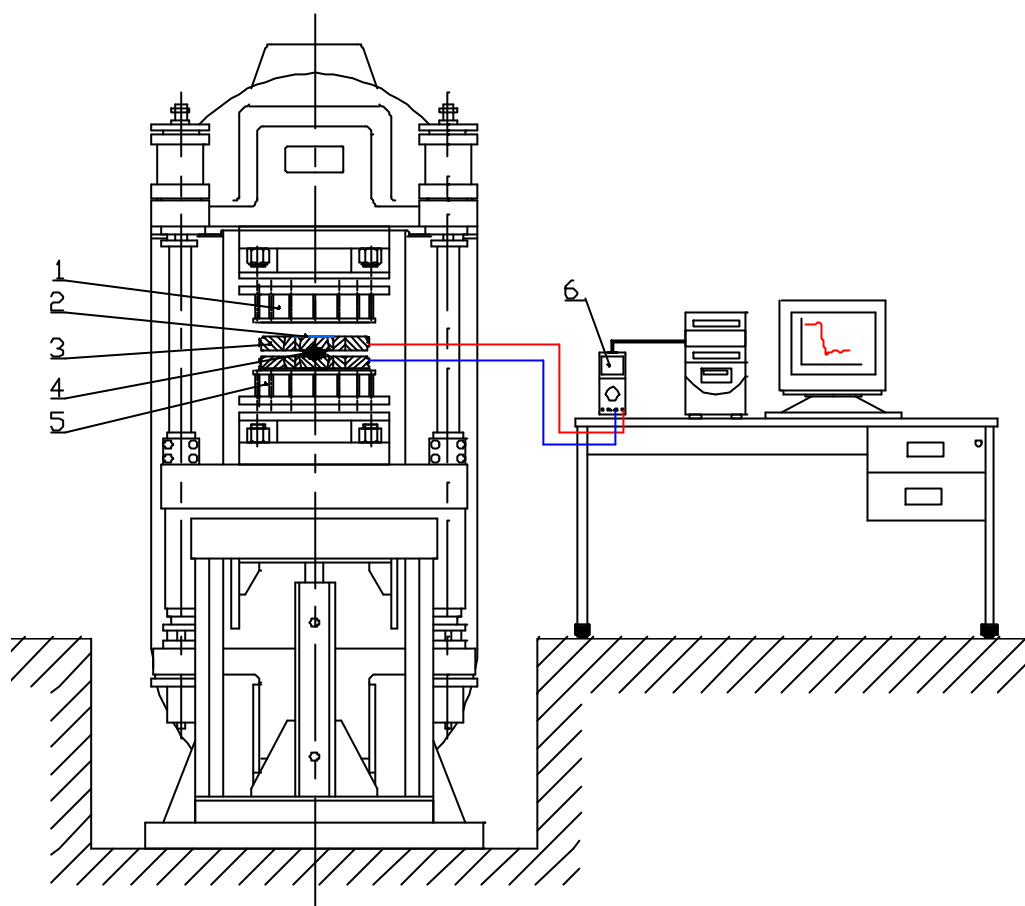


Figura 4.12 – Representação do circuito elétrico no qual foi medida a variação da resistência elétrica por meio de um multímetro de alta resolução conectado a um computador, onde: 1 – Bloco de apoio superior; 2 – Folha de papelão; 3 – DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis; 4 – Cápsula deformável com mistura reativa e calibrante; 5 – Bloco de apoio inferior; 6 – Multímetro.

Os dados obtidos com os testes de calibração de pressão, tanto com a cápsula feita de materiais nacionais quanto para as cápsulas russas, foram apresentados sob a forma de gráficos para melhor comparação.

Calibração da Temperatura: Este ensaio tem por finalidade relacionar a temperatura obtida no interior da cápsula (submetida à alta pressão), com uma determinada corrente elétrica, responsável pelo aquecimento, que está atravessando a mistura reativa, ou tubo aquecedor de grafite, ou o compósito a qual se espera sinterizar. Essa temperatura no interior das cápsulas foi medida por dois métodos distintos: a fusão de metais sob alta pressão com alta temperatura e a medição da temperatura por meio de termopares. Optou-se pela verificação da

temperatura pelo método da fusão de metais para o DAP tipo bigorna com concavidade toroidal (prensa de 630Ton). Já para o DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis (prensa de 2500Ton) se utilizou o método do termopar. Os métodos empregados são descritos a seguir:

a) Calibração da temperatura pelo método da fusão dos metais.

Dentro da cápsula usada no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal, foi colocado o tubo aquecedor de grafite junto com a mistura reativa, ou compósito adiamantado, que se deseja sinterizar, e um pequeno pedaço de metal, o qual já se conhece previamente o comportamento sob alta pressão, ou seja, o valor da temperatura a qual o metal se funde sob alta pressão. Nos experimentos realizados, se utilizou um pequeno fio de cobre, com aproximadamente 1,5mm de diâmetro com 2mm de comprimento. O fio de cobre foi colocado dentro de uma mistura de pó de diamante com 5% de Co, conforme a figura 4.13. O comportamento do cobre sobre alta pressão pode ser observado no diagrama de equilíbrio de fase apresentado na figura 4.14. Para este ensaio foram preparadas 5 cápsulas com a mistura a ser sinterizada. Depois disso as cápsulas foram submetidas à pressão hidráulica correspondente a 7,7GPa (valor obtido pela calibração de pressão utilizando o bismuto). Depois de atingido esse valor de pressão a corrente elétrica foi acionada.

Foram aplicadas correntes de 500A, 600A, 700A, 800A e 900A, para cada cápsula preparada, sendo que foram preparadas três cápsulas para cada nível de corrente elétrica aplicado. Os tempos de aplicação da corrente elétrica foram 30s para as cápsulas submetidas a 500 e 600 amperes e 40s para as demais amperagens.

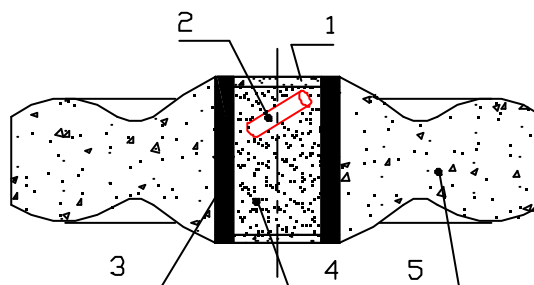


Figura 4.13 – Esquema da montagem da cápsula, usada no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal, para a calibração pelo método da fusão dos metais, onde: 1 – Tampa de pó de calcita compactado; 2 – Fio de cobre; 3 – Tubo condutor de grafite; 4 – Pó de diamante com 5% de Co; 5 – Cápsula deformável.

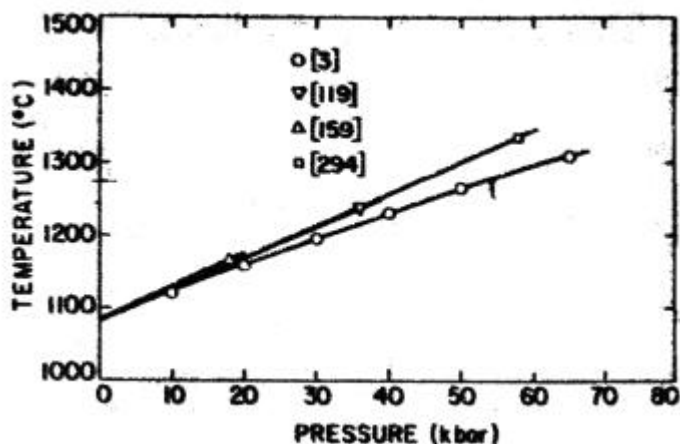


Figura 4.14 – Diagrama de equilíbrio termodinâmico do cobre (Cannon, 1974)

b) Calibração da temperatura pelo método dos termopares.

O esquema de montagem da cápsula para este ensaio é apresentado na figura 4.15. Um termopar de cromel-alumel (N° 24 AW 6) foi inserido, por meio de um furo radial, dentro da cápsula usada no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis. O furo foi feito utilizando uma broca de aço rápido, com diâmetro de 1/16 polegadas ($\approx 1,6\text{mm}$). Isso foi realizado cuidadosamente em cada lado da cápsula (distante 180° um ponto de outro). Após o furo ter sido realizado, um disco de cloreto de sódio (sal de cozinha) foi compactado no diâmetro correspondente ao diâmetro interno da cápsula ($\varnothing 30\text{mm}$) com uma espessura de aproximadamente 5mm. O disco de NaCl foi depois cortado com uma retificadora manual nas suas laterais, de modo a se obter um tarugo (1) de largura de uns 10mm. O tarugo de NaCl tem como função evitar curto circuito entre os fios do termopar e a mistura reativa (2). Após isso, a cápsula foi preenchida com mistura reativa até uma determinada altura e compactada com força de 10Ton ($p=140\text{MPa}$). A altura resultante foi o suficiente para colocação do tarugo dentro da cápsula na altura correspondente ao centro do furo e eixo longitudinal do tarugo. Depois disso a cápsula foi preenchida com mais mistura reativa até a altura suficiente para o fechamento com os discos de proteção (3) e compactada com 10Ton. Perfurou-se o tarugo de NaCl com a broca de aço rápido de $\varnothing 1,6\text{mm}$ até se realizar um furo passante. Após isso se inseriu um tubo de alumina (4) transpassando a cápsula diametralmente. Depois o termopar (5) de cromel e alumel teve suas pontas esmerilhadas para ficarem na forma de cunhas. O termopar também foi lubrificado com graxa comum para permitir algum deslizamento dentro do tubo de alumina e

evitar, dessa forma, um rompimento. Isso é feito antes de colocar cada fio do termopar dentro do tubo de alumina que já foi colocado na cápsula. Cada fio do termopar foi inserido num respectivo furo do tubo de alumina, tendo o cuidado de fazer as pontas da cunha se combinarem na forma de ângulos paralelos (ver detalhe “A” da figura 4.13). As partes dos fios do termopar que ficaram para fora da cápsula foram revestidos com uma capa de borracha, para evitar contato com as partes metálicas do DAP. A cápsula junto com o termopar foi então cuidadosamente colocada na câmara de alta pressão do DAP, e o mesmo foi posicionado entre os blocos de apoio da prensa para iniciar a compressão. Os fios do termopar foram conectados a um cabo ligado ao computador, para medição da temperatura via o programa (Elipse Scada V. 2.23) de gerenciamento das funções da prensa de 2500Ton. Antes de qualquer medição (calibração da temperatura) via programa, foi verificada a precisão da medição da temperatura por meio de uma manta aquecedora, 300g de água e um termômetro de mercúrio. Sendo satisfatório o nível de precisão ($<1^{\circ}\text{C}$) a pressão foi aplicada até 10MPa do circuito hidráulico da prensa. Depois a corrente elétrica foi acionada até 100A e o aumento da temperatura pode ser acompanhado graficamente pelo programa. Após a temperatura ter se estabilizado, num determinado patamar, a corrente foi novamente aumentada até 200A. Isso foi realizado sucessivamente. O erro introduzido com o uso do tarugo de NaCl dentro da mistura reativa deve ser considerado.

As cápsulas foram montadas com o termopar (mais mistura reativa) e testadas nos seguintes níveis de pressão hidráulica: 20MPa, 30MPa, 50MPa e 70MPa. Sendo que para cada valor de pressão foram aplicados os seguintes valores de corrente elétrica: 100A, 200A, 300A, 400A e 500A. Em cada nível de pressão e corrente elétrica utilizou-se até 3 cápsulas. O tempo de cada experimento foi o suficiente para haver a estabilização do valor da temperatura medido pelo termômetro conectado ao termopar.

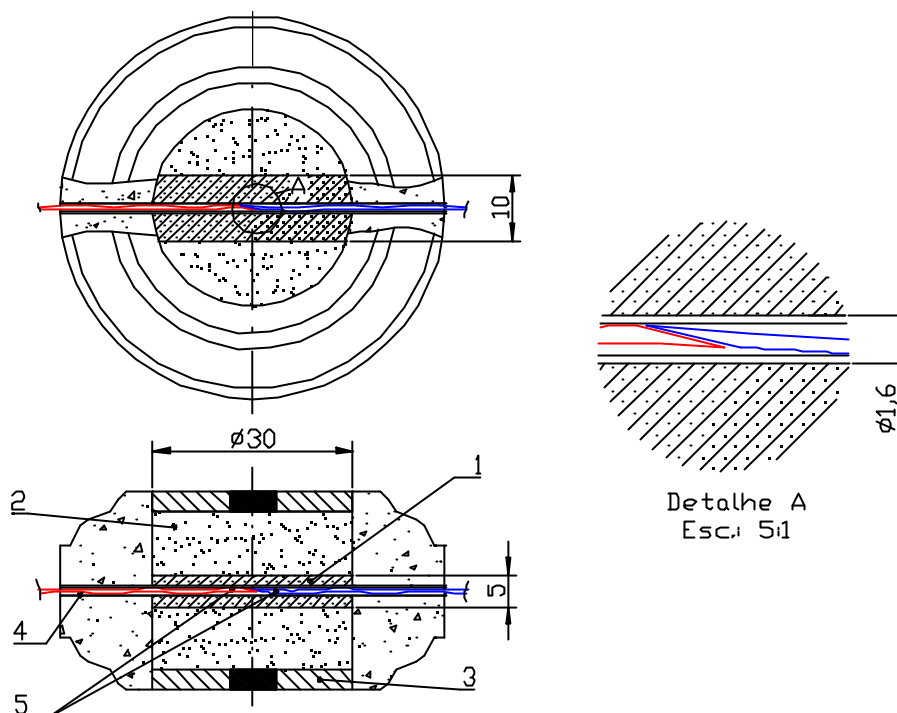


Figura 4.15 – Esquema da montagem da cápsula, usada no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis, para a calibração pelo método do termopar, onde: 1 – Tarugo de NaCl compactado; 2 – Mistura reativa; 3 – Disco de proteção de calcita; 4 – Tubo de alumina com $\varnothing 1,6\text{mm}$; 5 – Termopar cromel-alumel (Nº 24 AW 6). No detalhe “A” se observa a forma de cunha nas extremidades de junção do termopar.

4.2.7. Testes das Cápsulas Sob Condições Reais de Síntese / Sinterização.

Objetivo: Submeter às cápsulas fabricadas com materiais nacionais (calcita e resina), e preenchidas com mistura reativa, as mesmas condições de síntese e sinterização que são usadas para as cápsulas provenientes da Rússia ou Ucrânia.

Descrição: Foram produzidas cápsulas utilizadas para testes tanto de síntese quanto de sinterização.

Para a síntese foram fabricadas cápsulas nacionais de acordo com os dados obtidos nos experimentos anteriores. Elas foram preenchidas, utilizando-se uma matriz, com 40g de mistura reativa sob carga de 10Ton ($p=140\text{MPa}$). As cápsulas foram preparadas com discos de proteção e condutores elétricos feitos de grafite, conforme já descrito em experimentos anteriores. Após isso, as cápsulas foram colocadas na posição de compressão dentro do DAP tipo bigorna com

concavidades cônicas variáveis. A prensa hidráulica especial foi acionada e o processo de síntese iniciado. Os parâmetros para a síntese foram: pressão hidráulica de 100MPa ($p= 4,6\text{GPa} - 4,7\text{GPa}$) e corrente elétrica inicial de 875A ($T=1200^\circ\text{C} - 1300^\circ\text{C}$), por um período de 10min. Após esse tempo a pressão foi aliviada com três velocidades distintas. Os aglomerados obtidos foram purificados e os diamantes observados no MEV. Antes de iniciada a operação as bigornas foram inspecionadas visualmente e em relação às deformações plásticas em sua superfície, de forma semelhante à verificação de afundamentos realizada para as bigornas de Bridgman. A cada 5 operações de síntese as bigornas são reexaminadas em relação às deformações plásticas.

Foram testadas 15 cápsulas montadas para a síntese na prensa de 2500Ton. Cada cápsula foi submetida a pressão hidráulica de 100MPa e corrente elétrica de 875A, por um tempo de 10min. A velocidade de alívio de pressão hidráulica empregada para todos os ensaios foi de 1MPa/s. Os critérios observados no experimento foram:

- Síntese dos diamantes;
- Ocorrência de deformações plásticas nas superfícies de trabalho das bigornas.
- Explosões antes, durante e após a síntese;
- Quantidade de diamantes;
- Morfologia dos diamantes obtidos por ciclo;
- Comportamento da cápsula deformável;
- Comportamento da gaxeta;
- Nível de carbonização do material da cápsula;

Para a sinterização foram fabricadas cápsulas nacionais de acordo com os dados obtidos nos experimentos anteriores. Para cada cápsula foi montado no seu interior um tubo condutor de grafite (forno), com 0,5g da mistura de pó adiamantado mais cobalto (90% diamante + 5% Co) e discos isolantes de calcita nas extremidades, fechando a mistura dentro do tubo, conforme já descrito em experimentos anteriores. Após isso, as cápsulas foram colocadas na posição de compressão dentro do DAP tipo bigorna com concavidade toroidal. A prensa hidráulica especial foi acionada e o processo de síntese iniciado. Os parâmetros para a sinterização foram: pressão hidráulica de 160MPa ($p= 7,7\text{GPa} - 8,0\text{GPa}$) e

corrente elétrica de 800A ($T=1350^{\circ}\text{C} - 1450^{\circ}\text{C}$), por um período de 30s. Após esse tempo a pressão foi aliviada com velocidades constante característica da máquina. Os produtos obtidos foram analisados no MEV. Antes de iniciada a operação as bigornas foram inspecionadas visualmente e em relação às deformações plásticas em sua superfície, de forma semelhante à verificação de afundamentos realizada para as bigornas de Bridgman. A cada 5 operações de sinterização as bigornas são reexaminadas em relação a deformações plásticas.

Foram testadas 15 cápsulas montadas para a sinterização na prensa de 630Ton. Cada cápsula foi submetida a pressão hidráulica de 160MPa e corrente elétrica de 800A, por um tempo de 30s. Os critérios observados no experimento foram:

- Sinterização dos compósitos adiamantados;
- Ocorrência de deformações plásticas nas superfícies de trabalho das bigornas.
- Explosões antes, durante e após a sinterização;
- Eficiência da sinterização;
- Comportamento da cápsula;

4.2.8. Estabelecimento da Tecnologia de Fabricação das Cápsulas Deformáveis e Discos de Proteção.

Objetivo: Determinar a tecnologia a ser utilizada na fabricação em série das cápsulas deformáveis usadas na síntese e sinterização dos MSD e feitas de materiais comercialmente produzidos no Brasil.

Descrição: Para a fabricação em série das cápsulas deformáveis é necessário um conjunto de ações que possibilite obter de forma racional o produto desejado, conforme indicado esquematicamente na figura 4.16.

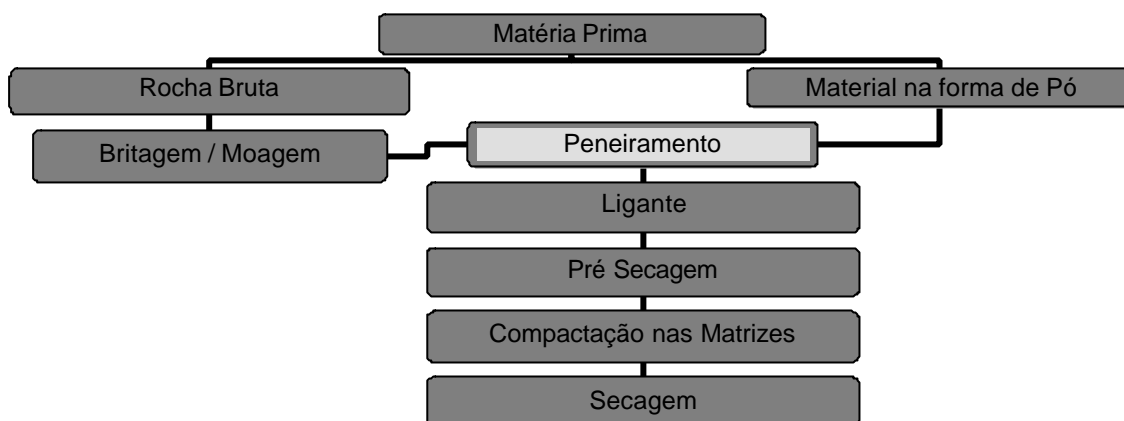


Figura 4.16 – Esquema de fabricação das cápsulas deformáveis.

1. *Matéria Prima*: Os materiais usados para a fabricação da cápsula deformável foram selecionados de acordo com os resultados obtidos nos ensaios referidos na metodologia. Como citado na revisão bibliográfica, o material deve ter condições específicas que garantam a transmissão da alta pressão à mistura reativa sob alta temperatura, e ao mesmo tempo manter sua integridade física-mecânica, de modo a evitar explosões que possam ocorrer sob carregamento (aumento) ou descarregamento (alívio) da pressão. A matéria prima utilizada deve ser comercialmente encontrada, preferencialmente já na forma de pó dentro da faixa granulométrica que atende a aquelas especificadas nos testes anteriores. Materiais na forma de rocha devem ser britados, moídos e por fim peneirados na faixa granulométrica especificada. Para a produção industrial das cápsulas, a análise de custo dessas matérias-primas torna-se necessária, pois é o indicativo da viabilidade do processo de fabricação.
2. *Peneiramento*: A matéria prima foi peneirada por 1 hora no peneirador gravitacional, com o objetivo de obter as faixas granulométricas mais indicadas para se trabalhar.
3. *Ligante*: O ligante deve ser adicionado à matéria prima que foi peneirada a fim de se obter uma mistura, na forma e compósito polimérico de matriz cerâmica. O ligante deve ter características tal que possa transmitir plasticidade à mistura. A quantidade de ligante foi determinada nos ensaios realizados anteriormente. Sua composição deve evitar ao

máximo possível à formação de carbonização da cápsula durante a síntese / sinterização. O ligante utilizado deve ter algumas características, tais como: baixo custo, ser comercial e pouco nocivo à saúde humana. Requisitos como fácil manuseio e pouca agressividade ao meio ambiente também devem ser considerados.

4. *Mistura*: A mistura deve ser processada por 1 hora num misturador para se obter maior homogeneidade.
5. *Formação de Grânulos*: A mistura deve ser processada numa peneira de malha 2mm a fim de se obter grânulos, que facilitam a compactação e sinterização da cápsula.
6. *Pré-Secagem*: Os grânulos da mistura da etapa anterior devem ser submetidos a temperaturas da ordem de 80°C no interior de uma estufa durante aproximadamente 1 hora. Isto deve ser feito para eliminar materiais voláteis que possam prejudicar a compactação da mistura. Após a pré-secagem a mistura deve ser resfriada no interior da estufa por 4 horas.
7. *Compactação em Matrizes*: Uma determinada massa de mistura granulada, e pré-secada, deve ser colocada no interior das matrizes de compactação e submetida a pressões em torno de 500MPa numa prensa hidráulica apropriada por cerca 3 segundos.
8. *Secagem Final ou Sinterização*: Após o processo de compactação as cápsulas devem ser submetidas à secagem, a qual consiste no aquecimento das cápsulas a temperaturas próximas a 130°C no interior da estufa durante 1 hora. Depois desse período as cápsulas são resfriadas por 24 horas dentro da própria estufa as quais tinham sido aquecidas.

CAPITULO V – Desenvolvimento Teórico:

5.1. Estudo Analítico das Zonas de Compressão Pura e de Fluxo de Material (ou cisalhamento).

Para este estudo foi realizado investigando as deformações nas amostras comprimidas nas bigornas de Bridgman.

Quando o disco (amostra) é comprimido entre as bigornas, o material começa a escoar do centro para a periferia do disco. Portanto, uma fronteira circular é criada entre o material que está sendo comprimido no centro de disco e o material que escoou para a periferia, figura 5.1. Com aumento do carregamento sobre as bigornas, a fronteira move-se em direção ao centro do disco, e quanto maior for à espessura do disco, maior será a velocidade com que a fronteira se movimenta (Prins, 1983) Teoricamente existiria uma espessura inicial, a qual causaria o movimento da fronteira até o centro exato do disco submetido a uma determinada carga.

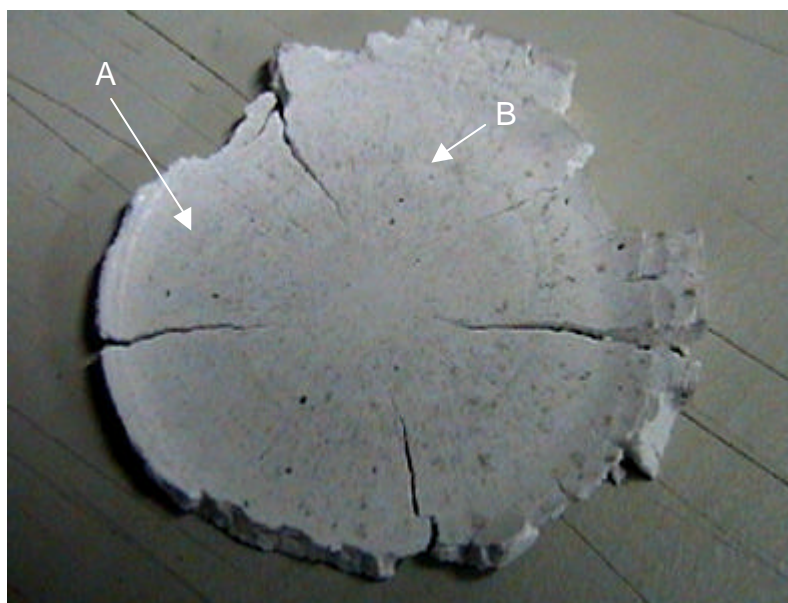


Figura 5. 1 – Fotografia do disco/amostra após ter sido comprimido. A seta “A” indica a região anular onde ocorreu o fluxo de material do centro para a periferia. A seta “B” indica a fronteira entre a região central e a região do fluxo (diâmetro médio do disco/amostra após a compressão foi de 35mm).

A distribuição da pressão sobre a área do disco onde escoamento (ou fluxo) já foi determinada analiticamente (Prins, 1984). O desenvolvimento das equações que descrevem o fenômeno é realizada a seguir a partir da análise do elemento infinitesimal apresentado na figura 5.2.

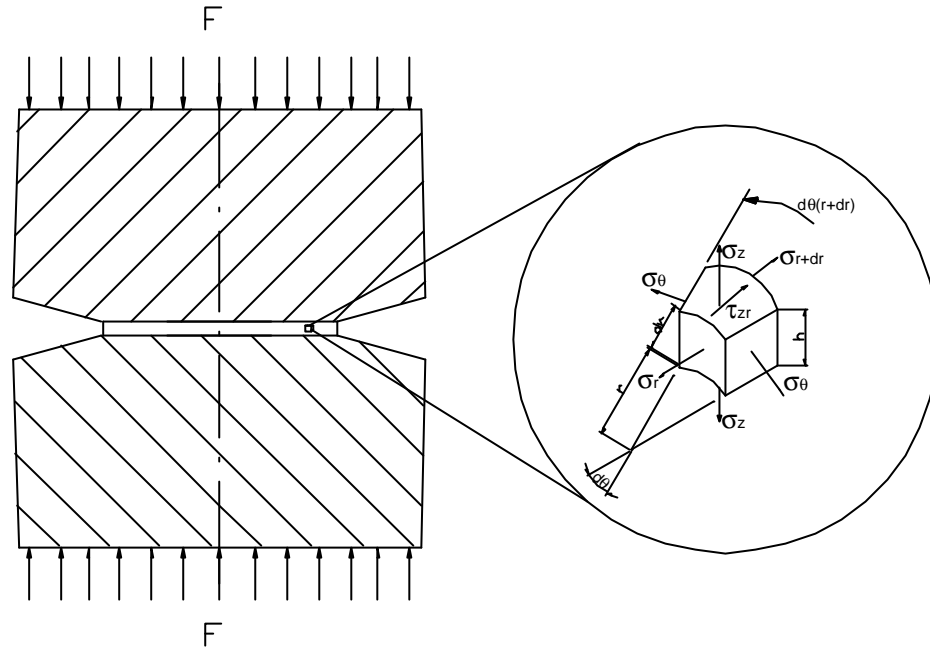


Figura 5. 2 – Esquema da compressão da amostra entre as bigornas de Bridgman e das tensões atuantes sobre o elemento infinitesimal.

Da condição de equilíbrio de forças sobre o elemento infinitesimal tem-se:

$$\sigma_r \cdot r \cdot d\theta \cdot h - (\sigma_r + d\sigma_r) \cdot d\theta \cdot (r + dr) \cdot h - 2 \cdot \sigma_\theta \cdot dr \cdot \sin\left(\frac{d\theta}{2}\right) - 2 \cdot \tau \cdot r \cdot d\theta \cdot dr = 0 \quad (5.1)$$

Suprimindo as variáveis e termos em comum, e considerando que $d\theta \cdot dr \approx 0$

e que $\sin\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{d\theta}{2}$, tem-se:

$$r \cdot h \cdot d\sigma_r + \sigma_r \cdot dr \cdot h - \sigma_\theta \cdot dr \cdot h + 2 \cdot \tau \cdot r \cdot dr = 0 \quad (5.2)$$

Para o escoamento plástico ideal de um sólido admite-se $d\varepsilon_\theta = d\varepsilon_r$, o que corresponde a $\sigma_\theta = \sigma_r$. Portanto a equação (5.2) torna-se:

$$\frac{d\sigma_r}{dr} = -\frac{2 \cdot \tau}{h} \quad (5.3)$$

Considerando o critério de início de escoamento plástico de TRESCA (ou critério da máxima tensão de cisalhamento) obtém-se:

$$\sigma_r - \sigma_z = \sigma_o \quad (5.4)$$

Derivando a equação anterior, sabendo que σ_o é constante e que $\sigma_z = -p$, da equação (5.4) determina-se:

$$d\sigma_r = -dp \quad (5.5)$$

Substituindo a equação (5.5) em (5.3) tem-se:

$$\frac{dp}{dr} = -\frac{\tau}{h} \quad (5.6)$$

Sendo que a tensão de cisalhamento varia em função da pressão aplicada “p”, de acordo com a lei de COLUMB-MOHR para atritos mínimos, através da seguinte relação:

$$\tau = \mu \cdot p \quad (5.7)$$

Onde μ representa o coeficiente de atrito entre o disco e a superfície de trabalho das bigornas.

Substituindo a equação (5.7) dentro de (5.6) obtém-se:

$$\frac{dp}{p} = -\frac{2 \cdot \mu \cdot dr}{h} \quad (5.8)$$

Integrando a equação anterior tem-se:

$$\ln(p) = -\frac{2 \cdot \mu \cdot r}{h} + C \quad (5.9)$$

Através das condições de contorno, ou seja, quando $r = a$ tem-se $\sigma_r = 0$, da equação (5.4) se obtém $p = \sigma_o$. Substituindo essa relação na equação (5.9) tem-se:

$$C = \ln(\sigma_o) + \frac{2 \cdot \mu \cdot a}{h} \quad (5.10)$$

Substituindo (5.10) em (5.9) e racionalizando os termos obtém-se:

$$p = \sigma_o \cdot e^{\frac{2\mu}{h}(a-r)} \quad (5.11)$$

Por outro lado, para um sólido submetido a uma compressão uniforme, a pressão “p” pode ser definida por (Colombo, 1981):

$$\beta = -\frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial p} \right)_T \quad (5.12)$$

Onde: β - Coeficiente de compressibilidade;

V – Volume do sólido;

T – Temperatura;

A equação (5.12) é válida somente para a região de compressão pura do disco, ou seja, na região central onde não há fluxo de material. Considerando a temperatura constante tem-se:

$$\frac{dV}{V} = -\beta \cdot dp \quad (5.13)$$

Integrando a equação (5.13) e considerando como condições iniciais $V = V_o$ quando $p = 0$ tem-se:

$$\int_{V_0}^V \left(\frac{dV}{V} \right) = -\beta \cdot \int_0^p dp \Rightarrow p = -\frac{1}{\beta} \cdot \int_{V_0}^V \left(\frac{dV}{V} \right) \quad (5.14)$$

Substituindo a influência do volume pela espessura (ou altura) do disco na equação (5.14), devido à área de compressão ser constante, tem-se:

$$p = -\frac{1}{\beta} \cdot \int_{h_0}^h \left(\frac{dh}{h} \right) \quad (5.15)$$

No início da compressão a variação da pressão em função da altura do disco é governada pela equação (5.15). Quando se inicia o fluxo de material a variação passa a ser descrita pela equação (5.11). Depois que todo o material do centro escoou para a periferia, não há mais material para mover a fronteira do fluxo de material, ou seja, o fluxo cessa-se. A partir desse ponto a relação matemática que melhor descreve a pressão em função da altura do disco é dada pela equação (5.15). Contudo o valor de h_0 diminui para h_0^1 . Isto pode ser observado através do gráfico representado na figura 5.3.

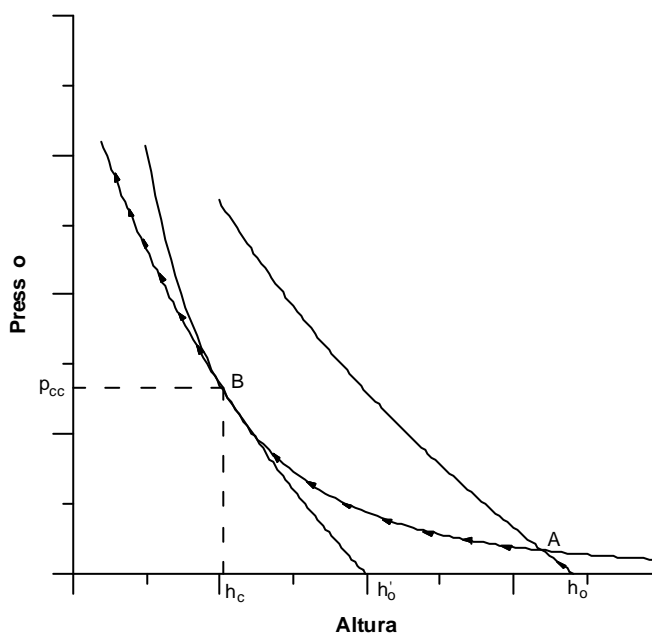


Figura 5. 3 – Variação da pressão em função da compressão do disco. No início da compressão, de h_0 até "A", a distribuição da pressão é calculada pela equação (5.15). Do ponto "A" até "B" a equação (5.11) pode ser usada para a determinar a distribuição de pressão. Do ponto "B" em diante a pressão volta a ser calculada pela equação (5.15).

Considerando o ponto “B” como a tangente da curva de fluxo, conclui-se que as derivadas das equações (5.11) e (5.15) são iguais, ou seja:

$$\frac{dp}{dh} = -\sigma_0 \cdot \frac{2 \cdot \mu}{h^2} \cdot (a-r) \cdot e^{\frac{2 \cdot \mu}{h}(a-r)} = -\frac{1}{\beta \cdot h} \quad (5.16)$$

Para a pressão atuante no centro, ou seja, $r = 0$, tem-se:

$$\frac{2 \cdot \mu}{h} \cdot (a) \cdot e^{\frac{2 \cdot \mu}{h}(a)} = \frac{1}{\beta \cdot \sigma_0} \quad (5.17)$$

A determinação de “h”, que no ponto “B” é igual a altura crítica do disco que está sendo comprimido, ou seja, h_c , que pode ser obtida resolvendo o algoritmo apresentado na figura 5.4:

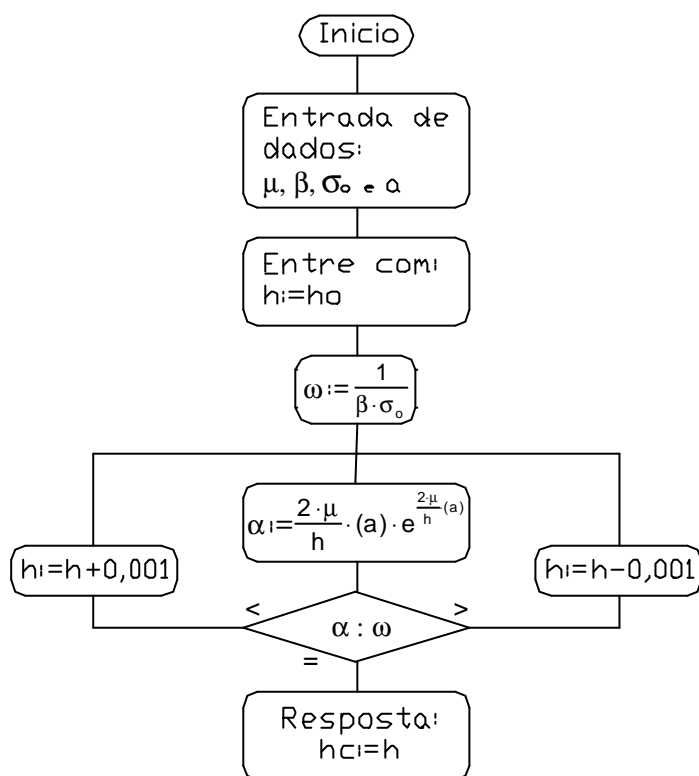


Figura 5. 4 – Algoritmo para a determinação teórica da altura crítica (h_c).

A distribuição da pressão ao longo da superfície de trabalho na bigorna de Bridgman tem sido exhaustivamente investigada por alguns cientistas (Prins, 1984; Okai and Yoshimoto, 1973; Bandyopadhyay, 1981). Os trabalhos de Johan F. Prins (1984) apresentam a distribuição da pressão em função do raio. Ele nota que deve-se observar se a espessura inicial dos disco/amostra é maior ou menor que h'_0 . Em função disso haverá diferentes formas de distribuição de pressão, figura 5.5. A distribuição é perfeitamente calculada para a maioria dos casos apresentados. No

entanto, para as curvas determinadas pela $p_s(r)$ não fica muito claro se a equação proposta para calcular essa pressão $\left[p_s(r) = \sigma \cdot \left[e^{\frac{2\mu \cdot (R-r)}{hc}} - 1 \right] + \frac{1}{\beta} \cdot \ln \left(\frac{hc}{h} \right) \right]$ pode realmente ser utilizada para esta finalidade, devido ao aspecto da curva continuar a ser semelhante a uma exponencial decrescente, semelhante as demais equações que descrevem a distribuição de pressão na região do fluxo de material e na região de estabilização de material.

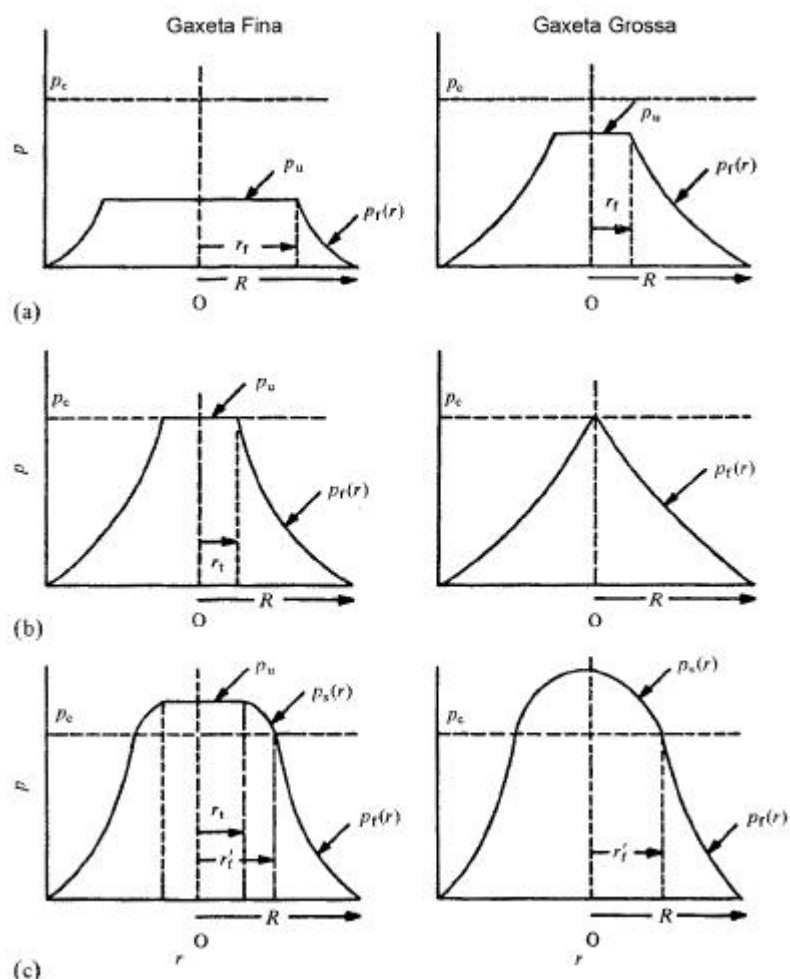


Figura 5. 5 – Idealização da distribuição da pressão entre as bigornas de Bridgman em função da distância radial mostrada para os seguintes casos: gaxeta fina ($h_o < h'_o$) e gaxeta grossa ($h_o > h'_o$), onde: (a) Distribuição de pressão sob cargas de baixa intensidade; (b) Situação onde ocorre a mudança de fluxo de material para estabelecimento da compressão do material; (c) Distribuição da pressão no ponto central quando a pressão atuante excedeu a pressão crítica (p_c) onde o comportamento muda de fluxo de material para estabelecimento da compressão do material (Prins, 1984).

Em relação à figura anterior deve-se notar que a pressão crítica corresponde à pressão na qual a altura crítica foi alcançada. As pressões p_u e $p_f(r)$ podem ser calculadas pelas seguintes equações:

$$p_u = \frac{1}{\beta} \cdot \ln\left(\frac{h_o}{h_c}\right) \quad (5.18)$$

$$p_f(r) = \sigma_o \cdot e^{\frac{2\mu}{h_c}(R-r)} \quad (5.19)$$

Onde: R corresponde ao raio máximo do disco/amostra.

5.2. Simulação Computacional do Processo de Compressão dos Discos/Amostras nas Bigornas de Bridgman por meio do Método dos Elementos Finitos (MEF).

O sucesso do modelamento depende da obtenção de propriedades, físicas/mecânicas e tribológicas dos materiais e dos lubrificantes (Schaeffer, 2003).

A aplicação de simulação computacional para análise dos processos envolvendo a alta pressão e alta temperatura iniciou-se na década de 1980 (Levitas, 1984). Entretanto nos últimos dez anos, com o aprimoramento dos programas de simulação numérica, alguns avanços significativos têm sido obtidos nessa área (Rangel, 1998; Abreu, 2003). Atualmente a sofisticação de tais programas de simulação são bastantes elevadas, a ponto de permitir realizar simulações complexas, como o fluxo de material em deformações plásticas, em duas ou três dimensões, dependendo da simetria e comportamento do sistema. Pode-se afirmar que esses programas tornaram-se uma ferramenta importante na avaliação do estado de tensão-deformação de peças submetidas a altas pressões e altas temperaturas.

A modelagem dos processos de compressão dos discos/amostras nas bigornas de Bridgman apresenta grandes dificuldades, tais como: condições de fronteira, contato entre os elementos que compõem o DAP, grandes deformações plásticas e determinação das propriedades mecânicas dos materiais envolvidos no processo sob alta pressão. Essas dificuldades são a causa de uma série de não-linearidades que dificultam, e muito, a solução do problema por meio do

modelamento matemático. Para resolver alguns dos problemas relacionados a essas não-linearidades, divide-se aplicação do carregamento em pequenos incrementos. Efetuam-se, então, cálculos até se atingir o equilíbrio entre as forças internas e as forças externas e, em seguida, aplica-se um novo incremento de deslocamento, sempre observando a convergência do processo e o grau de precisão necessário para o processo convergir. A escolha do tipo de malha a ser empregado num determinado problema, seu refinamento e distorção aceitável variam em função da aplicação e da linearidade do problema (Alves Filho, 2002).

Durante cada incremento, há dois modos nos quais as variáveis podem ser atualizadas: Por integração implícita, ou seja, a cada passo de tempo há a necessidade de resolver um sistema de equações lineares e encontra-se a solução fazendo-se iterações até se atingir algum critério de convergência (NEWTON-RAPHSON). No método de integração explícita, não há a necessidade de resolver um sistema de equações lineares a cada passo de tempo. Porém, esse passo de tempo deve ser muito menor (Manual de Introdução MAR101 do MSC.MARC 2002).

A simulação computacional foi realizada utilizando disco de alumínio devido a dificuldade de equacionar o comportamento do material cerâmico submetido a compressão, conforme pode-se observar na figura 5.6 obtida pela compressão do disco/amostra de calcita nas bigornas de Bridgman. A variação brusca da força é causada pela perda do atrito entre as superfícies de contato na periferia da amostra e as superfícies de trabalho das bigornas. Essa perda de atrito gera uma pequena ejeção (extrusão rápida) da amostra, semelhante a uma pequena explosão.

A figura 5.7 mostra a compressão de um disco de alumínio entre as bigornas de Bridgman, submetidas ao carregamento na prensa hidráulica de 630Ton e numa velocidade de 0,01mm/s. Os resultados recebidos fornecem um aspecto da distribuição de tensões equivalentes de VON MISES sobre as bigornas fabricadas de aço rápido. Pode-se observar que o maior nível dessas tensões são alcançadas na periferia da superfície de trabalho e a aproximadamente 10mm abaixo da mesma superfície na direção axial. Esse elevado nível de tensões talvez possa ser explicado pela interação de tensões provenientes da periferia com o centro da superfície de trabalho. Simulações com discos de aço rápido e o mesmo grau de deslocamento radial apresentaram deformações plásticas nas superfícies de trabalho das bigornas, mais especificamente nas regiões centrais dessas superfícies. Esse afundamento parece estar relacionado ao tal campo de tensão

elevado localizado aproximadamente no centro das bigornas. Nas bigornas reais, durante os testes com materiais como filito e aragonita, foram observados esses afundamentos nas bigornas de aço rápido. Para as bigornas de metal duro, sob a aplicação de pressões maiores que 8GPa também foram observados os afundamentos.

A conclusão desse experimento foi o desenvolvimento de equações analíticas que podem ser utilizadas para cálculo da distribuição da pressão nas superfícies das bigornas de Bridgman. Essas equações possibilitam também a determinação da altura crítica teórica (h_c), desde que se conheça previamente algumas características físicas do material, como a compressibilidade β , o coeficiente de atrito μ e a tensão do limite de proporcionalidade do material σ_0 . Entretanto, deve-se notar que além da dificuldade em se obter com precisão algumas dessas características para um material que vai atuar sob alta pressão, as fórmulas anteriormente propostas simplificam uma série de fenômenos (como a fragilização e perda de resistência repentina) que ocorre em problemas que envolvem fluxo de materiais sólidos.

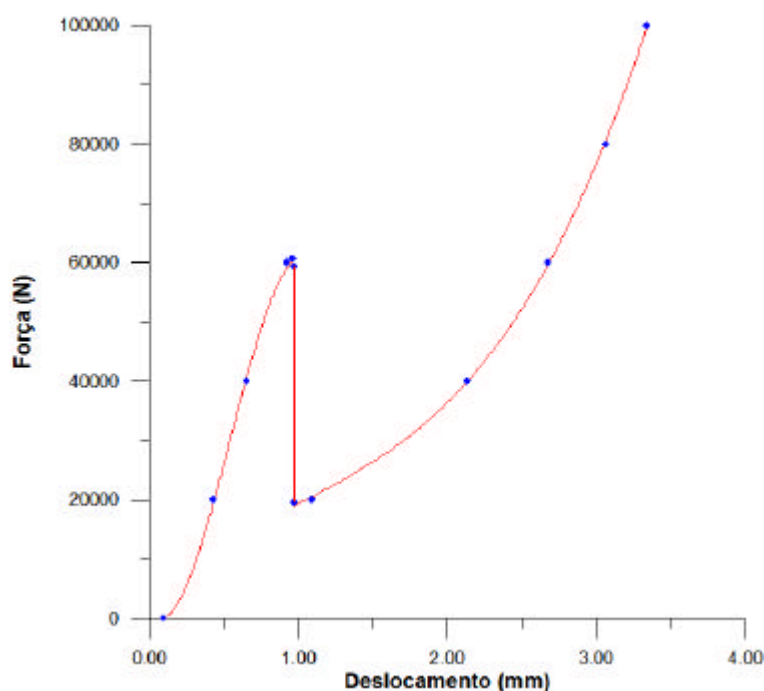
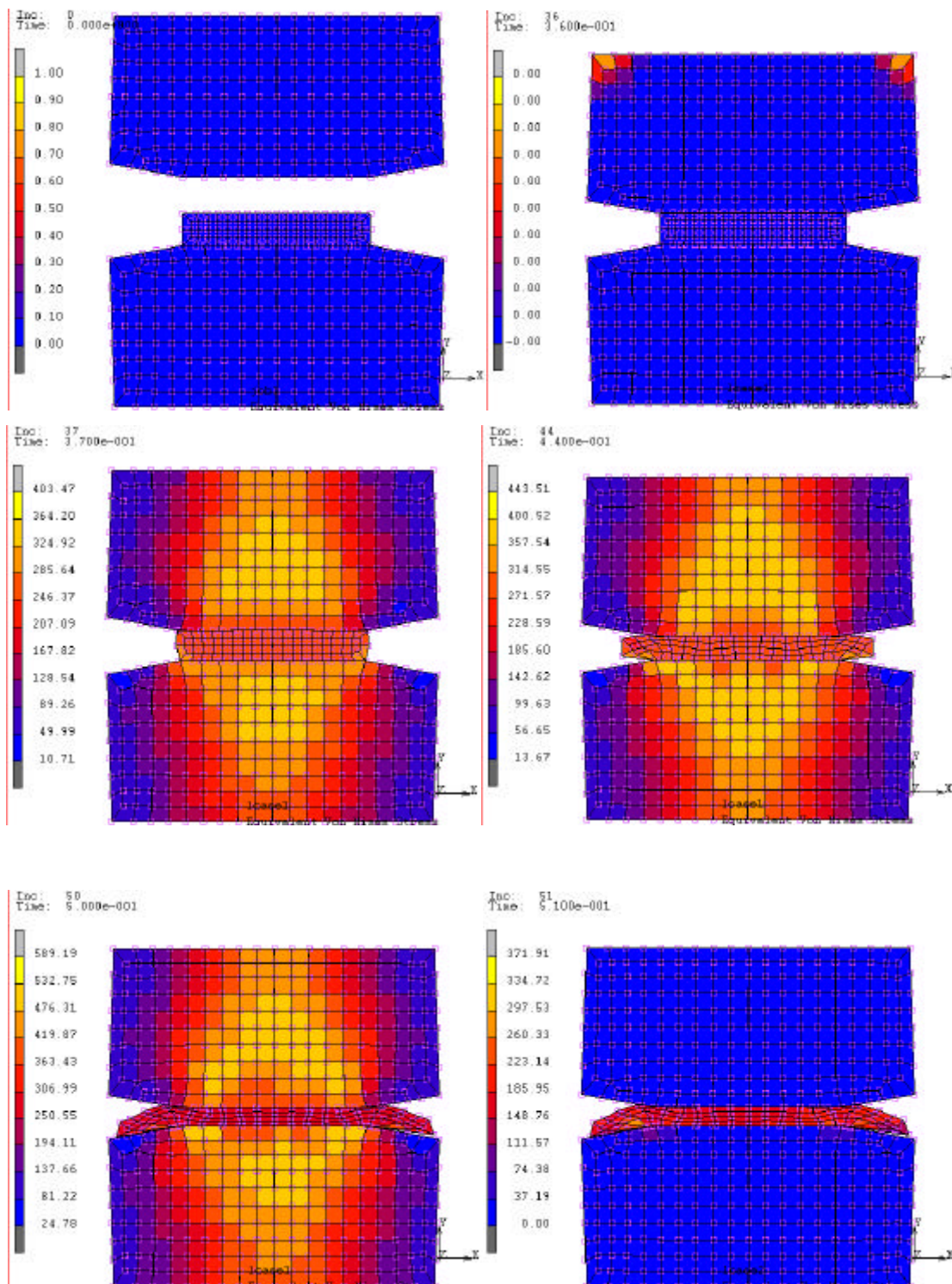


Figura 5. 6 – Comportamento do disco/amostra submetido a compressão entre as bigornas de Bridgman. O ensaio foi realizado numa máquina de ensaios mecânicos universal INSTRON. A variação brusca da força no deslocamento de aproximadamente 1mm deve-se, provavelmente, a perda de atrito da periferia da amostra com as superfícies de trabalho das bigornas.

A utilização de métodos numéricos aplicados à engenharia, tal como o MEF, representa uma solução onde o equacionamento torna-se impraticável ou impossível. No entanto esses métodos são fortemente influenciados pelas condições de contorno, tribologia, propriedades físicas e mecânicas dos materiais envolvidos. Quando não for possível avaliar com precisão as variáveis envolvidas, ao menos esses métodos permitem realizar análises qualitativas, se corretamente formulados, o que requer experiência prática e teórica.



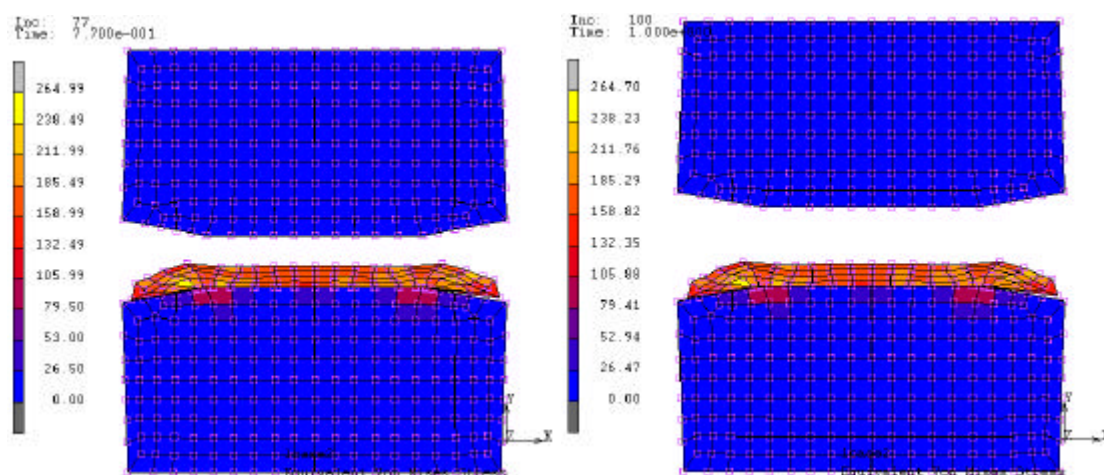


Figura 5. 7 – Resultado da distribuição das tensões equivalentes de Von Mises obtidas por meio do método dos elementos finitos (MEF). Foram realizados 100 incrementos para realização completa do modelo. Os materiais considerados para as bigornas e a cápsula foram aço rápido e alumínio, respectivamente. As dimensões das cápsulas foram 26mm de diâmetro por 4,42mm de altura (ou espessura). As dimensões das bigornas foram as mesmas especificadas nos anexos.

CAPITULO VI – Resultado e Discussões:

Neste capítulo estão descritos os resultados dos experimentos especificados na metodologia e suas respectivas conclusões.

6.1. Análise e Pré Seleção dos Materiais para Realização dos Ensaios.

Difração de Raios-X:

A análise por difração de raios-x foi realizada com o objetivo de caracterizar a estrutura cristalográfica das calcitas analisadas neste trabalho, pois de acordo com a literatura já foram descritas mais de 300 formas diferentes desse material (Dana, 1978).

Os resultados da análise por difração de raios-x para as calcitas, figuras 6.1, 6.2, 6.3 e 6.4, indicou uma certa diferença entre o material de origem russa e aqueles encontrados no Brasil, principalmente em relação aos elementos presentes. Enquanto a calcita russa foi identificada como sendo uma composição de calcita com quartzo, as calcitas de origem nacional apresentaram, de um modo geral, uma composição de calcita, dolomita, quartzo e cordierita. É interessante notar que a calcita de Travessão de Campos/RJ foi a que apresentou uma composição mineralógica mais semelhante a calcita russa. Nos estudos realizados nas bigornas de Bridgman, apresentado mais adiante, a calcita de Travessão também se aproximou da calcita russa. É de se supor que essa equivalência deve-se não somente aos elementos presentes, mas aos minerais e sua morfologia.

Nas figuras 6.5 e 6.6 são apresentados os difratogramas da aragonita e do filito. A aragonita analisada não apresentou o pico de difração característico desse material, contudo houveram picos que não foram identificados que talvez possam indicar a presença da aragonita. O difratograma revelou a presença de paragonita, quartzo, ilinita e feldspato.

A análise do filito fornecido pela empresa Matheus Leme Ltda indicou a presença de pirofilita, quartzo, pirofilita ferrosa, clorita, ilita (mineral argiloso semelhante a mica) e feldspato. A presença de pirofilita torna os testes posteriores de filito interessante, pois a pirofilita é normalmente utilizada na fabricação de cápsulas, container e gaxetas dos DAP tipo BELT e do MULTIPISTÕES. Os

resultados da intensidade relativa, ângulo de difração, distância interatômica e numeração do arquivo de identificação dos elementos para os materiais analisados, são apresentados nas tabelas 6.1, 6.2, 6.3, 6.4, 6.5 e 6.6.

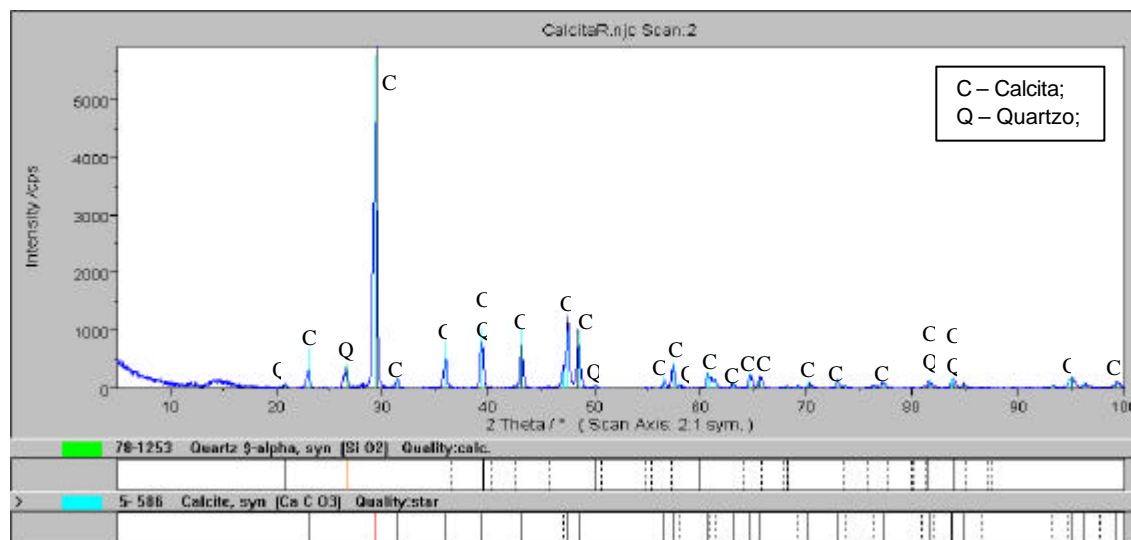


Figura 6. 1– Difratoograma da calcita de origem Russa.

Tabela 6. 1 – Intensidade relativa (**I-rel**), ângulo de difração (**2-Theta**), distância interatômica (**d_Fit(A1)**) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (**PDF-No**) da calcita de origem Russa.

No	I-rel	2-Theta	d_Fit(A1)	PDF-No.
1	0	20.8049	4.2661	78-1253
2	5	23.0911	3.8487	5- 586
3	7	26.6103	3.3471	78-1253
4	100	29.4097	3.0346	5- 586
5	3	31.4794	2.8396	5- 586
6	9	35.9762	2.4943	5- 586
7	16	39.4125	2.2844	78-1253
8	16	39.4125	2.2844	5- 586
9	13	43.1684	2.094	5- 586
10	21	47.51	1.9122	5- 586
11	18	48.5086	1.8752	5- 586
12	0	50.1905	1.8162	78-1253
13	3	56.5662	1.6257	5- 586
14	7	57.4135	1.6037	5- 586
15	0	59.9769	1.5411	78-1253
16	4	60.6722	1.5251	5- 586
17	2	63.0591	1.473	5- 586
18	4	64.7	1.4396	5- 586
19	3	65.6424	1.4212	5- 586
20	0	68.3462	1.3714	78-1253

21	2	70.3191	1.3377	5- 586
22	2	72.9639	1.2956	5- 586
23	2	77.2243	1.2344	5- 586
24	2	81.5726	1.1792	78-1253
25	2	81.5726	1.1792	5- 586
26	3	83.8388	1.153	78-1253
27	3	83.8388	1.153	5- 586
28	2	84.8371	1.142	5- 586
29	3	95.0732	1.0442	5- 586
30	1	96.2533	1.0345	5- 586
31	2	99.2407	1.0112	5- 586

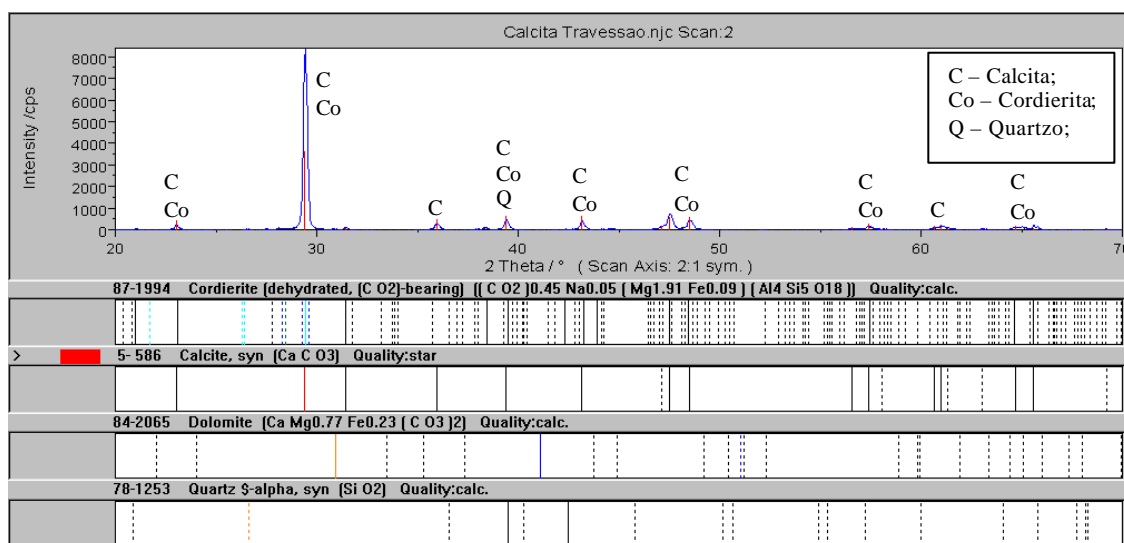


Figura 6. 2 – Difratoograma da calcita de Travessão de Campos/RJ.

Tabela 6. 2 - Intensidade relativa (**I-rel**), ângulo de difração (**2-Theta**), distância interatômica (**d_Fit(A1)**) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (**PDF-No**) da calcita de Travessão de Campos/RJ.

No	I-rel	2-Theta	d_Fit(A1)	PDF-No.
1	0	21.0479	4.2174	87-1994
2	2	23.0532	3.8549	5- 586
3	2	23.0532	3.8549	87-1994
4	100	29.4253	3.033	5- 586
5	100	29.4253	3.033	87-1994
6	0	30.9542	2.8866	84-2065
7	1	31.438	2.8433	5- 586
8	1	31.438	2.8433	87-1994
9	3	35.9648	2.4951	5- 586
10	0	35.9839	2.4938	5- 586
11	1	38.4105	2.3417	87-1994
12	5	39.4155	2.2842	5- 586

13	5	39.4155	2.2842	87-1994
14	5	39.4155	2.2842	78-1253
15	0	41.116	2.1936	84-2065
16	0	42.3598	2.132	78-1253
17	0	42.3598	2.132	87-1994
18	5	43.1794	2.0934	5- 586
19	5	43.1794	2.0934	87-1994
20	0	43.9219	2.0598	87-1994
21	0	47.5306	1.9115	5- 586
22	0	47.5306	1.9115	87-1994
23	0	48.5159	1.8749	5- 586
24	0	48.5159	1.8749	87-1994
25	6	48.5186	1.8748	5- 586
26	6	48.5186	1.8748	87-1994
27	1	56.5946	1.6249	5- 586
28	2	57.3898	1.6043	5- 586
29	2	57.3898	1.6043	87-1994
30	0	60.6741	1.5251	5- 586
31	0	60.9892	1.518	5- 586
32	2	60.9913	1.5179	5- 586
33	2	64.693	1.4397	5- 586
34	2	64.693	1.4397	87-1994
35	2	65.6233	1.4215	5- 586
36	2	65.6233	1.4215	87-1994

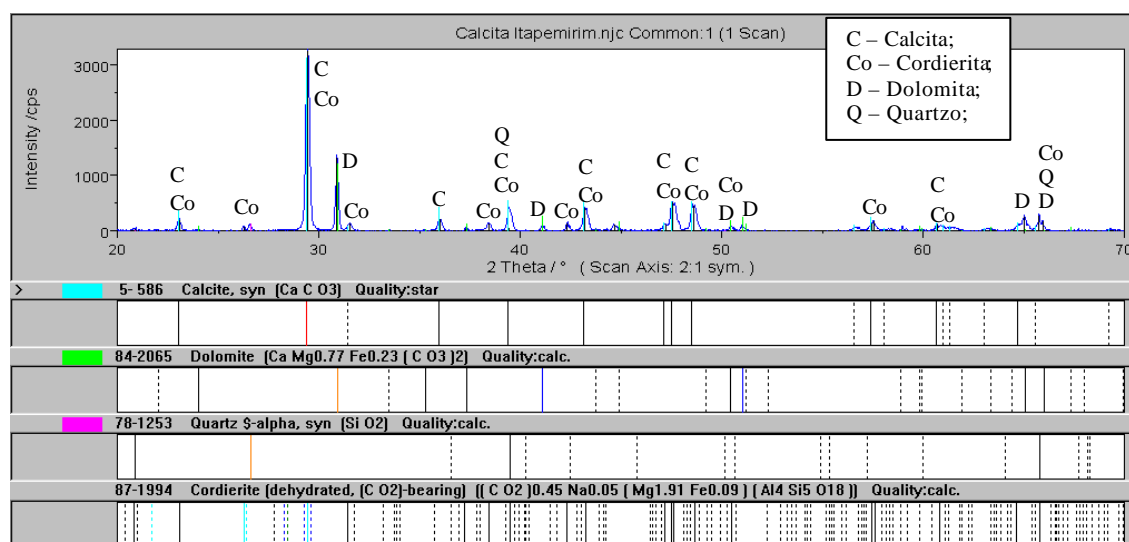


Figura 6. 3 – Difratoograma da calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES.

Tabela 6. 3 - Intensidade relativa (**I-rel**), ângulo de difração (**2-Theta**), distância interatômica (**d_Fit(A1)**) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (**PDF-No**) da calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES.

No	I-rel	2-Theta	d_Fit(A1)	PDF-No.
1	0	20.8915	4.2486	87-1994
2	0	20.8915	4.2486	78-1253
3	6	23.0733	3.8516	87-1994
4	6	23.0733	3.8516	5- 586
5	0	24.0453	3.6981	84-2065
6	0	24.0618	3.6956	84-2065
7	3	26.283	3.3881	87-1994
8	0	26.6394	3.3435	78-1253
9	100	29.4525	3.0303	87-1994
10	100	29.4525	3.0303	5- 586
11	41	30.8992	2.8916	84-2065
12	4	31.5219	2.8359	87-1994
13	0	35.3051	2.5402	84-2065
14	7	36.0125	2.4919	5- 586
15	0	37.2484	2.412	87-1994
16	0	37.2484	2.412	84-2065
17	1	37.3194	2.4076	87-1994
18	1	37.3194	2.4076	84-2065
19	0	38.4352	2.3402	87-1994
20	5	38.4571	2.3389	87-1994
21	13	39.466	2.2814	78-1253
22	13	39.466	2.2814	5- 586
23	13	39.466	2.2814	87-1994
24	3	41.1051	2.1942	84-2065
25	4	42.3422	2.1329	87-1994
26	13	43.2273	2.0912	87-1994
27	13	43.2273	2.0912	5- 586
28	4	44.6693	2.027	0-0
29	0	47.1378	1.9265	87-1994
30	0	47.1378	1.9265	5- 586
31	0	47.2266	1.923	87-1994
32	0	47.2266	1.923	5- 586
33	16	47.5652	1.9101	87-1994
34	16	47.5652	1.9101	5- 586
35	14	48.6211	1.8711	87-1994
36	14	48.6211	1.8711	5- 586
37	2	50.443	1.8077	87-1994
38	2	50.443	1.8077	84-2065
39	3	51.0226	1.7885	84-2065
40	0	57.4311	1.6032	87-1994
41	0	57.4311	1.6032	5- 586
42	5	57.552	1.6002	87-1994
43	4	60.6973	1.5246	87-1994

44	4	60.6973	1.5246	5- 586
45	0	64.7129	1.4393	87-1994
46	0	64.7129	1.4393	5- 586
47	8	65.0334	1.433	84-2065
48	9	65.7596	1.4189	87-1994
49	9	65.7596	1.4189	78-1253
50	5	65.9489	1.4153	84-2065

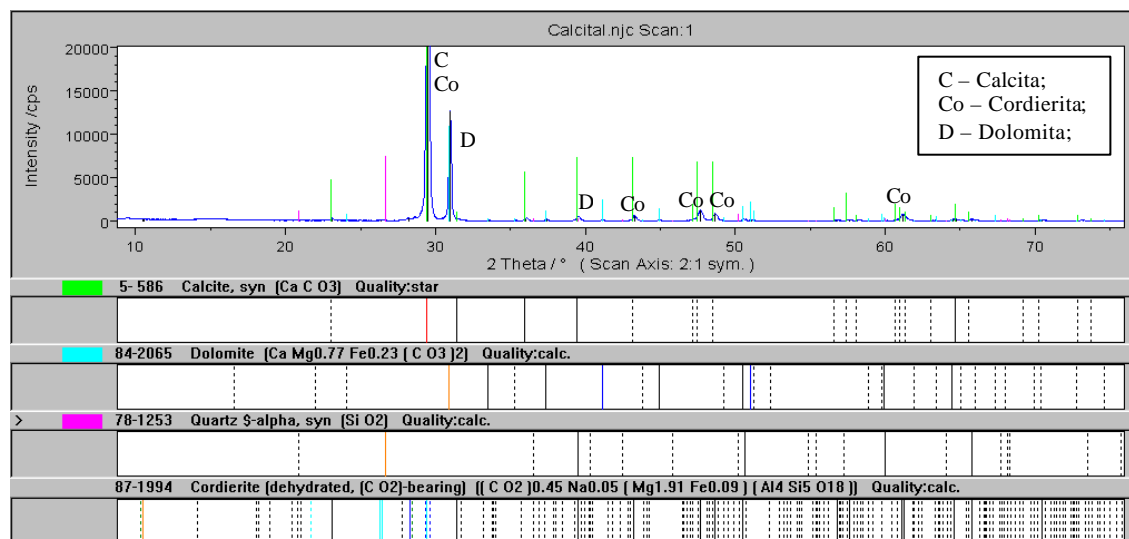


Figura 6. 4 – Difratoograma da calcita de Italva/RJ.

Tabela 6. 4 - Intensidade relativa (**I-rel**), ângulo de difração (**2-Theta**), distância interatômica (**d_Fit(A1)**) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (**PDF-No**) da calcita de Italva/RJ.

No	I-rel	2-Theta	d Fit(A1)	PDF-No.
1	1	10.4563	8.4535	87-1994
2	0	10.5372	8.3888	87-1994
3	1	23.1351	3.8414	87-1994
4	0	26.3603	3.3783	87-1994
5	0	26.7013	3.3359	78-1253
6	1	28.1927	3.1628	87-1994
7	100	29.5011	3.0254	87-1994
8	100	29.5011	3.0254	5- 586
9	31	30.9931	2.8831	84-2065
10	0	31.4414	2.843	87-1994
11	0	31.4414	2.843	5- 586
12	0	33.5698	2.6674	84-2065
13	0	36.0078	2.4922	5- 586
14	1	37.4346	2.4004	84-2065
15	0	39.4799	2.2807	87-1994
16	0	39.4799	2.2807	5- 586
17	0	39.4799	2.2807	78-1253

18	0	41.1624	2.1912	84-2065
19	1	43.2781	2.0889	87-1994
20	0	44.896	2.0173	84-2065
21	0	44.9242	2.0161	84-2065
22	3	47.67	1.9062	87-1994
23	2	48.6669	1.8694	87-1994
24	0	50.514	1.8053	87-1994
25	0	50.514	1.8053	84-2065
26	1	50.547	1.8042	78-1253
27	1	50.547	1.8042	84-2065
28	1	50.547	1.8042	87-1994
29	0	51.1071	1.7858	84-2065
30	0	56.7262	1.6215	87-1994
31	0	57.6133	1.5986	87-1994
32	0	59.9891	1.5409	78-1253
33	0	59.9891	1.5409	84-2065
34	2	61.206	1.5131	87-1994
35	1	64.5469	1.4426	87-1994
36	1	64.5469	1.4426	84-2065
37	0	64.739	1.4388	87-1994
38	0	64.739	1.4388	5- 586
39	0	65.7858	1.4184	87-1994
40	0	65.7858	1.4184	78-1253
41	0	70.4979	1.3347	87-1994
42	0	77.4278	1.2316	87-1994
43	0	77.4278	1.2316	84-2065

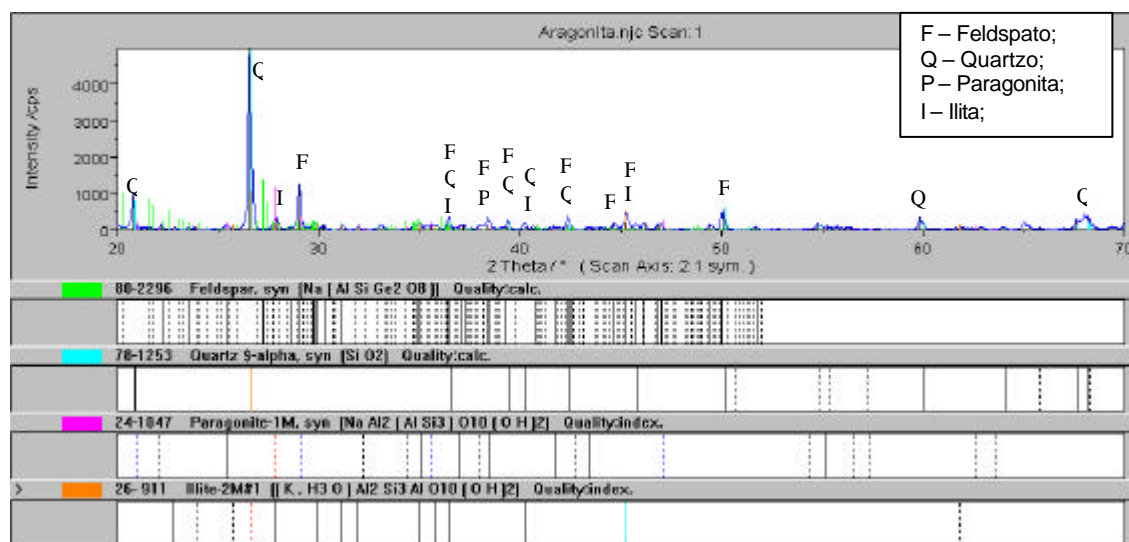


Figura 6. 5 – Difratoograma da aragonita.

Tabela 6. 5 - Intensidade relativa (**I-rel**), ângulo de difração (**2-Theta**), distância interatômica (**d_Fit(A1)**) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (**PDF-No**) da aragonita.

No	I-rel	2-Theta	d_Fit(A1)	PDF-No.
1	18	20,792	4,2688	78-1253
2	3	22,2026	4,0006	80-2296
3	0	22,8498	3,8888	26- 911
4	0	23,5126	3,7806	80-2296
5	2	25,4131	3,502	80-2296
6	2	25,4131	3,502	24-1047
7	100	26,5693	3,3522	78-1253
8	0	27,2498	3,27	80-2296
9	7	27,8978	3,1955	26- 911
10	0	28,6856	3,1095	80-2296
11	24	29,0423	3,0721	80-2296
12	3	29,7814	2,9976	80-2296
13	3	29,7814	2,9976	26- 911
14	0	29,8702	2,9888	80-2296
15	0	29,8702	2,9888	26- 911
16	2	30,2	2,957	80-2296
17	2	31,1895	2,8654	80-2296
18	2	31,1895	2,8654	26- 911
19	2	31,9519	2,7987	26- 911
20	3	35,0073	2,5611	80-2296
21	3	35,0073	2,5611	26- 911
22	3	35,0073	2,5611	24-1047
23	2	35,6609	2,5157	26- 911
24	7	36,4755	2,4613	80-2296
25	7	36,4755	2,4613	26- 911
26	7	36,4755	2,4613	78-1253
27	0	37,0189	2,4264	80-2296
28	0	37,0189	2,4264	24-1047
29	2	37,18	2,4163	80-2296
30	6	38,409	2,3418	80-2296
31	6	38,409	2,3418	24-1047
32	5	39,3906	2,2856	80-2296
33	5	39,3906	2,2856	78-1253
34	4	40,2276	2,24	78-1253
35	4	40,2276	2,24	26- 911
36	0	40,6849	2,2159	80-2296
37	1	41,6349	2,1675	80-2296
38	1	41,6349	2,1675	24-1047
39	7	42,374	2,1314	80-2296
40	7	42,374	2,1314	78-1253
41	0	42,534	2,1237	80-2296
42	0	42,534	2,1237	78-1253
43	1	43,4199	2,0824	24-1047

44	4	44,6633	2,0273	80-2296
45	9	45,2752	2,0013	80-2296
46	9	45,2752	2,0013	26- 911
47	3	45,7116	1,9832	80-2296
48	3	45,7116	1,9832	78-1253
49	3	46,1718	1,9645	80-2296
50	0	46,8545	1,9374	80-2296
51	3	46,9757	1,9327	80-2296
52	3	49,4401	1,842	80-2296
53	10	50,0418	1,8213	80-2296
54	0	50,1766	1,8167	78-1253
55	2	51,6937	1,7669	80-2296
56	3	54,763	1,6749	0- 0
57	2	55,2263	1,6619	24-1047
58	7	59,8634	1,5438	78-1253
59	0	64,0725	1,4521	78-1253
60	6	67,6432	1,3839	78-1253
61	0	68,1686	1,3745	78-1253

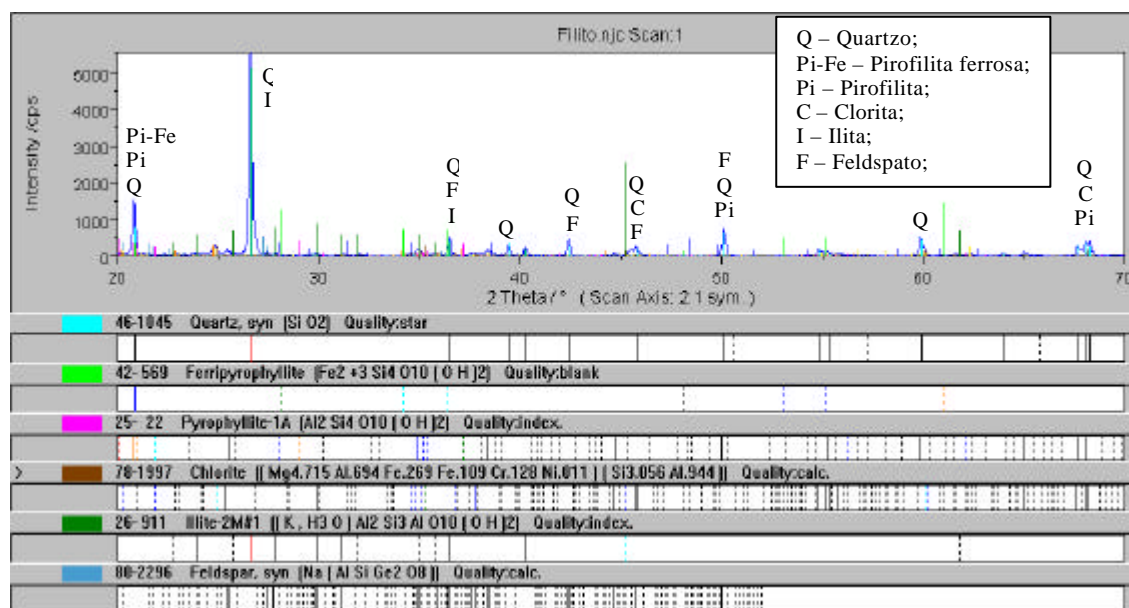


Figura 6. 6 – Difratoograma do filito.

Tabela 6. 6 - Intensidade relativa (**I-rel**), ângulo de difração (**2-Theta**), distância interatômica (**d_Fit(A1)**) e numeração do arquivo de identificação dos elementos (**PDF-No**) do filito.

No	I-rel	2-Theta	d_Fit(A1)	PDF-No.
1	27	20,838	4,2594	46-1045
2	27	20,838	4,2594	42- 569
3	27	20,838	4,2594	25- 22
4	2	23,8306	3,7309	14- 164

5	2	23,8306	3,7309	26- 911
6	5	24,8558	3,5793	73-2376
7	5	24,8558	3,5793	14- 164
8	3	25,4448	3,4977	25- 22
9	3	25,4448	3,4977	78-1997
10	3	25,4448	3,4977	80-2296
11	100	26,6165	3,3464	46-1045
12	100	26,6165	3,3464	26- 911
13	3	27,4128	3,2509	80-2296
14	2	27,8319	3,2029	73-2376
15	2	27,8319	3,2029	80-2296
16	2	27,8319	3,2029	26- 911
17	2	29,8521	2,9906	26- 911
18	2	29,8521	2,9906	78-1997
19	2	29,8521	2,9906	80-2296
20	1	31,2075	2,8637	26- 911
21	1	31,2075	2,8637	80-2296
22	4	34,944	2,5656	25- 22
23	4	34,944	2,5656	80-2296
24	4	34,944	2,5656	14- 164
25	4	34,944	2,5656	73-2376
26	2	35,9481	2,4962	73-2376
27	2	35,9481	2,4962	80-2296
28	2	35,9481	2,4962	14- 164
29	10	36,5157	2,4587	46-1045
30	10	36,5157	2,4587	80-2296
31	10	36,5157	2,4587	26- 911
32	2	37,6819	2,3853	14- 164
33	2	37,6819	2,3853	78-1997
34	2	37,6819	2,3853	80-2296
35	3	38,4055	2,342	25- 22
36	3	38,4055	2,342	80-2296
37	3	38,4055	2,342	14- 164
38	6	39,4344	2,2832	46-1045
39	6	39,4344	2,2832	73-2376
40	4	40,2747	2,2375	46-1045
41	4	40,2747	2,2375	26- 911
42	4	40,2747	2,2375	14- 164
43	4	40,2747	2,2375	73-2376
44	8	42,4186	2,1292	46-1045
45	8	42,4186	2,1292	80-2296
46	8	42,4186	2,1292	14- 164
47	8	42,4186	2,1292	73-2376
48	1	44,6339	2,0285	25- 22
49	1	44,6339	2,0285	78-1997
50	1	44,6339	2,0285	80-2296
51	5	45,7528	1,9815	46-1045
52	5	45,7528	1,9815	78-1997
53	5	45,7528	1,9815	80-2296

54	13	50,0991	1,8193	46-1045
55	13	50,0991	1,8193	80-2296
56	13	50,0991	1,8193	25- 22
57	4	54,8356	1,6728	46-1045
58	4	54,8356	1,6728	78-1997
59	4	54,8356	1,6728	73-2376
60	2	55,2902	1,6601	46-1045
61	2	55,2902	1,6601	78-1997
62	2	55,2902	1,6601	14- 164
63	2	55,2902	1,6601	73-2376
64	2	55,2902	1,6601	25- 22
65	1	55,7931	1,6464	14- 164
66	1	55,7931	1,6464	78-1997
67	9	59,9021	1,5429	46-1045
68	9	59,9021	1,5429	14- 164
69	9	59,9021	1,5429	25- 22
70	2	63,9773	1,4541	46-1045
71	2	63,9773	1,4541	73-2376
72	2	65,0311	1,433	25- 22
73	2	65,0311	1,433	78-1997
74	5	67,6739	1,3834	46-1045
75	5	67,6739	1,3834	78-1997
76	5	67,6739	1,3834	25- 22
77	7	68,0888	1,3759	46-1045
78	7	68,0888	1,3759	78-1997
79	7	68,0888	1,3759	25- 22
80	7	68,2542	1,373	46-1045
81	7	68,2542	1,373	78-1997

Microscopia Eletrônica de Varredura:

A análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada para os pós de calcita Russa, de Travessão de Campos/RJ, de Cachoeiro de Itapemirim/ES, de Italva/RJ, de filito e da aragonita. Deve-se notar que todos os materiais analisados foram triturados e peneirados sob as mesmas condições.

Para os pós de calcita Russa foi observada a predominância de grãos muito finos (inferiores a 2,5 μ m) com morfologia esférica e uma distribuição homogênea, figuras 6.7 e 6.8.

Para os pós de calcita de Travessão de Campos/RJ também foi observada a predominância de grãos muito finos (inferiores a 2,5 μ m) com morfologia esférica, contudo foi notada a presença de alguns grãos maiores, de granulometria em torno de 5 μ m, distribuídos entre os grãos mais finos, figuras 6.9 e 6.10.

Para os pós de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES a análise por MEV revelou a presença de grãos entre 20 μ m e 30 μ m misturados com grãos de aproximadamente 10 μ m. A morfologia dos grãos observados foi prismática e irregular, figuras 6.11 e 6.12.

Os pós da calcita proveniente de Italva/RJ apresentaram na análise por MEV uma granulometria grosseira (da ordem de 100 μ m) com fragmentos de grãos menores distribuídos irregularmente entre eles. A morfologia dos grãos observados também foi prismática e irregular. É importante citar que essa calcita foi diretamente obtida da jazida (Cia. Cimento Paraíso – Italva/RJ), triturada e peneirada nos laboratórios da UENF, figuras 6.13 e 6.14.

A aragonita e o filito apresentaram uma morfologia de grãos bastante distinta das calcitas. Foi observada a predominância de grãos na forma de folículos e com alguns grãos prismáticos irregulares (da ordem de 20 μ m) inseridos entre os folículos. Para o filito a morfologia na forma de folhas da ordem de 5 μ m foi de bastante característica, figuras 6.15, 6.16, 6.17 e 6.18.

A conclusão dessas análises, juntamente com os dados obtidos posteriormente com os testes realizados com as bigornas de Bridgman, é que as morfologias e granulometrias estão diretamente relacionadas à resistência mecânica e distribuição do carregamento das cápsulas sobre os DAP.

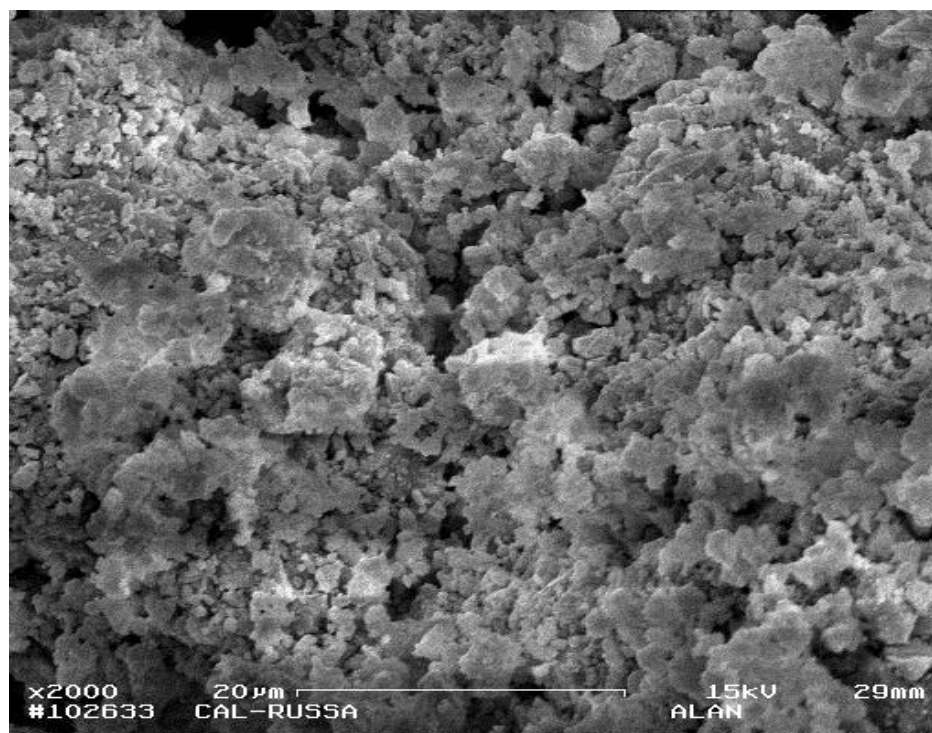


Figura 6. 7 – MEV do pó de calcita Russa. Aumento de 2000x.

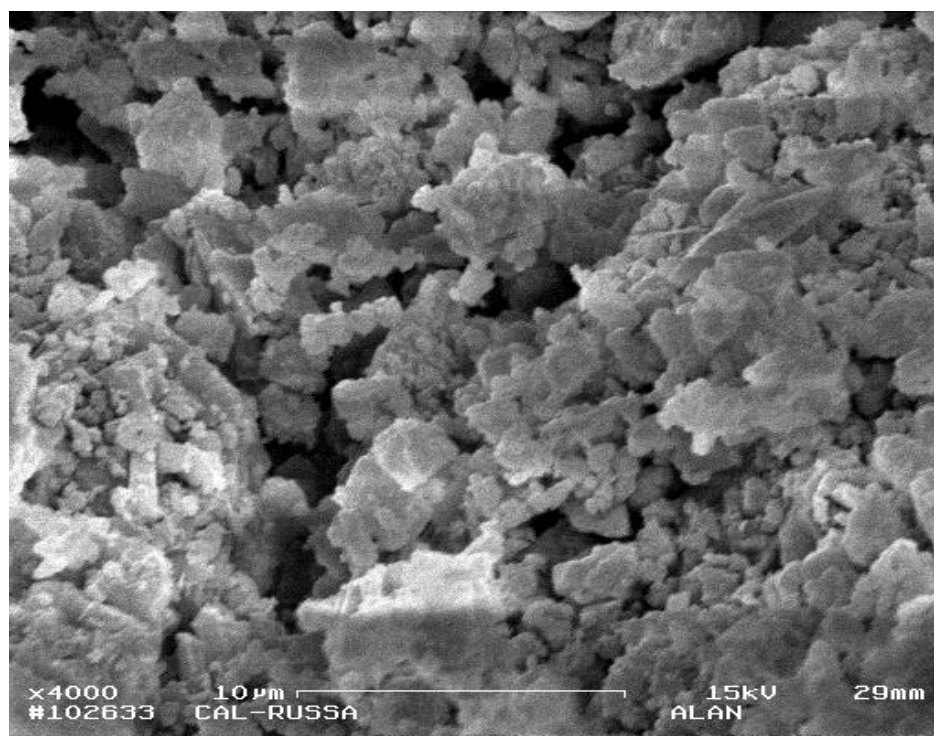


Figura 6. 8 – MEV do pó de calcita Russa. Aumento de 4000x.

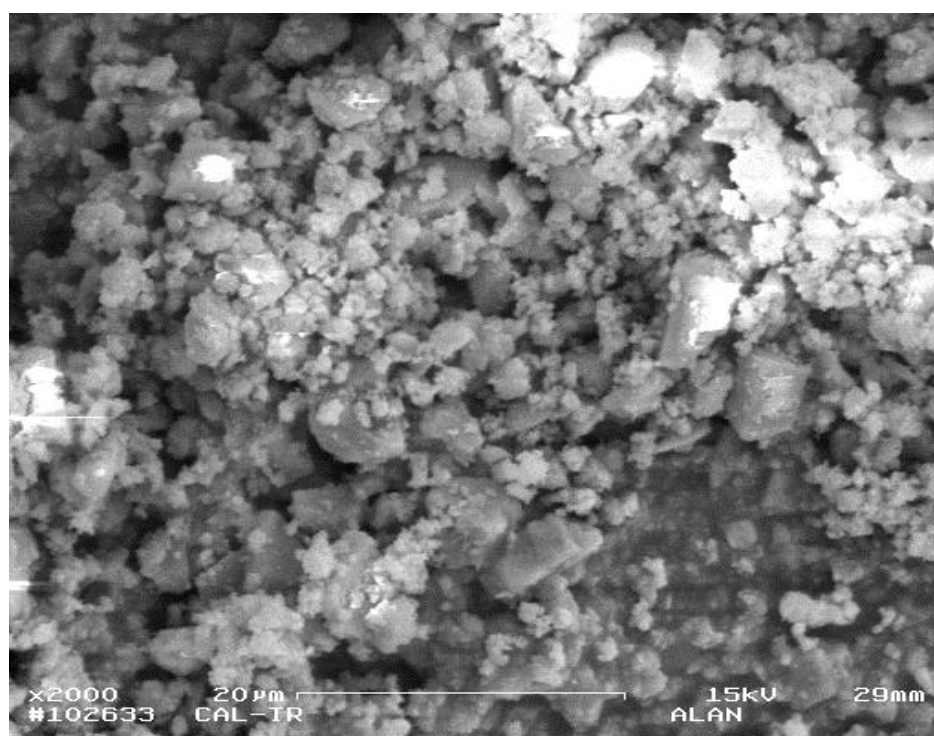


Figura 6. 9 – MEV do pó de calcita de Travessão de Campos/RJ. Aumento de 2000x.

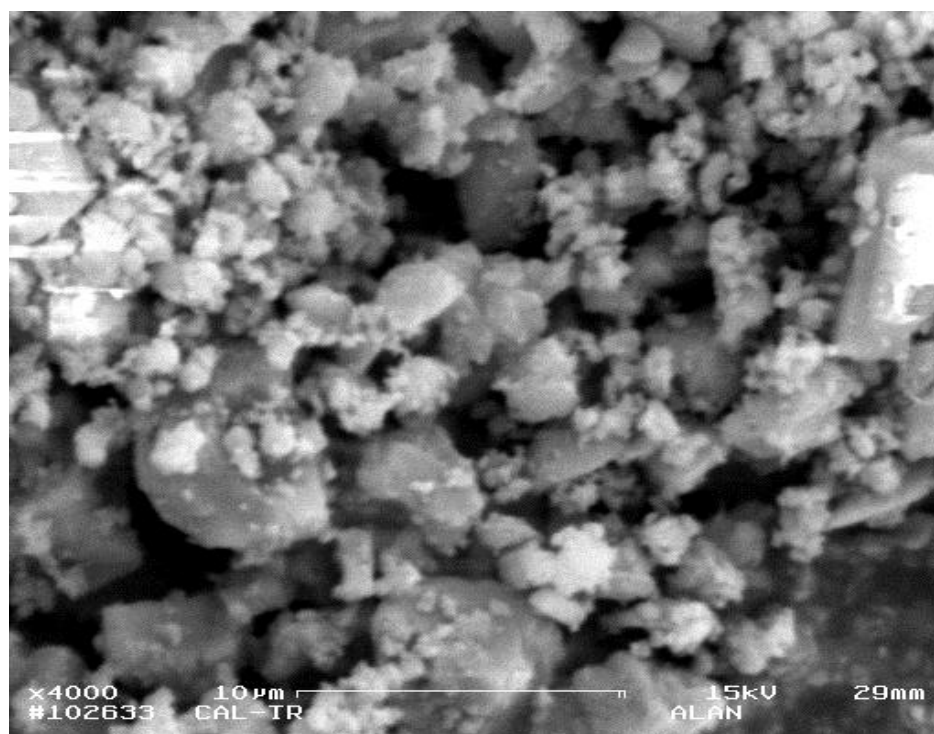


Figura 6. 10 – MEV do pó de calcita de Travessão de Campos/RJ. Aumento de 4000x.

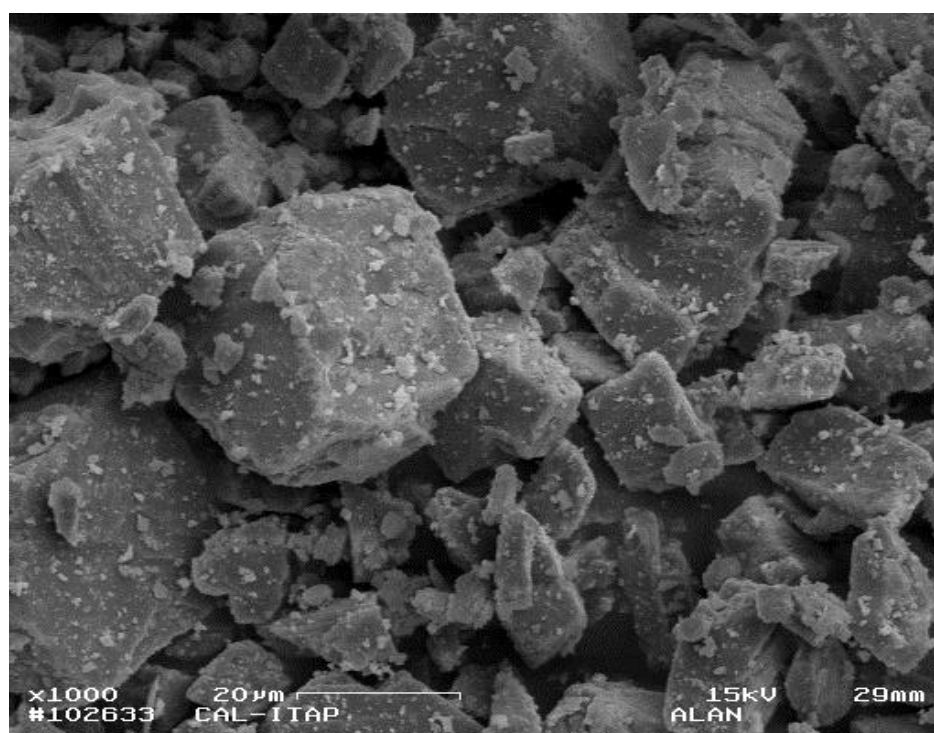


Figura 6. 11 – MEV do pó de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES. Aumento de 1000x.

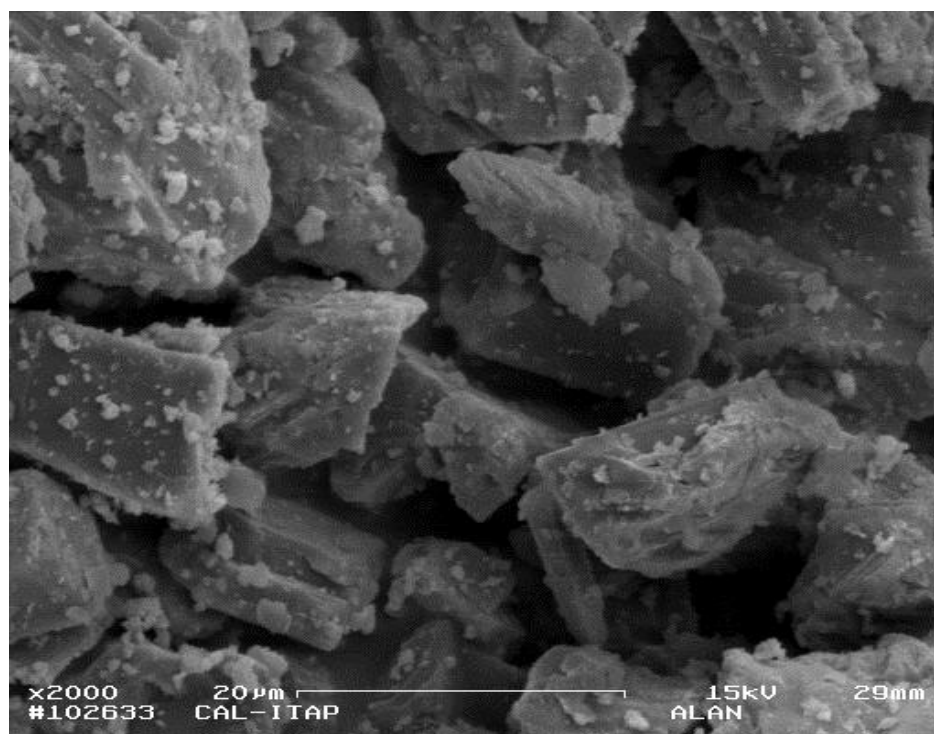


Figura 6. 12 – MEV do pó de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES. Aumento de 2000x.

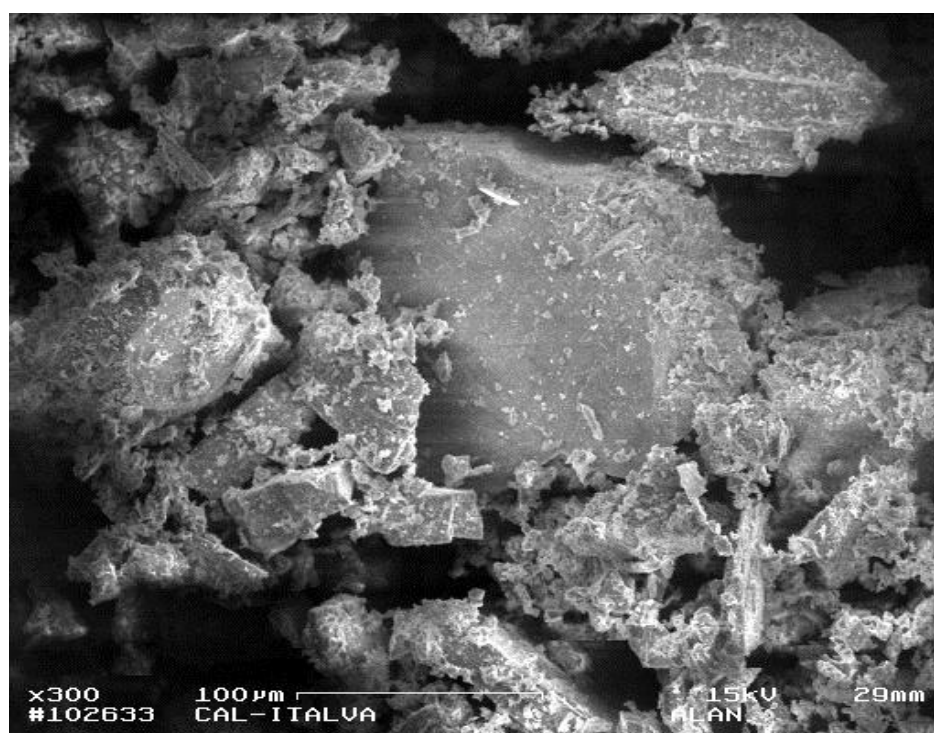


Figura 6. 13 – MEV do pó de calcita de Italva/RJ. Aumento de 300x.

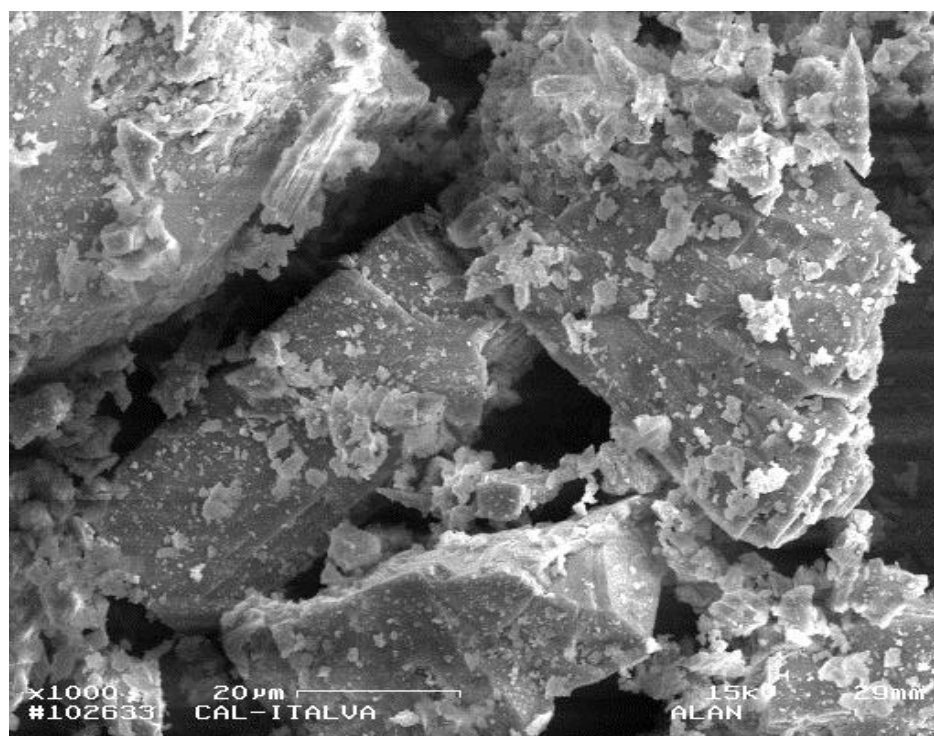


Figura 6. 14 – MEV do pó de calcita de Italva/RJ. Aumento de 1000x.

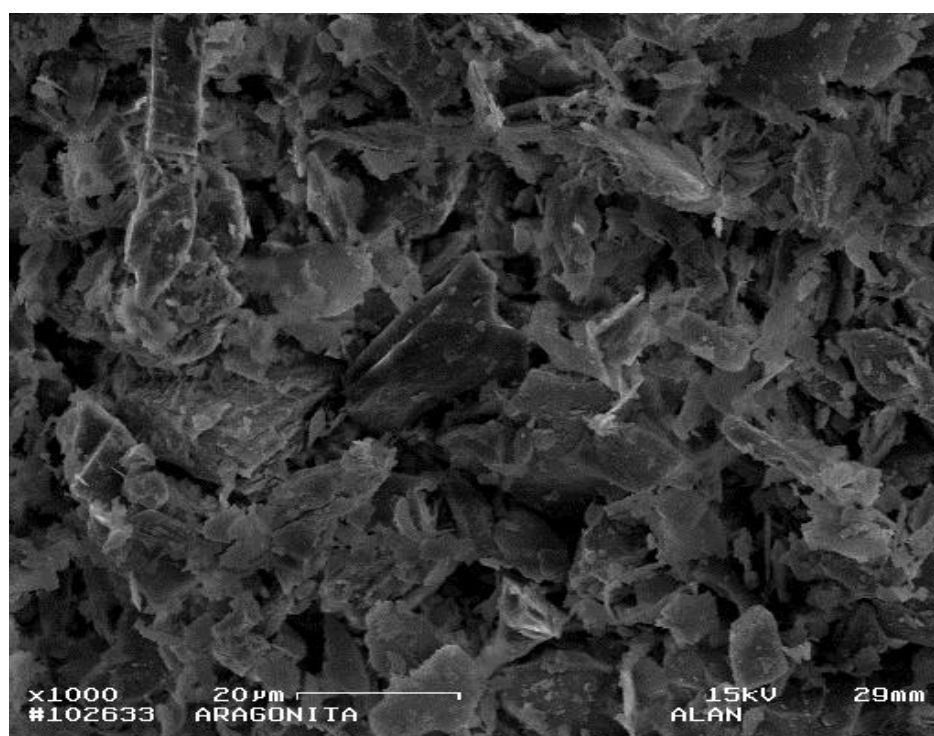


Figura 6. 15 – MEV do pó de aragonita. Aumento de 1000x.

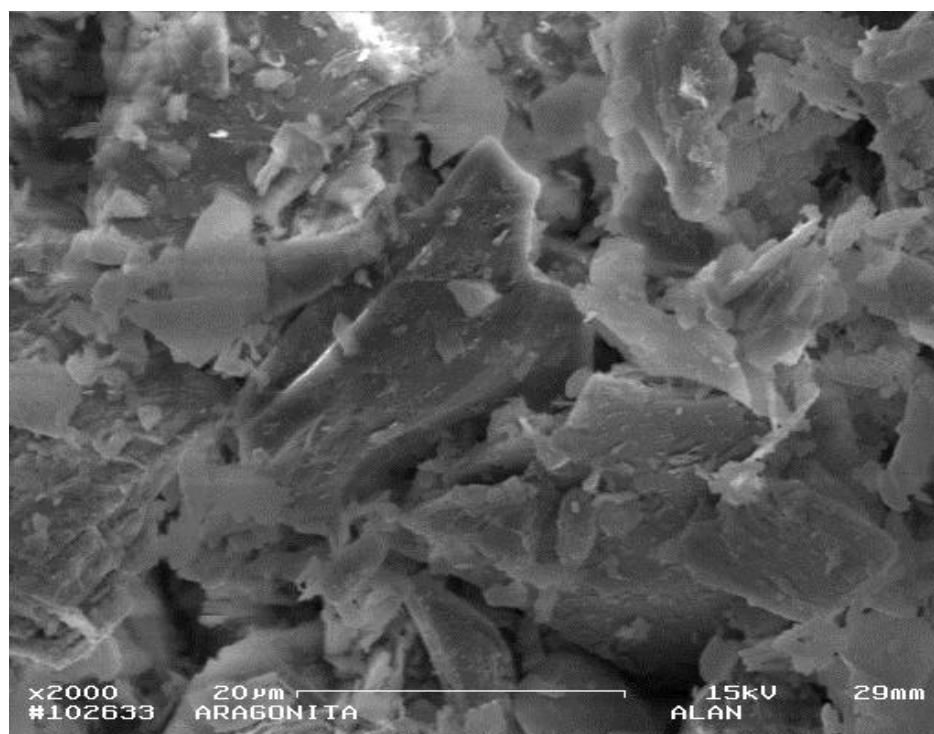


Figura 6. 16 – MEV do pó de aragonita. Aumento de 2000x.

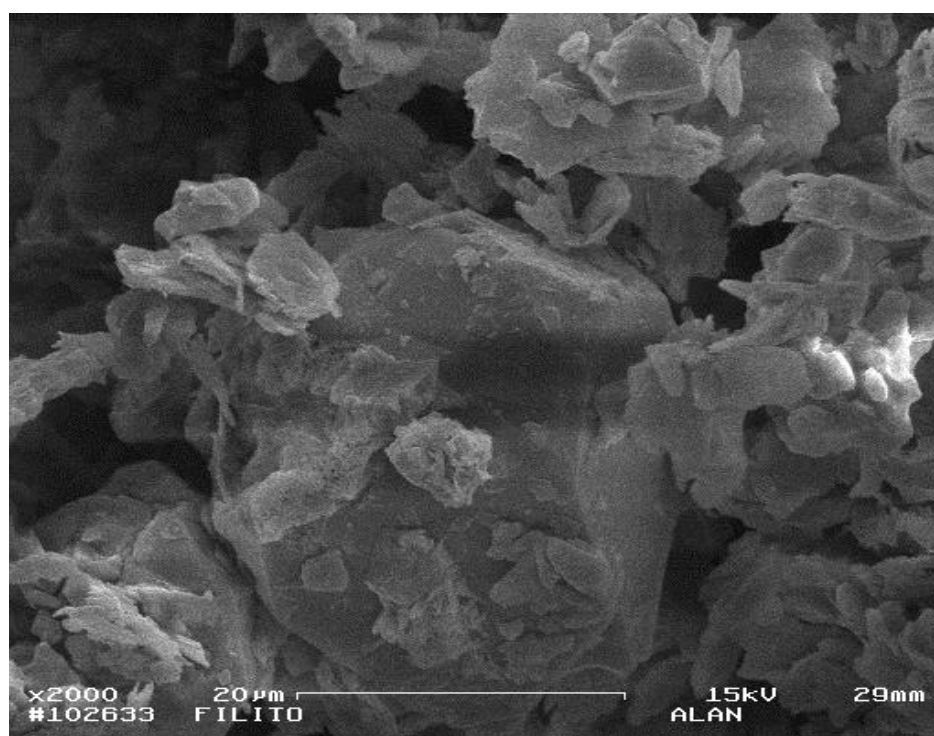


Figura 6. 17 – MEV do pó de filito. Aumento de 2000x.

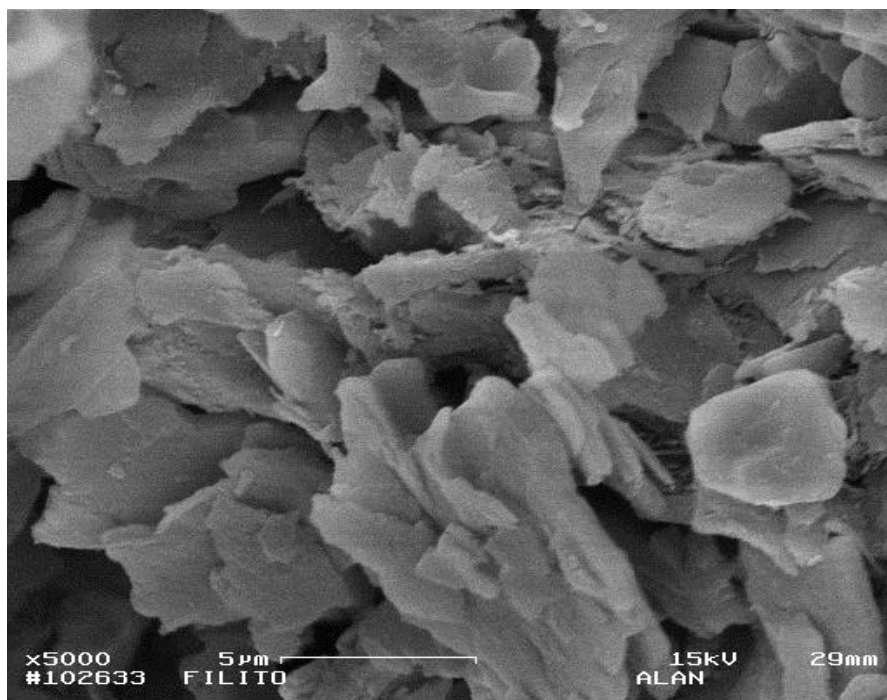


Figura 6. 18 – MEV do pó de filito. Aumento de 5000x.

Análise Química Quantitativa:

O resultado da análise química, tabela 6.7, não indicou diferenças significativas entre as calcitas, exceto pelo elevado teor de ferro da calcita Russa em relação às demais. Esse fato deve ter influenciado desempenho tanto da calcita Russa quanto do filito durante a geração da lata pressão nos ensaios com as bigornas de Bridgman, apresentado mais adiante.

Tabela 6. 7 – Resultado da análise dos elementos presentes:

Amostras:	Elementos Presentes			
	Ca (%)	Mg (%)	C (%)	Fe (ppm)
Calcita Russa	39,00	0,16	0,24	1660
Calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES	38,04	1,62	1,44	160
Calcita de Travessão de Campos/RJ	41,90	0,38	1,44	100
Calcita de Italva/RJ	37,44	2,60	0,24	400
Aragonita	0,06	0,00	0,72	360
Filito	0,35	0,00	2,16	5640

Obs.: Os experimentos foram realizados no Centro de Análises da Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro.

Para a determinação dos elementos inorgânicos foi utilizado o método da digestão nítrica, e para a determinação do teor de carbono foram utilizados o ácido sulfúrico e o dicromato de potássio.

Análise Granulométrica:

As análises das distribuições granulométricas dos materiais estudados podem ser observadas nas figuras 6.19, 6.20, 6.21, 6.22, 6.23 e 6.24. Esses gráficos que a calcita de origem russa apresentou uma distribuição uniforme das partículas grossas e finas. Esse fato provavelmente deve influenciar na resistência mecânica da cápsula fabricada por compactação, além de representar uma elevação na resistência ao atrito da cápsula fabricada por este material. Teoricamente isto significa uma maior capacidade de resistir a altas pressões geradas no interior das cápsulas. De um modo geral se pode observar que os materiais em pó que apresentaram uma distribuição granulométrica semelhante ao da calcita Russa também tiveram bons resultados (resistência ao cisalhamento) nos ensaios de compressibilidade realizados nas bigornas de Bridgman.

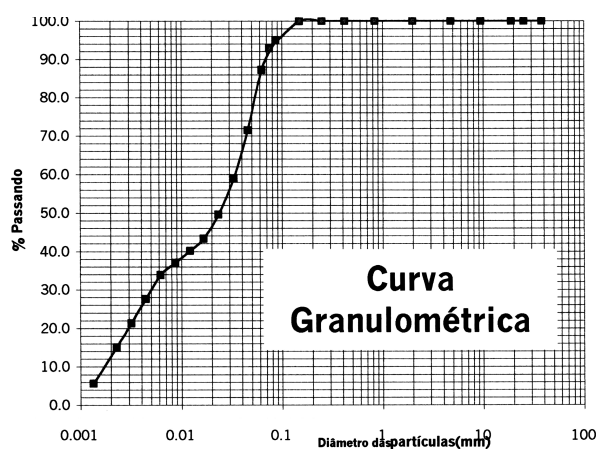


Figura 6. 19 – Curva granulométrica da Calcita Russa.

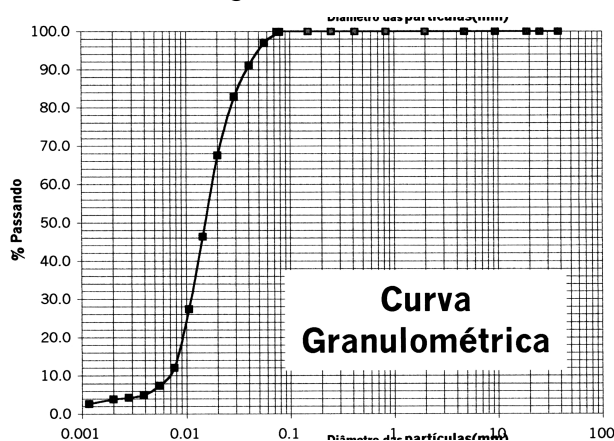


Figura 6. 20 – Curva granulométrica da Calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES.

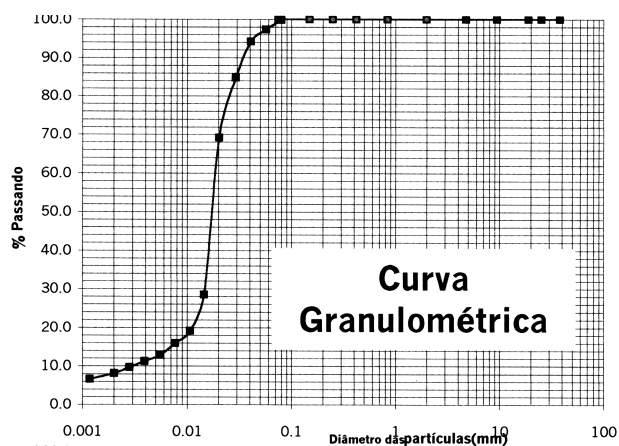


Figura 6. 21 – Curva granulométrica da Calcita de Travessão de Campos/RJ.

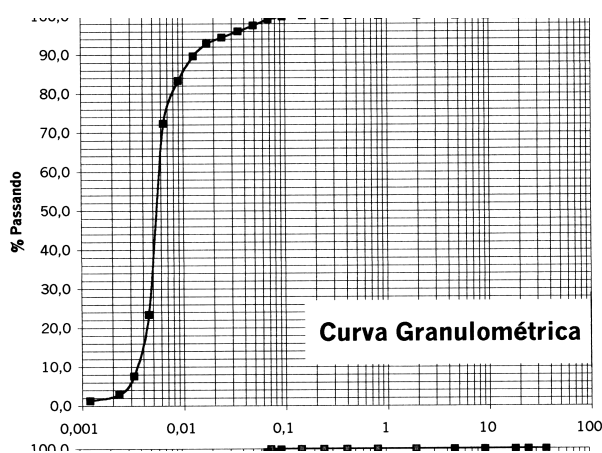


Figura 6. 22 – Curva granulométrica da Calcita de Travessão de Italva/RJ.

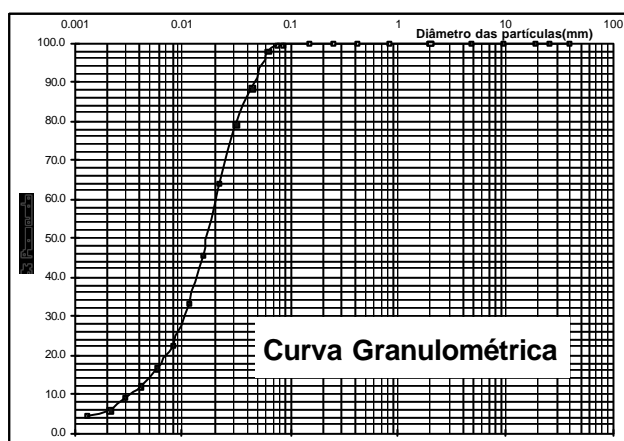


Figura 6. 23 – Curva granulométrica da Aragonita.

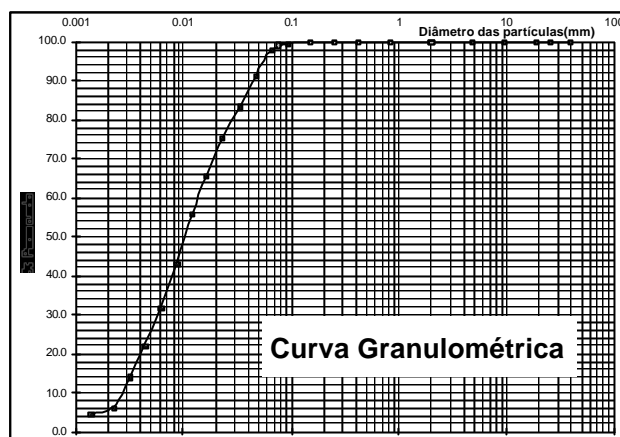
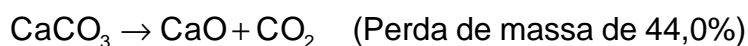


Figura 6. 24 – Curva granulométrica do Filito.

Análise Térmica:

A análise térmica foi realizada somente para as calcitas, para verificar a diferença de comportamento em relação a calcita importada da Rússia. A calcita tem como componente principal o carbonato de cálcio na forma de precipitado (Dana, 1978). Teoricamente, para um carbonato de cálcio padrão (100% de pureza), submetido a análise térmica, ocorre a perda 44% de massa na forma de CO₂. A reação química padrão é descrita como:



Observando os resultados obtidos, figuras 6.25, 6.26 e 6.27, pode-se concluir que as calcitas encontradas no Brasil apresentaram níveis de pureza mais elevados que a calcita importada.

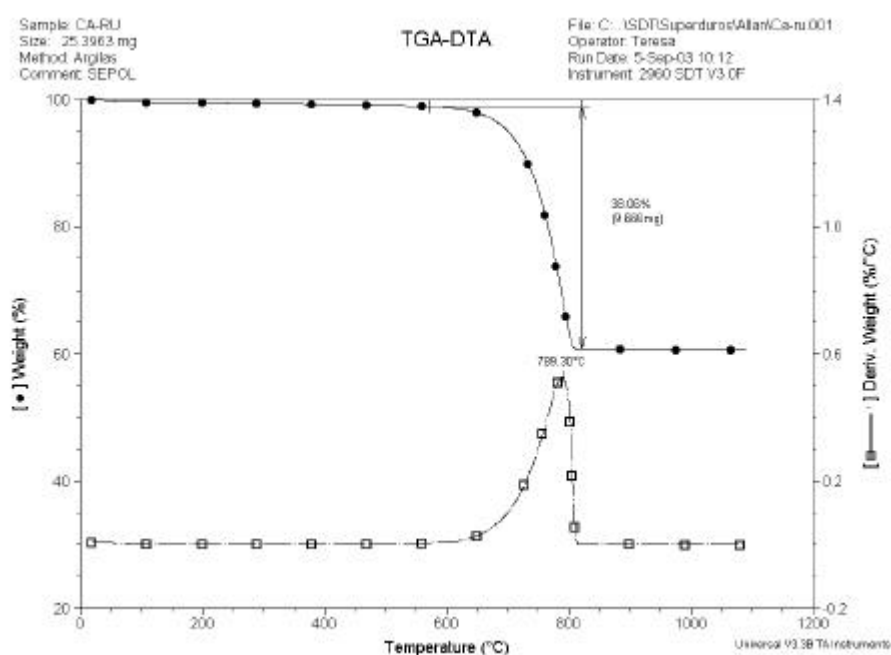


Figura 6. 25 – Resultado da análise térmica da calcita de origem Russa.

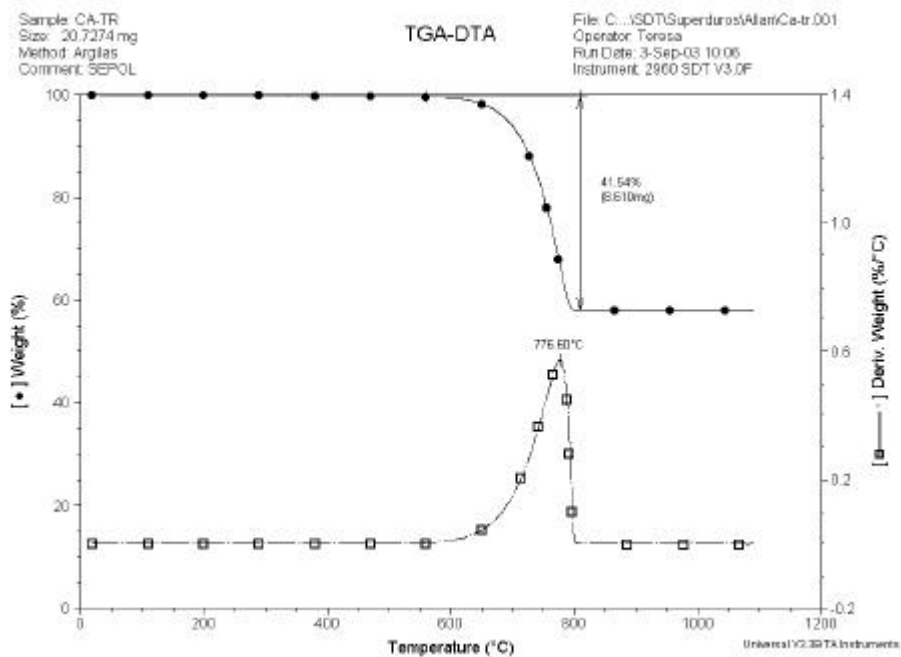


Figura 6. 26 – Resultado da análise térmica da calcita de Travessão de Campos/RJ.

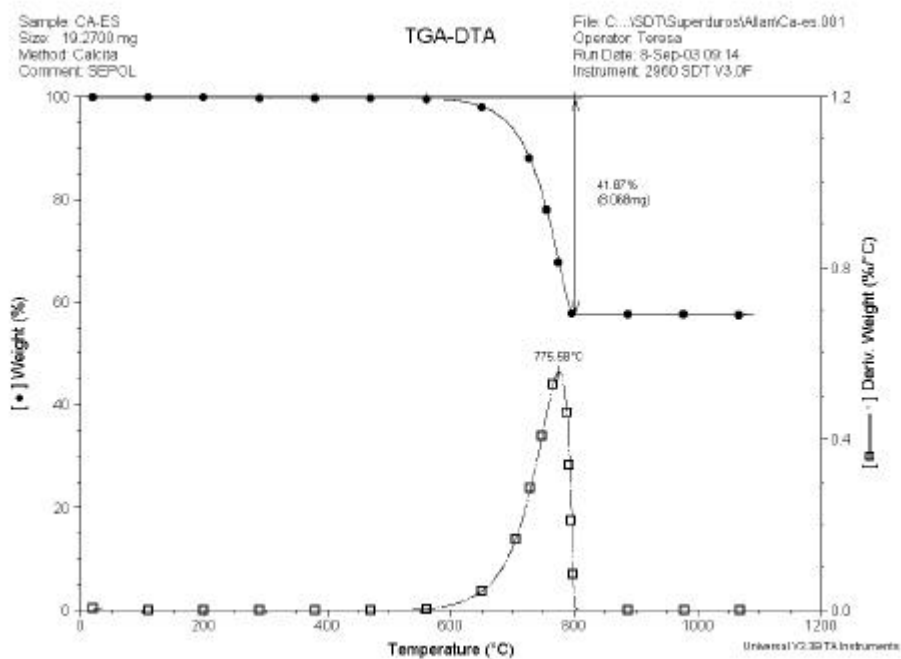


Figura 6. 27 – Resultado da análise térmica da calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES.

6.2. Estudo das Propriedades dos Materiais em Relação à Resistência ao Cisalhamento.

Bigornas de Bridgman de Metal Duro:

Os estudos com as bigornas de Bridgman foram realizados tanto com bigornas fabricadas de metal duro quanto Bigornas feitas de aço rápido. Esse estudo, conforme já descrito na revisão bibliográfica, é a forma mais simples, e aceita cientificamente, de se avaliar a capacidade do material para atuar como cápsula deformável sob alta pressão. Isto é feito relacionando grandezas que variam proporcionalmente uma com as outras, tais como máxima altura comprimível de um material, ou altura crítica, tensão de cisalhamento do material e força de atrito entre as partículas do material. Por meio da altura crítica, facilmente determinada no ensaio com bigornas de Bridgman, é possível realizar todas essas análises, além de verificar a compressibilidade alcançada por cada material. O objetivo do trabalho, conforme descrito na metodologia, foi utilizar esse ensaio para classificar os materiais que possuem maior altura crítica versus a área final da amostra, resultante da compressão.

Os resultados dos ensaios utilizando as bigornas de metal duro podem ser visualizados na figura 6.28. Pode-se observar que a calcita de origem Russa apresentou a maior altura crítica, seguida do filito. Esses dois materiais também possuem os maiores teores de ferro (ver a análise química). Segundo dados da pesquisa bibliográfica, pequenas porcentagens de finas partículas de materiais metálicos são adicionados aos materiais cerâmicos para fornecer às cápsulas deformáveis, que são fabricadas de forma sintética (Ghanshyam, 1999), maior dureza ou melhor plasticidade. Alguns desses metais utilizados nessa finalidade são Fe e o Mg, na forma de óxidos. O óxido de magnésio entra na composição da calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES, que apresentou o quarto melhor resultado. Porém o comportamento da calcita proveniente de Travessão de Campos/RJ foi mais difícil de se explicar. Deve-se observar que esta calcita tem uma distribuição granulométrica interessante, onde partículas muito finas coexistem com partículas mais grossas, sem haver grandes quantidades de partículas de tamanho médio. Essa distribuição granulométrica deve fornecer à calcita de Travessão de Campos/RJ a resistência ao cisalhamento suficiente para que sua altura crítica se

situe logo abaixo do filito. Por fim o comportamento da calcita de Italva/RJ foi semelhante ao da calcita de Itapemirim/ES, provavelmente devido ao óxido de magnésio, e a aragonita que apresentou um fraco desempenho.

É importante notar que os materiais cerâmicos mais indicados para uso como cápsulas deformáveis devem preferivelmente apresentar, além da altura crítica elevada, uma área considerável de concentração de pressão ao longo da seção da amostra testada nas bigornas de Bridgman de metal duro, isto pode ser melhor observado na figura 6.29. A análise visual dessa figura permite concluir que as calcitas nacionais apresentaram uma área de concentração de pressão superior à calcita Russa. Esse fato conferiu, provavelmente, às cápsulas fabricadas com as calcitas nacionais, uma melhor distribuição de pressão em relação ao material importado, e como conseqüência, um maior rendimento (quantidade de diamantes produzidos por ciclo de operação) no processo de síntese dos MSD sob determinada alta pressão, esse fato foi comprovado nos ensaios posteriores.

Os resultados para a bigorna de aço rápido, figura 6.30, pode ser interpretado de forma análoga à descrita acima. Contudo, foi interessante notar dois fatores importantes: 1) A concentração da pressão da aragonita e do filito foram tão excessivas que causaram afundamentos nas bigornas, em torno de 0,12mm. 2) A distribuição da pressão da calcita de origem Russa apresentou o desempenho mais significativo que nos demais materiais, figura 6.31. Em relação a este fato deve-se fazer uma observação: Na seqüência dos experimentos, a calcita de origem Russa foi a primeira a ser testada, após a qual foi ensaiada a aragonita. O afundamento da bigorna causada pela excessiva concentração de pressão da aragonita, provocou a necessidade de retificar as superfícies de trabalho das bigornas, o que alterou as características iniciais das superfícies (rugosidade), diferentemente da bigorna de metal duro, que não foi, em momento algum, retificada depois de iniciados os ensaios. Este fato provavelmente alterou o atrito de contato entre o material amostra e as superfícies de trabalho das bigornas de aço rápido. Isto deve ter influenciado na área de concentração de pressão. Testes posteriores com a calcita russa revelaram que, sob as mesmas de ensaio, que a área de concentração de pressão desse material é semelhante ao obtido com as bigornas de metal duro.

Em função do resultados obtidos, conclui-se que os materiais devem também ser avaliados pela razão entre a altura crítica (h_c) e o diâmetro final da área submetida à compressão (d_c), ou seja:

$$FA = \frac{hc}{dc} \cdot 100; \quad (6.1)$$

Onde: FA – Fator de avaliação;

Os valores de FA para os materiais analisados são apresentados na tabela 6.8. O inconveniente do uso da fórmula (6.1) deve-se a impossibilidade de medir com precisão o diâmetro final da amostra comprimida.

Tabela 6. 8 – Valores de FA em função dos materiais cerâmicos pesquisados:

Materiais	FA (%):	
	Bigorna de Metal Duro:	Bigorna de Aço Rápido:
Calcita Russa	15,22	12,25
Calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES	11,31	14,60
Calcita de Travessão de Campos/RJ	12,78	13,78
Calcita de Italva/RJ	10,27	14,70
Filito	21,45	25,36
Aragonita	17,70	23,63

Portanto os materiais cerâmicos nacionais recomendados para fabricação de cápsulas deformáveis utilizadas na produção dos MSD, em função dos experimentos até aqui realizados, são:

- Calcita de Travessão de Campos/RJ;
- Calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES;
- Calcita de Italva/RJ;

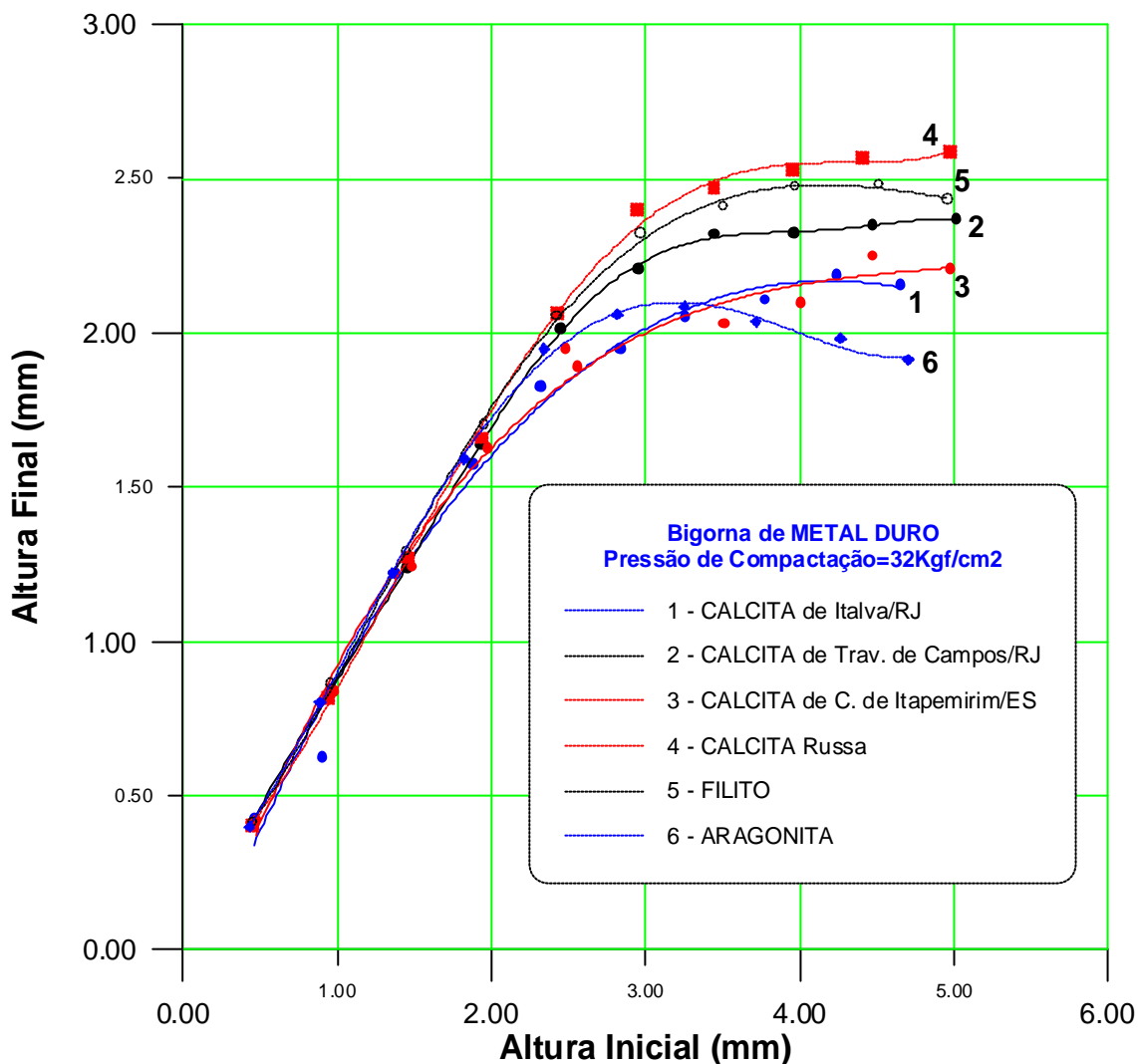


Figura 6. 28 – Determinação da altura crítica (altura final máxima) através do ensaio com bigornas de Bridgman de metal duro.

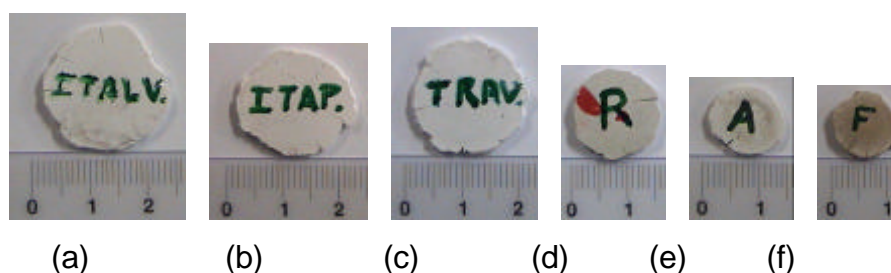


Figura 6. 29 – Diâmetro final das amostras de altura inicial de $\cong 6$ mm após serem comprimidas a 3,2MPa (pressão hidráulica) nas bigornas de metal duro, onde: a) Amostra feita de calcita de Italva; b) Amostra feita de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES; c) Amostra feita de calcita de Travessão de Campos/RJ; d) Amostra feita de calcita Russa; e) Amostra feita de aragonita; F) Amostra feita de filito.

Bigornas de Bridgman de Aço Rápido:

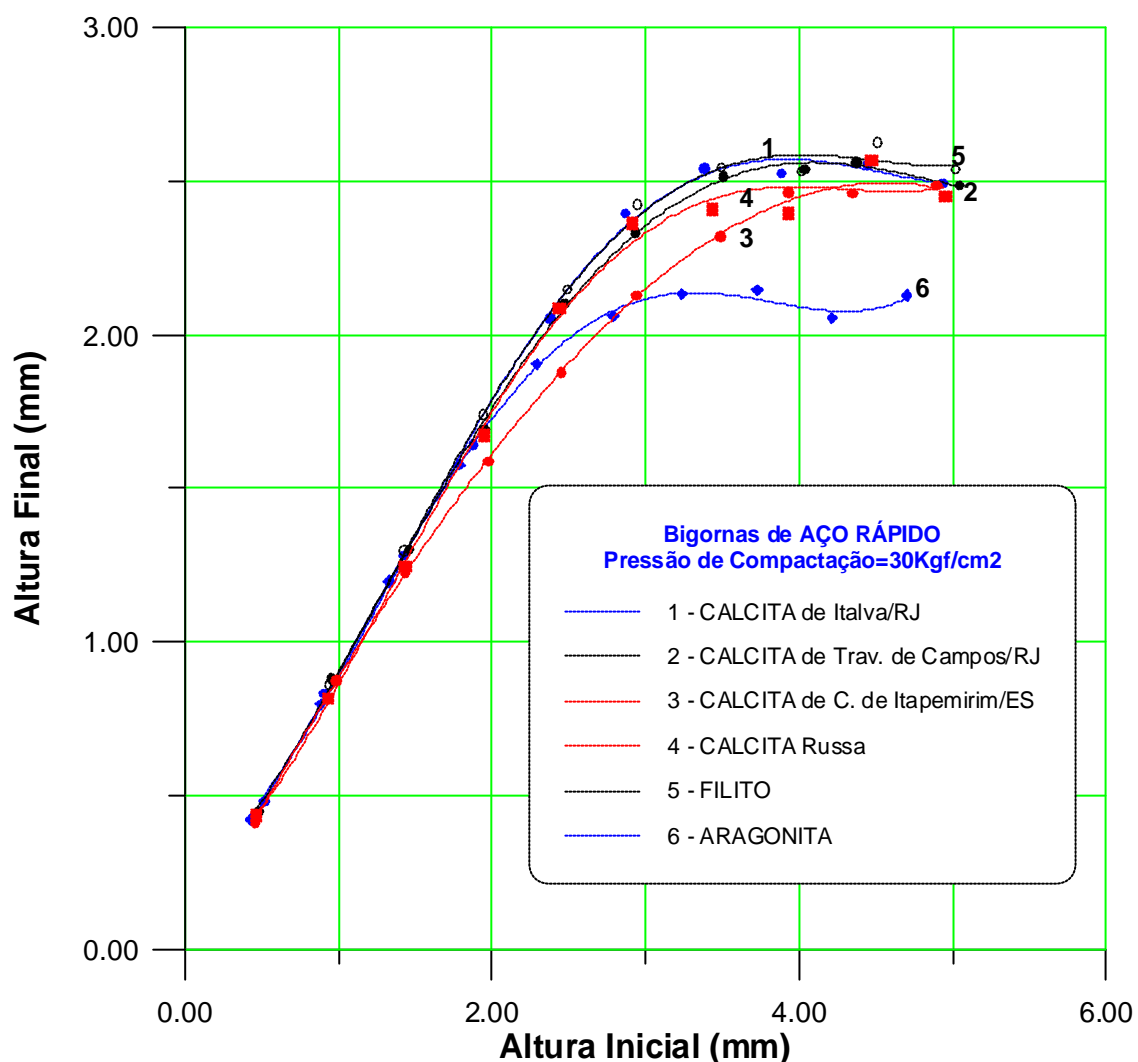


Figura 6. 30 – Determinação da altura crítica (altura final máxima) através do ensaio com bigornas de Bridgman de aço rápido.

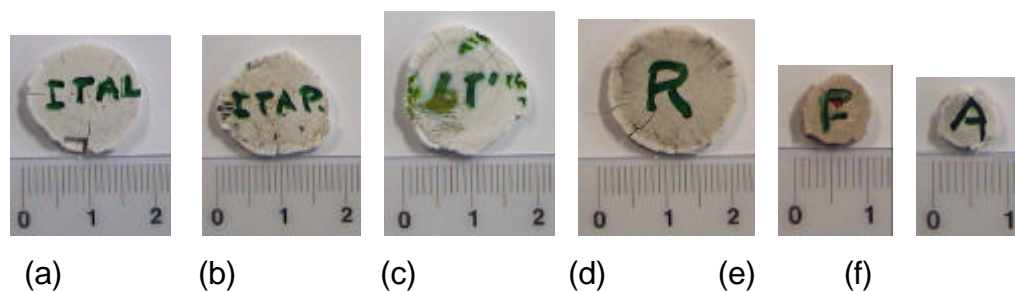


Figura 6. 31 – Diâmetro final das amostras de altura inicial de $\cong 6$ mm após serem comprimidas a 3,0MPa (pressão hidráulica) nas bigornas de aço rápido, onde: a) Amostra feita de calcita de Italva; b) Amostra feita de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES; c) Amostra feita de calcita de Travessão de Campos/RJ; d) Amostra feita de calcita Russa; e) Amostra feita de aragonita; F) Amostra feita de filito.

Utilizando as bigornas de Bridgman de metal duro foi investigada a influência da temperatura de pré-secagem sobre a altura crítica das amostras. As amostras foram preparadas conforme procedimento da metodologia, utilizando uma mistura de calcita de Cachoeiro de Itapemirim com 10% de resina. Foram utilizadas as resinas de álcool polivinílico, poliéster e epóxi. Os resultados são apresentados nas figuras 6.32, 6.33 e 6.34. Analisando esses gráficos pode-se concluir que as alturas críticas, independentes do tipo de resina utilizada, e se comparadas aos resultados obtidos com as amostras fabricadas apenas com material cerâmico, não são influenciadas significativamente pelo uso de resinas e pela temperatura. De um modo geral, observou-se que:

- Para a mistura com resina poliéster não houve variação da altura crítica;
- Para a mistura feita com álcool polivinílico a influencia da temperatura sobre a altura crítica, dentro da faixa de temperatura investigada, foi benéfica;
- Para a mistura feita com resina epóxi notou-se que a altura crítica variou com a aplicação da temperatura.

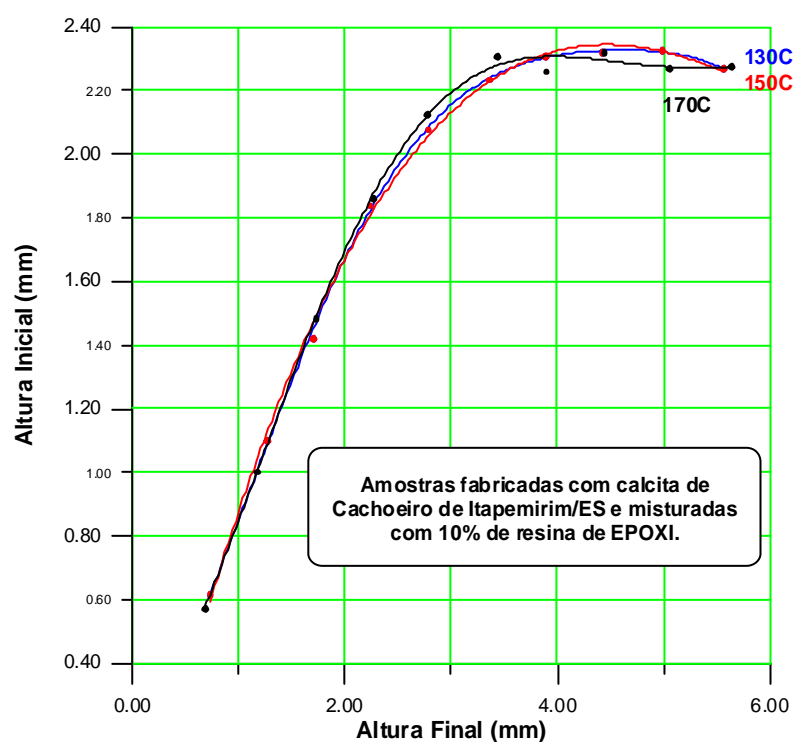


Figura 6. 32 – Influência da temperatura sobre da altura crítica das amostras fabricadas com calcitas de Cachoeiro de Itapemirim/ES e com 10% de resina epóxi. Compressão realizada nas bigornas de Bridgman de metal duro.

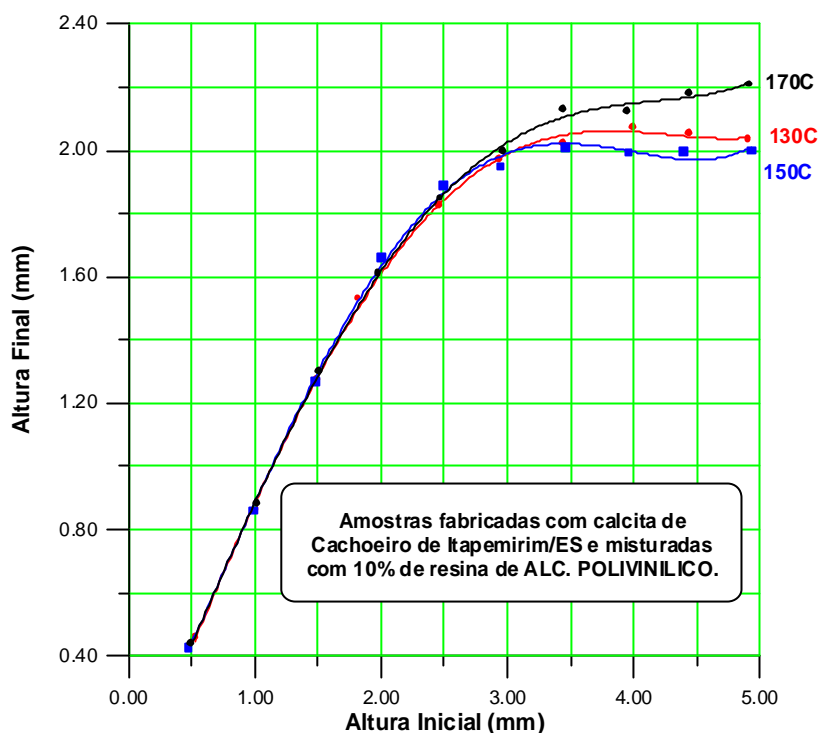


Figura 6. 33 – Influência da temperatura sobre da altura crítica das amostras fabricadas com calcitas de Cachoeiro de Itapemirim/ES e com 10% de resina álcool polivinílico. Compressão realizada nas bigornas de Bridgman de metal duro.

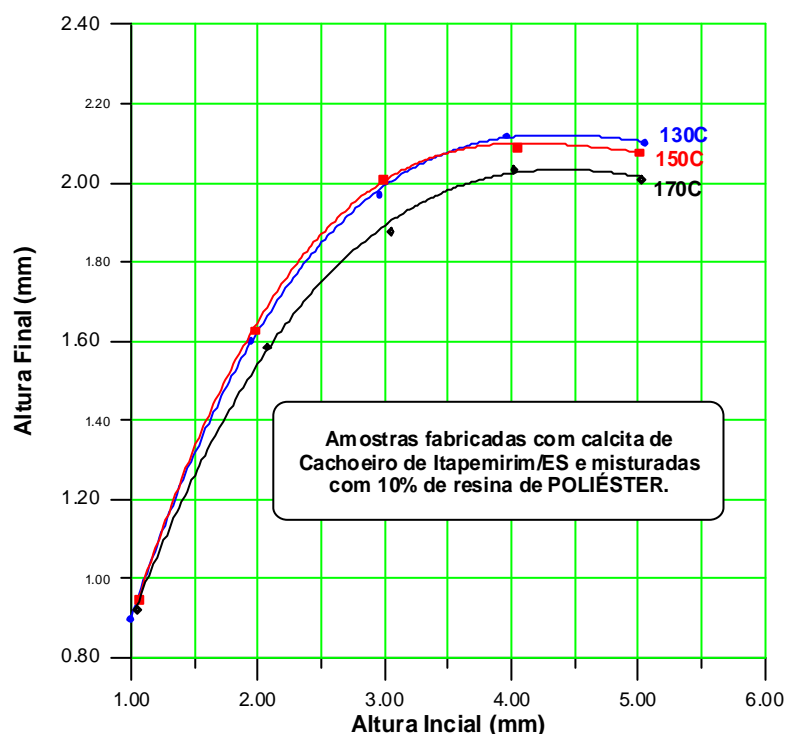


Figura 6. 34 – Influência da temperatura sobre da altura crítica das amostras fabricadas com calcitas de Cachoeiro de Itapemirim/ES e com 10% de resina poliéster. Compressão realizada nas bigornas de Bridgman de metal duro.

6.3. Determinação do Coeficiente de Multiplicação de Pressão para Cada Material Utilizado na Fabricação da Cápsula.

Bigornas de Bridgman de Metal Duro:

A determinação do coeficiente de multiplicação de pressão (M) dos materiais cerâmicos, estudados pela compressão entre as bigornas de Bridgman, foi realizada conforme descrição citada na metodologia. Os resultados obtidos foram apresentados na tabela 6.9. Esses resultados revelaram que a calcita de origem Russa possui uma maior capacidade de converter a pressão hidráulica em alta pressão, segundo a própria definição do coeficiente de multiplicação de pressão (Gerasimovich, 1998).

Não foi constatado, em momento algum, a transição de fase do bismuto (Bi-I-Bi-II – 2,55GPa) nos ensaios realizados com a aragonita. Esse fato pode indicar a dificuldade desse material em converter a pressão hidráulica em alta pressão.

Tabela 6. 9 – Resultados do ensaio do coeficiente de multiplicação de pressão realizados nas bigornas de Bridgman de metal duro e pressão de 2,55GPa.

Material:	Coeficiente de Multiplicação de Pressão (M):
Calcita Russa	1,30
Calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES	2,16
Calcita de Travessão de Campos/RJ	2,76
Calcita de Italva/RJ	2,87
Filito	1,72
Aragonita	---

Bigornas de Bridgman de Aço Rápido:

A análise do coeficiente de multiplicação de pressão nas bigornas de aço rápido foram bastante similares ao estudo realizado com as bigornas de metal duro. A influência da altura inicial do disco/amostra sobre o valor de pressão na transição polimórfica do bismuto foi verificado para ambos os tipos de bigorna, figura 6.35. Os

resultados são equivalentes àqueles observados na literatura referente a esses experimentos (Wakatsuki, 1972; Gerasimovich, 1998). A diferença observada para as amostras de altura inicial menores que 2,0mm provavelmente está relacionada às diferenças no coeficiente de atrito, rugosidade da superfície de trabalho e no módulo de elasticidade das bigornas de metal duro e das bigornas de aço rápido. A figura 6.36 apresenta alguns dos equipamentos utilizados nesse ensaio.

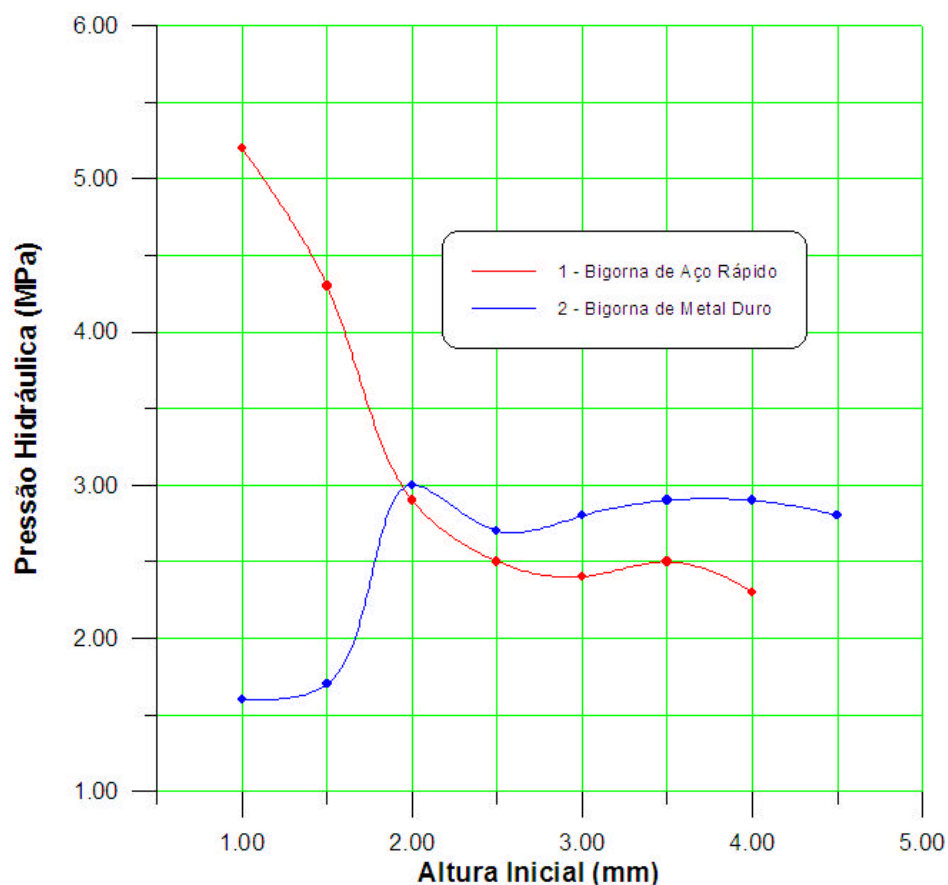


Figura 6. 35 – Relação da altura (ou espessura) inicial da amostra versus a pressão de transformação do bismuto (Bi-I→Bi-II à 2,55GPa).

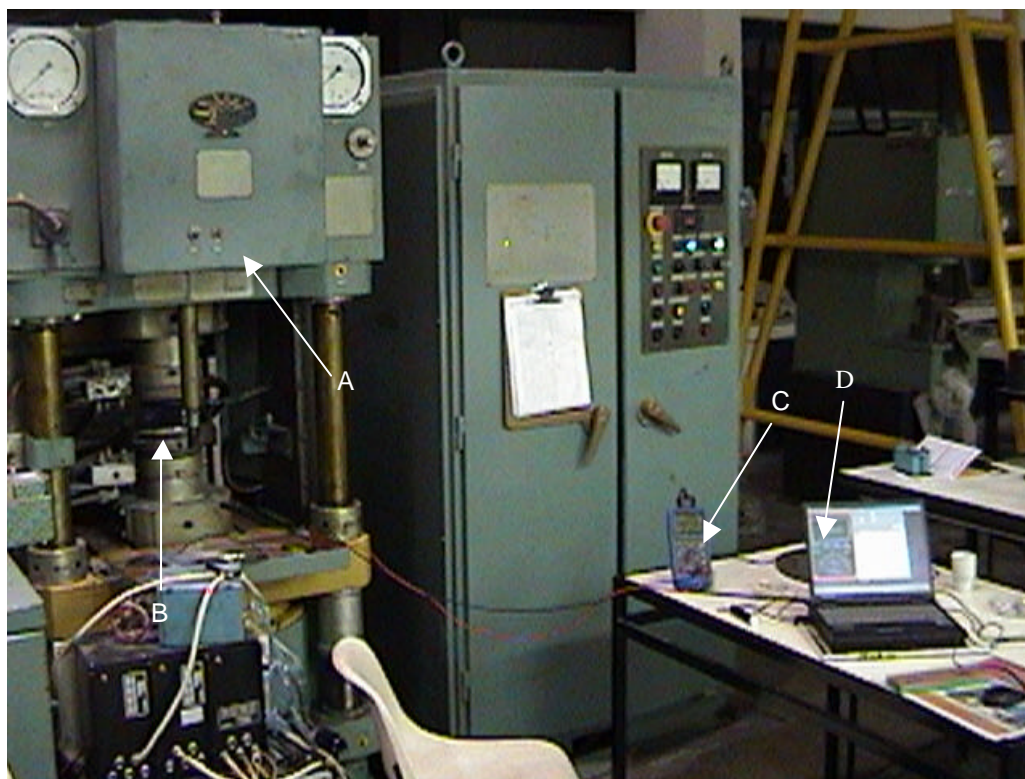


Figura 6. 36 – Alguns dos equipamentos utilizados durante a determinação da primeira transição polimórfica do bismuto (Bi-I→Bi-II – 2,55GPa), onde: A – Prensa hidráulica especial de 630Ton; B – Dispositivo de alta pressão tipo bigornas de Bridgman; C – Multímetro de alta resolução ôhmica ($0,001\Omega$); D – Microcomputador para registro dos dados enviados pelo multímetro via cabo óptico.

6.4. Deformações Plásticas nas Superfícies de Trabalho das Bigornas de Bridgman.

As bigornas de Bridgman, tanto de aço rápido quanto de metal duro, tiveram suas superfícies de trabalho retificadas a cada ciclo de operações. Isso foi realizado para verificar a ocorrência de deformações plásticas nas superfícies de trabalho das bigornas, conforme citado na metodologia.

Para as bigornas de metal duro para pressão hidráulica de até 3,2MPa (correspondente a 2,55GPa de pressão sob o disco), não foi verificada nenhuma deformação plástica, independente do material testado. Após isso, a pressão hidráulica foi elevada intencionalmente até 4,5MPa e a situação permaneceu constante, ou seja, nenhuma ocorrência foi observada. Entretanto, utilizando calcita Russa como material da cápsula, foi aplicada pressão hidráulica de 7,0MPa (equivalente a 6GPa de pressão sob o disco), sem grandes prejuízos notados, mas

a repetição desse procedimento causou uma deformação de 0,04mm na superfície de trabalho de uma bigorna e de 0,07mm na outra. Após a retífica, esse valor de pressão foi acidentalmente superado chegando próximo a 12,0MPa ($\approx 9,35\text{GPa}$). Nenhuma deformação foi observada nesse caso.

As bigornas fabricadas de aço rápido apresentaram algumas deformações plásticas quando trabalhadas com filito ou aragonita. Esses materiais concentraram pressão no centro da superfície de trabalho de tal forma que ao se trabalhar com pressões acima de 3,0MPa ocorriam explosões pequenas durante o alívio de pressão, seguida de deformações plásticas de elevado valor, 0,12mm, figura 6.37. Esse fato tornou-se um limitador para os demais materiais, para fins de análise comparativa com o filito e a aragonita.

A ocorrência dessas deformações plásticas para esses materiais está relacionada às conclusões obtidas nos testes anteriores, ou seja, que tão importante quanto a altura crítica é a área da seção transversal consolidada, ou área da pressão concentrada.



Figura 6. 37 – Deformação plástica de 0,12mm causada durante o alívio de pressão de uma amostra de aragonita que havia sido submetida à pressão hidráulica de 3,5MPa.

6.5. Estudo da Fabricação das Cápsulas Deformáveis a Partir da Compactação de Pós.

Estudo da Granulometria:

Conforme citado na descrição da metodologia pertinente a essa análise, granulometrias entre 1,0 μ m e 355 μ m foram testadas utilizando a calcita de Italva/RJ. Para se obter essa faixa de granulometrias as rochas calcíticas foram selecionadas, com o auxílio de um técnico em mineralogia, na jazida pertencente à antiga Cia de Cimento Paraíso S.A. Após isso, essas rochas foram trituradas e peneiradas. Depois de se obter a granulometria desejada, seis cápsulas (usadas no DAP tipo bigornas com concavidades cônicas variáveis) foram fabricadas utilizando os parâmetros especificados na tabela 6.10:

Tabela 6. 10 – Parâmetros para a fabricação das cápsulas.

Massa do pós de calcita de Italva/RJ:	900g
Tipo de Ligante:	Resina poliéster
Massa do ligante:	100g
Quantidade de endurecedor:	10% da massa do ligante
Tempo de processamento no misturador:	1h
Temperatura e tempo da pré-secagem:	80°C/1h
Pressão de Compactação na matriz:	500 MPa
Temperatura e tempo da Sinterização:	125°C/1h
Tempo de resfriamento:	12h

Após o resfriamento observou-se a formação de trincas transversais, provavelmente devido a contrações ocorridas durante essa etapa. As cápsulas apresentavam boa resistência mecânica nas bordas sob esforço manual, uma coloração acinzentada, e um brilho um pouco fosco (rugosidade superficial áspera). Além disso, a resistência mecânica geral das cápsulas sob esforço manual mostrou-se satisfatória. As cápsulas foram então preenchidas com 40g de mistura reativa. Depois disso cada cápsula foi testada sob alta pressão e alta temperatura.

Os resultados dos ensaios das cápsulas fabricadas com granulometria entre 1,0 μ m e 355 μ m, e testadas na prensa de 2500Ton, revelaram que durante o

aumento da pressão hidráulica da prensa todas as cápsulas explodiram, portanto não houve aquecimento ou síntese de MSD. As pressões hidráulicas na qual ocorreram explosões nas seis amostras durante a elevação da pressão foram 48MPa, 50MPa, 48MPa, 62MPa, 52MPa e 64MPa. Somente como referência, deve-se lembrar que as sínteses com a cápsula Russa são normalmente realizadas com pressões hidráulicas entre 98MPa à 106MPa

Para a continuidade dos ensaios, foram fabricadas mais seis cápsulas com granulometrias entre 500 μ m e 355 μ m, conforme informações da pesquisa bibliográfica consultada (Gerasimovich, 1998). Os parâmetros empregados para a fabricação dessas cápsulas foram os mesmos dos anteriores. Os resultados desse experimento são na tabela 6.11. A alta pressão e alta temperatura utilizada nos ensaios foram determinadas em função dos ensaios de calibração de pressão e temperatura realizada com as cápsulas russas, e com o mesmo tipo e quantidade de mistura reativa citada acima.

Tabela 6. 11 – Resultados dos ensaios das cápsulas fabricadas com granulometria entre 500 μ m e 355 μ m, e testadas na prensa de 2500Ton.

Cápsula N°. *	Pressão Hidráulica Aplicada (MPa):	Alta Pressão Atingida (GPa):	Corrente Elétrica Aplicada (A):	Temp. Atingida (°C):	Tempo da operação (min):	Resultados
1	104	5,3	825	1200	1,5	Explosão **
2	100	5,0	825	1200	1	Explosão **
3	900	--	--	--	--	Explosão

Obs.: (*) – As cápsulas 4, 5 e 6 não foram testadas, pois se tornou óbvio que ocorreriam explosões, prejudicando os mecanismos de centralização da prensa e diminuindo a vida útil do DAP.

(**) – Explosão com perda total do DAP.

Devido à série de explosões que danificaram de forma permanente os DAPs, figura 6.38, optou-se pela suspensão do experimento para essa faixa granulométrica. Desse ponto em diante, se decidiu utilizar uma granulometria inferior a 0,125 μ m, apesar de contrariar as informações obtidas na pesquisa bibliográfica (Bobrovnicthii and Osipov, 2002; Gerasimovich, 1998). Essa decisão baseou-se nos dados fornecidos pelo Manual de Mineralogia (Dana, 1978), a qual

cita a pedra litográfica (classificação da calcita Russa) como um tipo de calcita de granulação *extremamente fina*. Os parâmetros empregados para a fabricação das cápsulas nacionais com granulometria inferior a $0,125\mu\text{m}$ foram os mesmos dos anteriores. Os resultados desse experimento estão na tabela 6.12.

Tabela 6. 12 – Resultados dos ensaios das cápsulas nacionais fabricadas com granulometria inferior a $125\mu\text{m}$, e testadas na prensa de 2500Ton.

Cápsula N°	Pressão Hidráulica Aplicada (MPa):	Alta Pressão Atingida (GPa)*:	Corrente Elétrica Aplicada (A):	Temp. Atingida ($^{\circ}\text{C}$)*:	Tempo da operação (min):	Resultados:
1	100	5,0	825	1200	10	Síntese
2	104	5,3	825	1200	10	Síntese
3	100	5,0	825	1200	10	Síntese
4	100	5,0	825	1200	10	Síntese
5	104	5,3	825	1200	10	Síntese
6	100	5,0	825	1200	10	Síntese

Obs.: (*) – A alta pressão e alta temperatura foram determinadas em função dos ensaios de calibração de pressão e temperatura realizada com as cápsulas russas, e com o mesmo tipo e quantidade de mistura reativa citada anteriormente.



Figura 6. 38 – Fotografia de uma cápsula que explodiu dentro de um DAP tipo bigorna com concavidade cônica variáveis durante a aplicação da alta pressão e alta temperatura. O DAP foi permanentemente danificado.

A síntese dos diamantes foi obtida com sucesso, figura 6.39, contudo o grau de carbonização da cápsula nacional foi extremamente elevado, quase toda a seção transversal foi carbonizada, figura 6.40, quando comparada com a carbonização da cápsula Russa submetida aos mesmos parâmetros de síntese.

Durante o descarregamento sob velocidade máxima ($\cong 7\text{MPa/s}$) não foi verificada a ocorrência de explosões, ao contrário, as cápsulas Russas sempre explodiam no descarregamento entre as pressões de 70MPa à 60MPa.

Em relação a granulometria pode-se afirmar:

- As explosões que ocorreram nas cápsulas feitas com granulometria maiores devem-se à menor força de atrito entre as partículas grandes quando comparadas ao atrito entre as partículas pequenas das cápsulas feitas com granulometrias menores. As forças de atrito estão diretamente ligadas à formação da espessura (ou altura) da gaxeta da cápsula durante a compressão, conforme estudado nas bigornas de Bridgman (Wakatsuki, 1972).
- Não há evidência que a granulometria influencia na carbonização. Esta provavelmente está relacionada apenas com o material cerâmico, a qual a cápsula é feita, e o ligante utilizado.

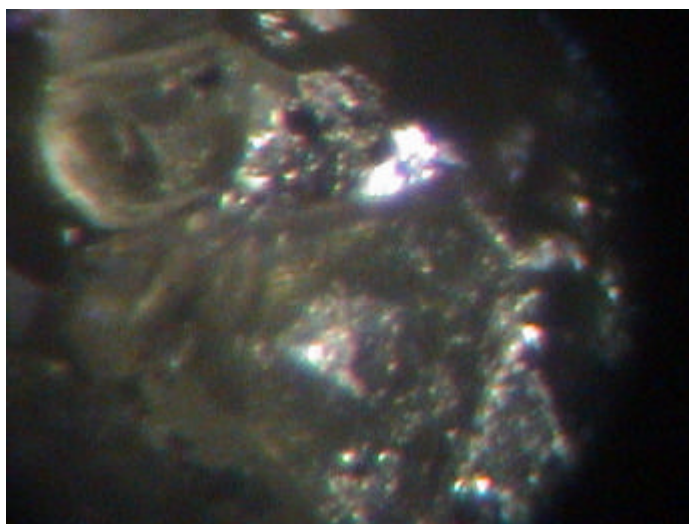


Figura 6. 39 – Fotografia de alguns diamantes obtidos a partir dos experimentos realizados com as cápsulas feitas de granulometrias inferiores a $125\mu\text{m}$. Tamanho médio dos diamantes observados foi em torno de $300\mu\text{m}$.

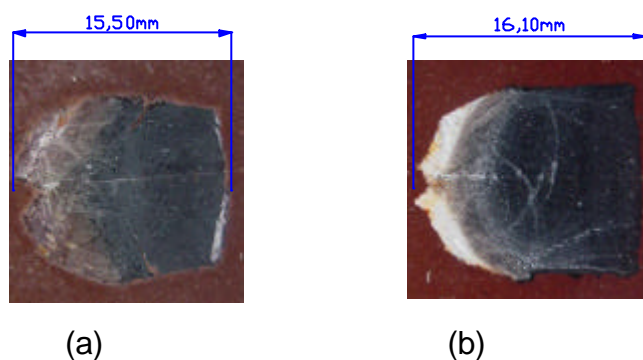


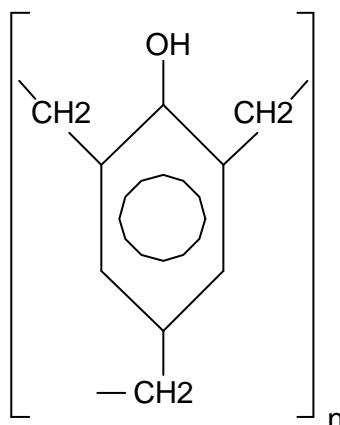
Figura 6. 40 – Carbonização ocorrida na secção transversal da cápsula, onde: a) Cápsula Russa; b) Cápsula Nacional (feita de calcita de Italva/RJ com 10% de resina poliéster). Os parâmetros de síntese foram: $T=1200^{\circ}\text{C}$, $P=5,0\text{GPa}$ e $t=10\text{min}$.

Tipos de Ligantes:

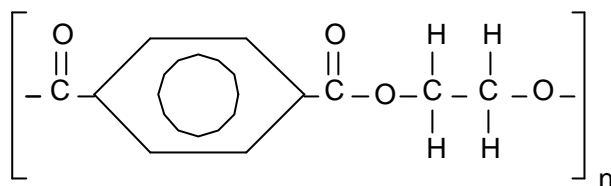
As resinas foram selecionadas em função de informações obtidas em pesquisas bibliográficas (Gerasimovich, 1998; Bobrovnichii, 2000; Osipov, 2002) e naquelas que pertencem à mesma classificação de polímeros das resinas normalmente utilizadas para este fim. As resinas testadas foram: baquelite, poliéster, epóxi e álcool polivinílico. A seguir são fornecidas algumas informações de caráter tecnológico sobre cada uma dessas resinas. A inserção dessas informações neste capítulo (Resultados e Discussões) teve como objetivo facilitar o entendimento das conclusões sobre os experimentos realizados nesta etapa do trabalho.

As fórmulas químicas das resinas empregadas na fabricação das cápsulas deformáveis a serem testadas são:

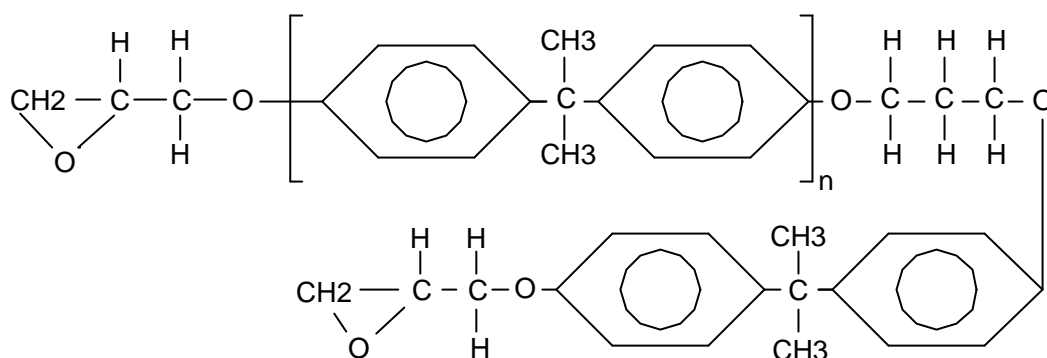
- Baquelite;



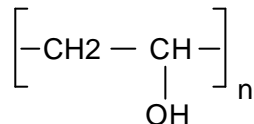
- Resina Poliéster;



- Resina Epóxi;



- Resina de Álcool Polivinílico;



A tabela 6.13 fornece algumas características gerais e aplicabilidade dessas resinas.

Tabela 6. 13 – Características gerais das resinas utilizadas (Callister, 2002; Felbeck, 1984; Via Farma Net, 2003):

Tipo de Resina:	Características:	Custo:	Aplicações:
Baquelite	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Excelente estabilidade térmica. Tg = 200°C – 300°C. 	100R\$/Kg	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Carcaça de motores, telefones, distribuidores de automóveis, acessórios elétricos.
Poliéster	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Pode ser usada para trabalhos em temperatura elevada ou 	10R\$/900ml	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Capacetes, barcos em fibra de vidro. Componentes de

	ambiente. Tg = 200°C.		carroceria de automóveis, cadeiras, ventiladores.
Epóxi	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Termoestável, Excelentes combinações de propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Boa adesividade. ▪ Tg = 150°C - 250°C. 	45R\$/Kg	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Moldes elétricos, ralos, adesivos, revestimentos protetores, usados com laminados de fibra de vidro.
Álcool Polivinílico	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Solubilidade em água; ▪ Imunidade a praticamente todos os solventes; ▪ Boa formação de película; ▪ Alta capacidade de aglutinação; ▪ Alta resistência mecânica da película; ▪ Termoplástico; ▪ Ótima aderência sobre diversas superfícies; ▪ Excelentes características como emulsionante e colóide protetor em meio aquoso; 	135R\$/100g	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Agente de enchimento que pode ser usado sozinho ou em combinação com outros produtos de acabamento.

As resinas acima descritas foram misturadas com a calcita proveniente de Cachoeiro de Itapemirim/ES e amostras foram retiradas para a fabricação de CPs. Os procedimentos para a realização da mistura, fabricação e teste dos CPs foram descritos na metodologia no item referente a “Tipos de Resinas”.

Esses CPs foram submetidos a diversas temperaturas e a variação de peso em função da temperatura aplicada foi medida, figura 6.41.

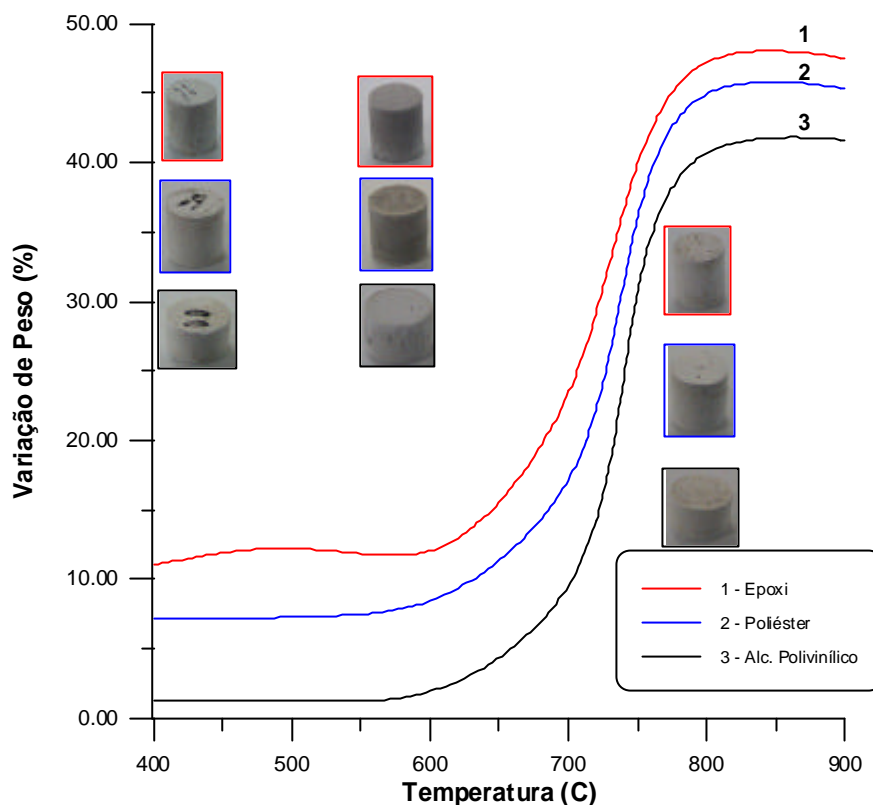


Figura 6. 41 – Variação de peso em função da temperatura aplicada nos CPs.

Na figura anterior foi observado que a resina de álcool polivinílico é menos influenciada pela temperatura que as demais resinas, tanto em relação à variação de peso quanto a carbonização. Esse fato deve estar relacionado a fórmula química do álcool polivinílico.

A resina baquelite foi adquirida na forma de grânulos utilizados em embutimentos de amostras para ensaios metalográficos. Para tornar a baquelite mais adequada na preparação da mistura, ela foi diluída em gasolina. Os resultados não foram satisfatórios. Optou-se então pela diluição em acetona. Os CPs fabricados ficaram muito frágeis e decidiu-se eliminar a baquelite na forma de grânulos do processo. A empresa BAQ Indústria e Comércio Ltda forneceu amostras de resina fenólica (BAQPHEN 4101), da qual a baquelite é produzida. Contudo, o uso dessa resina era por demais nociva a saúde, devido à composição química e volatilidade. Mesmo assim algumas amostras na forma de cápsulas deformáveis usadas nas prensas de 2500Ton foram fabricadas, mas os ensaios não foram satisfatórios (ocorreram explosões durante elevação da pressão). Portanto, concluiu-se que essa resina não é adequada para atuar como ligante na fabricação de cápsulas deformáveis. É importante ressaltar que a “Bakelite Laqcu”

usada na Rússia para a fabricação de cápsulas deformáveis (Gerasimovich, 1998), é uma baquelite líquida cujo emprego se destina a isolar enrolamento de motores elétricos (Bobrovnitchii, 2003). No Brasil, a resina utilizada para este fim é à base de epóxi (WEG, 2002).

Foi investigada a influência da temperatura sobre a resistência mecânica à compressão das misturas preparadas com diferentes resinas. Os CPs foram fabricados e mantidos a vários níveis de temperatura por uma hora, conforme descrito na metodologia. Após isso, os CPs foram submetidos à compressão simples na máquina de ensaios mecânicos. O resultado é apresentado na fig. 6.42.

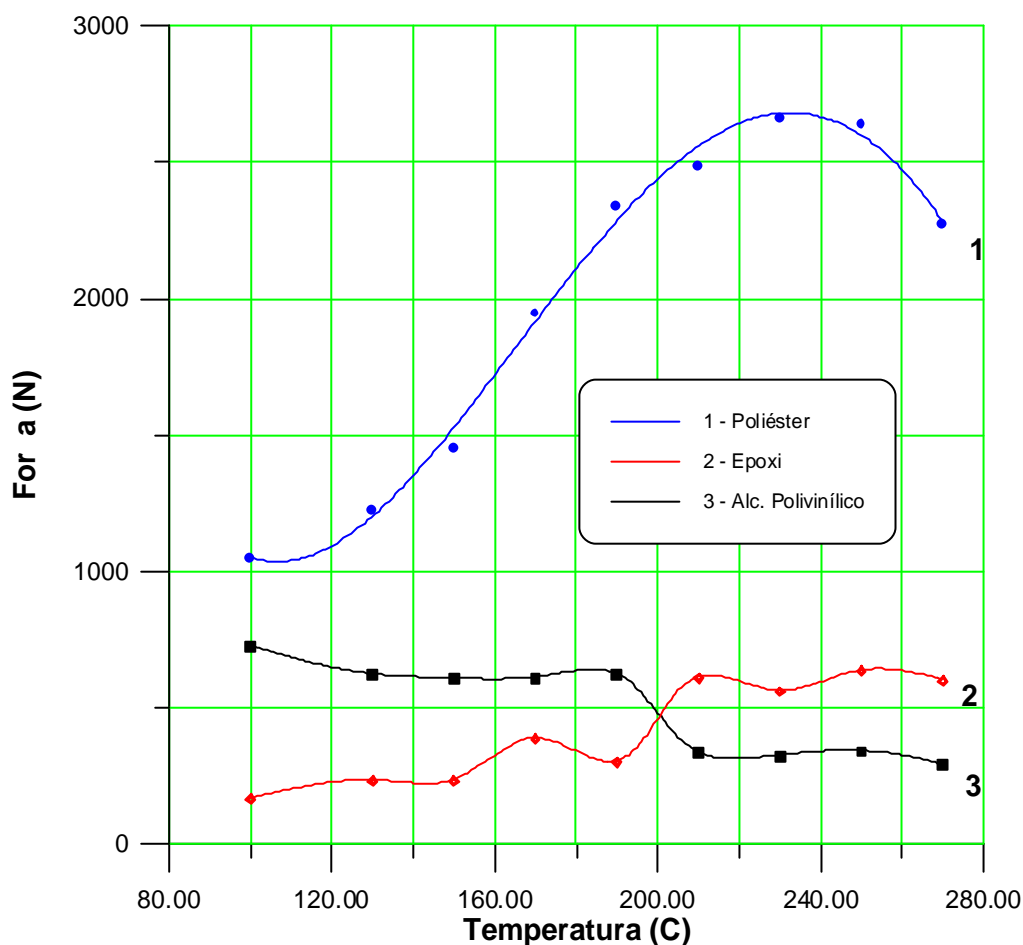


Figura 6. 42 – Resistência mecânica a compressão dos CPs versus temperatura.

No gráfico anterior se pode observar que, considerando apenas a resistência mecânica, a resina poliéster é a mais indicada para as aplicações como ligante para cápsula deformável. Entretanto, tem que se levar em conta a variação de peso, devido principalmente a carbonização do ligante, pois a calcita tem pouca mudança até a temperatura de 740°C. Essa variação influencia mais significativamente na resistência mecânica da cápsula durante o processo de síntese/sinterização. Isto foi

comprovado pelo melhor desempenho das cápsulas fabricadas com a resina de álcool polivinílico sob alta pressão e alta temperatura. A carbonização das cápsulas de poliéster eram tão elevadas que, algumas vezes, causaram explosões desastrosas, com danos irreparáveis ao DAP. Portanto conclui-se que a resina epóxi e poliéster podem ser utilizados, mas não na mesma proporção da resina de álcool polivinílico. Além disso, é fundamental considerar que o uso e manuseio do álcool polivinílico não causa tão grandes prejuízos à saúde como certamente as outras resinas devem causar.

A análise da interação entre a mistura de pós de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES com as resinas utilizadas como ligantes, antes da mistura ser submetida a qualquer tipo de compactação ou calor, foi realizada por MEV e são apresentadas nas figuras 6.43, 6.44, 6.45, 6.46, 6.47 e 6.48. A proporção na mistura é de 90% de calcita e 10% de resina.

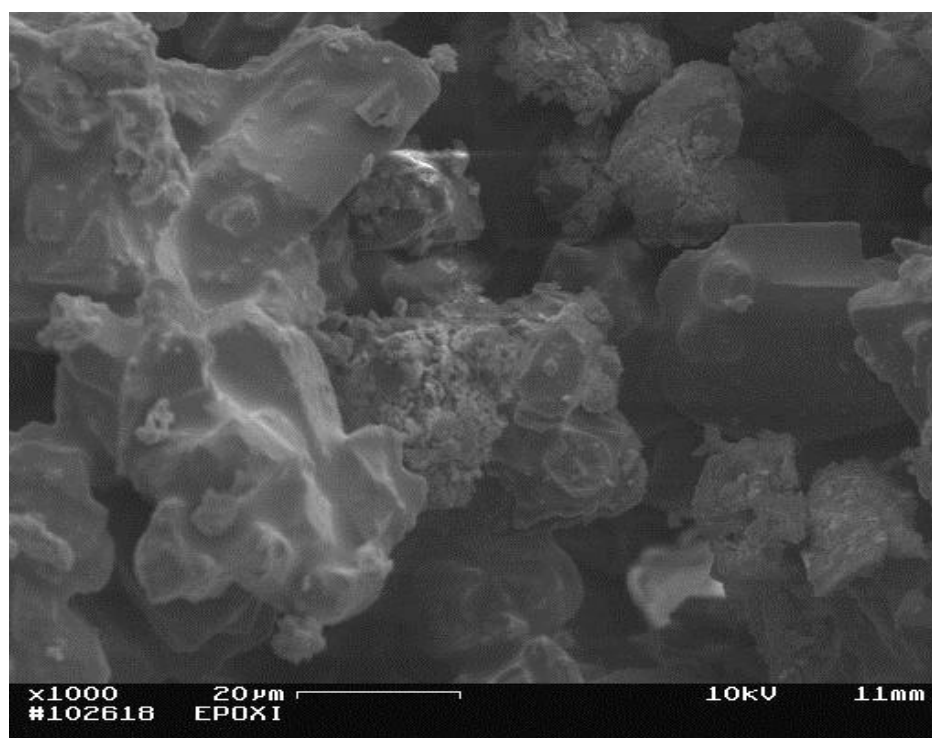


Figura 6. 43 – Interação do pó de calcita com a resina epóxi. MEV aumento de 1000x.

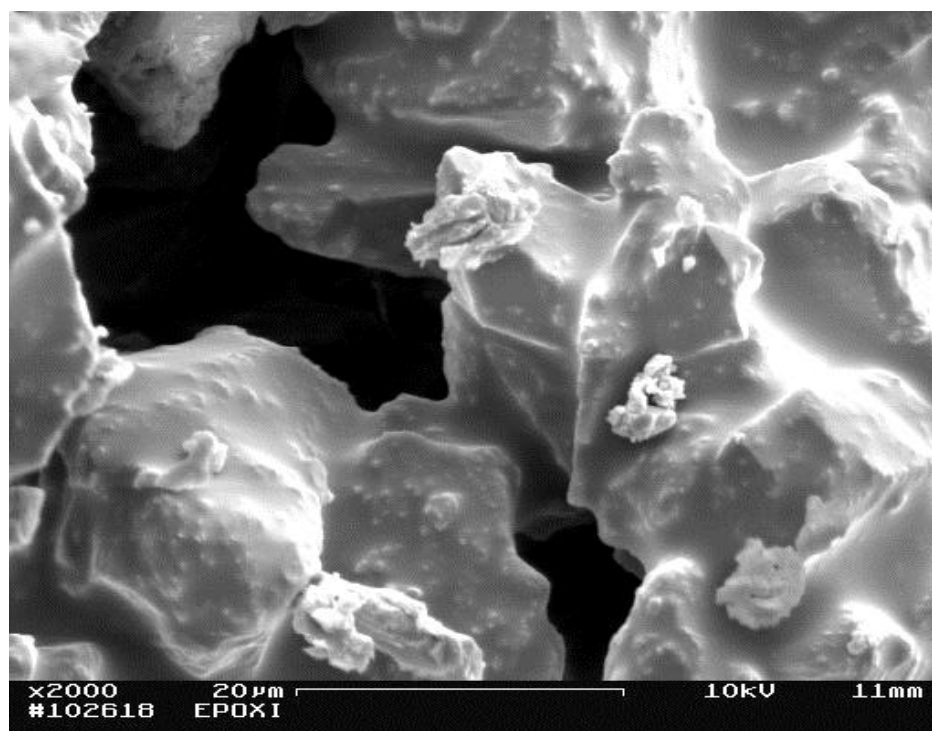


Figura 6. 44 – Interação do pó de calcita com a resina epóxi. MEV aumento de 2000x.

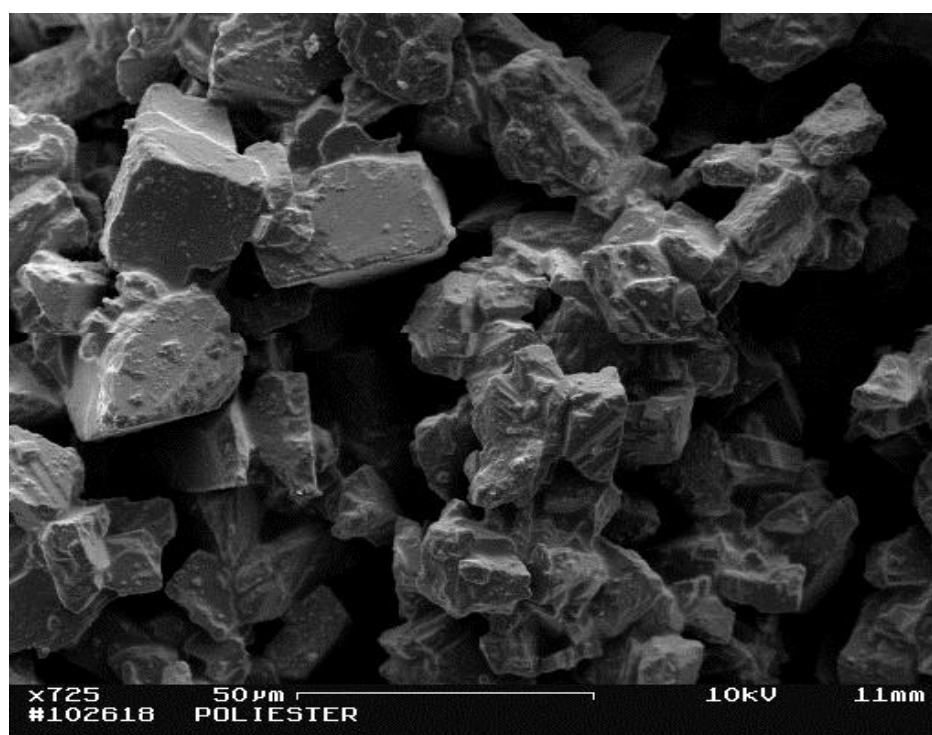


Figura 6. 45 – Interação do pó de calcita com a resina poliéster. MEV aumento de 725x.

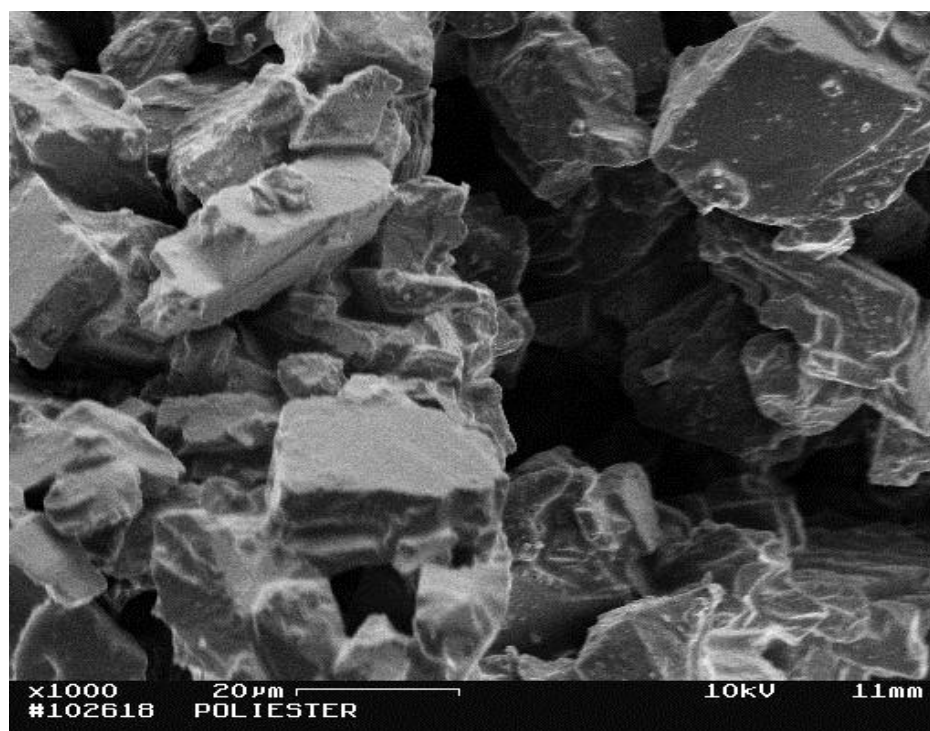


Figura 6. 46 – Interação do pó de calcita com a resina poliéster. MEV aumento de 1000x.

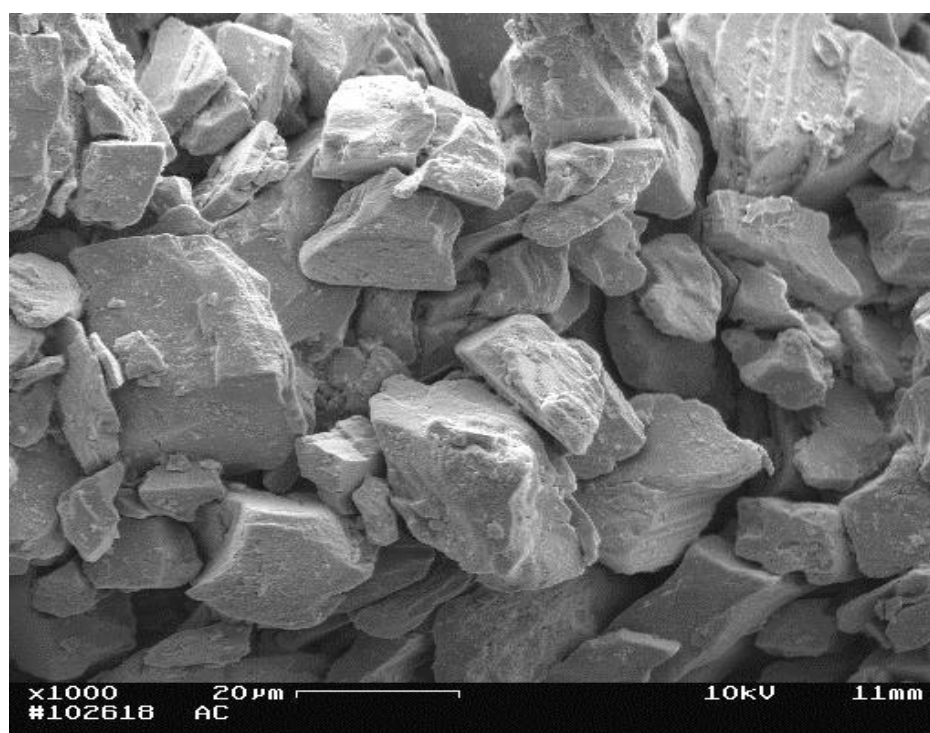


Figura 6. 47 – Interação do pó de calcita com a resina de álcool polivinílico. MEV aumento de 1000x.

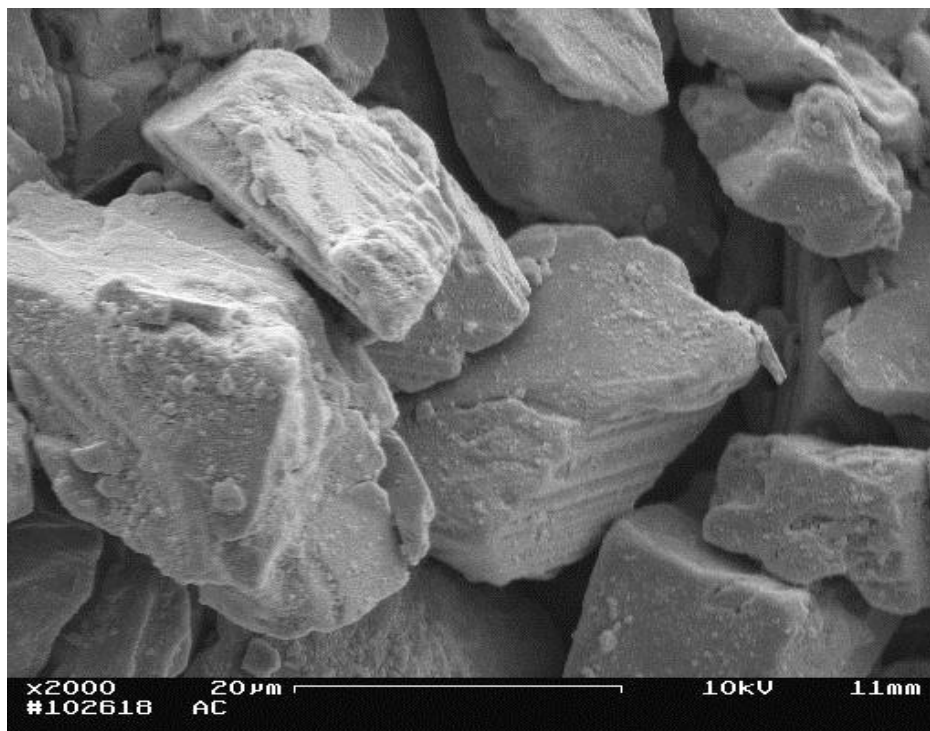


Figura 6. 48 – Interação do pó de calcita com a resina de álcool polivinílico. MEV aumento de 2000x.

As análises das micrografias anteriores, realizadas no MEV, revelaram que molhabilidade apresentou bons resultados para a resina epóxi. Entretanto, as cápsulas feitas com base nessa resina, quando submetidas à alta pressão e alta temperatura, tiveram uma carbonização excessiva e explodiram.

Para a mistura feita à base de resina poliéster como ligante, a molhabilidade foi inferior a da resina epóxi. No entanto, as cápsulas fabricadas utilizando a resina poliéster obtiveram algum sucesso, quando submetidos ao processo de síntese dos materiais superduros, pois algumas vezes foi possível realizar a síntese dos diamantes, apesar da carbonização ter sido perigosamente elevada.

Para aumentar essa “molhabilidade” em alguns experimentos se utilizou acetona junto com a resina poliéster, melhorando a fluidez da mesma, contudo a acetona degradou a resina e esta não cumpriu a função desejada de aglutinar os pós cerâmicos.

A mistura feita com resina de álcool polivinílico apresentou uma molhabilidade pequena em relação às demais resinas. Contudo, as cápsulas fabricadas com maior porcentagem dessa resina obtiveram um significativo aumento da molhabilidade e outros efeitos benéficos descritos nos demais ensaios. Todas as cápsulas fabricadas com essa mistura obtiveram sucesso completo no

processo de síntese dos diamantes. A carbonização foi semelhante aos encontrados nas cápsulas Russas submetidas aos mesmos parâmetros de pressão e temperatura.

A conclusão dessas análises é que a resistência mecânica proporcionada pelo ligante à cápsula não é o fator principal a ser considerado na escolha da resina. O ligante deve fornecer resistência mecânica durante a montagem da mistura reativa dentro da cápsula, pois esta tem que ter alguma resistência, senão a pressão de montagem da mistura reativa causa trincas em toda seção longitudinal da cápsula. Durante a aplicação da alta pressão (na fase do aumento nos estágios iniciais), o ligante deve proporcionar à cápsula uma resistência mecânica determinada (que não pode ser nem muito alta e nem muito baixa), para garantir uma boa formação de gaxeta a partir da deformação elasto-plástica da periferia da cápsula. Já sob pressões mais elevadas e sob altas temperaturas, a resistência mecânica da cápsula deve-se ao tipo, tamanho (granulometria) e forma do material cerâmico empregado. A influência do ligante nessa etapa não é mais benéfica e está relacionada somente à carbonização.

Para finalizar a investigação sobre os ligantes, foram testados ligantes naturais, tais como bentonita (complexo de argila contendo uma relativamente alta proporção de um argila mineral denominada de montmorillonita) e silicato de sódio (Dana, 1978). Esses ligantes são tradicionalmente utilizados na fabricação, por sinterização, de peças cerâmicas usadas em equipamentos de soldagem ou na etapa da cura da areia verde em processos de fundição. Após terem sido misturados e secados, cada mistura utilizando esses ligantes foram pesados e compactados, na mesma seqüência apresentada na metodologia. Durante a compactação se observou um desgaste excessivo da matriz. Além disso, as cápsulas ficaram tão fragilizadas após a compactação que normalmente, durante a ação de retirada da peça do interior da matriz, elas se quebravam devido ao elevado atrito com as superfícies metálicas deslizantes das paredes da matriz. Portanto, o uso desses ligantes, apesar de parecer ser promissor, ainda deve ser melhor investigado.

O modelo que melhor descreve a interação observada no MEV entre resina com os pós de diferentes granulometrias é representado na figura 6.49.

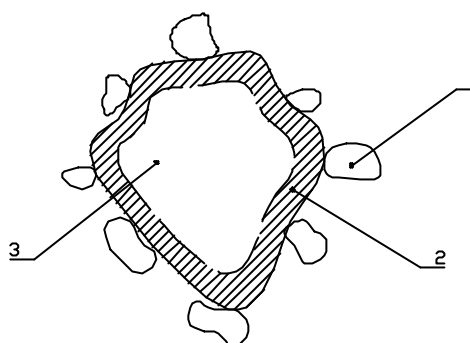


Figura 6. 49 – Modelo idealizado da interação entre a resina e os pós presentes na mistura, onde: 1 – Partícula de granulometria fina; 2 – Resina; 3 – Partícula de granulometria mais grossa;

Estudo da Quantidade de Ligante:

As resinas de álcool polivinílico e de poliéster foram analisadas neste ensaio, conforme procedimento descrito na metodologia, no item referente a este experimento. Os testes foram realizados aplicando alta pressão e alta temperatura em cápsulas montadas com mistura reativa, sendo essas cápsulas fabricadas de mistura de calcita com diferentes concentrações de ligantes.

As cápsulas fabricadas a partir da mistura de calcita de Cachoeiro do Itapemirim/ES com a resina poliéster obtiveram o desempenho apresentado na tabela 6.14. A carbonização dessa resina em função da porcentagem de ligante pode ser observada na figura 6.47. Os parâmetros de pressão e temperatura utilizados nos experimentos foram obtidos da calibração de pressão e experimentos com as cápsulas de origem Russa.

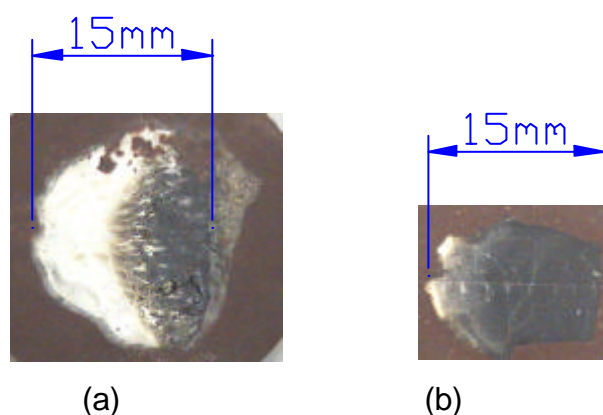


Figura 6. 50 – Secção transversal da cápsula fabricada com ligante de resina poliéster e submetida a alta pressão e alta temperatura, onde: (a) – Cápsula com 5% de resina poliéster; (b) – Cápsula com 10% de resina poliéster.

Tabela 6. 14 – Experimentos realizados a 5GPa (100MPa de pressão hidráulica) e 1200°C (850A de corrente elétrica) com as cápsulas a base de resina poliéster.

Nº do experimento:	Proporção da resina na mistura (%):	Resultados:
1	5	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Resistência mecânica da cápsula foi satisfatória; ▪ Desgaste elevado da matriz de compactação; ▪ Realização da síntese dos diamantes; ▪ Baixa carbonização; ▪ Não houve explosões;
2*	10	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Resistência mecânica da cápsula foi elevada; ▪ Decréscimo do desgaste da matriz de compactação; ▪ Possível da síntese dos diamantes; ▪ Elevada carbonização; ▪ Houve explosão durante o aquecimento; ▪ Não houve explosão durante o descarregamento;
3**	15	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Resistência mecânica da cápsula foi elevada; ▪ Baixo desgaste da matriz de compactação; ▪ Carbonização completa da cápsula; ▪ Ocorreram explosões;

Obs.: * As três cápsulas fabricadas com essa concentração não explodiram, contudo experimentos adicionais realizados com a mesma resina mas fornecidas por outros fabricantes, demonstraram que para essa concentração, ou seja 10%, as explosões sempre ocorriam. Ao diminuir a concentração esse problema foi evitado.

** Os três experimentos explodiram, sendo que o último foi realizado a 2,55GPa (42MPa de pressão hidráulica) e com a corrente elétrica de 500A.

O desempenho das cápsulas fabricadas usando a resina de álcool polivinílico está apresentado tabela 6.15. Os parâmetros de pressão e temperatura utilizados nos experimentos foram obtidos da calibração de pressão e experimentos com as cápsulas de origem Russa.

Tabela 6. 15 – Experimentos realizados a 5GPa (100MPa de pressão hidráulica) e 1200°C (850A de corrente elétrica) com as cápsulas a base de álcool polivinílico.

N° do experimento:	Proporção da resina na mistura (%):	Resultados:
1	5	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Resistência mecânica da cápsula foi muito fraca; ▪ Elevado desgaste da matriz de compactação; ▪ Não houve possibilidade de realizar síntese devido à baixa resistência mecânica da cápsula, pois esta apresentou trincas ao longo da seção após a montagem da mistura reativa em seu interior;
2	10	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Resistência mecânica da cápsula razoável; ▪ Médio desgaste da matriz de compactação; ▪ Síntese dos diamantes com sucesso; ▪ Baixa carbonização; ▪ Não houve explosão durante o aquecimento; ▪ Pequenas explosões durante o descarregamento (semelhante a cápsulas Russas);
3	15	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Boa resistência mecânica da cápsula; ▪ Menor desgaste da matriz de compactação; ▪ Síntese dos diamantes com sucesso; ▪ Carbonização mais elevada que a anterior, contudo satisfatória se comparada à cápsula Russa; ▪ Não houve explosão durante o aquecimento; ▪ Não houve explosão durante o descarregamento;

Da análise dos experimentos se conclui que o uso de resina como ligante na mistura está condicionada a uma quantidade otimizada que fornece melhor desempenho durante o processo de síntese/sinterização, menor possibilidade de carbonização, menor possibilidade de explosão durante o alívio de pressão (descarregamento), maior durabilidade das matrizes de compactação usadas na fabricação das cápsulas e maior vida útil dos DAP.

A figura 6.51 pode-se observar a carbonização das cápsulas nacionais fabricadas com o uso de resina de álcool polivinílico em comparação com as importadas da Rússia.

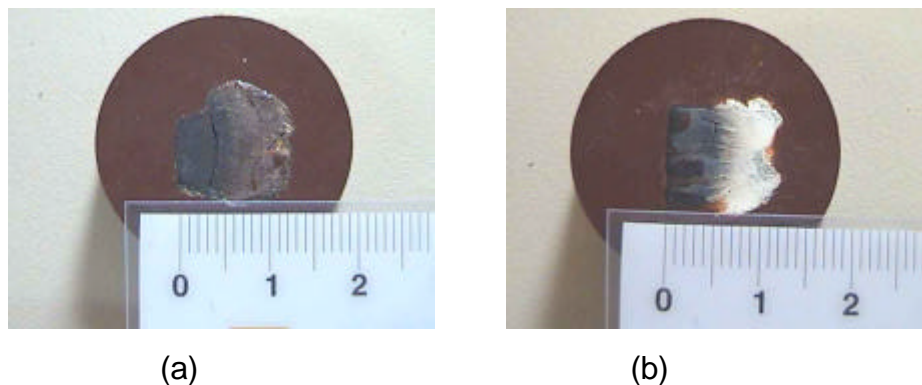


Figura 6. 51 – Carbonização ocorrida na secção transversal da cápsula, onde: a) Cápsula Russa; b) Cápsula nacional (feita de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES com 10% de resina de álcool polivinílico). Síntese sob $T=1200^{\circ}\text{C}$, $P=5,0\text{GPa}$ e $t=10\text{min}$.

Estudo da Temperatura de Pré-Secagem do Pó:

Os experimentos foram realizados de acordo com a descrição feita na metodologia.

Para as cápsulas fabricadas com as resinas epóxi ou poliéster sem o uso de endurecedor, e pré-secadas a temperaturas de 50°C , 80° e 110°C , se observou:

- Pouca rigidez sob esforço manual;
- Excessivos desgastes da matriz de compactação;
- Superfície com acabamento grosseiro;
- Surgimento de trincas longitudinais após a montagem da mistura reativa;

Devido à baixa resistência mecânica essas cápsulas não foram testadas sob condições reais de síntese.

Para as cápsulas fabricadas com resina de álcool polivinílico e com as resinas epóxi ou poliéster com o uso de 10% de endurecedor (em relação ao peso da resina na mistura), os resultados são apresentados na tabela 6.16.

Tabela 6. 16 – Resultados do experimento da avaliação da temperatura de pré-secagem em função da resina utilizada na mistura com calcita.

Tipo de resina:	Resultados:		
	Temperatura de pré-secagem (°C):		
	50	80	110
Álcool polivinílico:	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fragilidade excessiva sob esforços manuais; ▪ Quebra da cápsula devido à montagem da mistura reativa; ▪ Elevado desgaste da matriz de compactação; 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Resistência mecânica adequada sob esforços manuais; ▪ Síntese dos MSD realizada com sucesso; ▪ Menor do desgaste da matriz de compactação; 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Boa resistência mecânica adequada sob esforços manuais; ▪ Síntese dos diamantes realizada com sucesso; ▪ Baixo desgaste da matriz de compactação;
Poliéster:	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Baixa resistência mecânica durante a montagem da mistura reativa; ▪ Mistura ainda molhada, o que dificultou o peneiramento para deixar a mistura na forma de grânulos; ▪ Aumento do desgaste da matriz de compactação; 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Boa resistência mecânica; ▪ Síntese realizada dos MSD com algum sucesso; ▪ Pouco desgaste da matriz de compactação; 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Boa resistência mecânica; ▪ As cápsulas passaram a explodir durante a fase de carregamento, no processo de síntese dos diamantes;
Epóxi:	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Baixa resistência mecânica durante a montagem da mistura reativa; ▪ Mistura ainda molhada, o que 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Boa resistência mecânica durante a montagem da mistura reativa; ▪ Explosão durante a síntese dos 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Boa resistência mecânica durante a montagem da mistura reativa; ▪ Não foi testada sob condições de

	<p>dificultou o peneiramento para deixar a mistura na forma de grânulos;</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Elevado desgaste da matriz de compactação; 	<p>diamantes;</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Pouco desgaste da matriz de compactação; 	<p>síntese dos diamantes, contudo resistiu à aplicação de alta pressão;</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Pouco desgaste da matriz de compactação;
--	---	--	--

Algumas conclusões desse estudo foram:

- A fabricação de cápsulas sem o uso da pré-secagem foi inviável devido ao excessivo desgaste da matriz de compactação, causado pelo atrito entre a pasta, formada pelo material cerâmico mais umidade, e as superfícies metálicas deslizantes da matriz;
- Cada resina, e pó cerâmico, têm a sua temperatura de pré-secagem adequada, mas uma otimização em relação a desgaste da matriz versus temperatura de secagem, considerando ainda a quantidade de resina e o tipo de pó cerâmico utilizado, se torna racional para a diminuição dos custos de fabricação das cápsulas;

Estudo da Temperatura de Sinterização da Cápsula Deformada:

A análise da temperatura de sinterização da cápsula foi realizada conforme a descrição feita na metodologia. As cápsulas fabricadas a partir da resina de álcool polivinílico, e sinterizadas sob temperaturas inferiores a 50°C, obtiveram baixa rigidez, ou seja, as cápsulas apresentaram trincas longitudinais logo após a montagem da mistura reativa, provavelmente relacionada à falta de coalescência entre os grãos de calcita envolvidos pela resina. Através das experiências se constatou que a temperatura de sinterização mínima deve ser 30°C superior a temperatura de pré-secagem.

Para as sinterizações realizadas a temperaturas elevadas (superiores a 170°C) a resina de álcool polivinílico se degradou, e as cápsulas começaram a explodir sob aumento de pressão durante o processo de síntese dos MSD. Portanto, a experiência demonstrou que a faixa de temperatura para a sinterização varia entre 120°C a 160°C, dependendo da pré-secagem.

Para as resinas de poliéster e de epóxi foram realizados os mesmo estudos acima, com resultados semelhantes. Contudo foi interessante observar a perda de resistência excessiva dessas resinas acima de 180°C, com mudança de coloração das cápsulas e volatilização de alguns compostos, provavelmente pertencentes às resinas.

Estudo da Altura Inicial ou Massa da Cápsula:

A altura inicial de cada tipo de cápsula está relacionada diretamente, entre outros fatores, com a massa inicial da mistura de material cerâmico com a resina empregada na compactação. Nesse estudo, que foi feito conforme a descrição da metodologia, foi avaliada a influência da quantidade de mistura ou altura inicial sobre a espessura da gaxeta formada e a ocorrência de explosões. As cápsulas foram fabricadas de acordo com os mesmos parâmetros descritos nos experimentos realizados anteriormente. Os resultados obtidos para diferentes valores de altura inicial são descritos na tabela 6.17.

Tabela 6. 17 –Altura inicial das cápsulas (experimentos realizados sob condições de síntese, ou seja, pressão hidráulica de 102MPa e I=875A).

Altura Inicial (mm)	Massa (g)	Resultados:
30,80	96,63	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Houve forte explosão durante o alívio de pressão; ▪ Altura da gaxeta formada apenas pela aplicação da alta pressão foi igual a 2,98mm;
31,38	99,71	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Houve explosão no alívio de pressão; ▪ (no patamar de 50,7MPa, em média) ▪ Sínteses realizadas com sucesso; ▪ Altura da gaxeta após a síntese foi igual a 3,49mm;
32,48	103,74	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Houve fraca explosão durante o alívio de pressão (no patamar de 34,5MPa, em média); ▪ Síntese realizada com sucesso; ▪ Altura da gaxeta após a síntese foi igual a 3,42mm;

Obs.: A altura da gaxeta das cápsulas importadas foi, em média, 3,62mm.

A altura inicial e o peso das cápsulas importadas foram em média iguais a 30,22mm e 100,20g, respectivamente (esses dados foram obtidos considerando dois fornecedores diferentes).

As cápsulas importadas freqüentemente explodiram durante o alívio de pressão no patamar de 54,0MPa.

Para as cápsulas fabricadas a mistura à base de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES com álcool polivinílico, os melhores resultados foram com peso entre 100g ~101g e altura inicial entre 30,5mm ~ 32mm.

Para as cápsulas nacionais, e usadas nos DAP tipo bigorna com concavidade toroidal (prensa de 630Ton), os resultados foram semelhantes, ou seja, de um modo geral as cápsulas com elevada altura inicial, em relação àquelas importadas, tenderam a ocasionar explosões durante o aumento da pressão de sinterização. Para as cápsulas de altura inferior as das importadas, ocorreram explosões seguidas de curto circuito entre as partes superior e inferior do DAP.

As cápsulas importadas, e usadas nos DAP tipo bigorna com concavidade toroidal, que foram fabricadas por compactação de pós, tinham em média altura inicial de 8,62mm e peso de 10,5g. Entretanto, para as cápsulas importadas e fabricadas por meio de usinagem da rocha de calcita, a altura inicial foi, em média, de 7,2mm e peso de 7,14g.

As cápsulas nacionais para o DAP tipo bigorna com concavidade toroidal apresentaram os melhores resultados com altura inicial entre 7mm ~ 8mm e peso entre 7,5g ~ 7,8g.

6.7. Testes da Efetividade da Geração de Alta pressão e Alta Temperatura nas Cápsulas.

Para as cápsulas utilizadas nos DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis (prensa de 2500Ton), a calibração da pressão e da temperatura seguiu a metodologia descrita no capítulo IV. Na calibração da temperatura, um termopar de cromel e alumel foi cuidadosamente montado no interior da cápsula, figuras 6.52 e 6.53 e o conjunto colocado entre os discos do DAP para a realização da compressão. A pressão foi aplicada em diferentes níveis e a corrente elétrica (responsável pelo aquecimento da amostra de grafite no interior da cápsula) foi

elevada até um determinado patamar. Esse procedimento foi repetido até ocorrer o rompimento do termopar ou curto circuito do mesmo com a amostra de grafite. O resultado desse ensaio pode ser observado na figura 6.54.



Figura 6. 52 – Cápsula deformável com o termopar montado em seu interior. Fotografia obtida após o ensaio de calibração de temperatura.

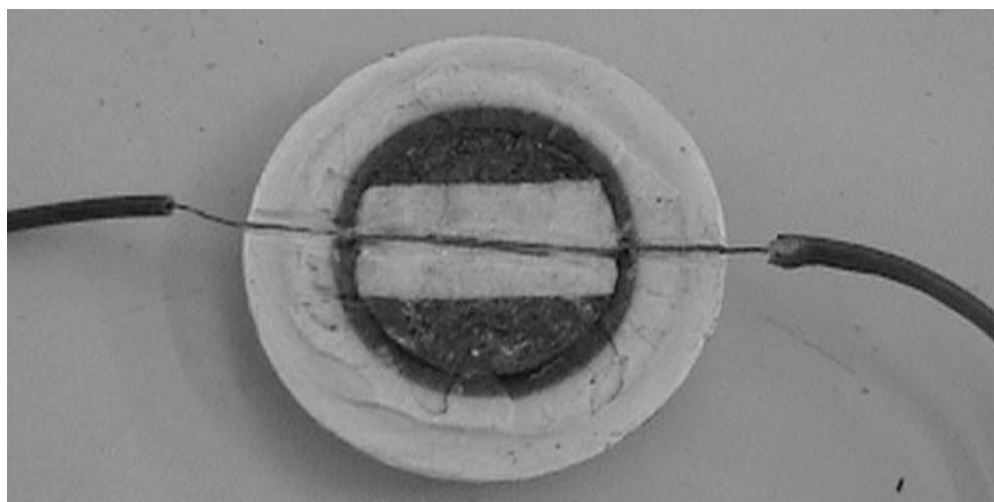


Figura 6. 53 – Corte transversal da cápsula deformável com o termopar e o tarugo de sal montados no seu interior. Essa cápsula foi submetida à pressão hidráulica de 70MPa e $I=500A$.

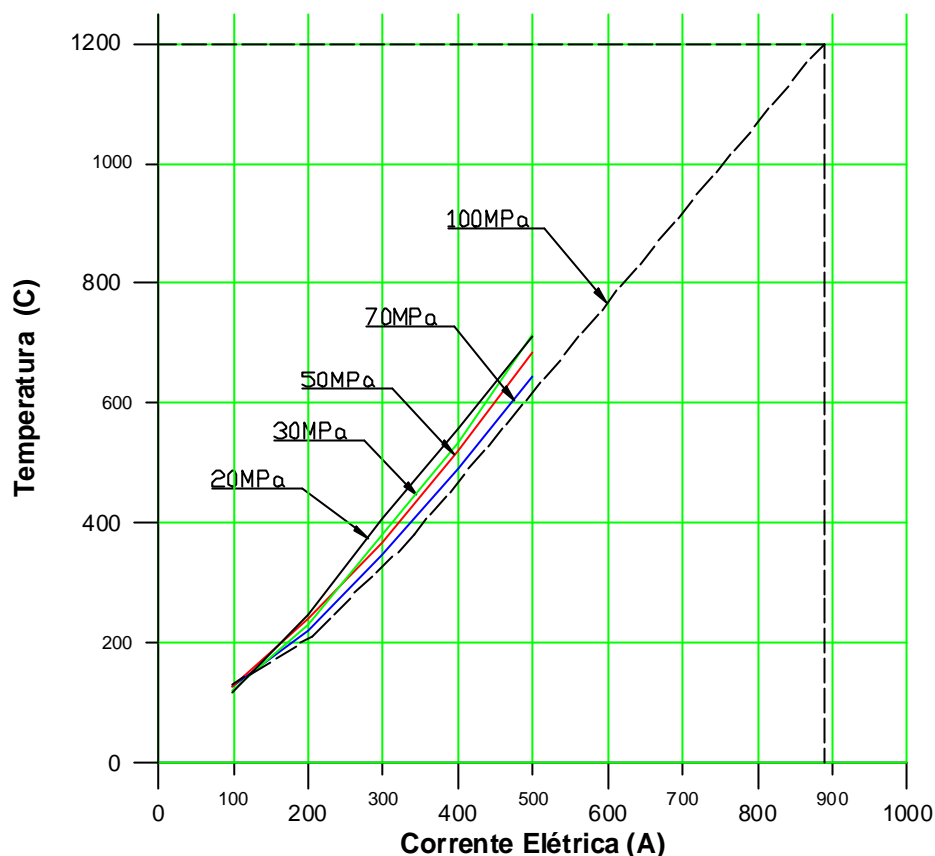


Figura 6. 54 – Curva de calibração da temperatura para as cápsulas deformáveis usada no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis. A linha tracejada corresponde a tendência da variação da temperatura com a corrente elétrica, para uma pressão hidráulica de 100MPa.

A linha tracejada apresentada na figura anterior também indica a temperatura mínima a qual foi possível realizar a síntese do diamante sob pressão de 5,0GPa (Bobrovnichii, 2003), portanto representa a temperatura de 1200°C. Os testes realizados com as cápsulas Russas indicaram valores de corrente versus temperatura parecidos aos obtidos com a cápsula nacional, considerando o mesmo tipo de mistura reativa. Essa semelhança na calibração de temperatura deve estar relacionada ao nível de carbonização de ambas as cápsulas, que também foi similar.

Para a calibração da pressão das cápsulas usadas nos DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis, a equivalência entre as cápsulas nacionais e importadas não existiu, ou seja, foi observado que para os mesmos parâmetros de pressão hidráulica e corrente elétrica de aquecimento, a pressão alcançada no interior da cápsula nacional foi superior a das cápsulas importadas, figura 6.65. Isso

foi também observado em testes de síntese dos diamantes. A explicação desse fenômeno deve estar relacionada a maior deformação plástica da cápsula nacional durante a etapa da elevação da pressão.

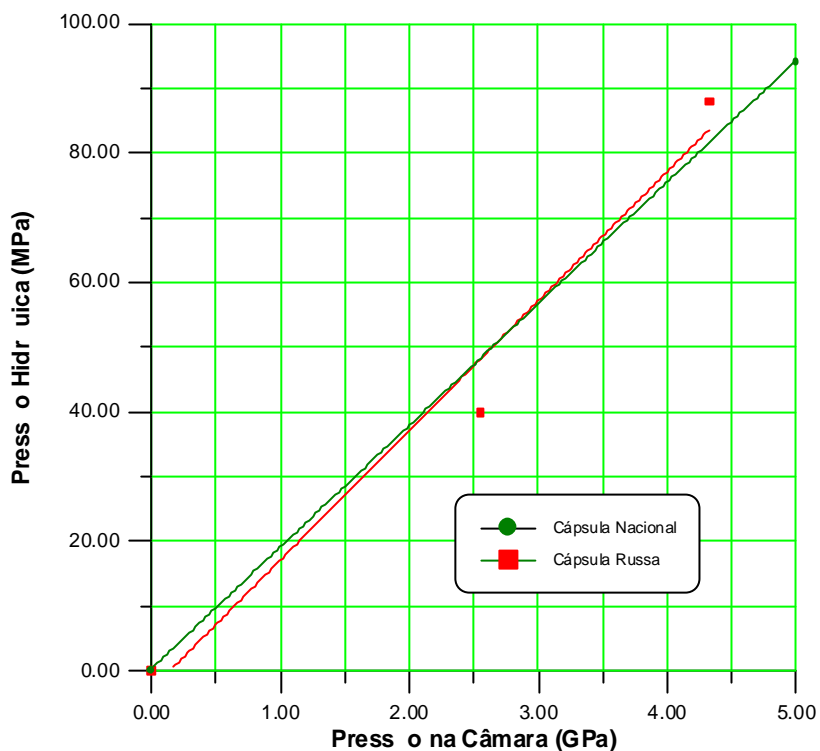


Figura 6. 55 – Curva de calibração da pressão para as cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidades cônicas variáveis.

A calibração da pressão nas cápsulas usadas no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal (prensa de 630Ton), ou cápsulas toroidais, foi realizada de forma análoga à descrita na metodologia referente a este experimento. Os resultados obtidos são apresentados nas figuras 6.56 e 6.57.

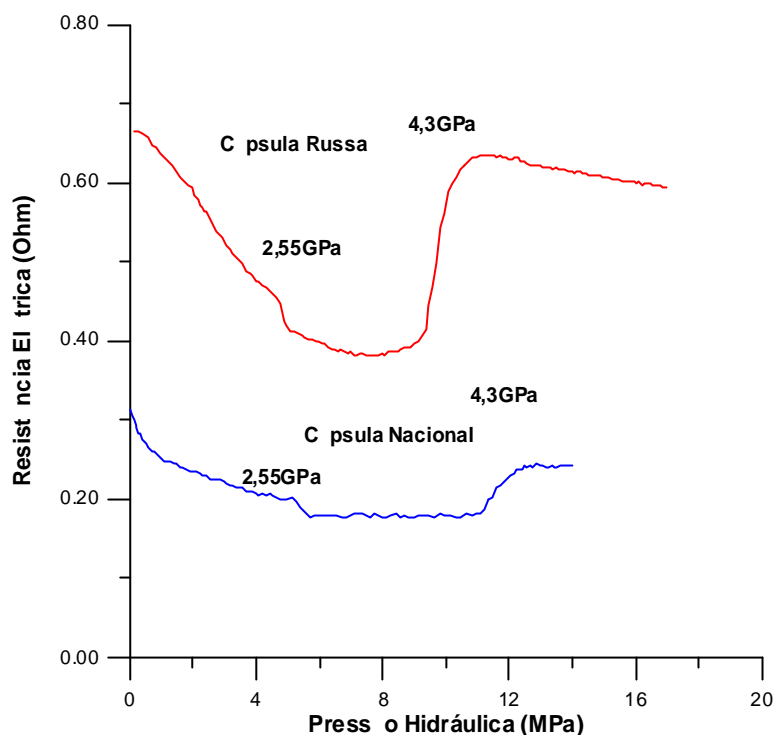


Figura 6. 56 – Curva de variação da resistência elétrica versus a pressão hidráulica aplicada pela prensa sobre as cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal. Os pontos de 2,55GPa e 4,3GPa equivalem à transformação polimórfica (e conseqüente variação de resistência elétrica) do bismuto (Bi-I → Bi-II) e do seleneto de chumbo (PbSe), respectivamente.

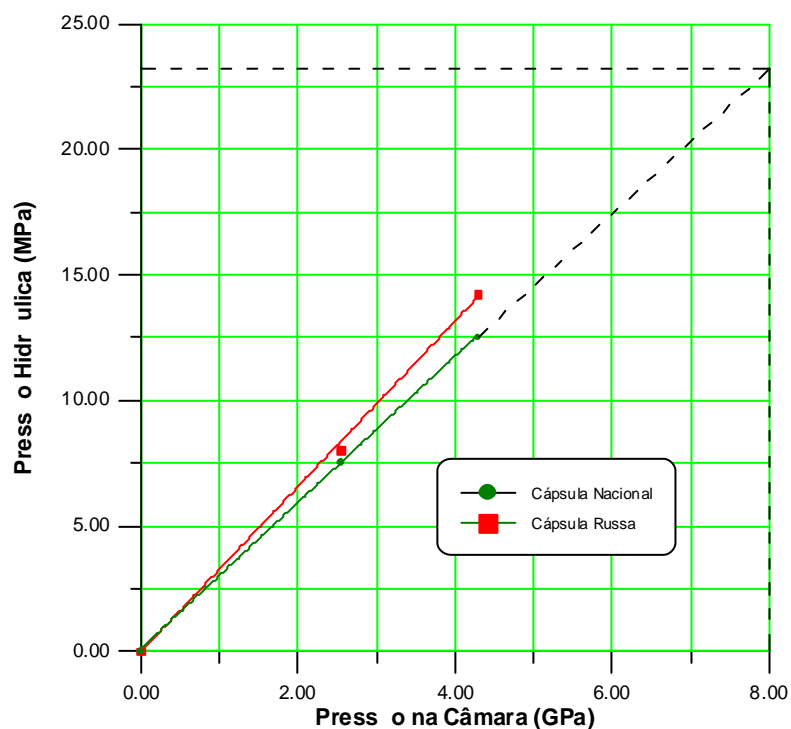


Figura 6. 57 – Curva de calibração da pressão para as cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal.

O desempenho diferenciado das cápsulas nacionais toroidais, em relação as cápsulas russas, deve ser analisado com ceticismo, pois a imprecisão dos métodos de calibração, tanto da pressão quanto da temperatura, são consideráveis. Entretanto pode-se afirmar, com certeza, que a cápsula nacional toroidal apresenta comportamento equivalente às cápsulas importadas sob altas pressões e altas temperaturas.

Para a calibração de pressão das cápsulas nacionais toroidais foi utilizado o método de transição de materiais calibrantes, tais como o Bi, de acordo com o que foi explicado na metodologia. Segundo os dados obtidos por esse método, a pressão de 2,55GPa correspondeu a 7,5MPa de pressão hidráulica. Para as cápsulas toroidais importadas a pressão hidráulica foi igual a anterior (correspondente a 8,0MPa de pressão hidráulica).

A calibração da temperatura das cápsulas nacionais toroidais foi realizada utilizando o método da fusão dos metais sob alta pressão, conforme indicado na metodologia, ou seja, conforme indicado o diagrama de equilíbrio termodinâmico do cobre (Cannon, 1974), sob pressão de 2,55GPa a temperatura de fusão é de 1200°C. Os resultados desse experimento são apresentados na tabela 6.18.

Tabela 6. 18 – Resultado da calibração da temperatura com as cápsulas deformáveis usadas no DAP tipo bigorna com concavidade toroidal.

Corrente aplicada:	Voltagem aplicada:	Resultados:	
		Cápsula Nacional:	Cápsula Importada:
400	2,36	Ausência de fusão;	Ausência de fusão;
500	2,66	Idem;	Idem;
600	3,00	Idem;	Idem;
700	3,17	Idem;	Idem;
800	3,36	Idem;	Idem;
850	3,46	Idem;	Idem;
900	3,66	Fusão de algumas partes do fio de cobre.	Fusão completa do fio de cobre.

Obs.: Todas as cápsulas foram submetidas a 2,55GPa durante a calibração.

No ensaio de calibração de temperatura, para as cápsulas nacionais toroidais, foi realizada uma tentativa de síntese sob 5GPa com a corrente de 900A,

obtida na tabela anterior. O resultado foi à formação de pequenos cristais de diamantes, na forma de pó e micropó, visualizados apenas com lupas ou microscópios. Este fato comprovou o sucesso da calibração.

O melhor desempenho das cápsulas toroidais importadas na calibração da temperatura pode ser explicado pelas suas características singulares, pois estas cápsulas foram fabricadas pela usinagem de rochas calcíticas (pedra litográfica), ao contrário das cápsulas toroidais nacionais que foram feitas por compactação e sinterização de uma mistura de pós de calcita com resina. A carbonização da cápsula toroidal nacional submetida à síntese descrita anteriormente pode ser observado na figura 6.58.

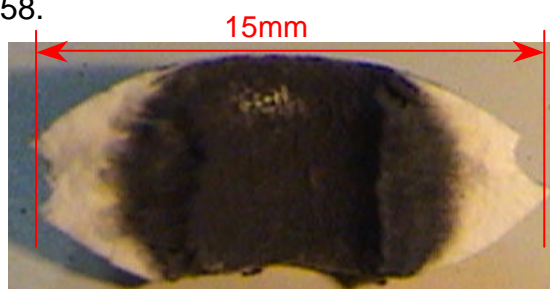


Figura 6. 58 – Cápsula com aglomerado após ser submetida a 900A e aproximadamente 5GPa.

Todas as cápsulas toroidais nacionais utilizadas nesse experimento foram fabricadas a partir da mistura de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES com resina de álcool polivinílico, conforme procedimento descrito na metodologia e em experimentos anteriores. Em todos os experimentos desse ensaio se utilizou a mistura reativa proveniente da Ucrânia.

6.8. Testes das Cápsulas Sob Condições Reais de Síntese / Sinterização.

Para a síntese:

Foram realizados testes, em conformidade com a metodologia, com as cápsulas deformáveis fabricadas a base da mistura de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES com 10% ~ 15% de resina de álcool polivinílico. As mistura reativas empregadas nos experimentos foram provenientes da Ucrânia. A síntese foi realizada com sucesso, sem apresentar uma carbonização excessiva, em comparação com os resultados obtidos com as cápsulas russas. Não foram registradas explosões durante o processo, apenas no alívio de pressão, num

patamar inferior aos das cápsulas importadas, conforme já descrito nos resultados dos destes sobre estudo da altura inicial ou massa.

Em relação ao rendimento do processo, para 100MPa de pressão hidráulica (equivalente $\cong 5,0$ GPa de pressão na câmara), a quantidade de diamantes formados utilizando as cápsulas nacionais foi visivelmente superior ao obtido com as cápsulas importadas, figuras 6.59 e 6.60. As explicações para este fato devem estar relacionadas a dois importantes fatores: 1 – A cápsula nacional apresenta, no seu interior, uma distribuição de alta pressão mais uniforme que a cápsula importada, para um mesmo nível de pressão hidráulica. 2 – A carbonização da cápsula nacional ocorre de tal forma que funciona como um “tubo aquecedor”, causando um aquecimento mais uniforme da mistura submetida à alta pressão.

As cápsulas nacionais permitiram realizar a síntese dos pós de diamantes com produtividade de 30 quilates por operação, resultado superior ao das cápsulas russas, aproximadamente 20 quilates por operação (Bobrovnichii, 2003).



Figura 6. 59 – Aglomerados obtidos com as cápsulas importadas submetidas a 100MPa de pressão hidráulica, durante 10min e com corrente inicial de aquecimento de 875A. (Diâmetro médio dos aglomerados: 33mm). A distribuição dos diamantes concentrou-se no centro do aglomerado.



Figura 6. 60 – Aglomerados obtidos com as cápsulas nacionais submetidas a 100MPa de pressão hidráulica, durante 10min e com corrente inicial de aquecimento de 875A. (Diâmetro médio dos aglomerados: 33mm). A distribuição dos diamantes foi mais homogênea.

Para a sinterização:

A sinterização do diamante em pós (granulometria entre 10 μ m e 15 μ m) foi realizada conforme a descrição na metodologia. A pressão hidráulica aplicada foi de 16MPa e a corrente elétrica variou até 900A. Por calibrações de pressão e temperatura realizadas, sabe-se que o valor da pressão hidráulica empregada corresponde a 8,0GPa e a corrente elétrica de 650A equivaleu a temperaturas da ordem de 1400°C (valor determinado pela fusão do cobre a 8,0GPa). Os resultados são descritos na tabela 6.19.

Tabela 6. 19 – Resultados do experimento sobre sinterização do pó de diamante com 5% de cobalto.

Amostra	Pressão Hidráulica aplicada (MPa)	Corrente elétrica aplicada (A):	Vtagem:	Resultados:
1*	15	---	---	▪ Explosão
2*	15	---	---	▪ Explosão
3	16	400	3,42	▪ Não houve sinterização
4	16	500	3,53	▪ Não houve sinterização
5	16	650→400	4,3→3,8	▪ Houve sinterização, início de fusão do fio cobre.
6	14	---	---	▪ Explosão.
7	16	750→500→ 900	6,00	▪ Houve sinterização e fusão completa do fio de cobre.

Obs.: (*) – Essas cápsulas não estavam empregando anel polimérico em torno da periferia, o que deve ter causado má formação da gaxeta e, conseqüentemente, a explosão (todas as explosões ocorreram durante o aumento da pressão).

O tempo de sinterização de todas as amostras foi de 60 segundos.

A carbonização da cápsula, que foi fabricada com a mistura de calcita de Cachoeiro de Itapemirim/ES com 10% de resina de álcool polivinílico, foi elevada, figura 6.61, contudo não ocorreram explosões durante a aplicação de corrente elétrica. Foi interessante observar a brusca queda de corrente e o aumento da

voltagem quando o patamar de 650A foi ultrapassado. Esse fenômeno deve estar relacionado ao sucesso da sinterização. O aglomerado sinterizado é apresentado nas figuras 6.62 e 6.63.

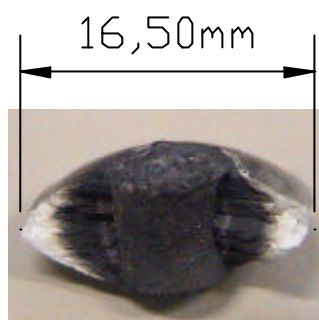


Figura 6. 61 – Cápsula deformável toroidal após ser submetida ao processo de sinterização a 8GPa e temperaturas superiores a 1400°C. (Diâmetro médio das cápsulas: 16,50mm).



Figura 6. 62 – Aglomerado obtido após a sinterização a 8GPa e temperaturas superiores a 1400°C. (Diâmetro médio e altura média do aglomerado igual a 5,0mm e 6,50mm, respectivamente).

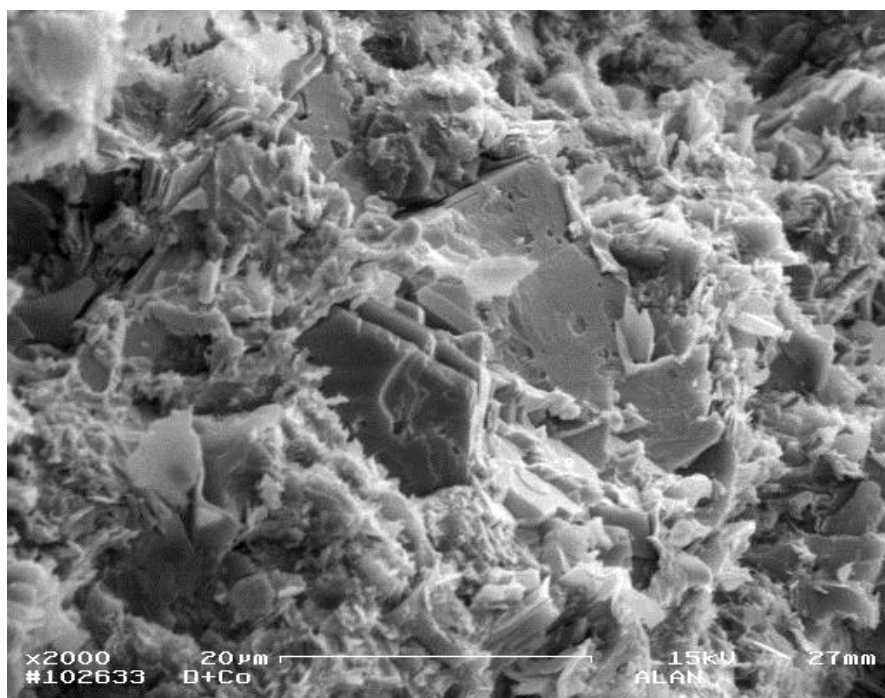


Figura 6. 63 – MEV do aglomerado obtido após a sinterização a 8GPa e temperaturas superiores a 1400°C.

CAPÍTULO VII – Conclusões:

Por meio das análises por raios-x pôde-se concluir que, qualitativamente, existem diferenças significativas, em relação aos minerais presente, entre as calcitas Russa e nacionais, sendo essa última bastante semelhante entre si.

As morfologias e granulometrias dos pós dos materiais cerâmicos estão diretamente relacionadas à resistência mecânica e distribuição do carregamento das cápsulas sobre os DAP.

A análise química não indicou diferenças significativas entre as calcitas, exceto pelo elevado teor de ferro da calcita Russa em relação às demais. Esse fato deve ter influenciado desempenho tanto da calcita Russa quanto do filito durante a geração da lata pressão nos ensaios com as bigornas de Bridgman, apresentado mais adiante.

De um modo geral se pode observar que os materiais em pó que apresentaram uma distribuição granulométrica semelhante ao da calcita Russa também apresentaram bons resultados (resistência ao cisalhamento) nos ensaios de compressibilidade realizados nas bigornas de Bridgman.

Pela análise térmica pode-se concluir que as calcitas encontradas no Brasil apresentaram níveis de pureza mais elevados que a calcita importada.

Utilizando as bigornas de Bridgman de metal duro foi investigada a influência da temperatura de pré-secagem sobre a altura crítica das amostras. Analisando os gráficos pode-se concluir que as alturas críticas, independentes do tipo de resina utilizada, e se comparadas aos resultados obtidos com as amostras fabricadas apenas com material cerâmico, não são influenciadas significativamente pelo uso de resinas e pela temperatura. De um modo geral, observou-se que:

- Para a mistura com resina poliéster não houve variação da altura crítica;

- Para a mistura feita com álcool polivinílico a influencia da temperatura sobre a altura crítica, dentro da faixa de temperatura investigada, foi benéfica;
- Para a mistura feita com resina epóxi notou-se que a altura crítica variou com a aplicação da temperatura.

A determinação do coeficiente de multiplicação de pressão revelou que a calcita de origem Russa possui uma maior capacidade de converter a pressão hidráulica em alta pressão.

As bigornas fabricadas de aço rápido apresentaram algumas deformações plásticas quando trabalhadas com aragonita. Esse material concentrou pressão no centro da superfície de trabalho de tal forma que, ao se trabalhar com pressões acima de 3,0MPa, ocorriam explosões pequenas durante o alívio de pressão, seguida de deformações plásticas de elevado valor, 0,12mm.

Em relação a granulometria pode-se afirmar:

- As explosões que ocorreram nas cápsulas feitas com granulometria maiores devem-se à menor força de atrito entre as partículas grandes quando comparadas ao atrito entre as partículas pequenas das cápsulas feitas com granulometrias menores. As forças de atrito estão diretamente ligadas à formação da espessura (ou altura) da gaxeta da cápsula durante a compressão, conforme estudado nas bigornas de Bridgman.
- Não há evidência que a granulometria influencia na carbonização. Esta provavelmente está relacionada apenas com o material cerâmico, a qual a cápsula é feita, e o ligante utilizado, principalmente.

A conclusão em relação ao tipo de ligante é que a resistência mecânica proporcionada pelo ligante à cápsula não é o fator principal a ser considerado na escolha da resina. O ligante deve contribuir com a resistência mecânica da cápsula durante a montagem da mistura reativa, pois a cápsula tem que ter alguma resistência, senão a pressão de montagem da mistura reativa causa trincas em toda seção longitudinal da cápsula, que tornam-se concentradores de tensão. Durante a aplicação da alta pressão (na fase do aumento nos estágios iniciais), o

ligante deve proporcionar à cápsula uma resistência mecânica determinada (que não pode ser nem muito alta e nem muito baixa), para garantir uma boa formação de gaxeta a partir da deformação elasto-plástica da periferia da cápsula. Já sob pressões mais elevadas e sob altas temperaturas, a resistência mecânica da cápsula deve-se ao tipo, tamanho (granulometria) e morfologia do pó do material cerâmico empregado. A influência do ligante nessa etapa não é mais benéfica, pois está relacionada somente com a carbonização.

Da análise dos experimentos sobre a quantidade de ligante pode-se concluir que o uso de resina como ligante na mistura está condicionada a uma quantidade otimizada que fornece melhor desempenho durante o processo de síntese/sinterização, menor possibilidade de carbonização, menor possibilidade de explosão durante o alívio de pressão (descarregamento), maior durabilidade das matrizes de compactação usadas na fabricação das cápsulas e maior vida útil dos DAP.

Algumas conclusões do estudo da temperatura de pré-secagem foram:

- A fabricação de cápsulas sem o uso da pré-secagem foi inviável devido ao excessivo desgaste da matriz de compactação, causado pelo atrito entre a pasta, formada pelo material cerâmico de elevada umidade, e as superfícies metálicas deslizantes da matriz;
- Cada resina, e pó cerâmico, têm a sua temperatura de pré-secagem adequada, mas uma otimização em relação a desgaste da matriz versus temperatura de secagem, considerando ainda a quantidade de resina e o tipo de pó cerâmico utilizado, se torna racional para a diminuição dos custos de fabricação das cápsulas;

A experiência com a temperatura de secagem demonstrou que a faixa de para a sinterização varia entre 120°C a 160°C, dependendo da temperatura de pré-secagem, considerando a resina de álcool polivinílico;

Em relação ao rendimento do processo, para 100MPa de pressão hidráulica (equivalente \cong 5,0GPa de pressão na câmara), a quantidade de diamantes formados utilizando as cápsulas nacionais foram visivelmente superiores às

cápsulas importadas. As explicações para este fato devem estar relacionadas a dois importantes fatores: 1 – A cápsula nacional apresenta, no seu interior, uma distribuição de alta pressão mais uniforme que a cápsula importada, para um mesmo nível de pressão hidráulica. 2 – A carbonização da cápsula nacional ocorre de tal forma que funciona como um “tubo aquecedor” de espessura fina, causando um aquecimento mais uniforme da mistura submetida à alta pressão. As cápsulas nacionais permitiram realizar a síntese dos pós de diamantes com produtividade de 30 quilates por operação, resultado superior ao das cápsulas russas, aproximadamente 20 quilates por operação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

Abreu, A M., Rangel J. A. A, (2003) “Simulação da Temperatura no Dispositivo de Alta Pressão Usado para a Obtenção dos Diamantes Sintéticos”. In: 58º Congresso Anual da ABM de 2003, Rio de Janeiro. Anais do Congresso Anual da ABM. v. 1, pp. 2701-2709.

Balazik R. F., Pisut C., Wallace G. (1998), “Industrial Diamond Volume Rises in 1997”, U.S. Department of the Interior and U.S. Geological Survey, Vol. 10, pp. 10 – 11.

Borimskii A. I., Gerasimovich A. V., Goja G. P., Metel A. I. (1985), “As propriedades dos materiais das gaxetas deformadas nas bigornas de Bridgman sob alta temperatura”, *Jornal Materiais superduros*, pp. 233-235 (em russo).

Bundy F. P., (1977) *Synthesis of Diamond and Superhard Materials*. In: Ian L. Spain and Pac Paauwe, *High Pressure Technology – Applications and Processes*, Marcel Dekker, USA, Vol. 2, pp. 321 - 337.

Bobrovnitchii G. S., *A Fabricação de Cápsulas Deformáveis*. Campos dos Goytacazes/RJ, 2001. Orientação técnica concedida a Alan M. Ramalho.

Bobrovnitchii G. S., *Síntese dos Diamantes no DAP Tipo Bigorna com Concavidades Cônicas Variáveis Usados na Prensa de 2500Ton*. Campos dos Goytacazes/RJ, 2003. Orientação técnica concedida a Alan M. Ramalho.

Bobrovnitchii G. S., Osipov A, *A Fabricação de Cápsulas Deformáveis*. Campos dos Goytacazes/RJ, 2002. Orientação técnica concedida a Alan M. Ramalho.

Callister W. D. (2002) *Engenharia e Ciência dos Materiais: Uma Introdução*. 5 ed. LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 589p.

Clark I. E, Sen P. K. (1998), “Advances In The Development Of Ultrahard Cutting Tool Materials”, *Industrial Diamond Review*, pp. 40 – 44.

da Jornada J. A. H. (1987), “Produção de Materiais Avançados por Altas Pressões”, *Matéria Condensada na Tecnologia, Boletim Informativo*, pp. 46 – 49.

Cannon J. F. (1974) “Behavior of the Elements at High Pressures”, *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, Vol. 3, N° 3, pp. 781-824.

Crespo V. A. (2001), “Busca de Materiais para Cápsula Deformável”, Iniciação científica apresentada na Universidade Estadual do Norte Fluminense.

Felbeck D. K., Atkins, A. G. (1984) *Strength and Fracture of Engineering Solids*. Englewood Cliffs: Prentice-Hall, 552p.

Fukunaga O., Ko Y. S., Konoue M., Ohashi N., Tsurumi T. (1999), “Pressure and temperature control in flat-belt type high pressure apparatus for reproducible diamond synthesis”, *Diamond and Related Materials*, nº 8, pp. 2036-2042.

Kindlein, J. W, (1999). Obtenção e caracterização de pó de diamante obtido por altas pressões, Tese (doutorado em Engenharia de Minas, Metalurgia e Materiais), Rio Grande do Sul – RS, Universidade Federal do Rio Grande do Sul., pp. 78 –89.

Gerasimovich A. V., Malogolovets V. G., Grigoriev N. M., (1998). “Kaolinized Clay as a Material for containers and Containers in High-Pressure Apparatus”, *Journal Superhard Materials*, Vol. 20, N° 3, pp. 1 – 5.

Gerasimovich A. V., Borimskii A. I., Grigoriev N. M., (1998). “Compressibility of Materials Used for Deformable Containers and Containers in Solid-Phase High-Pressure Apparatus” *Journal Superhard Materials*, Vol. 20, N° 1, pp. 50 – 58.

Gerasimovich A. V., Kulemza V. V., Krikur V. N. (1982), “Estudos dos materiais das gaxetas deformadas do DAP”, *Materiais superduros*, nº 4, pp. 9-11 (em russo).

Hall H. T. (1976), *High Pressure Techniques*. In: Hall H. T., *High Pressure Technology*, USA, Chapter II, pp. 1 – 33.

Justino J. G., Nemes J. A, Alves M. K, Klein A. N. (1999), "Comparison of several plasticity theories applied to simulation of plastic deformation of porous materials", 2^o International Latin-American Conference on Powder Technology.

Kamarád J. (1980), "Pressure distribution in containers of high pressure devices", Institute of Physics, Czechoslovak Academy of Sciences, pp. 848 – 849,

Kozuki Y., Yoneda A., Fujimura A., Sawamoto H., Kumazawa M. (1986), "Generation of Large Volume Hydrostatic Pressure to 8 Gpa for Ultrasonic Studies", Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 25, N^o. 9, September, pp. 1427 – 1430.

Kuhlmann-Wilsdorf D., Cai B. C., Nelson R. B. (1991), "Plastic flow between Bridgman anvils under high pressures", Materials Research Society, volume 6, n^o 12, pp.2547-2564.

Levitas V. I., Dushinskaya G. V. (1983), "Stress Distribution In Deformable Containers Of Toroidal High Pressure Equipment", Sverkhтвердые Materialy, Vol. 5, N^o 5, pp. 7 – 11.

Manual de Introdução MAR101do MSC.MARC (2002) – Software de Elementos Finitos.

Muncke G. (1979), Physics of Diamond Growth. In Field J. E., *The Properties of Diamond*, Academic Press, UK, pp473 - 500.

Novikov N. V., Levitas V. I., Idesman A. V. (1990), "Theoretical Description of Thermomechanical Effects In High Pressure Apparatus", High Pressure Research, Vol. 5, pp. 868-870.

Novikov N. V., Lebedev A. A., Loshak M. G., Fridman V. M., Belinskii V. S. (1984), "Strength of the cemented carbide elements of high-pressure apparatus for synthesis of superhard materials", Plenum Publishing Corporation, pp. 1261-1269.

Novikov N. V., Levitas V. I., Shestalov I. (1985), "Study of the stress state of the mechanical elements of High-pressure equipment", Plenum Publishing Corporation, pp. 1550-1556.

Novikov N. V., Levitas V. I., Shestakov S. I. (1985), "O estudo do estado de tensão-deformação e extremo dos elementos de força dos DAP's", *Jornal Materiais superduros*, pp. 191-195.

Novikov N. V., Gerasimovich A. V., Levitas V. I. (1985), "O problema da otimização dos dispositivos de alta pressão", *Jornal Materiais superduros*, pp. 199-203 (em russo).

Novikov N. V., Gerasimovich A. A. (1983), "O estudo das gaxetas deformáveis dos DAP's do tipo bigorna com concavidade", *Jornal Materiais Superduros*, nº 4, pp. 3-7 (em russo).

Okai B., Yoshimoto J. (1973), "Large Bridgman and mechanical properties of pirophillite", *High Temperatures – High Pressures*, volume 5, pp. 675 – 678.

Onodera A. (1987), "Octahedral – Anvil High – Pressure Devices", *High Temperatures – High Pressures*, Vol. 19, pp. 579 – 609.

Pal'yanov Y. N., Khokryakov, A. F., Sokol A. G., Gusev V. A., Rylov, Sobolev N. V. (1997), "Growth Conditions and Real Structure of Synthetic Diamond Crystals", *Russian Geophysics*, Vol. 38, Nº 5, pp. 920 – 945.

Prikhna A. I., Meslenko I. S., Miasnikov E. P. (1975), "Distribuição da pressão na câmara de alta pressão do tipo bigorna com concavidade", *Sinteticheskie almazy*, nº 6, pp. 5-11 (em russo).

Prins J. F. (1983), "Cessation of flow between Bridgman anvils", *High Temperatures- High Pressures*, volume 15, pp. 21-26,

Prins J. F. (1984), "A semiempirical description of pressure generation between Bridgman anvils", *High-Temperatures High-Pressures*, volume 16, pp. 657-664,.

Rai Ghanshyam (US), Carter Lan (US), Yao Xian (US) (1999), "Synthetic container materials for use in high-pressure presses", US5858525.

Ramalho A M. (1998), "A Influência da Construção e dos Materiais sobre o Estado de Tensão do Cintamento dos Dispositivos de Alta Pressão do Tipo Bigorna, Usados na Produção dos Materiais Superduros", Tese de Mestrado da Universidade Estadual do Norte Fluminense, 138p.

Rangel J. A. A (1998), "Análise Através da Simulação Computacional do Perfil de Temperatura Durante a Síntese do Diamante Policristalino do Tipo Carbonado", Tese de Doutorado da Universidade Estadual do Norte Fluminense, 132p.

Sindicato dos Produtores de Rocha do Espírito Santo, Dados Estatísticos de Exportação (1999).

Smith N. R. (1974), "Users' Guide to Industrial Diamonds", Hutchinson Benham, London 351p.

Shima S, Kotera H., Mosbah P. (1998), "Simulation of Powder During Compaction Based on Continuum and Discrete Modeling", Rev. High Pressure Science Technology, Vol. 1, pp. 1081 – 1086.

Shuda Z. (1986), "Some phenomena and analyses in growing diamond", Journal of Crystal Growth, nº 79, pp. 542-546,.

Spain I. L., (1977) Ultrahigh Pressure Apparatus and Technology. In: Ian L. Spain and Pac Paauwe, *High Pressure Technology – Equipment Design, Materials, and Properties*, Marcel Dekker, USA, Vol. 1, pp. 395 - 419.

Veprek, S. (1999) "The Search for Novel, Superhard Materials", Journal Vacuum Science Technology, A 17(5), pp. 2401-2420.

Vrbka J., Suchánek M., Holusa L. (1998), "On Strength Design of the High Pressure Compound Vessels Classic Fitted in and Wound Construction", *Rev. High Pressure Science Technology*, Vol. 7, pp. 1499 – 1504.

Vrbka J., Knésl Z. (1987), "Methodology of Strength Design For The Belt Chamber", Institute of Physical Metallurgy, Academy of Sciences of Czechoclovakia, pp. 24 – 29.

Walter M. J., Thibault Y., Wei K., Luth R. W. (1995), "Characterizing Experimental Pressure and Temperature Conditions in Multi-Anvil Apparatus", *Canadian Journal Physics*, 73: 273 – 286.

Walker D. (1991), "Lubrication, Containering, and Precision in Multianvil Experiments", *American Mineralogist*, Vol. 76, pp. 1092 – 1100.

Wakatsuki M. (1998), "Formation and Growth of Diamand – For Understanding and Better Control of The Process", *Ver. High Pressure Sci. Technol.*, Vol. 7, 951 – 956.

Wakatsuki M., Ichinose K., Aoki T. (1972), "Notes on compressible container and Bridgman-Anvil type high pressure apparatus", *Japanese Journal of Applied Physics*, volume 11, pp. 578 – 590.

Yoneda A, Kato M., Kôzuki Y., Sawamoto H., Kumazawa M. (1986), "The use of sandwich-type composite metal container in an MA8 type apparatus to generate 15 GPa in a 1,8 cm³ sample volume", *High Temperatures-High Pressure*, volume 18, pp. 301-310,.

Yoneda A (1987), "The use of homogeneous metal container for stable generation of 8 GPa in 16 cm³ in MA8 apparatus", *High Temperatures-High Pressure*, volume 19, pp. 225-230,

Yoneda A (1987), "Study on the blowout mechanism of container in large pressure-generating systems by dimensional analysis", *High Temperatues-High Pressures*, volume 19, pp. 221-224.

Yoneda A (1987), "The highest pressure attainable in Bridgman anvil apparatus", High Temperatures-High Pressures, volume 19, pp. 531-536.

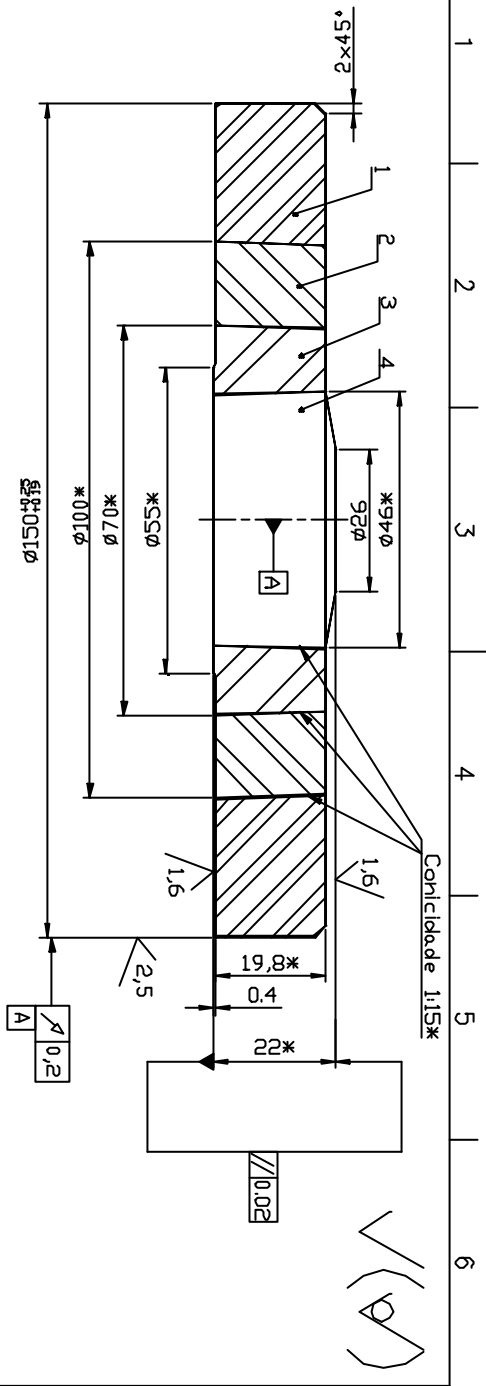
Yoneda A., Yamamoto S., Kato M., Sawamoto H. (1984), "The Use of Composite Metal Containers to Improve Pressure Generation In Multiple Anvil Devices", High Temperatures – High Pressures, Vol. 16, pp. 637 – 656.

Zhang J., Reeder R. J. (1999), "Comparative compressibilities of Calcite – Structure Carbonates: Deviations from empirical relations", American Mineralogist, Volume 84, pages 861 – 870.

Zhang J., Martinez I., Guyot F., Reeder R. J. (1998), "Effects of Mg-Fe²⁺ substitution in calcite-structure carbonates: thermoelastic properties", American Mineralogist, Volume 83, pages 280 – 287.

UNESP. Museu de Mineralogia. Disponível na Internet. <<http://rc.unesp.br/museudpm/rochas/metamorficas/filito.html>> . Acessado em 16 de Janeiro de 2001.

VIAFARMA. Disponível na Internet. <www.viafarmanet.com.br/literatuas-mostra.asp?=-448> Acessado em 28 de abril de 2003.



1. - Ordem de Montagem:

- 1.1 - Acabamento final da superfície 'A' do anel externo (desenho BBAR-15-02-401) deve ser feito segundo o anel intermediário (desenho BBAR-15-02-402) até obter o tamanho 'B'.
- 1.2 - Prensar o anel intermediário (desenho BBAR-15-02-401).
- 1.3 - Acabamento final da superfície 'C' do bloco dos anéis (desenho BBAR-15-02-001CNUJ) deve ser feito segundo o anel interno (desenho BBAR-15-01-401) até obter o tamanho 'J' (desenho BBAR-15-02-401).
- 1.4 - Acabamento final da superfície 'E' do anel interno (desenho BBAR-15-01-401) deve ser feito de acordo com a bigorna (desenho BBAR-15-01-201) até se obter a dimensão 'F'.
- 1.5 - Prensar simultaneamente o anel interno (desenho BBAR-15-01-401) junto com a bigorna (desenho BBAR-15-01-201) no bloco de anéis (BBAR-15-02-001CNUJ).

2 - Aquecer o conjunto até 200°C e deixar resfriar ao forno.

3 - Acabamento final tem que ser feito conforme este desenho.

4 - Dimensões com astériscos são para referência.

Nº	Código	Descrição	Qt.	Peso	Material
4	BBAR-15-01-201	Bigorna	2	0,26Kg	Aço mártida VWN2
3	BBAR-15-01-401	Anel Interno	2	0,34Kg	Aço VW-3
2	BBAR-15-02-402	Anel Intermediário	2	0,63Kg	Aço AIST-4140
1	BBAR-15-02-401	Anel externo	2	1,45Kg	Aço AIST-4140

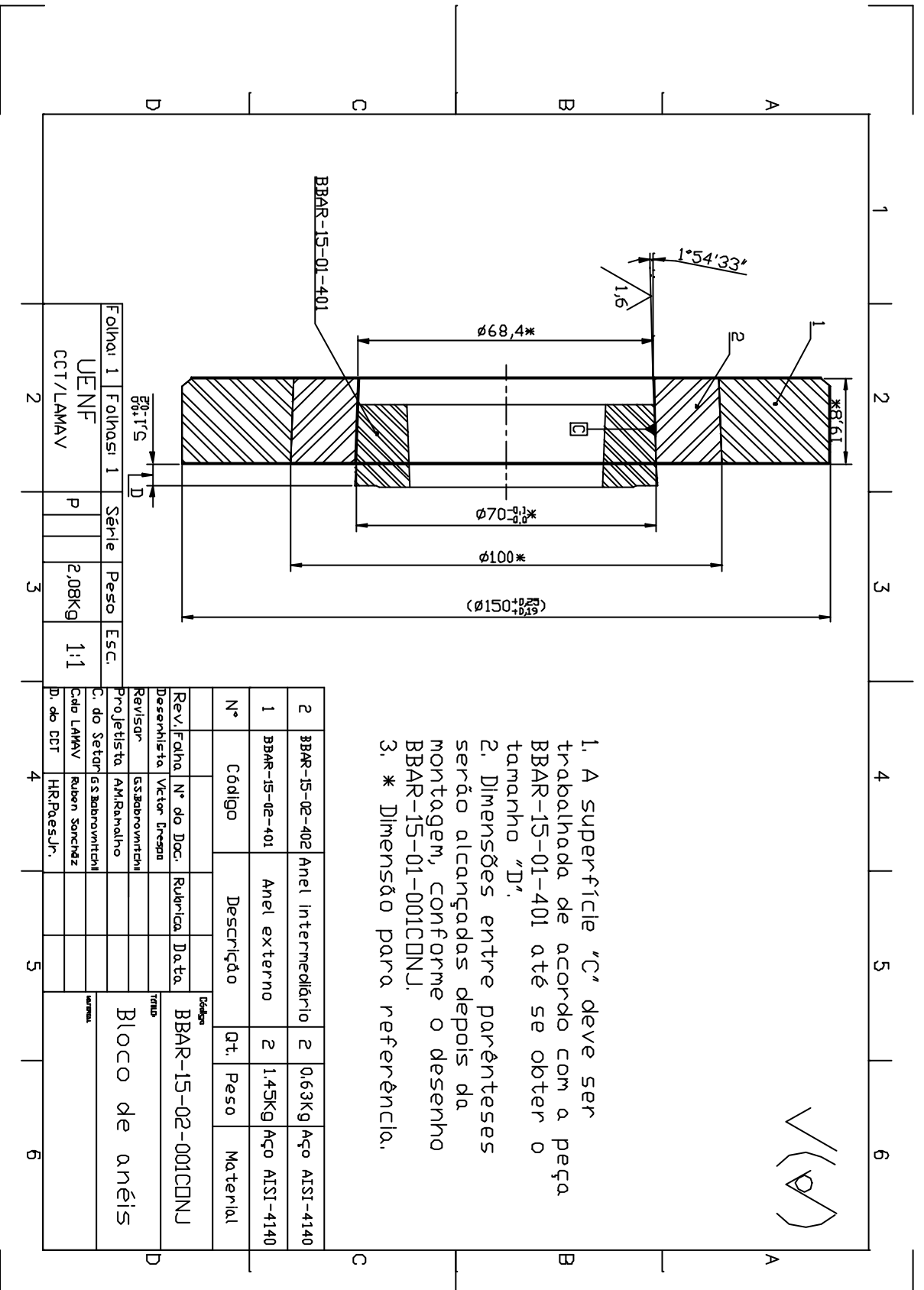
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Indicador
					BBAR-15-01-001CNUJ

Revisor	Desenhista	Projeteira	C. do Setor	D. do CCT
Victor Crespo	G.S. Babarovich	AM. Ramalho	G.S. Babarovich	HR. Paes Jr.

Folha:	Folhas:	Série	Peso	Esc.
1	1			1:1

UENF	CCT/LAMAV	P

Bigorna de Bridgman



✓ (D)

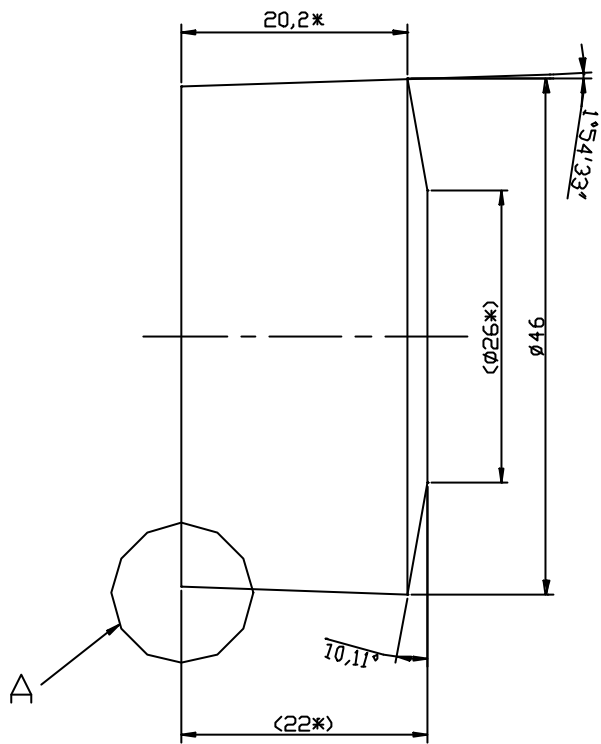
Folha 1	Folhas 1	Série	Peso	Esc.
UENF		P	2,08Kg	1:1
CCT/LAMAV				

Revisão	Nº do Doc.	Rubrica	Data
Desenhista	Victor Inespa		
Projetista	AM.Rahalho		
C. do Setor	SSABROVITCHI		
Cad LAMAV	Ruben Sonchez		
D. do CCT	HR.Paes Jr.		

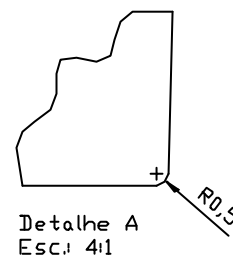
Desenho BBAR-15-02-001CDNJ	
Bloco de anéis	

BBAR-15-02-201

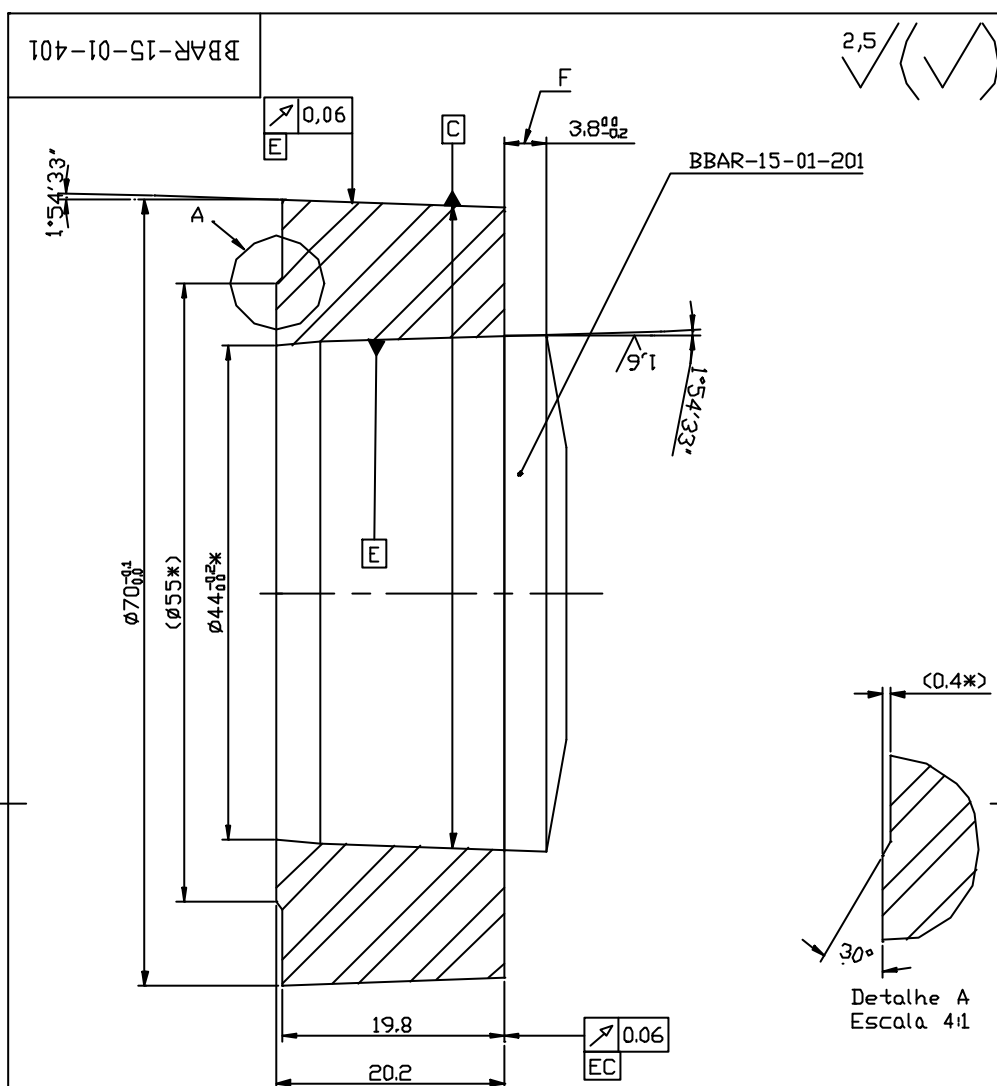
1,6/



- 1- Dimensões entre parênteses serão alcançadas depois da montagem, conforme o desenho BBAR-15-01-001CONJ.
- 2- * Dimensões para referência.
- 3- Tratamento térmico 60-64 HRC.



					Código	BBAR-15-01-201		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Bigorna			2:1
Desenhista		Victor Caspa				Folha:	Folhas:	
Revisor		G.S. Bakoravitchif				UENF		
Projetista		A.M.Ranalho				CCT/LAMAV		
C. do Setor		G.S. Bakoravitchif			Material	Aço rápido VWM2		
C. da LAMAV		G.S. Bakoravitchif						
D. da CCT		H.R.Paes Jr.						

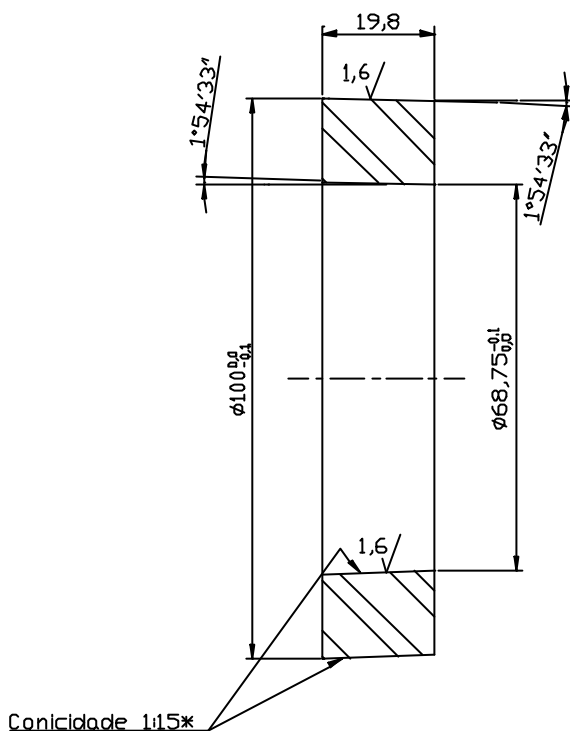


- 1- Fazer tratamento térmico para obter a dureza entre 48-52 Rc.
- 2- A superfície "E" deve ser retificada de acordo com a peça BBAR-15-01-201 até se obter o tamanho "F".
- 3- Dimensão entre parentesis serão alcançadas depois da montagem, conforme o desenho BBAR-15-01-001CONJ.
- 4- * Dimensão para referência.

					Código	BBAR-15-01-401		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Anel Interno			
Desenhista	Victor Crespa				P	0,34Kg	21	
Revisor	G.S.Bakrovitchii				Folha:1 Folhas: 1			
Projetista	A.M.Ramalho				Material			
C. do Setor	G.S.Bakrovitchii				Aço VW-3			
C.do LAMAV	R Sanchez				UENF			
II. do CCT	HR.PaesJr.				CCT/LAMAV			

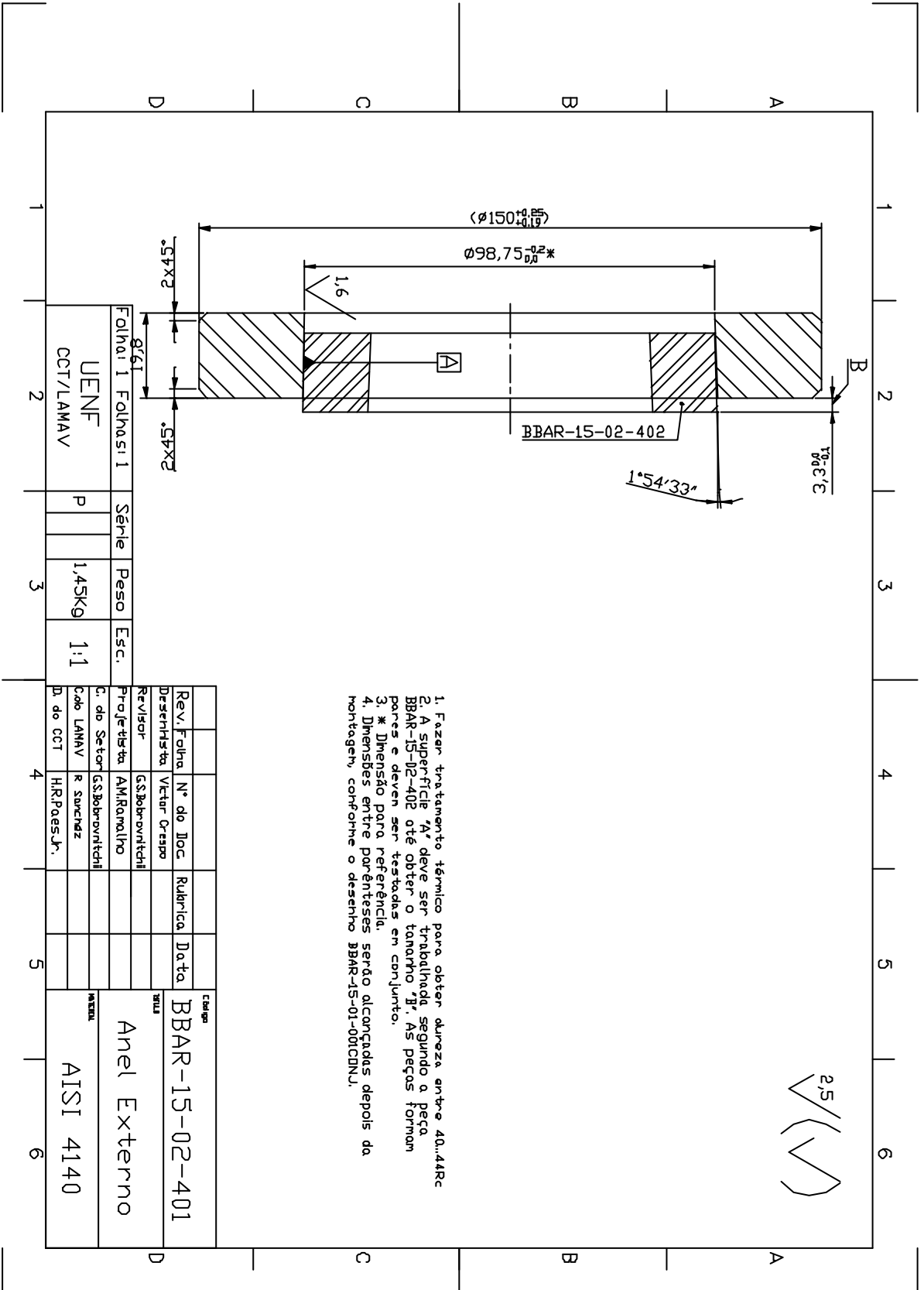
BBAR-15-02-402

2,5 / (✓)



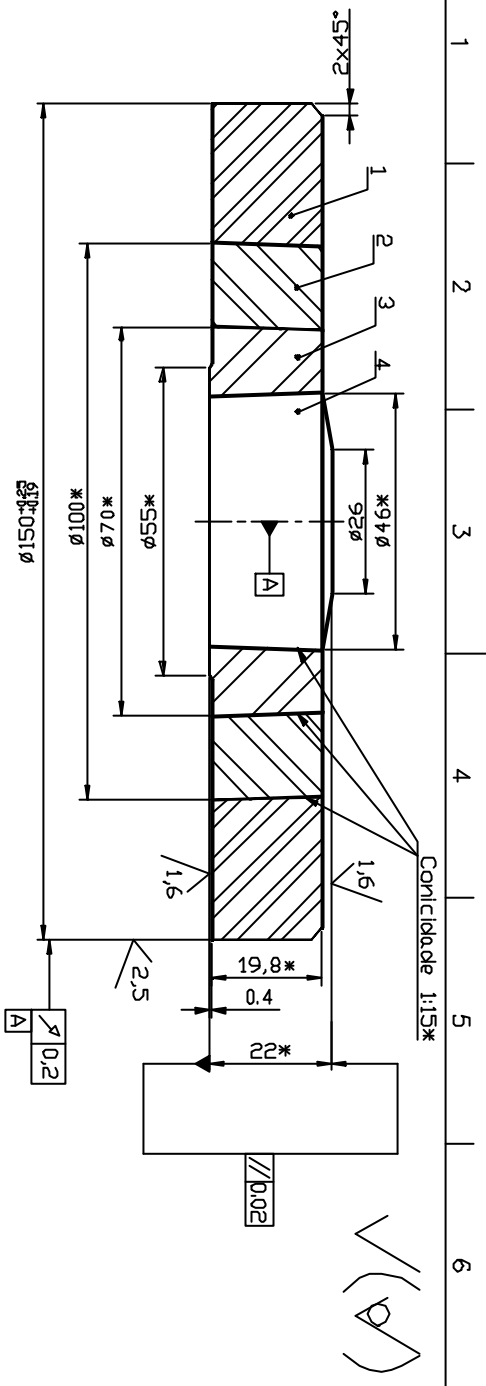
- 1-Fazer tratamento térmico para obter dureza entre 48-52 Rc.
- 2-Dimensões entre parentesis serão alcançadas depois da usinagem das peças BBAR-15-02-401 e BBAR-15-02-402, conforme desenho BBAR-15-02-CONJ.
- 3- * Dimensão para referência.

					Código	BBAR-15-02-402		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data		P	0,63Kg	1:1
Desenhista	Victor Crespa				Anel Intermediário	Folha:1 Folhas: 1		
Revisor	G.S.Bakrovitchil							
Projetista	A.M.Ramalho				Material	UENF CCT/LAMAV		
C. do Setor	G.S.Bakrovitchil					AISÍ 4140		
C.do LAMAV	R Sanchez							
D. do CCT	HR.Paes Jr.							



1. Fazer tratamento térmico para obter dureza entre 40...44RC
2. A superfície "A" deve ser trabalhada segundo a peça BBAR-15-02-402 até obter o tamanho "H". As peças formam pares e devem ser testadas em conjunto.
3. * Dimensão para referência.
4. Dimensões entre parênteses serão alcançadas depois da montagem conforme o desenho BBAR-15-01-001C/D/U.

Folha 1		Folhas 1		Série	Peso	Esc.	Rev. Folha Desenhista Victor Orsato		Nº do Doc.	Rubrica	Data	Código BBAR-15-02-401	
UENF		CCT/LAMAV		P	1,45Kg	1:1	Revisor G.S. Bobrovitchii		AM/Ramello			Anel Externo	
CCT/LAMAV		CCT/LAMAV					C. do Setor R. Suvchaz					Material AISI 4140	
							Id. do CCT H.R. Paes Jr.						



1 - Ordem de Montagem:

- 1.1 - Acabamento final na superfície 'A' do anel externo (desenho BMD-15-02-401) deve ser feito segundo o anel intermediário (desenho BMD-15-02-402) até obter o tamanho 'B'.
- 1.2 - Pressar o anel intermediário (desenho BMD-15-02-401; desenho BMD-15-02-001CONJ) deve ser feito segundo o anel interno (desenho BMD-15-01-401) até obter o tamanho 'D' (desenho BMD-15-02-401).
- 1.4 - Acabamento final da superfície 'E' do anel interno (desenho BMD-15-01-401) deve ser feito de acordo com a bigorna (desenho BMD-15-01-201) até se obter a dimensão 'F'.
- 1.5 - Pressar simultaneamente o anel interno (desenho BMD-15-01-401) junto com a bigorna (desenho BMD-15-01-201) no bloco de anéis (BMD-15-02-001CONJ).

- 2 - Aquecer o con junto até 200°C e deixar resfriar ao forno.
- 3 - Acabamento final tem que ser feito conforme este desenho.
- 4 - Dimensões com asteriscos são para referência.

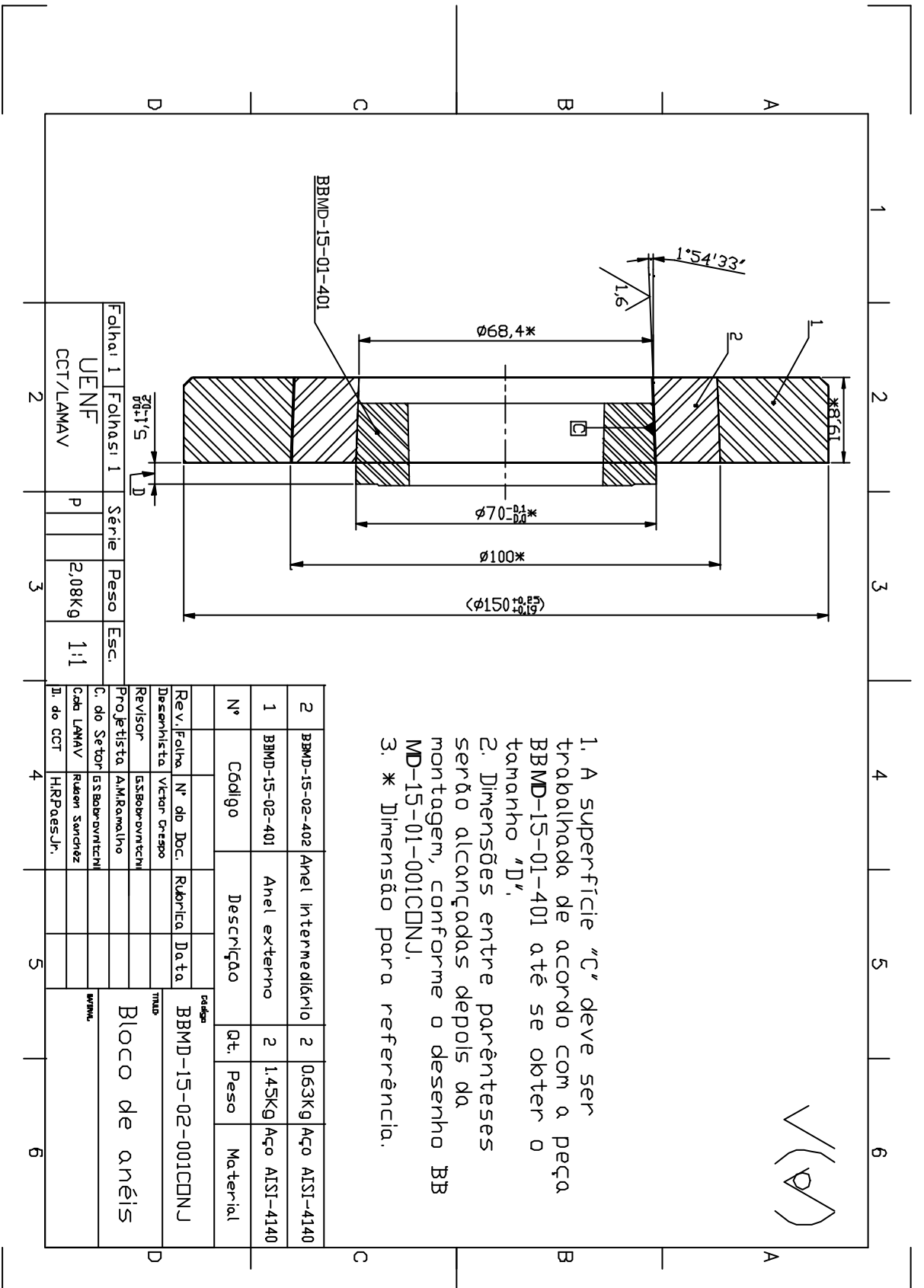
N°	Código	Descrição	Qt.	Peso	Material
4	BBMD-15-01-201	Bigorna	2	2,7Kg	Metá Duro WC 94% + 6% Co
3	BBMD-15-01-401	Anel Interno	2	0,34Kg	Aço VV-3
2	BBMD-15-02-402	Anel Intermediário	2	0,63Kg	Aço AISI-4140
1	BBMD-15-02-401	Anel externo	2	1,45Kg	Aço AISI-4140

Folha: 1	Folhas: 1	Série	Peso	Esc.
UENF		P	5,12kg	1:1
CCT/LAMAV				

Rev. Folha	N° do Doc	Rubrica	Data	Função
Desenhista	Victor Crepeo			Desenho
Revisor	GS Babarovich			Revisão
Proj. Est. de	AM Ramalho			Proj. Est. de
C. do Setor	GS Babarovich			C. do Setor
Cada LAMAV	R. Sanchez			Cada LAMAV
Id. do CCT	HR Paes Jr.			Id. do CCT

Bigorna de
Bridgman

BBMD-15-01-001CONJ



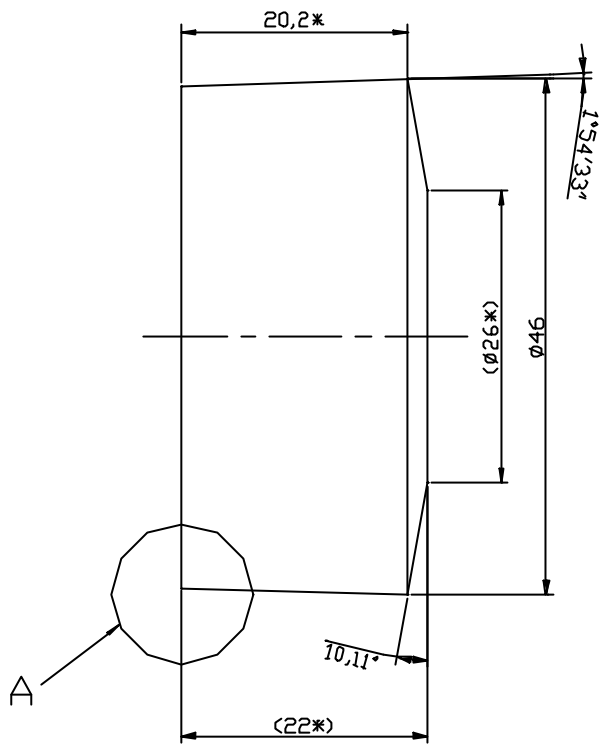
1. A superfície "C" deve ser trabalhada de acordo com a peça BBMD-15-01-401 até se obter o tamanho "D".
2. Dimensões entre parênteses serão alcançadas depois da montagem, conforme o desenho BBMD-15-01-001CONDJ.
3. * Dimensão para referência.

Folha 1	Folhas 1	Série	Peso	Esc.
UENF		P	2,08Kg	1:1
CCT/LAMAV				

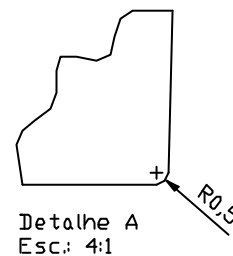
2	BBMD-15-02-402	Anel Intermediário	2	063Kg	Aço AISI-4140
1	BBMD-15-02-401	Anel externo	2	1,45Kg	Aço AISI-4140
Nº	Código	Descrição	Qt.	Peso	Material
Rev. Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Caderno BBMD-15-02-001CONDJ	
Desenhista	Victor Crespo			Titulo Bloco de anéis	
Revisor	ESBaldovincth			Norma	
Projetista	AMRamoslo				
C. do Setor	ESBaldovincth				
Cada LAMAV	Ruben Sanchez				
Ill. do CCT	HRPaesjr.				

BBMD-15-02-201

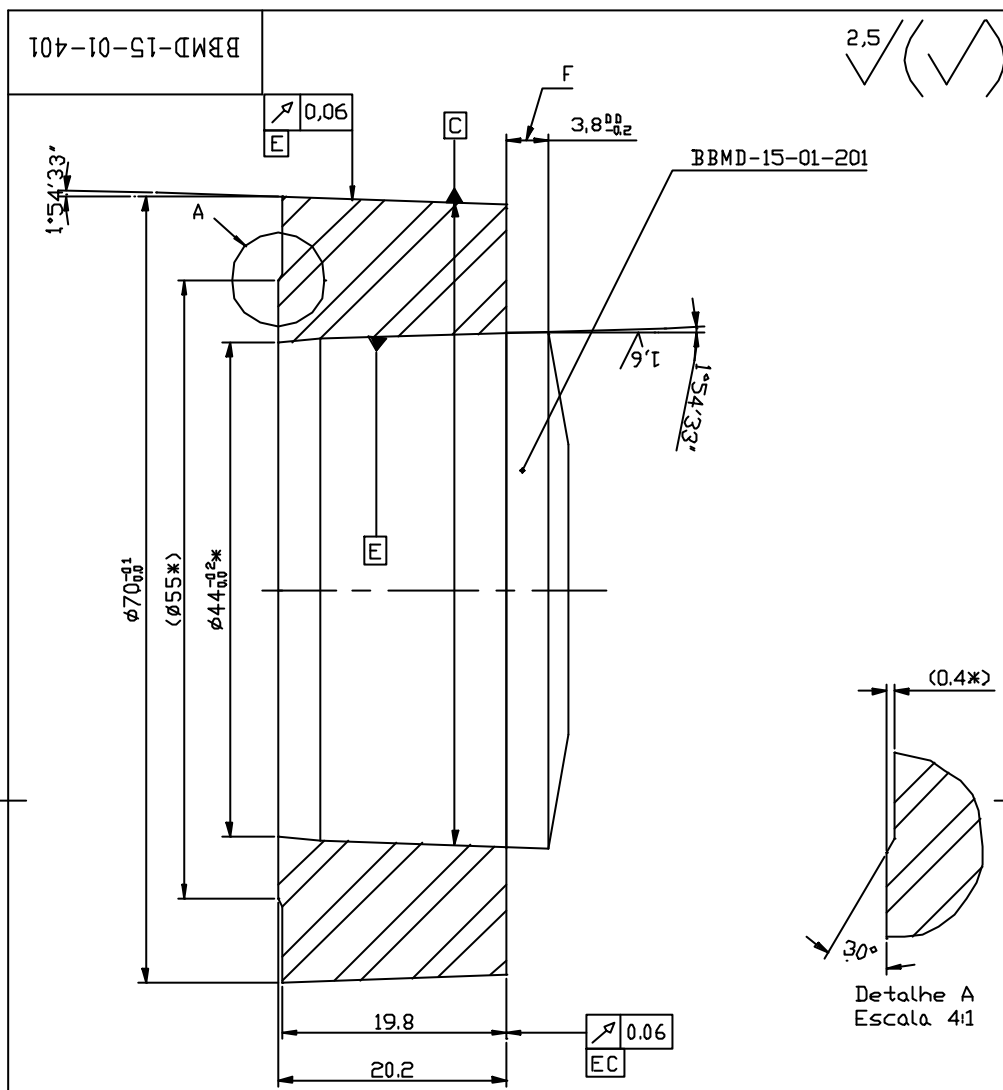
1,6



1- Dimensões entre parênteses serão alcançadas depois da montagem, conforme o desenho BBMD-15-01-001CONJ.
2- * Dimensões para referência.



					Código	BBMD-15-01-201		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev. Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data		Bigorna		2,7kg	2:1
Desenhista	Victor Caspary					Folha:	Folhas:	
Revisor	G.S. Bokoravitch					UNF CCT/LAMAV		
C. do Setor	G.S. Bokoravitch				Material	WC 94% + 6% Co		
C. da LAMAV	G.S. Bokoravitch							
D. da CCT	H.R.Paes Jr.							

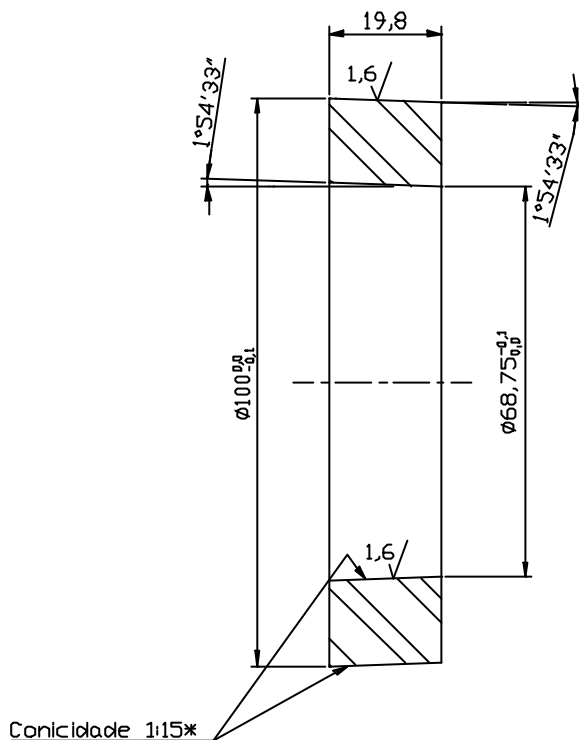


- 1- Fazer tratamento térmico para obter a dureza entre 48-52 Rc.
- 2- A superfície "E" deve ser retificada de acordo com a peça BBMD-15-01-201 até se obter o tamanho "F".
- 3- Dimensão entre parentesis serão alcançadas depois da montagem, conforme o desenho BBMD-15-01-001CONJ.
- 4- * Dimensão para referência.

				Código	BBMD-15-01-401		
				Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	P	0,34Kg	2:1
Desenhista		Victor Crespo			Anel Interno		
Revisor		G.S.Bokravitchii			Folha:1 Folhas: 1		
Projetista		A.N.Ramalho			Material		
C. do Setor		G.S.Bokravitchii			Aço VW-3		
C.do LAMAV		R Sanchez			UENF		
D. do CCT		H.R.Paes Jr.			CCT/LAMAV		

BBMD-15-02-402

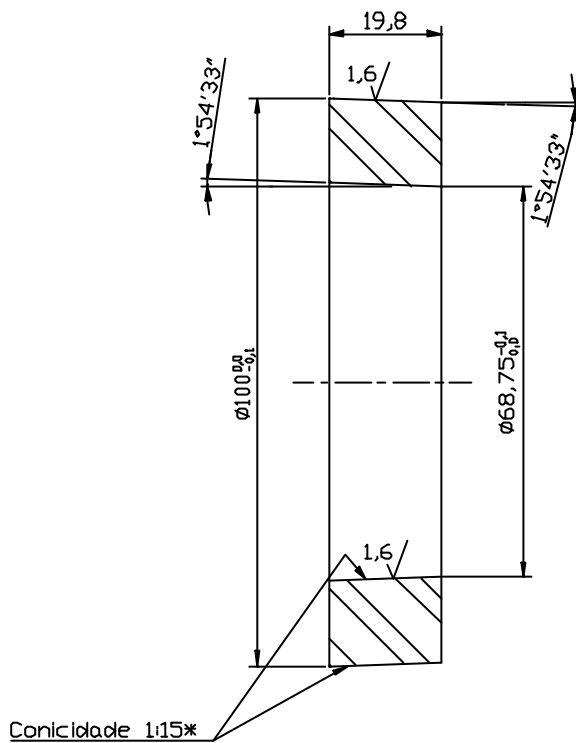
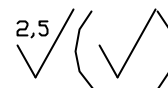
2,5 / (✓)



- 1-Fazer tratamento térmico para obter dureza entre 48-52 Rc.
- 2-Dimensões entre parentesis serão alcançadas depois da usinagem das peças BBMD-15-02-401 e BBMD-15-02-402, conforme desenho BBAR-15-02-CONJ.
- 3- * Dimensão para referência.

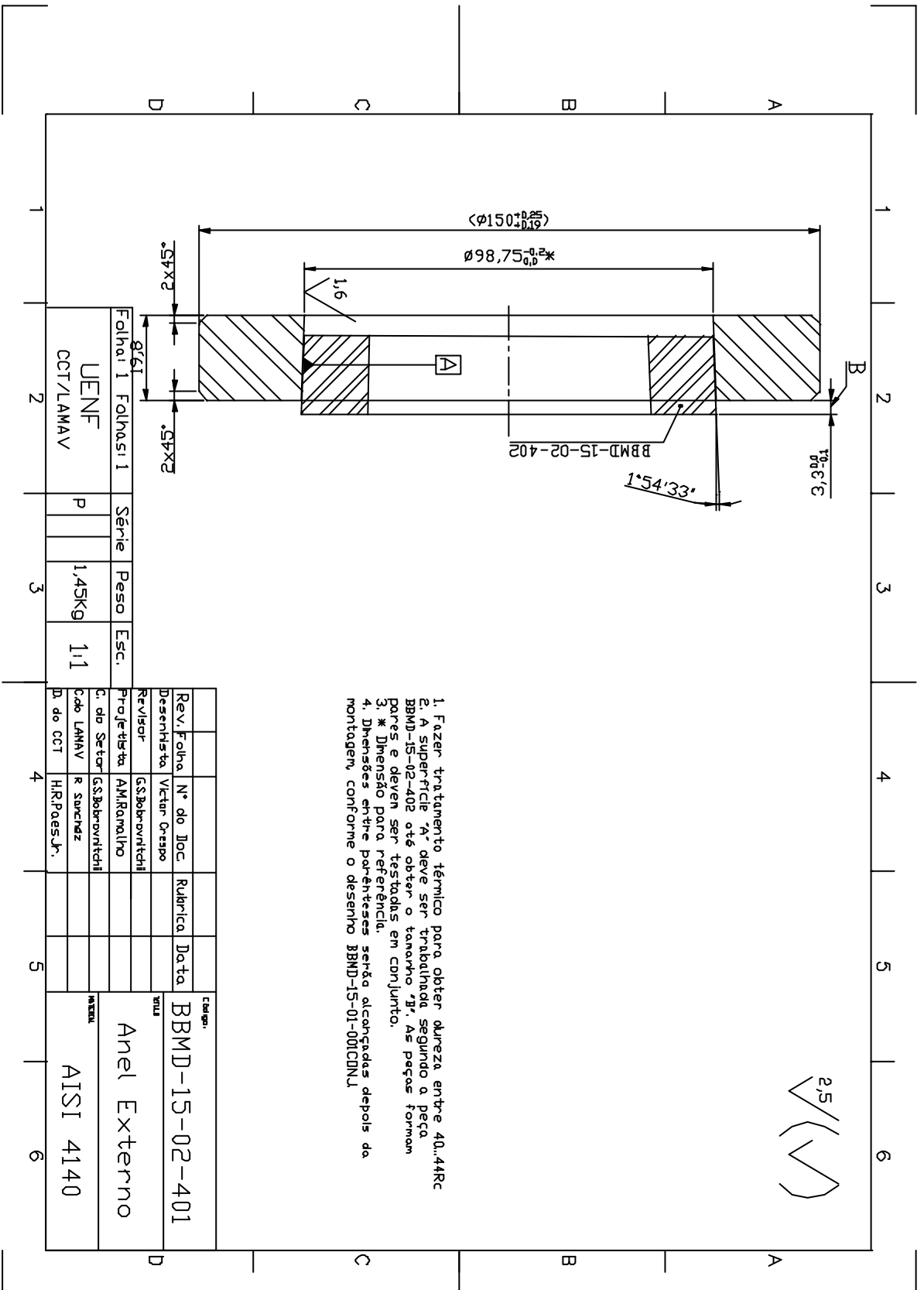
					Código: BBMD-15-02-402					
					Título: Anel Intermediário			Série: P	Peso: 0,63Kg	Esc.: 1:1
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data				Folha: 1 / Folhas: 1		
Desenhista		Victor Crespó								
Revisor		G.S.Babrovitchi								
Projetista		A.M.Ramalho								
C. do Setor		G.S.Babrovitchi			Material: AISI 4140			UNF CCT/LAMAV		
Edo LAMAV		R. Sanchez								
D. do CCT		H.R.Paes Jr.								

BBMD-15-02-402



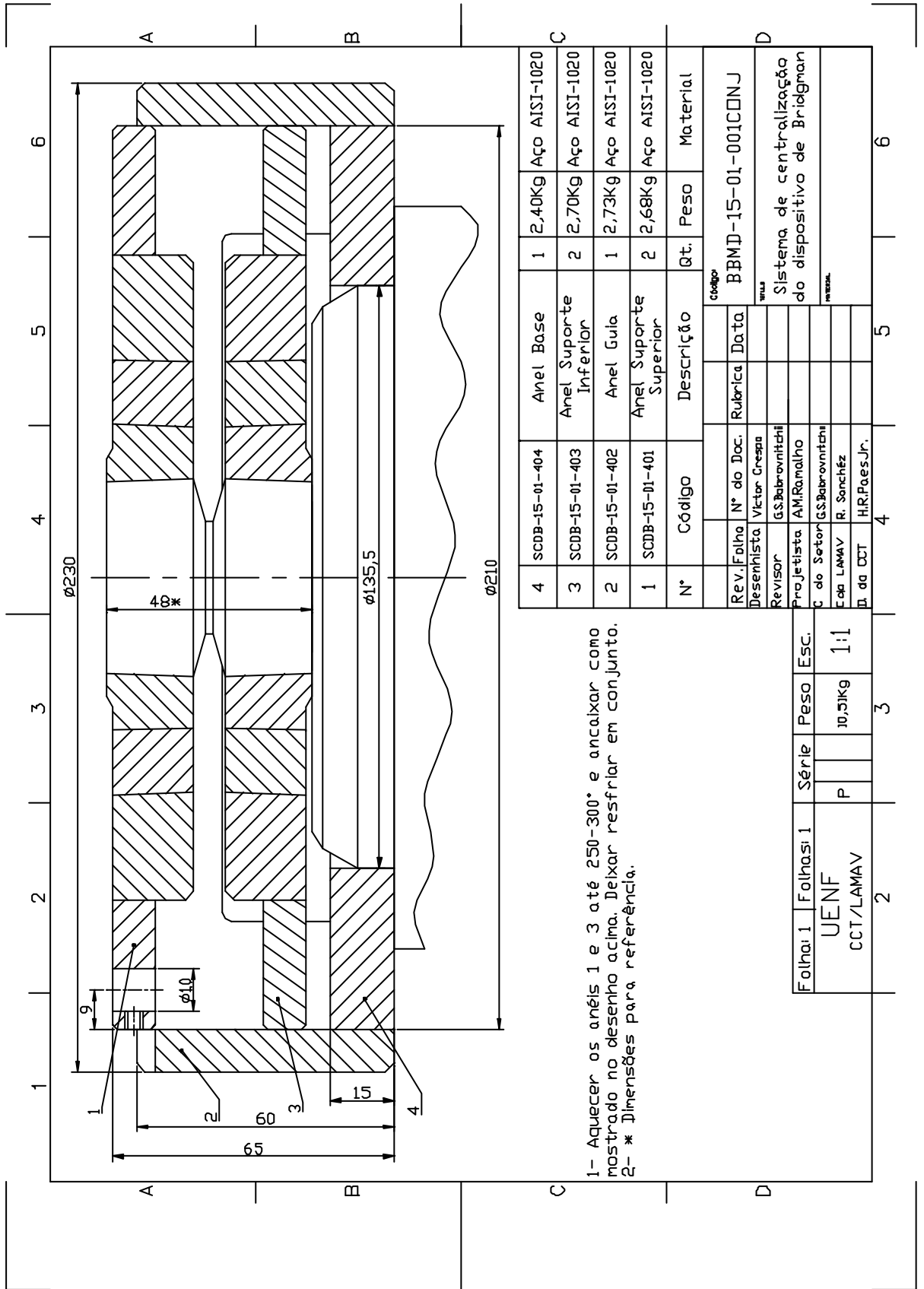
- 1-Fazer tratamento térmico para obter dureza entre 48-52 Rc.
- 2-Dimensões entre parentesis serão alcançadas depois da usinagem das peças BBMD-15-02-401 e BBMD-15-02-402, conforme desenho BBAR-15-02-CONJ.
- 3- * Dimensão para referência.

					Código	BBMD-15-02-402		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Anel Intermediário	P	0,63Kg	1:1
Desenhista	Victor Crespa					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S.Babrovntchil				Material	UENF		
Projetista	A.M.Ramalho					CCT/LAMAV		
C. do Setor	G.S.Babrovntchil							
Edo LAMAV	R. Sanchez				AIS1 4140			
D. do CCT	H.R.Paes Jr.							



1. Fazer tratamento térmico para obter dureza entre 40..44RC
2. A superfície "A" deve ser tratada segundo a peça BMD-15-02-402 até obter o tamanho "B". As peças formam pares e devem ser testadas em conjunto.
3. * Dimensão para referência.
4. Dimensões entre parênteses serão alcançadas depois da montagem, conforme o desenho BMD-15-01-00(CDNU).

Folha 1		Folhas: 1		Série	Peso	Esc.	Rev. Folha Desenhista Victor Orsato		N° do Doc. G.S.Bobrovitchii AM/Ramello		Rubrica	Data	Código BMD-15-02-401	
UENF		CCT/LAMAV		P	1,45Kg	1:1	C. do Setor R. Suvchaz		G.S.Bobrovitchii H.R.Paes, Jr.				Material Anel Externo AISI 4140	



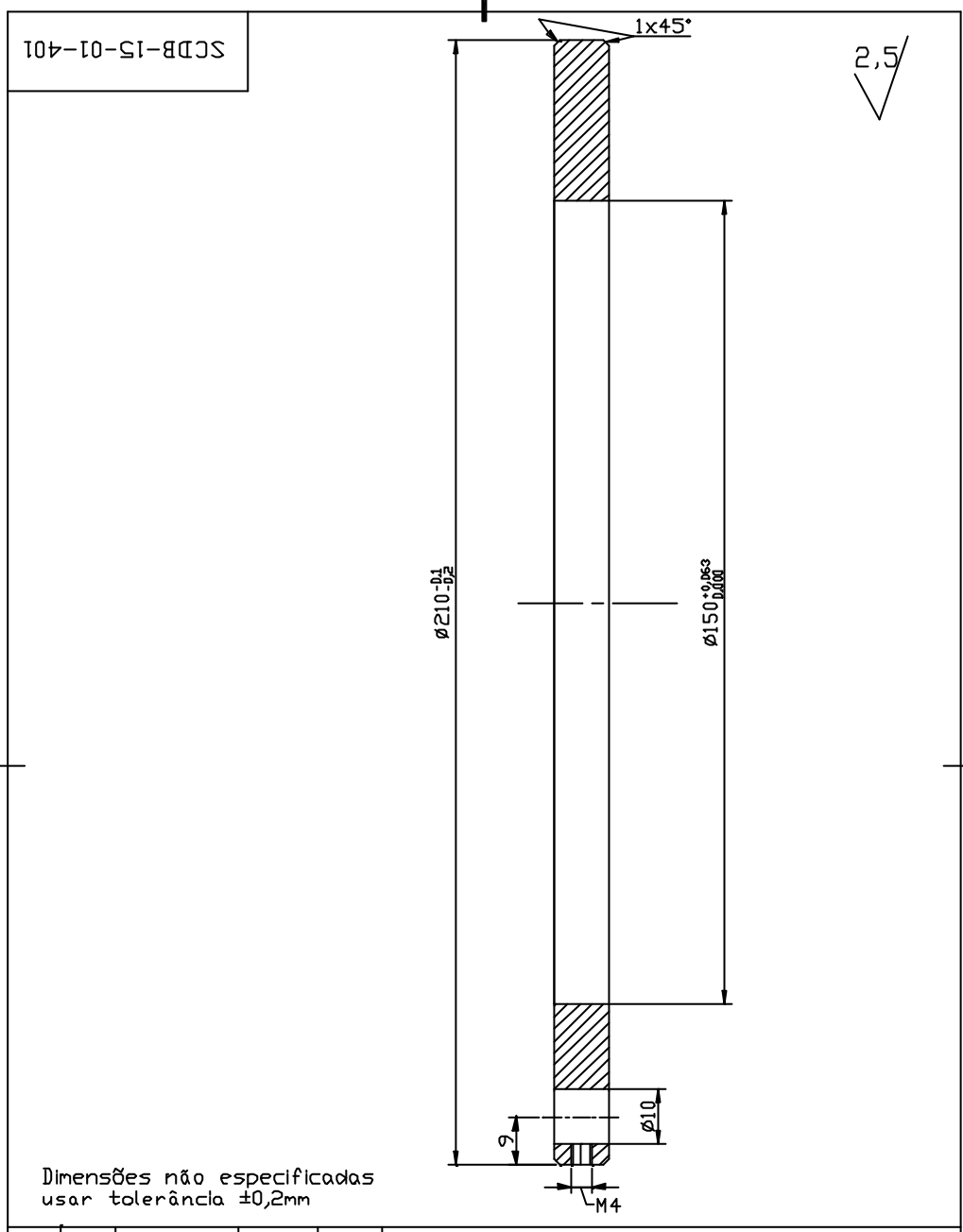
1- Aquecer os anéis 1 e 3 até 250-300° e ancaixar como mostrado no desenho acima. Deixar resfriar em conjunto.
 2- * Dimensões para referência.

N°	Código	Descrição	Qt.	Peso	Material
4	SCDB-15-01-404	Anel Base	1	2,40Kg	Aço AISI-1020
3	SCDB-15-01-403	Anel Suporte Inferior	2	2,70Kg	Aço AISI-1020
2	SCDB-15-01-402	Anel Guia	1	2,73Kg	Aço AISI-1020
1	SCDB-15-01-401	Anel Suporte Superior	2	2,68Kg	Aço AISI-1020

Folha: 1	Folhas: 1	Série	Peso	Esc.
UENF	P		10,51Kg	1:1
CCT/LAMAV				

Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Código
Desenhista	Victor Crepa				BBMD-15-01-001CONJ
Revisor	G.S. Babrovitchi				
Projeta	AM. Ramalho				
Ch. do Setor	G.S. Babrovitchi				
Ed. LAMAV	R. Sanchez				
Id. da CCT	HR. Paes Jr.				

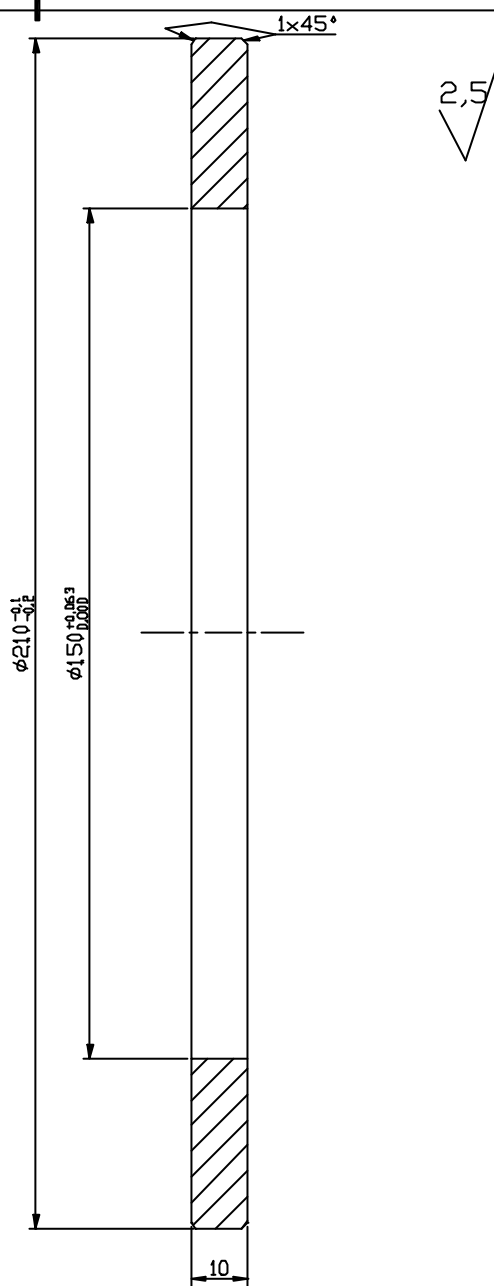
Sistema de centralização do dispositivo de Bridgman



Dimensões não especificadas
usar tolerância ±0,2mm

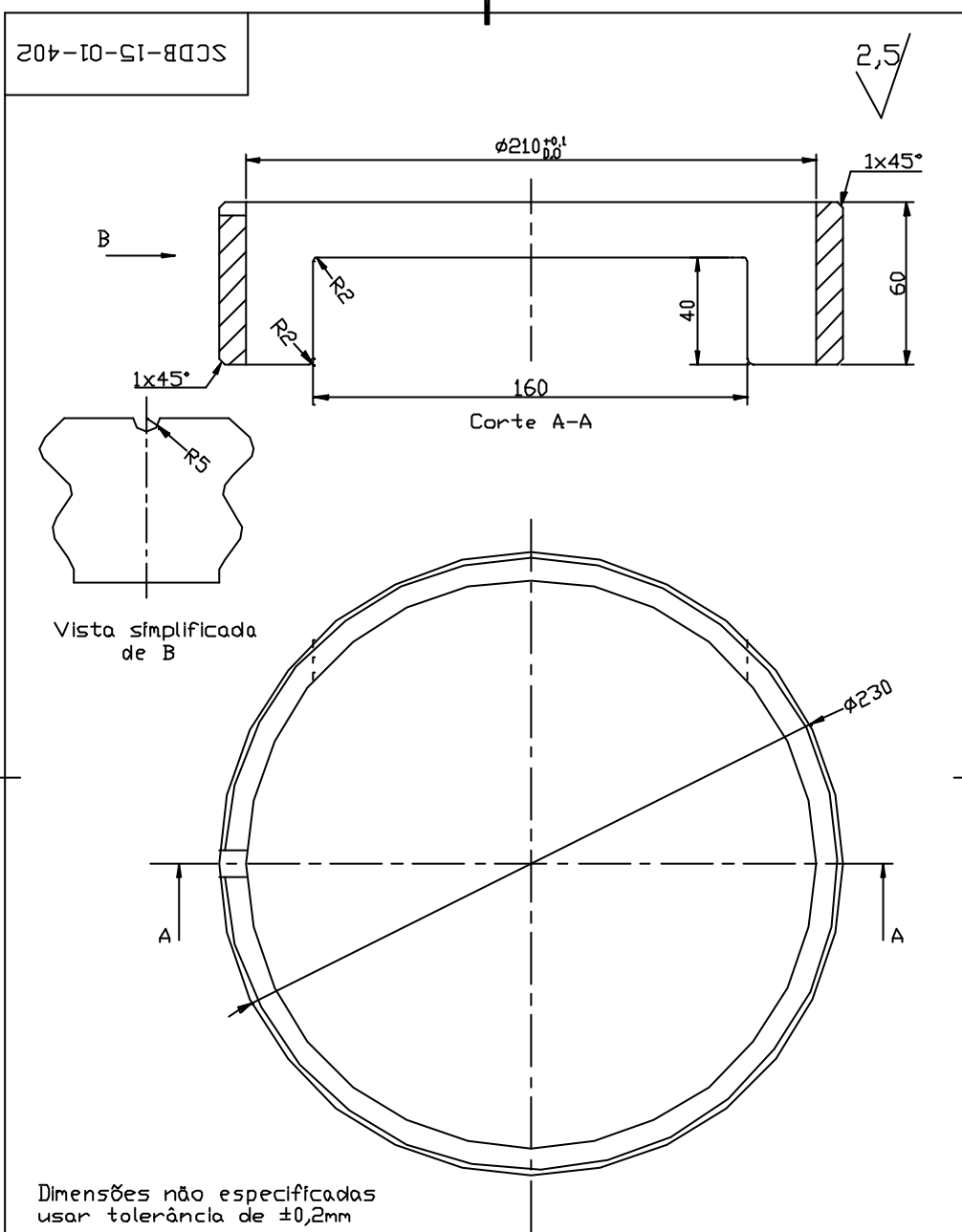
				Código	SCDB-15-01-401		
				Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rúbrica	Data	Anel suporte superior		
					P	2,68Kg	1:1
Desenhista	Victor Orasso				Folha:1		Folhas:1
Revisor	G.S.Bobrovnitshi						
Projetista	A.M.Ramalho						
C. do Setor	G.S.Bobrovnitshi			Material	UENF		
E. do LAMAV	R. Sanchez				CCT/LAMAV		
D. do CCT	H.R.Paes Jr.						

SCDB-15-01-403

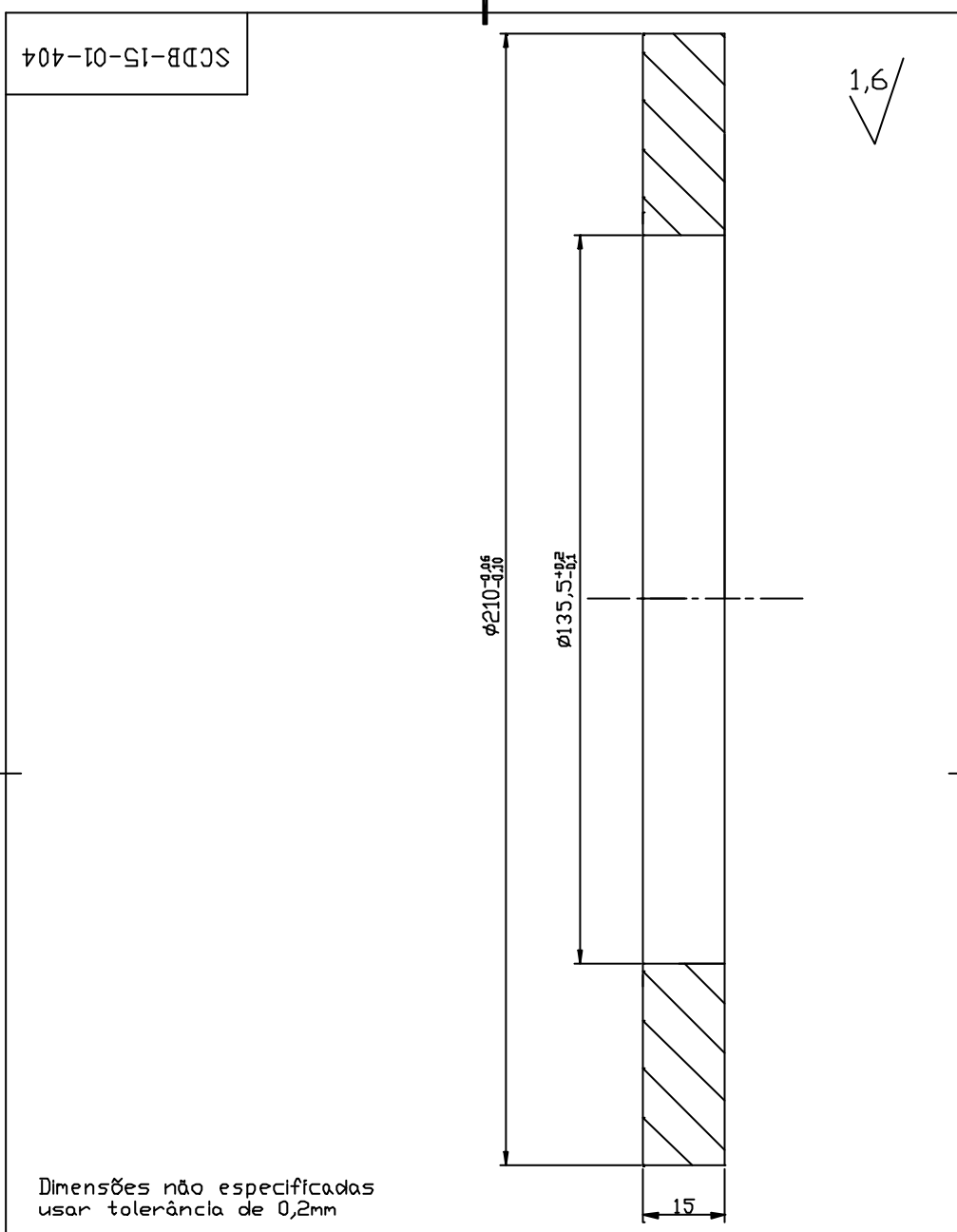


Dimensões não especificadas
usar tolerância $\pm 0,2\text{mm}$

					Código	SCDB-15-01-403		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Falha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Anel Suporte Inferior	P	2,70Kg	1:1
Desenhista	Victor Crespo							
Revisor	G.S.Bobravnitshii							
Projetista	A.M.Ramalho					Folha:1	Folhas:1	
C. do Setor	G.S.Bobravnitshii				Material	UENF CCT/LAMAV		
E da LAMAV	R. Sanchez				AISI 1020			
D. do CDT	HR.Paes Jr.							

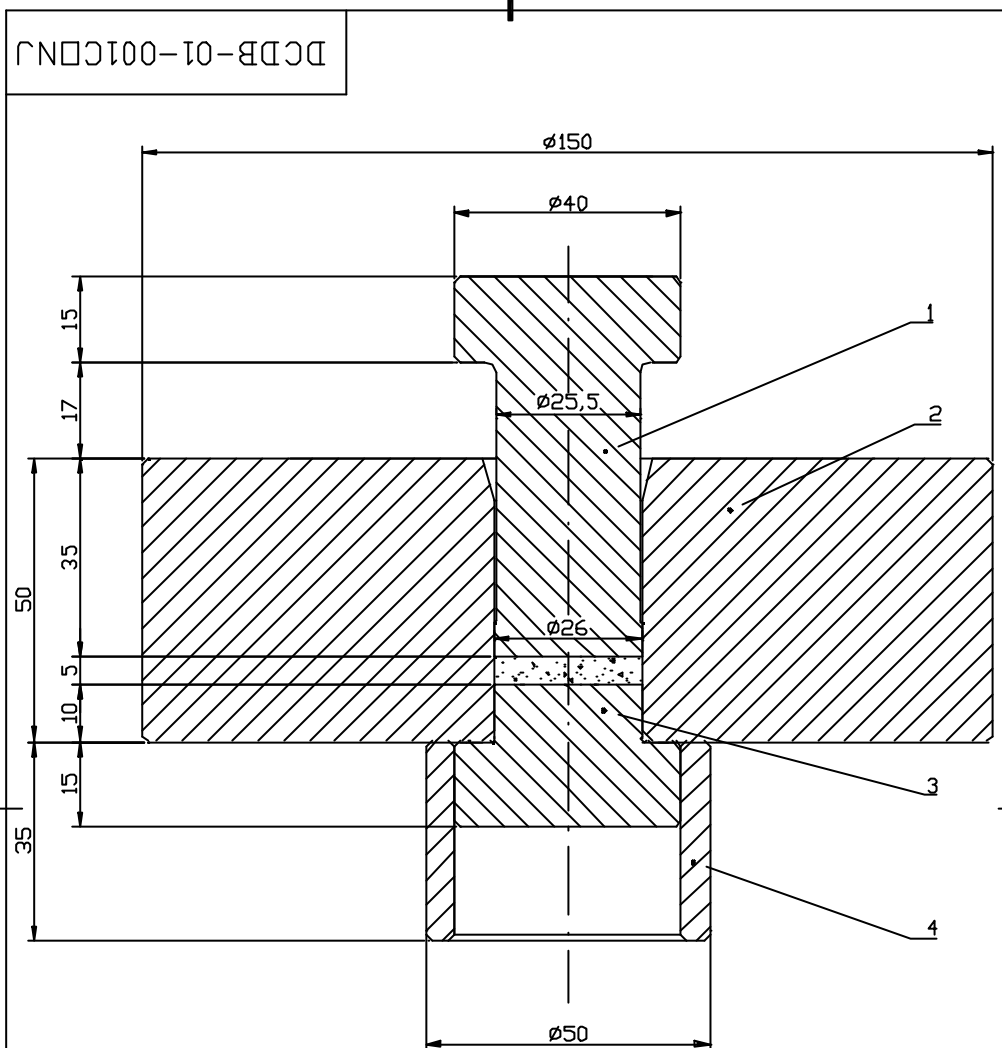


					Código	SCDB-015-01-402		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	ANEL GUIA	P	2,73Kg	1:2
Desenhista	Victor Crespo					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S. Bobravnitshii				Material	UENF		
Projetista	A.M. Ramalho				AISI 1020	CCT/LAMAV		
C. do Setor	G.S. Bobravnitshii							
E. da LAMAV	R. Sanchez							
D. do CDT	HR. Paes Jr.							



Dimensões não especificadas
usar tolerância de 0,2mm

					Código	SCDB-15-01-404		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	ANEL BASE	P	2,40Kg	1:1
Desenhista	Victor Crespo					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S. Bobravnitshii				Material	UENF CCT/LAMAV		
Projetista	A.M. Ramalho							
C. do Setor	G.S. Bobravnitshii							
E. da LAMAV	R. Sanchez				AISII 1020			
D. do CDT	HR. Paes Jr.							



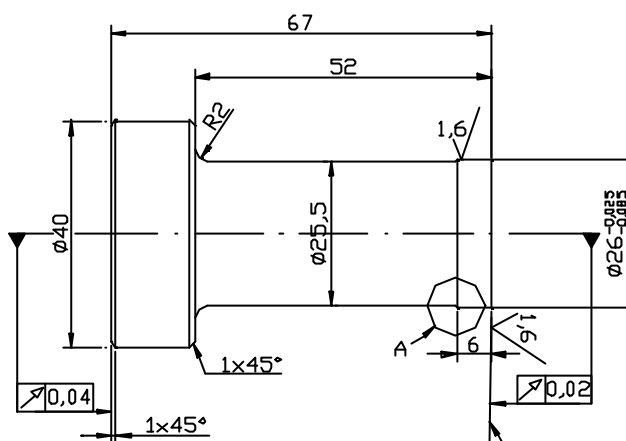
4	DCDB-01-404	Bucha de Desmonte	Aço AISI 4140	0,2 kg	1
3	DCDB-04-403	Pistão Inferior	Aço AISI 4140	0,2 kg	1
2	DCDB-01-402	Recipiente	Aço AISI 4140	6,7 kg	1
1	DCDB-04-401	Pistão Superior	Aço AISI 4140	0,4 kg	1

N	CÓDIGO	DESCRIÇÃO	MATERIAL	PESO	QUANT.
---	--------	-----------	----------	------	--------

					Código DCDB-01-001CONJ		
					Título Dispositivo de Compactação de discos para as Bigornas de Bridgman		
					Série	Peso	Esc.
					P	7,5Kg	1:1
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Folha: 1 / Folhas: 1		
Desenhista		Victor Crespo			Material UENF CCT/LAMAV		
Revisor		G.S. Bobravitchil					
Projetista		A.M. Ramalho					
C do Setor		G.S. Bobravitchil					
E. do LAMAV		Ruben Sanchez					
D. do CDT		HR. Paes Jr.					

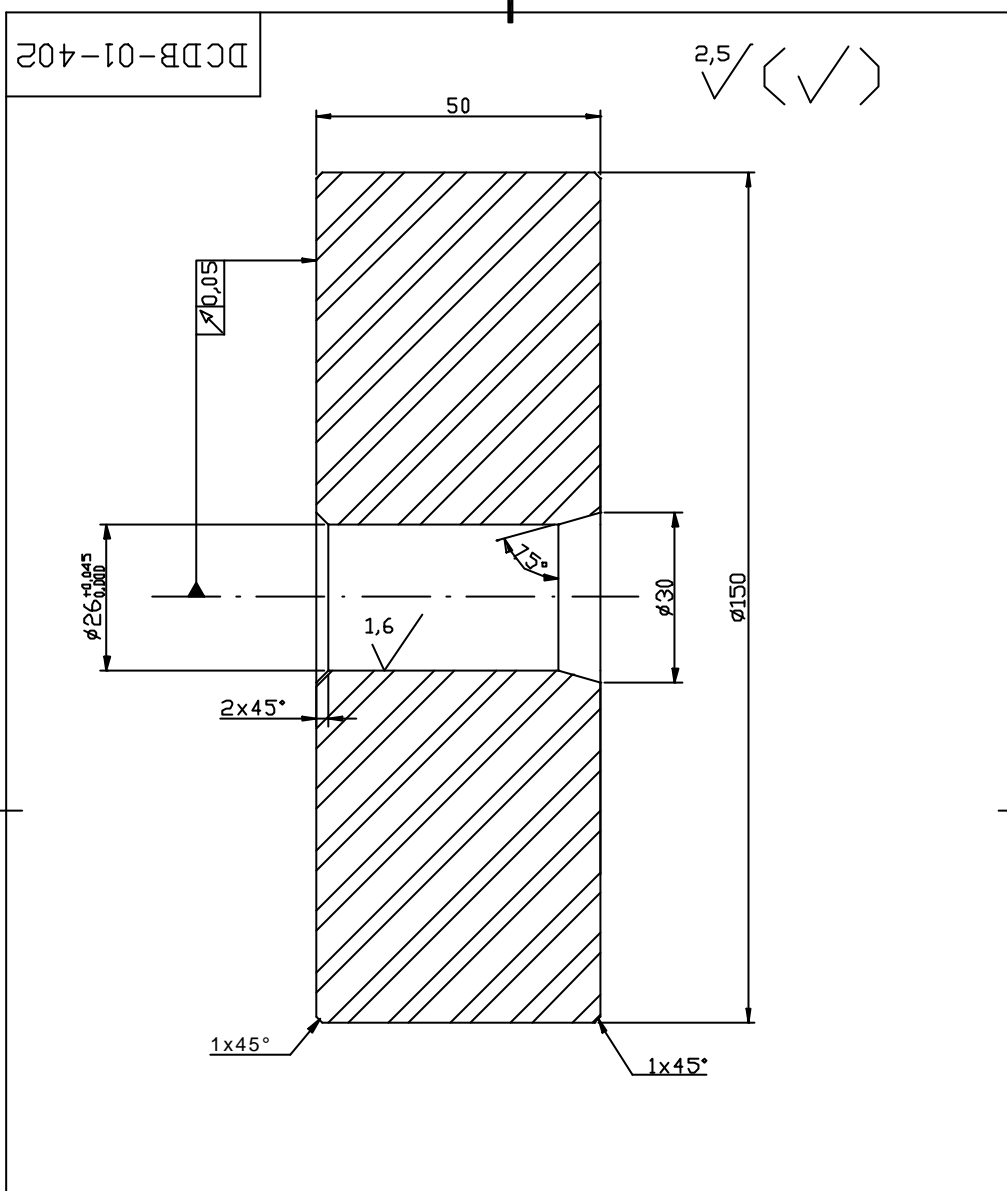
DCDB-01-401

2,5 / (✓) (✓)



Obs.: Tolerâncias não indicadas são $\pm 0,2\text{mm}$
 Temperar e revenir entre 44-48Rc

					Código	DCDB-01-401		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Pistão Superior	P	0,4 kg	1:1
Desenhista	Victor Crespo					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S. Bobravitchii					UENF CCT/LAMAV		
Projetista	A.M. Ramalho							
C do Setor	G.S. Bobravitchii							
E. da LAMAV	Ruben Sanches				Material	Aço AISI 4140		
D. do CDT	HR. Paes Jr.							

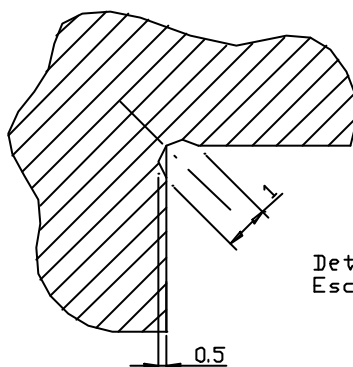
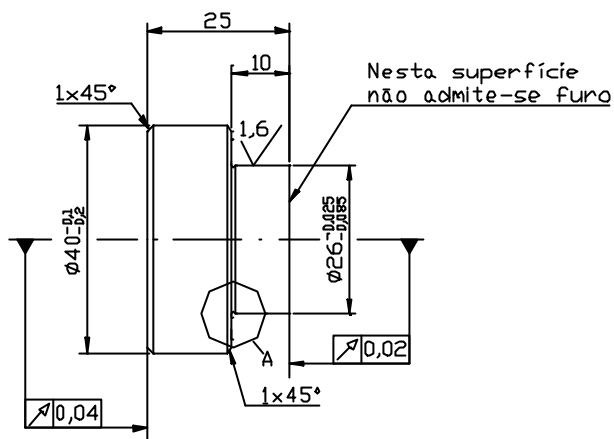


Obs.: Tolerâncias não indicadas são $\pm 0,2\text{mm}$
 Temperar e revenir entre 44-40Rc

					Código	DCDB-01-402		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Recipiente	P	6,7 kg	1:1
Desenhista	Victor Crespo							
Revisor	G.S. Bobravnitshii							
Projetista	A.M. Ramalho					Folha: 1	Folhas: 1	
C. do Setor	G.S. Bobravnitshii				Materiais	Aço AISI 4140		
E. da LAMAV	Ruben Sanchez					UENF CCT/LAMAV		
D. do CDT	HR. Paes Jr.							

DCDB-01-403

2,5 / (✓✓)



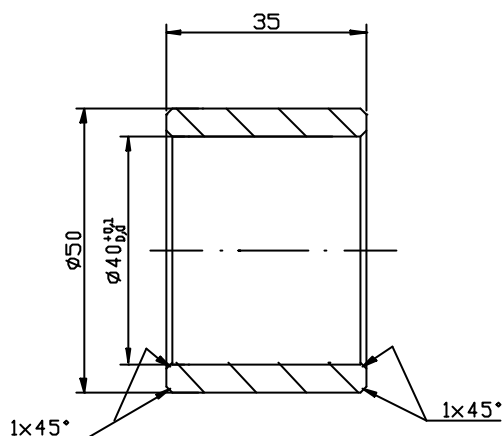
Detalhe A
Esc. =>8:1

Obs.: Tolerâncias não indicadas são ±0,2mm
Temperar e revenir entre 44-48Rc

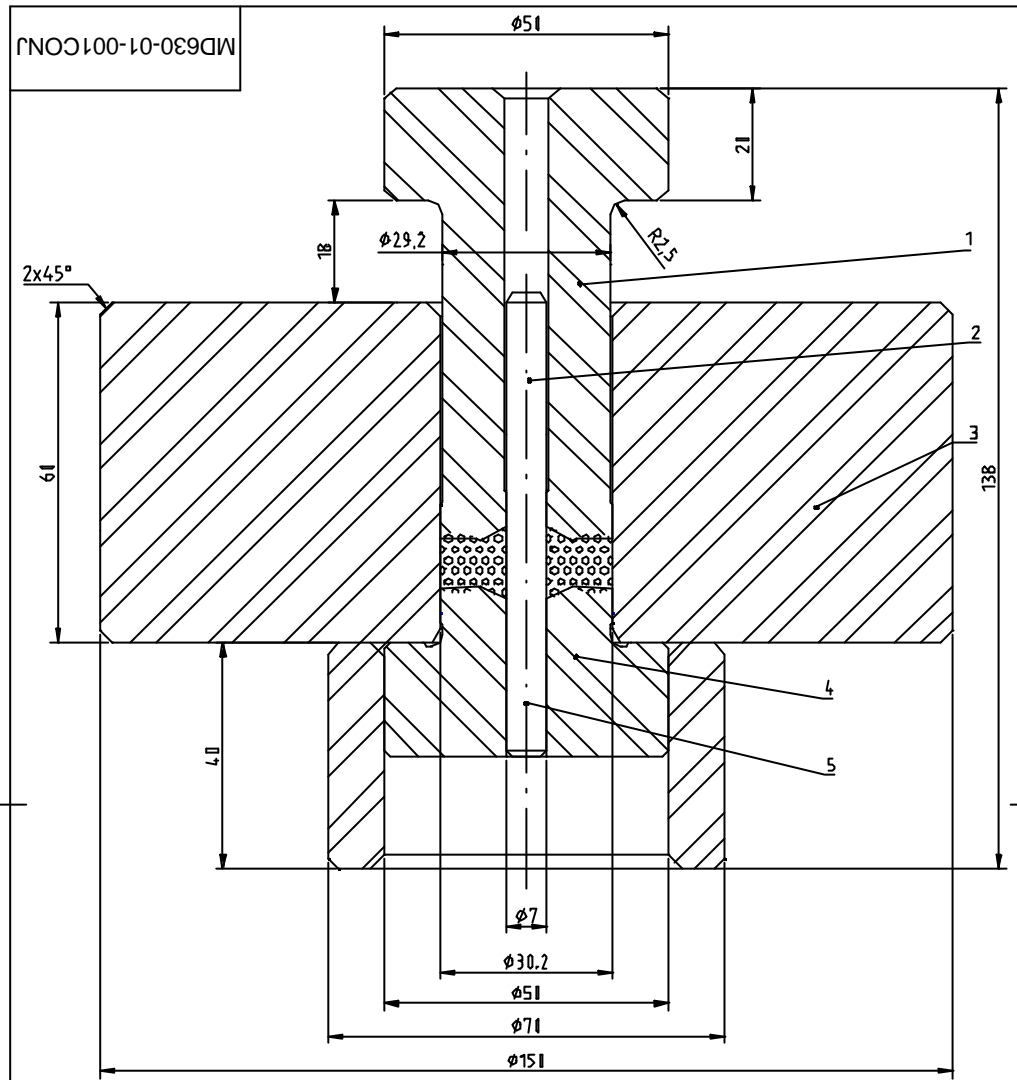
					Código	DCDB-01-403		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Pistão Inferior	P	0,2 kg	1:1
Desenhista	Victor Crespo					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S. Bobravnitshii					Material		
Projetista	A.M. Ramalho					Aço AISI 4140		
C. do Setor	G.S. Bobravnitshii				UENF CCT/LAMAV			
E. da LAMAV	Ruben Sanches							
D. do CDT	HR. Paes Jr.							

DCDB-01-404

2,5/

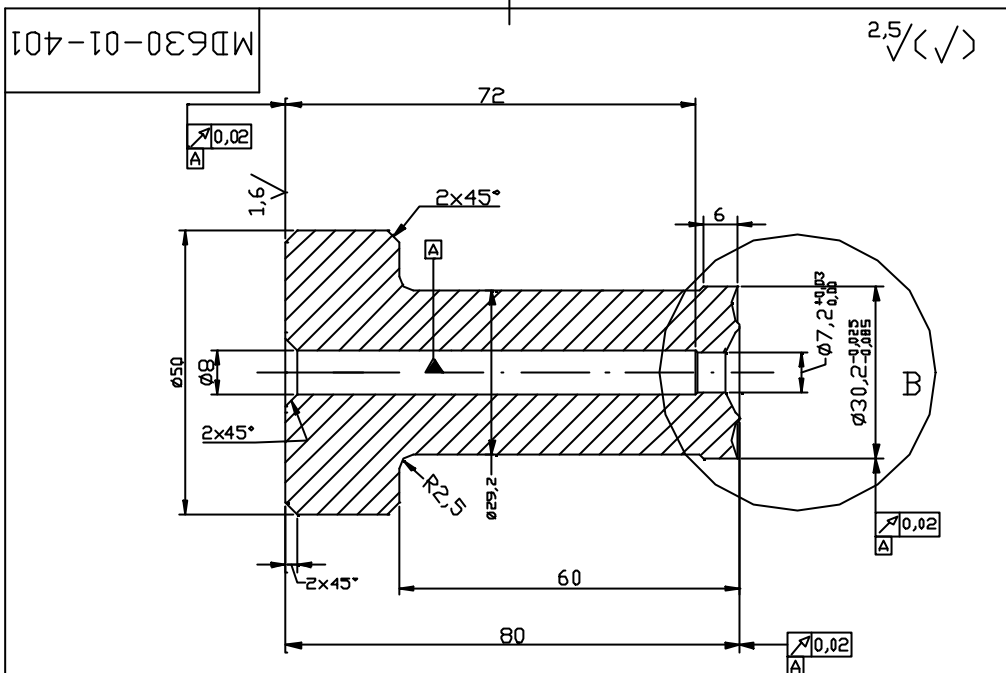
Obs.: Tolerâncias não indicadas são $\pm 0,2\text{mm}$

					Código	DCDB-01-404		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Bucha de Desmonte	P	0,2kg	1:1
Desenhista	Victor Crespo							
Revisor	G.S. Bobravitchii							
Projetista	A.M. Ramalho					Folha: 1	Folhas: 1	
C da Setor	G.S. Bobravitchii				Material	UENF		
E. da LAMAV	Ruben Sanches				Aço AISI 4140	CCT/LAMAV		
D. do CDT	HR. Paes Jr.							

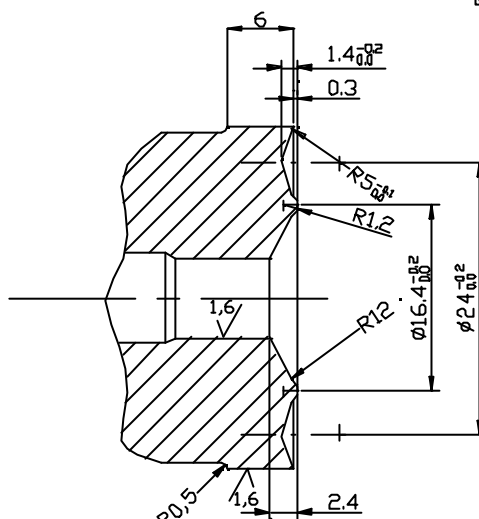


5	MD630-01-405	Cilindro de Apoio	1,57Kg	AISI 4140	1
4	MD630-01-404	Pistão Inferior	1,35Kg	AISI 4140	1
3	MD630-01-403	Recipiente de Pressão	7,92Kg	AISI 4140	1
2	MD630-01-402	Pino	1,02Kg	AISI 4140	2
1	MD630-01-401	Pistão Superior	1,60Kg	AISI 4140	1
Nº	CÓDIGO	DESCRIÇÃO	PESO	MAT.	Qt.

					Código: MD630-01-001CONJ					
					Título: Molde para a fabricação das cápsulas da prensa de 630Ton			Série	Peso	Escala
Rev.	Folha	Nº do Documento	Rubrica	Data				P	9,46Kg	1:1
Desenhista		Victor Crespo								
Revisor		G.S.Bobrovitchii						Folha: 1		Folhas: 1
Projetista		A. M. Ramalho						UENF CCT/LAMAV		
Chefe do Setor		G.S.Bobrovitchii			Material:					
Chefe do LAMAV		R. Sanches								
Diretor do CCT		H.R.Paes Jr.								



Detalhe B
Esc. => 2:1

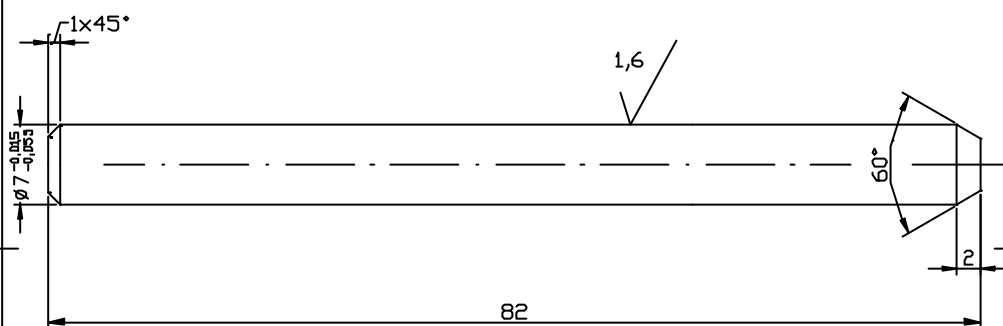


Obs.: A superfície do detalhe "B" deve ser acabamento superficial alizado por meio de lixa fina e tolerâncias não indicadas são ±0,2 mm.
Temperar e revenir entre 44-48Rc

					Código	MD630-01-401		
					Título	Série	Peso	Escala
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Pistão Superior	P	0,6Kg	1:1
Desenhista	Victor Creso							
Revisor	G.S.Bobrovitchi							
Projetista	A.M.Ramalho							
C do Setor	G.S.Bobrovitchi							
F do LAMAV	R. Sanches							
Di. da CCT	HR.Paes Jr.				Material		Aço AISI 4140	
						UENF CCT/LAMAV		

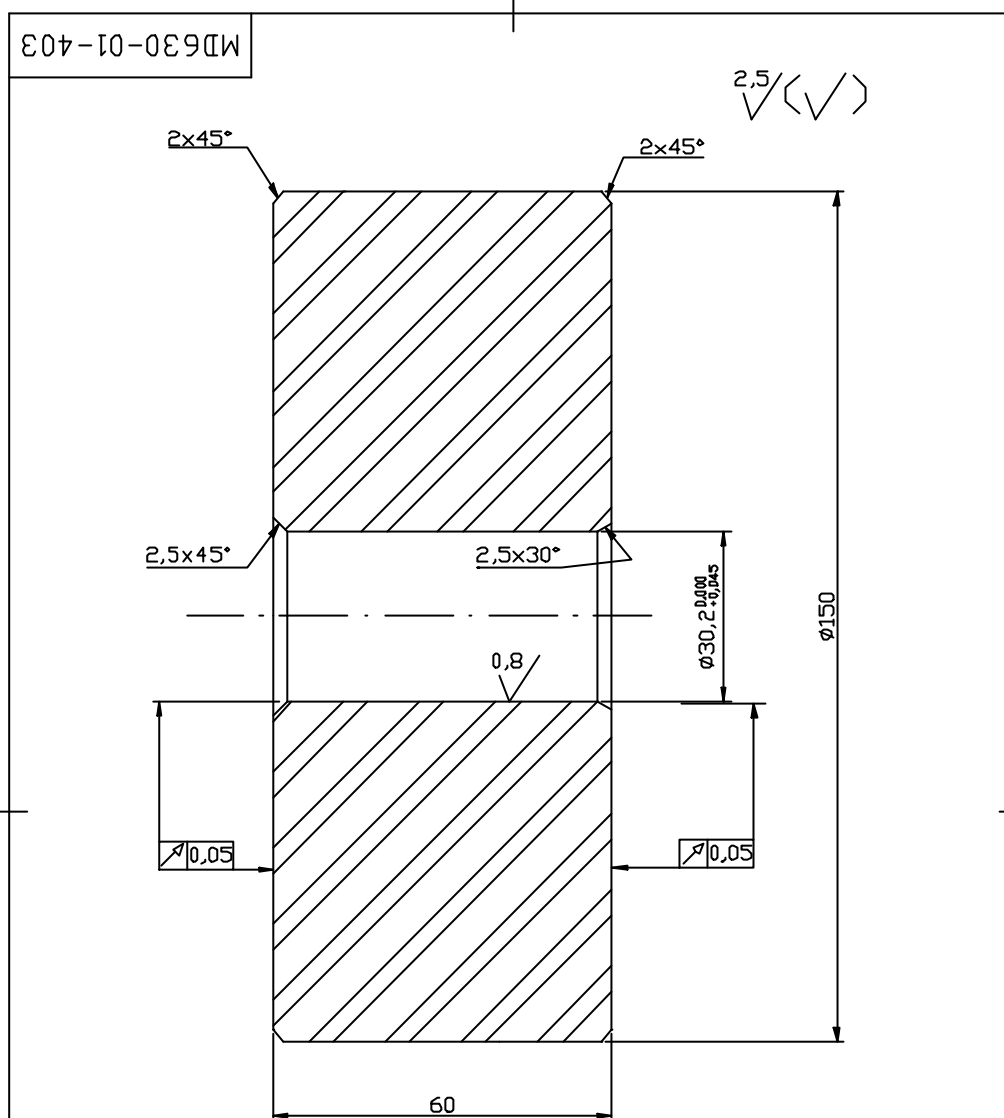
MD630-01-402

2,5 (✓)



- 1) Temperar e revenir entre 46-50 RC.
- 2) Quant.: 2

					Código	MD630-01-402		
					Título	Pino		
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Série	Peso	Escala	
Desenhista	Victor Crespa				P	0,02Kg	2:1	
Revisor	G.S.Bobrovitchi				Folha: 1	Folhas: 1		
Projetista	A.M.Ramalho				Material	Aço AISI 4140		
C da Setor	G.S.Bobrovitchi					UENF CCT/LAMAV		
E. do LAMAV	R. Sanches							
D. do CCT	HR.Paes Jr.							



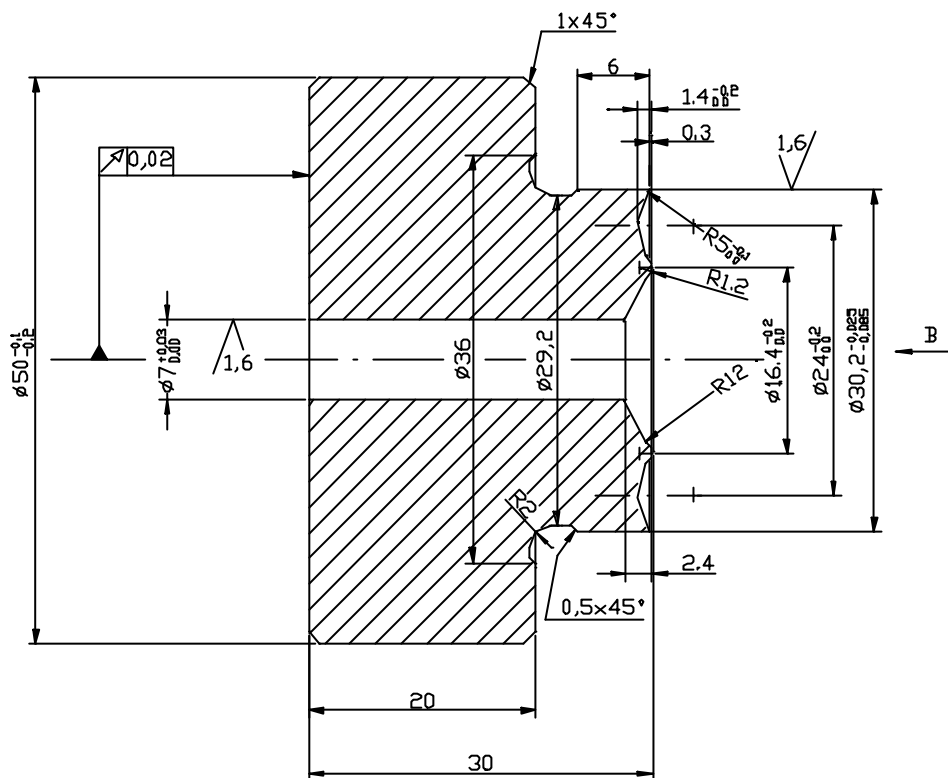
1) Dimensões não especificadas devem ser feitas com tolerância de $\pm 0,2$ mm.

2) Temperar e revenir entre 40-44 HRC.

					Dótipo	MD630-01-403		
					Título	Recipiente de Pressão		
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data		Série	Peso	Escala
Desenhista	A.M.Ramalho					P	7,92Kg	1:1
Revisor	A.M.Ramalho					Folha: 1 Folhas: 1		
Projetista	A.M.Ramalho							
C. do Setor	G.S.Bobrovitchi				Material	Aço AISI 4140		
C. do LAMAV	G.S.Bobrovitchi					UENF CCT/LAMAV		
D. do CCT	H.R.Paes Jr.							

MD630-01-404

2.5 / (✓) (✓)

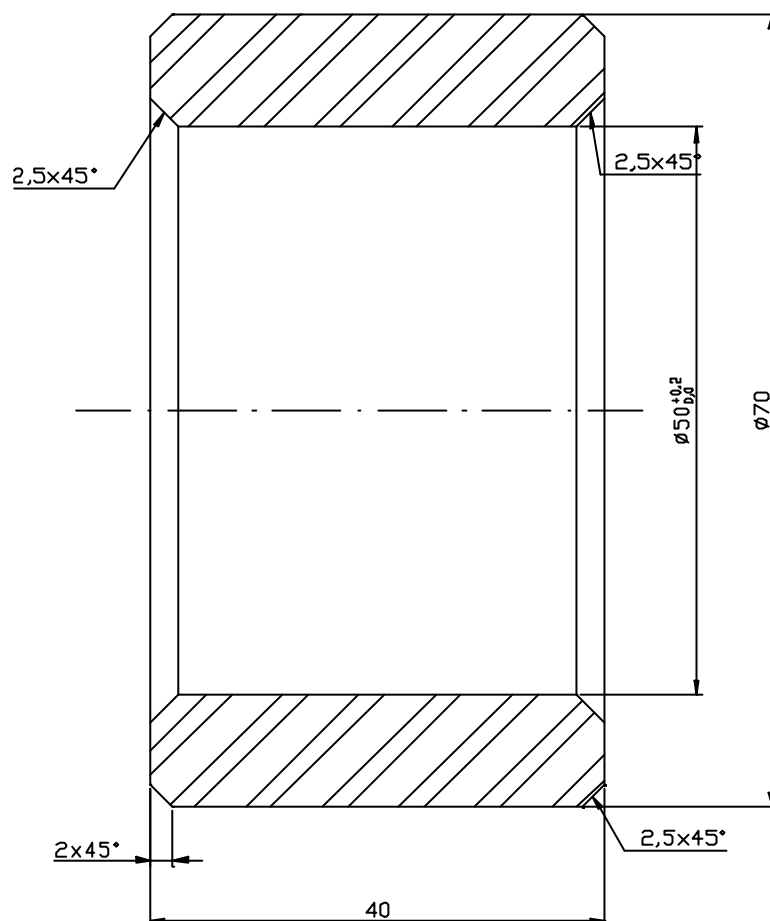


- 1) A superfície 'B' deve ter acabamento superficial alisado por meio de lixa fina e tolerâncias não indicadas são $\pm 0,2\text{mm}$
- 2) Temperar e revenir entre 44-48 HRC,

					Codigo				MD630-01-404				
					Titulo					Serie	Peso	Esc.	
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Pistão Inferior					P		0,35Kg	2:1
Desenhista	Victor Dresp									Folha: 1	Folhas: 1		
Revisor	G.S. Bobravitch				Material					UENF CCT/LAMAV			
Projetista	A.M. Ramalho												
C. da Setor	G.S. Bobravitch				Aço AISI 4140								
E. da LAMAV	R. Sanches												
D. do CDT	HR. Paes Jr.												

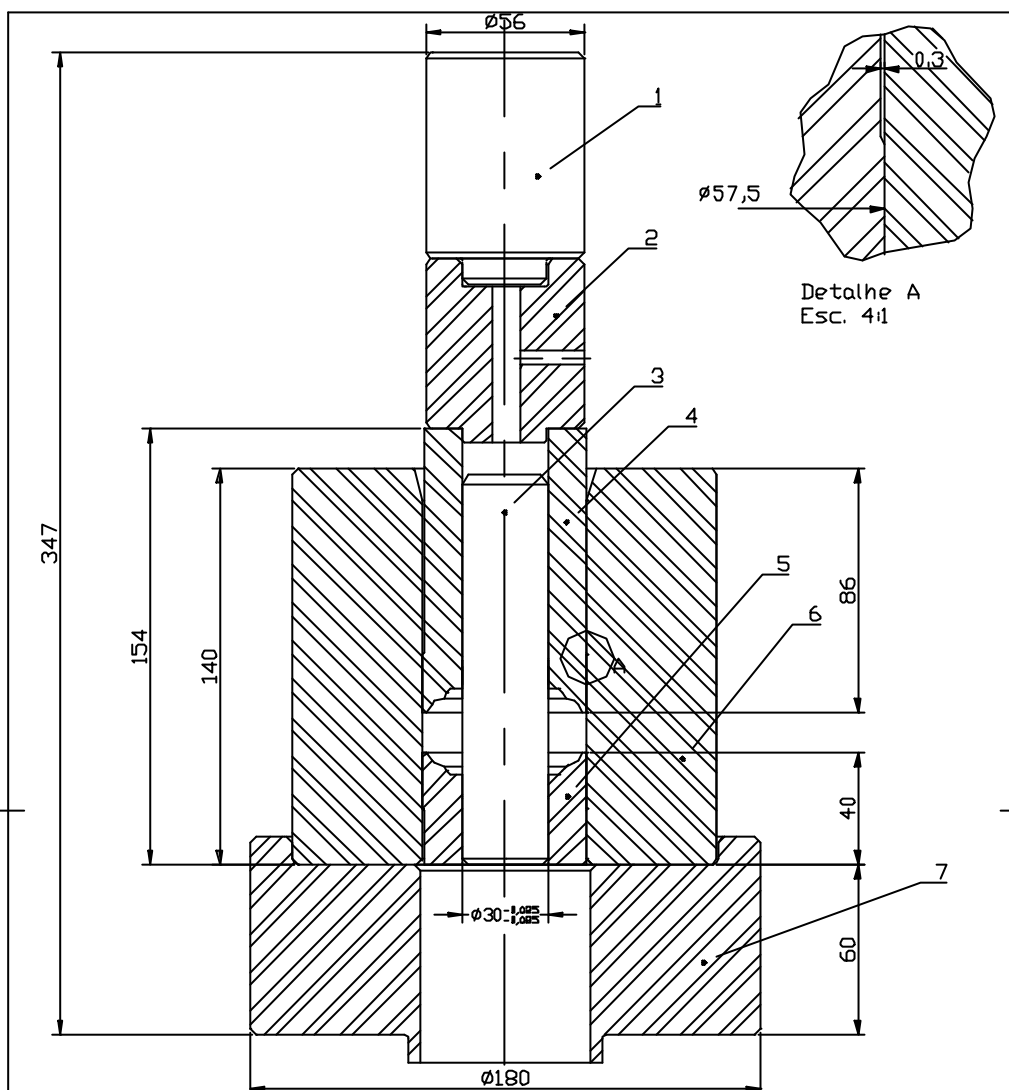
MD630-01-405

2,5



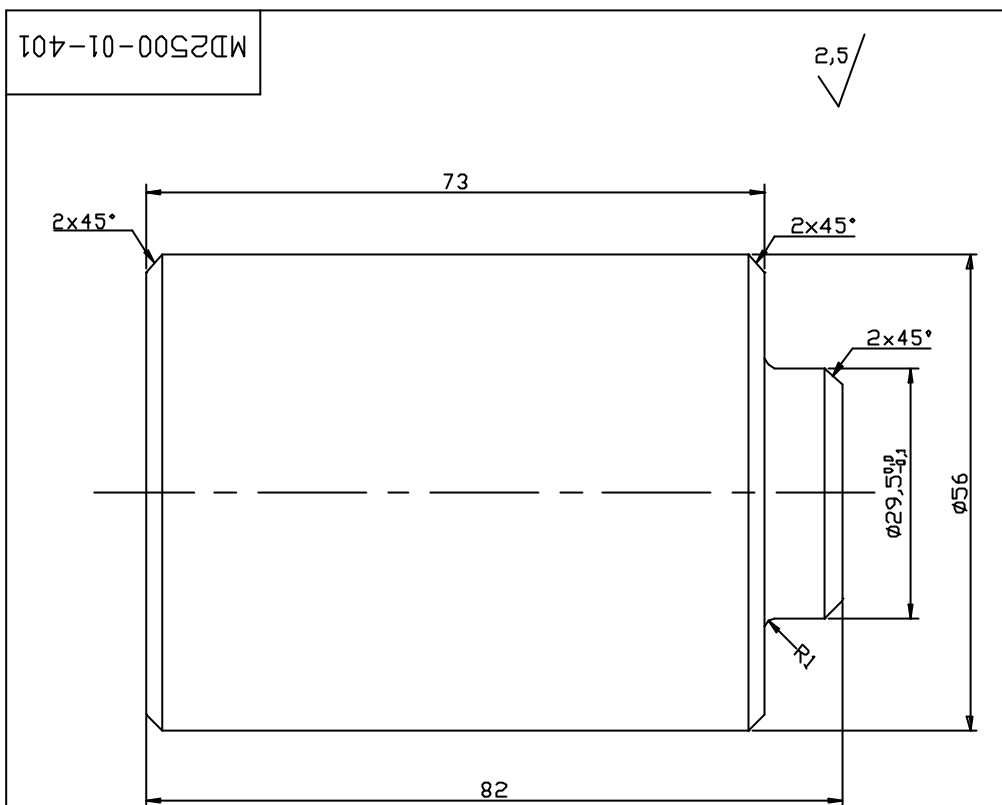
Obs: Dimensões não especificadas devem ser feitas com tolerância de $\pm 0,2$ mm.

					Código	MD630-01-405		
					Título	Série	Peso	Escala
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Cilindro de Apoio	P	0,57Kg	2:1
Desenhista	Victor Crespa					Folha: 1	Folha: 1	
Revisor	G.S.Bobrovitchi					UENF		
Projetista	A.M.Ramalho					CCT/LAMAV		
C do Setor	G.S.Bobrovitchi				Material	Aço AISI 4140		
F do LAMAV	R. Sanches							
D. da CCT	HR.Paes Jr.							



7	MD2500-01-407	Bloco de Apoio	11,3Kg	AISI-1020	1
6	MD2500-01-406	Recipiente de Pressão	16,4Kg	AISI-4140	1
5	MD2500-01-405	Pistão Superior	1,6Kg	AISI-4140	1
4	MD2500-01-404	Pistão Inferior	0,5Kg	AISI-4140	1
3	MD2500-01-403	Pino	0,75Kg	AISI-4140	2
2	MD2500-01-402	Pistão 2	1,1Kg	AISI-1020	1
1	MD2500-01-401	Pistão 1	1,6Kg	AISI-1020	1
N°	Código	Descrição	Peso	Mat.	Qt.

Código					MD2500-01-001CONJ		
Título					Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	P	33,25kg	1:2
Desenhista	Victor Crespo						
Revisor	G.S.Bokravitchil				Folha: 1 / Folhas: 1		
Projetista	A.M.Ranallo				Material		
C. do Setor	G.S.Bokravitchil				AISI 4140		
E. da LAMAV	R. Sanchez				UENF CCT/LAMAV		
D. do DDT	H.R.Paes Jr.						

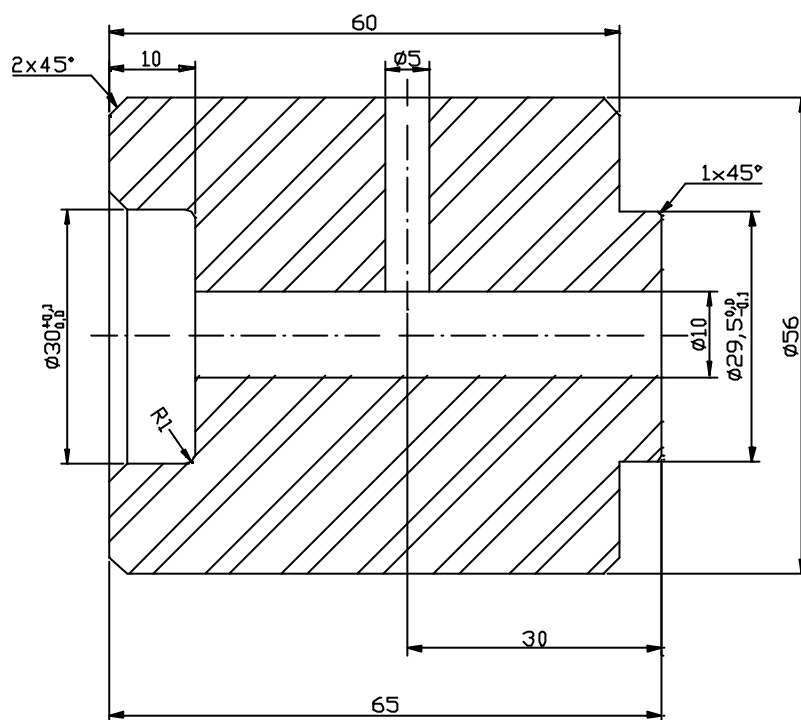


Tolerâncias não indicadas igual a $\pm 0,1\text{mm}$

					Código MD2500-01-401					
					Título Pistão 1			Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data				P		1,6Kg
Desenhista		Victor Crespo			Material Aço 1020			Folha: 1 Folhas: 1		
Revisor		G.S.Bobrovnitshi						UENF CCT/LAMAV		
Projetista		A.M.Ramalho								
C do Setor		G.S.Bobrovnitshi								
E do LAMAV		R. Sanches								
D. do CCT		H.R.Paes Jr.								

MD2500-01-402

2,5/

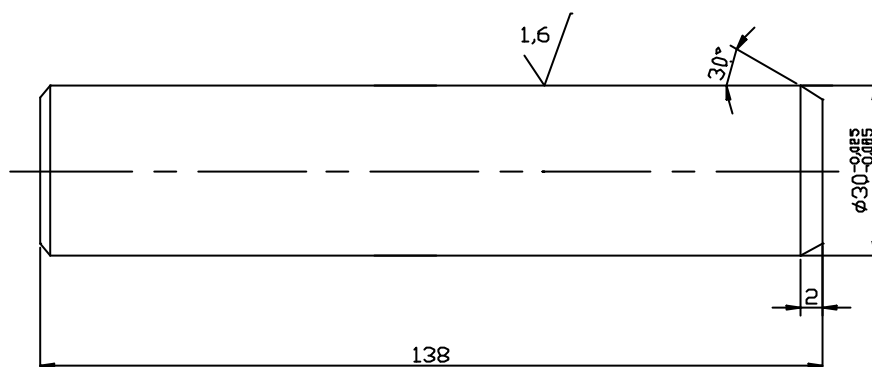


Tolerâncias não indicadas valem ±0,5mm.

					Código	MD2500-01-402		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Pistão 2	P	1,1Kg	1,5:1
Desenhista	Victor Crespo					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S. Bobravitchii					Material		
Projetista	A.M. Ramalho					Aço 1020		
C do Setor	G.S. Bobravitchii				UENF			
E. da LAMAV	R. Sanches				CCT/LAMAV			
D. do CDT	HR. Paes Jr.							

MD2500-01-403

2,5/ $\sqrt{\quad}$ 1,6/ $\sqrt{\quad}$



Tolerâncias não indicadas igual a $\pm 0,05$ mm

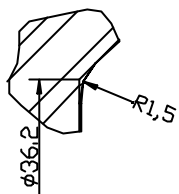
Tratamento térmico 44-48 HRC
Quant.: 2 peças.

					Código	MD2500-01-403		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Pino	P	0,76Kg	1:1
Desenhista	Victor Crespo					Folha: 1	Folha: 1	
Revisor	G.S. Bobrovitchii							
Projetista	A.M. Ramalho							
C do Setor	G.S. Bobrovitchii							
E. da LAMAV	R. Sanches				Material	Aço 4140		
D. do CDT	HR. Paes Jr.					UENF CCT/LAMAV		

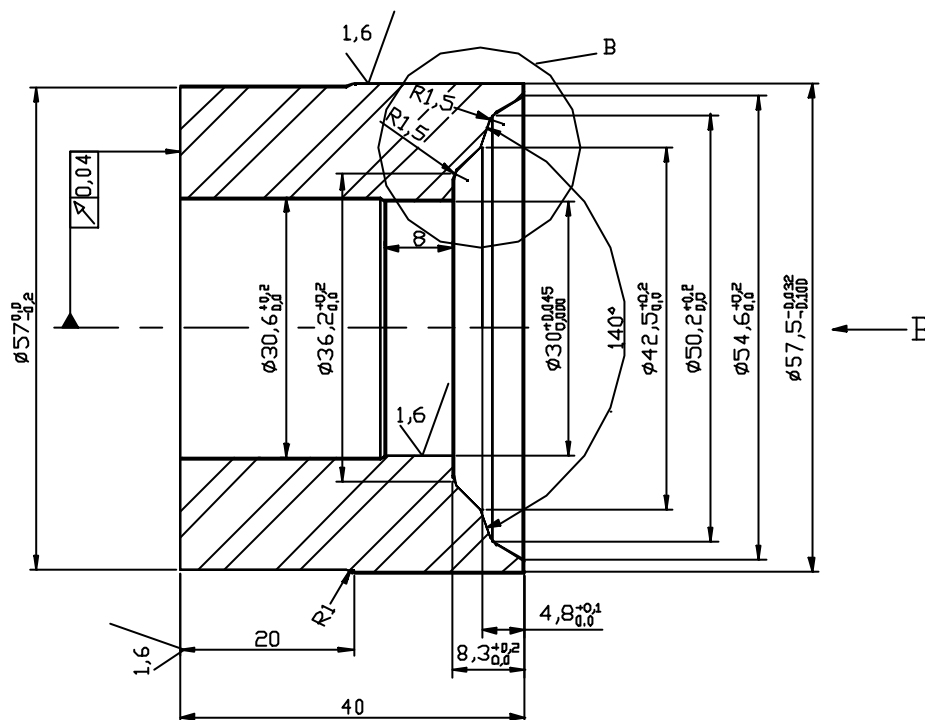
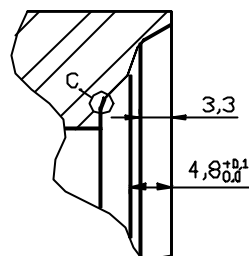
MD2500-01-404

2,5/

Detalhe C



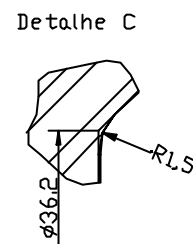
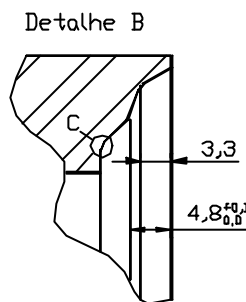
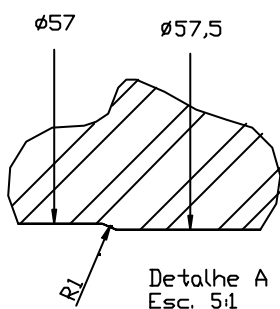
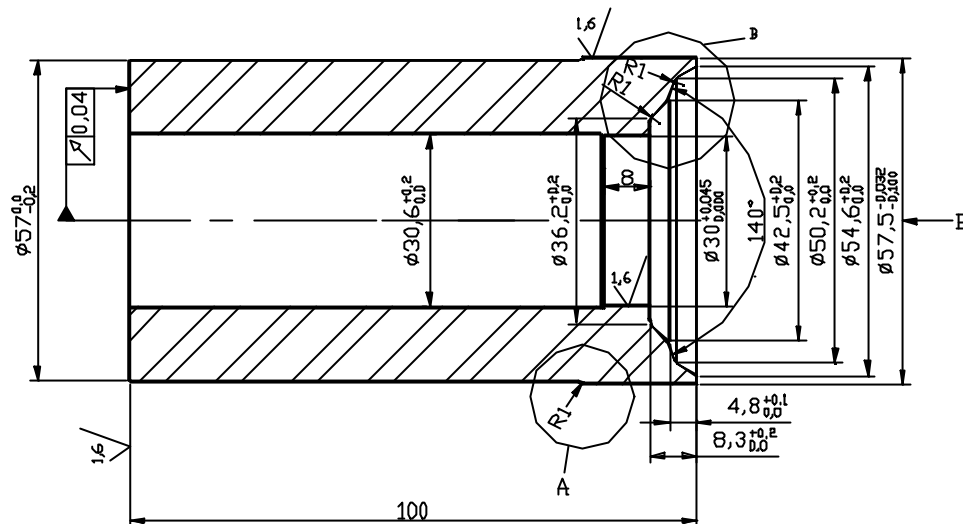
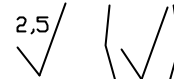
Detalhe B



1. Tratamento térmico 44-48 HRC;
2. Tolerâncias não indicadas valem ±0,1mm
3. Acabamento da Superfície "B" deve ser alisado com lixa fina.

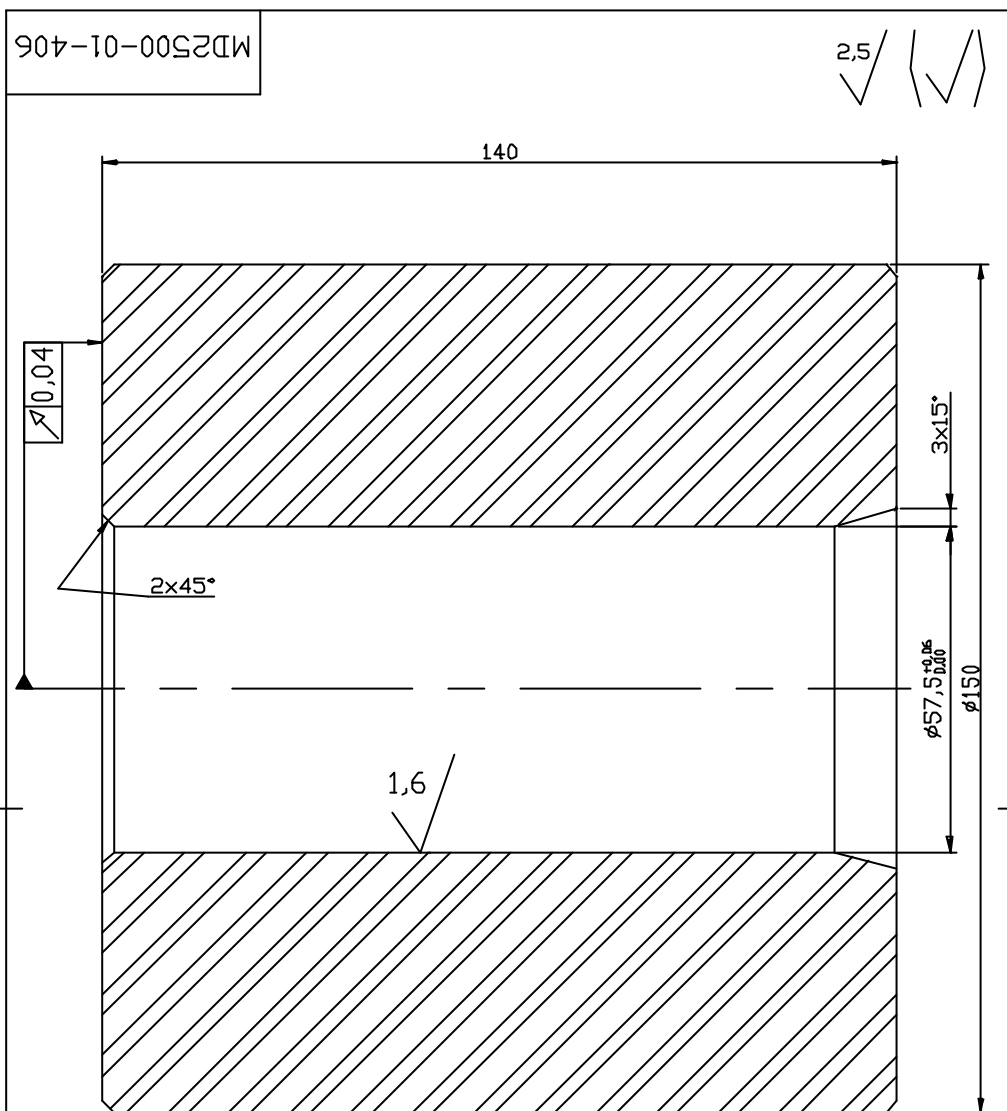
					Código				MD2500-01-404					
					Título				Série		Peso		Esc.	
Rev.	Falha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Pistão Inferior				P		0,5Kg	1,5:1		
Desenhista	Victor Crespo								Folha: 1	Folha: 1				
Revisor	G.S. Bobravitchif													
Projetista	A.M. Ramalho													
C da Setor	G.S. Bobravitchif													
Edo LAMAV	R. Sanches				Material				AISÍ 4140					
D. do CDT	HR. Paes Jr.								UENF CCT/LAMAV					

MD2500-01-405



1. Tratamento térmico 44-48 HRC;
2. Tolerâncias não indicadas valem $\pm 0,1$ mm.
3. Acabamento da superfície "B" deve ser alisado com lixa fina.

					Código	MD2500-01-405		
					Título	Pistão Superior		
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Série	Peso	Esc.	
Desenhista	Victor Crespo				P	1,6Kg	1:1	
Revisor	G.S. Bobravitchii				Folha: 1 / Folhas: 1			
Projetista	A.M. Ramalho				Material			
C da Setor	G.S. Bobravitchii				AISÍ 4140			
E. da LAMAV	R. Sanches				UENF CCT/LAMAV			
D. do CDT	HR. Paes Jr.							

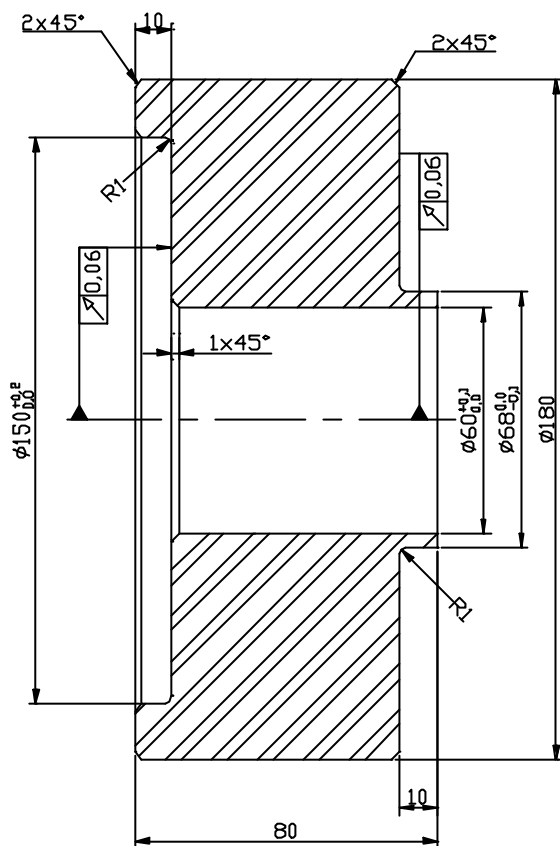


Tratamento térmico 44-48 RC.
Tolerâncias não indicadas valem $\pm 0,1\text{mm}$.

					Código	MD2500-01-406		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Recipiente de Pressão	P	16,4Kg	1:0,75
Desenhista	Victor Crespo					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S. Bobravnitshii					UENF CCT/LAMAV		
Projetista	A.M. Ramalho					Material		
C. do Setor	G.S. Bobravnitshii					AISÍ 4140		
E. da LAMAV	R. Sanches							
D. do CDT	HR. Paes Jr.							

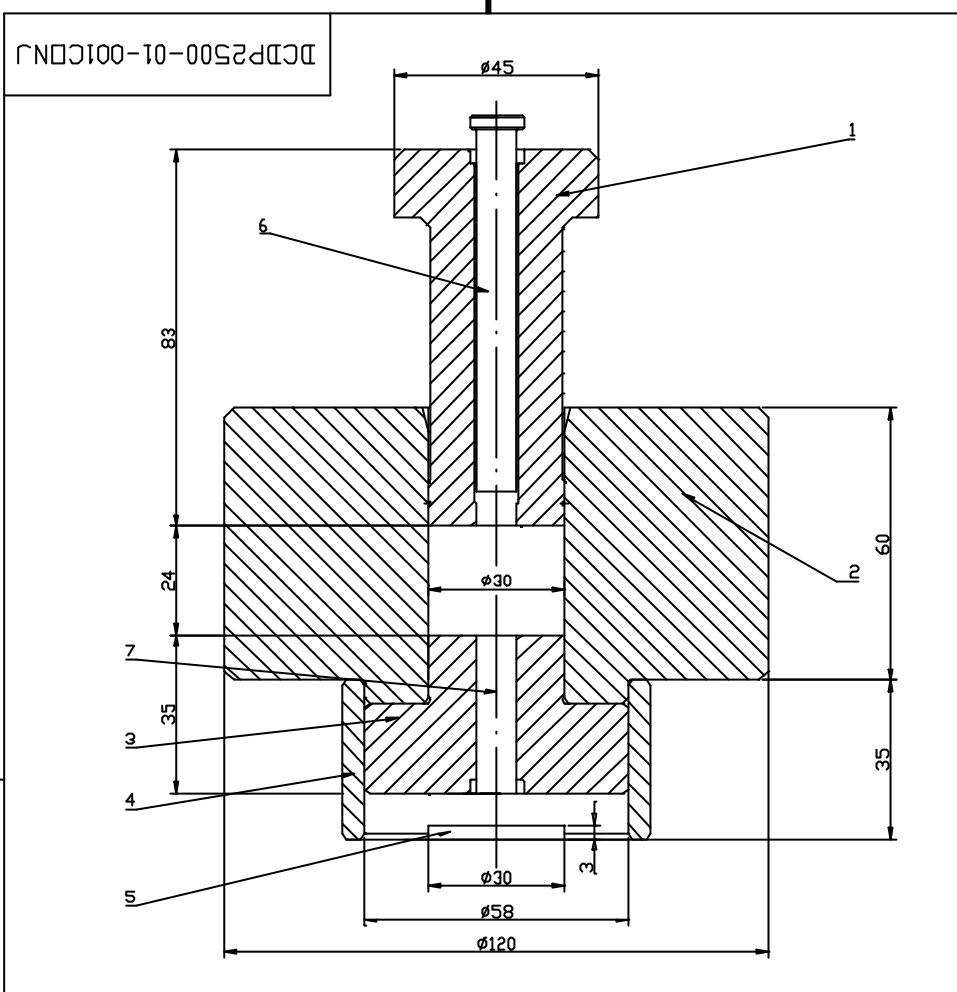
MD2500-01-407

2,5/



Tolerâncias não indicadas valem $\pm 0,5$ mm.

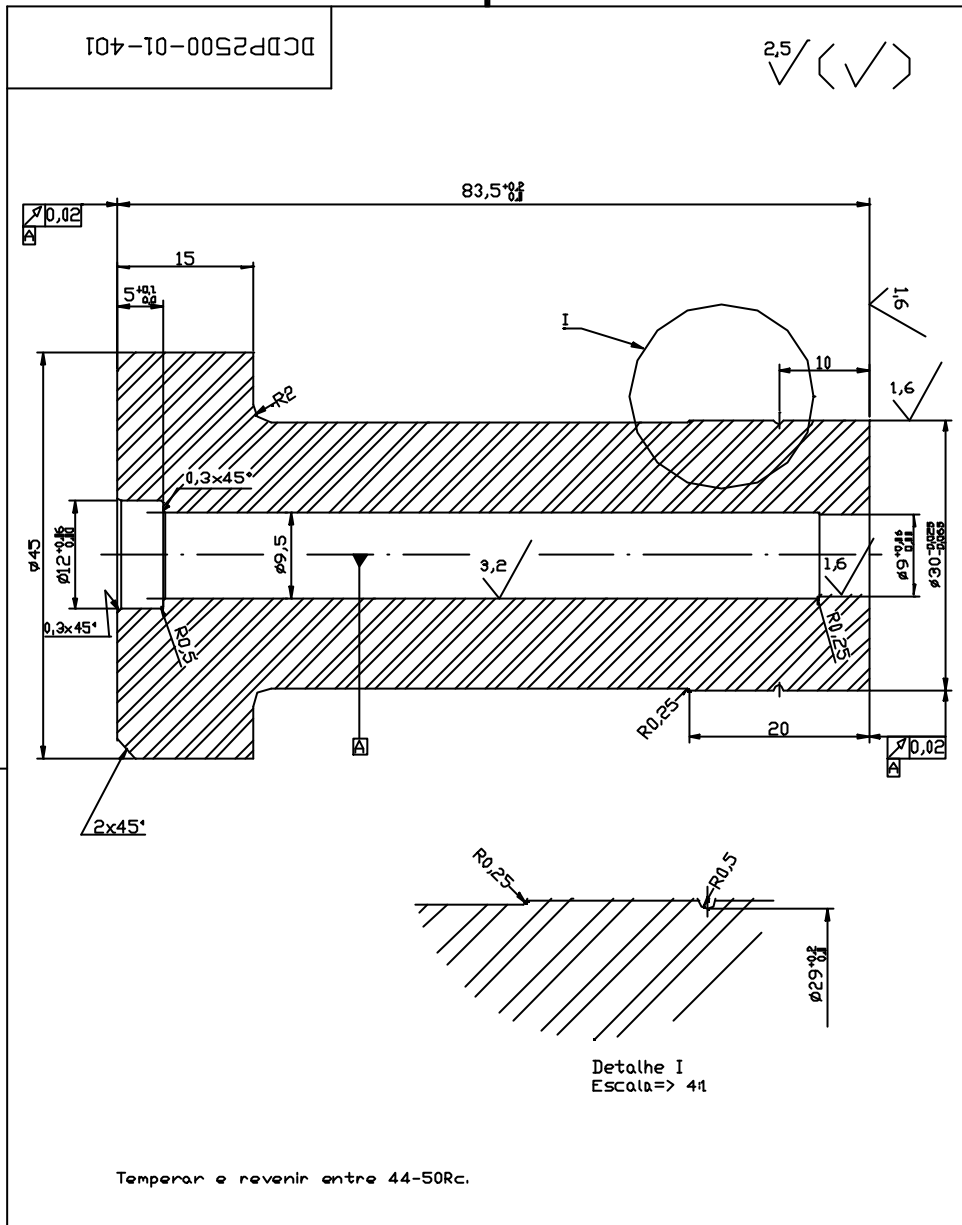
					Código	MD2500-01-407		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Falha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Bloco de Apoio	P	11,3Kg	1:1,5
Desenhista		Victor Crespo						
Revisor		G.S.Bobravitchii						
Projetista		A.M.Ramalho				Folha: 1	Folhas: 1	
C do Setor		G.S.Bobravitchii			Material	Aço 1020		
E do LAMAV		R. Sanches				UENF CCT/LAMAV		
D do CDT		HR.Paes Jr.						



7	DCDP2500-01-407	Contra-Pino	Aço AISI 4140	0,02Kg	1
6	DCDP2500-01-406	Pino	Aço AISI 4140	0,04Kg	1
5	DCDP2500-01-405	Pastilha	Aço AISI 1020	0,02Kg	1
4	DCDP2500-01-404	Base	Aço AISI 1020	0,24Kg	1
3	DCDP2500-01-403	Pistão Inferior	Aço AISI 4140	0,40Kg	1
2	DCDP2500-01-402	Recipiente	Aço AISI 4140	5,0Kg	1
1	DCDP2500-01-401	Pistão	Aço AISI 4140	0,51Kg	1

N	CÓDIGO	DESCRIÇÃO	MATERIAL	PESO	QUANT.
---	--------	-----------	----------	------	--------

						Código DCDP2500-01-001CONJ				
						Título Dispositivo de compactação dos discos de proteção.		Série P	Peso 6,23Kg	Esc. 1:1
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data		Folha: 1		Folhas: 1		
Desenhista	Victor Crespo									
Revisor	G.S. Bakorovitchi									
Projetista	A.M. Ramalho									
C. do Setor	G.S. Bakorovitchi									
C. da LAMAV	Ruben Sanches									
D. do CCT	H.R. Faes Jr.									
						Material UNF CCT/LAMAV				

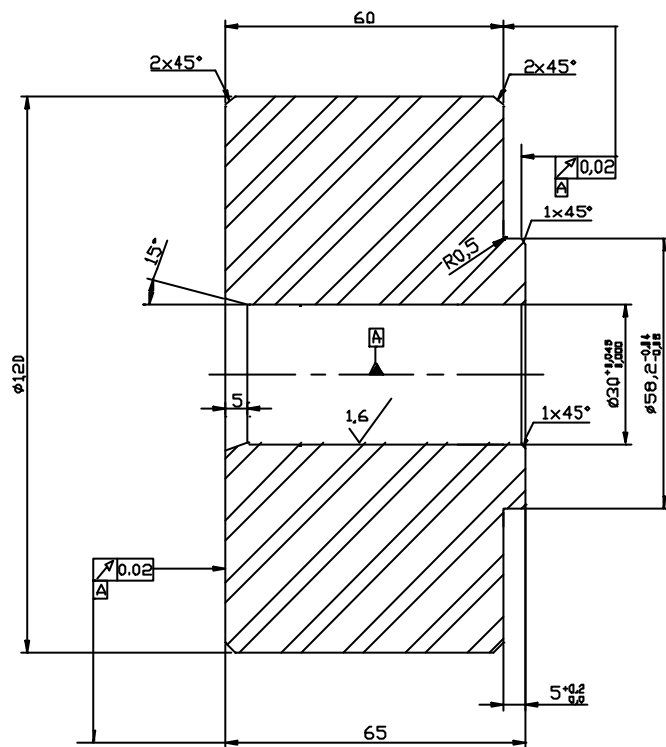


Temperar e revenir entre 44-50Rc.

					Código DCDP2500-01-401					
					Título PISTÃO			Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data				P	0,51kg	2:1
					Material AISI-4140			Folha: 1	Folhas: 1	
								UENF CCT/LAMAV		
Desenhista	Victor Drespo									
Revisor	G.S.Babrovitchii									
Projetista	A.M.Ranalho									
C. do Setor	G.S.Babrovitchii									
C. do LAMAV	Ruben Sanchiês									
D. do CCT	H.R.Paes Jr.									

DCDP2500-01-402

2,5 / (✓✓)

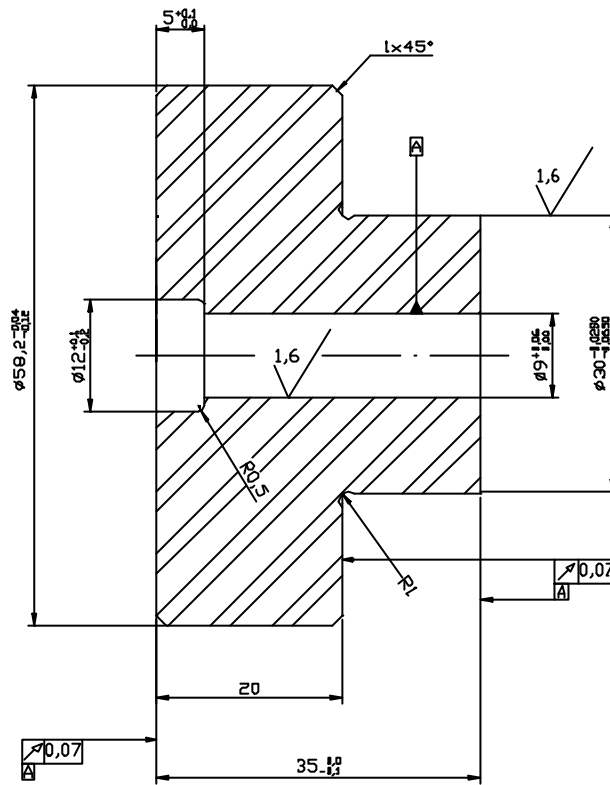


Temperar e revenir entre 44-40Rc.

					Código	DCDP2500-01-402		
					Título	Recipiente		
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Série	Peso	Esc.	
Desenhista	Victor Crespo				P	5,0Kg	1:1	
Revisor	G.S.Bocharovitchil				Folha:1 Folhas: 1			
Projetista	A.M.Ranalho							
C. do Setor	G.S.Bocharovitchil				Material			
Colo LAMAV	Ruben Sanches				AIS1-4140			
Il. do CCT	H.R.Paes Jr.				UENF CCT/LAMAV			

DCDP2500-01-403

2,5 (✓) (✓)

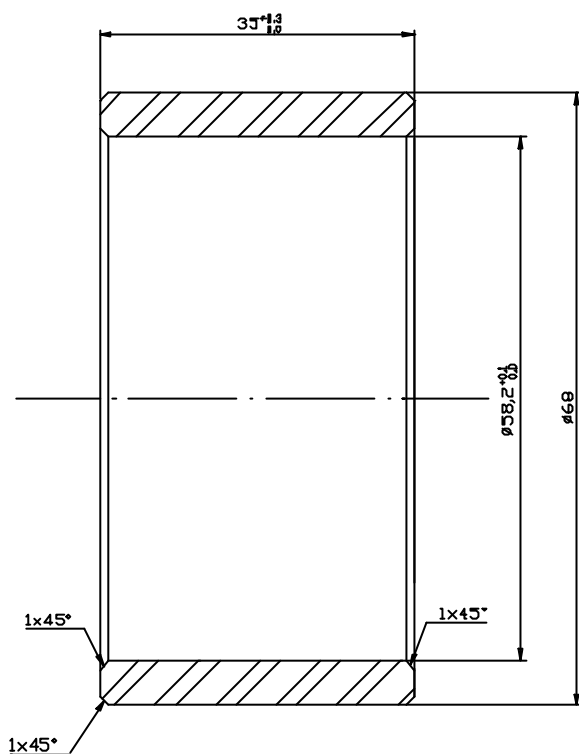


Temperar e revenir entre 44-40 Rc.

					Código					
					DCDP2500-01-403					
					Título			Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	PISTÃO INFERIOR			P	0,40Kg	2:1
Desenhista	Victor Crispo							Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S.Babrovitchi				Material			UENF CCT/LAMAV		
Projeteiro	A.M.Ramalho				AISI-4140					
C. do Setor	G.S.Babrovitchi									
Edo LAMAV	Ruben Sanchez									
D. do CCT	H.R.Paes Jr.									

DCDP2500-01-404

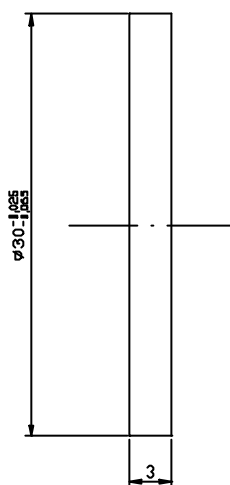
2,5



					Código	DCDP2500-01-404		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	BASE	P	0,24Kg	2:1
Desenhista		Victor Crespo				Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor		G.S.Bakarovich						
Projetista		AM.Ramalho						
C. do Setor		G.S.Bakarovich						
Edo LAMAV		Ruben Sanchez			Material	UNF CCT/LAMAV		
D. da CCT		H.R.Paes Jr.				AISI-1020		

DCDP2500-01-405

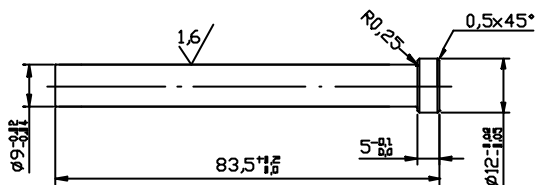
2,5/



					Config	DCDP2500-01-405		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Pastilha	P	0,02Kg	3:1
Desenhista	Victor Crempo					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S.Bokravitchii							
Projetista	A.M.Ranalho							
C do Setor	G.S.Bokravitchii				Material	UENF CCT/LAMAV		
C do LAMAV	Ruben Sanchés				AISI-1020			
D. do CCT	H.R.Paes Jr.							

DCDP2500-01-406

2,5 (✓)

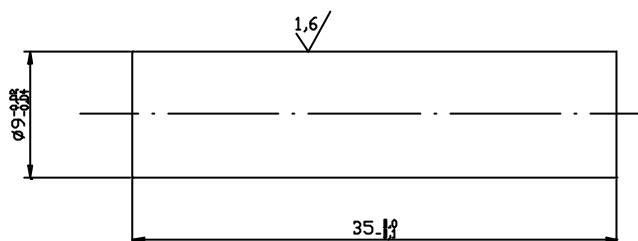


Temperar e revenir entre 44-40Rc.

					Código	DCDP2500-01-406		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev. Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data		Pino	P	0,04Kg	1:1
Desenhista	Victor Crespo							
Revisor	G.S. Bobrovitchi							
Projetista	A.N. Ramalho					Folha: 1	Folhas: 1	
C. do Setor	G.S. Bobrovitchi				Material	UNF		
E do LAMAV	Ruben Sanchez				AISI-4140	CCT/LAMAV		
D do CCT	H.R. Pres Jr.							

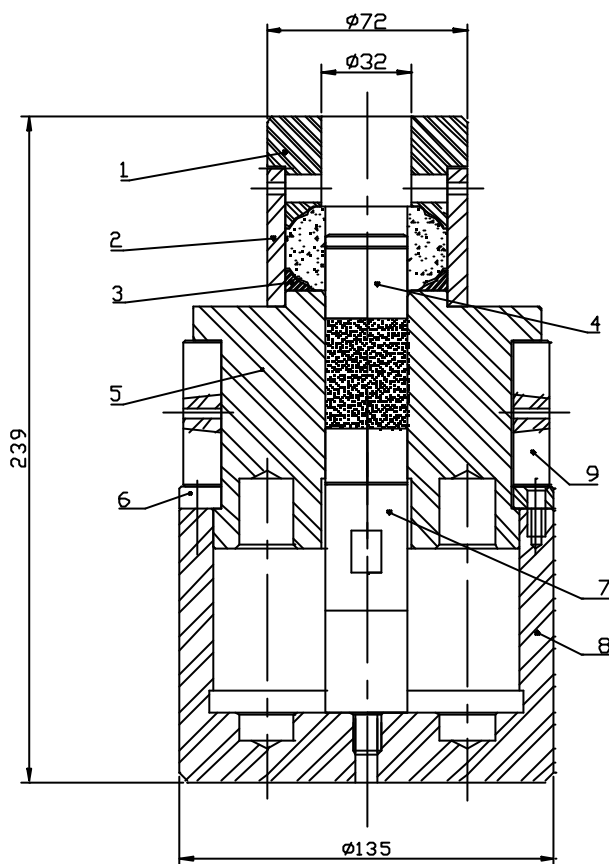
DCDP2500-01-407

2,5 / (✓) (✓)

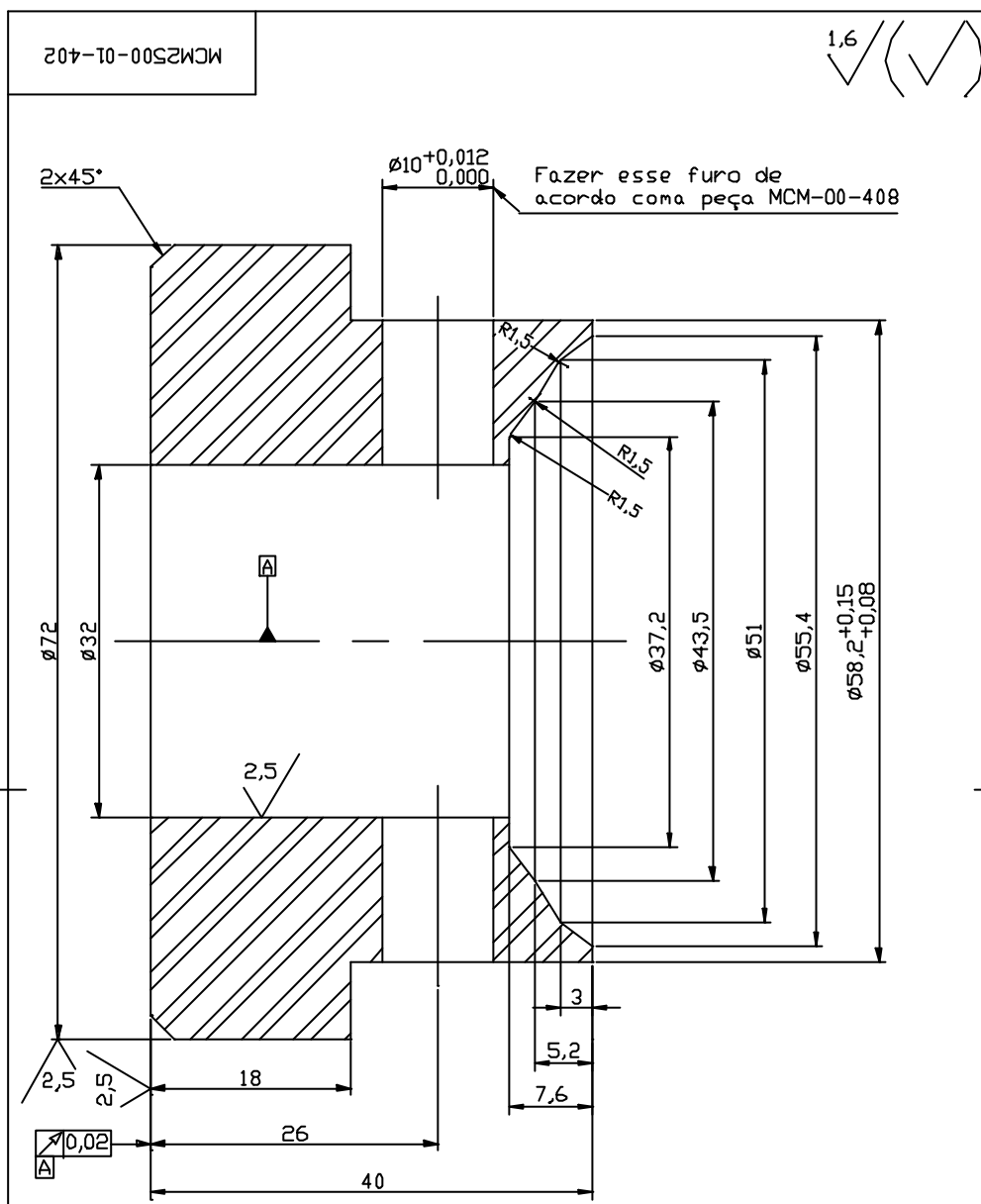


Temperar e revenir entre 44-40Rc.

					Código			DCDP2500-01-407		
					Título			Série	Peso	Esc.
Rev. Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data		Contra-Pino			P	0,02Kg	3:1
Desenhista	Victor Crespo							Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	G.S. Bobrovntchii									
Projetista	A.M. Ramalho									
C. do Setor	G.S. Bobrovntchii				Material			UENF		
C. do LAMAV	Ruben Sanchez				AISI-4140			CCT/LAMAV		
Il. do CCT	H.R. Paes Jr.									

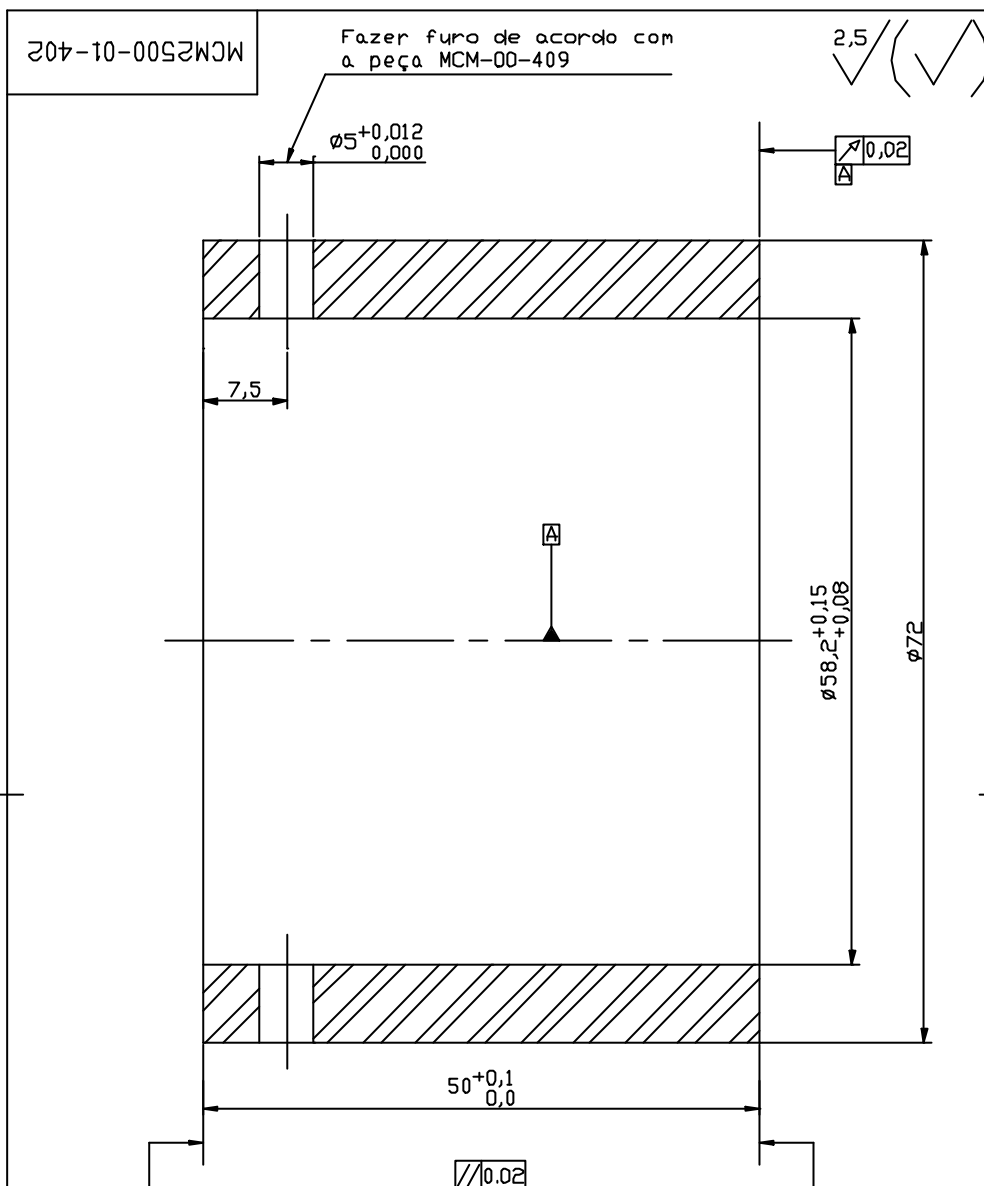


9	MCM2500-01-409	Semi-Bucha		AISI-1020	2
8	MCM2500-01-408	Corpo		AISI-4140	1
7	MCM2500-01-407	Pistão Inferior		AISI-1020	1
6	MCM2500-01-406	Semi-Anel		AISI-1020	2
5	MCM2500-01-405	Cilindro		AISI-4140	1
4	MCM2500-01-404	Pistão Superior		AISI-4140	1
3	MCM2500-01-403	Anel		AISI-1020	1
2	MCM2500-01-402	Bucha		AISI-4140	1
1	MCM2500-01-401	Fixador		AISI-4140	1
N°	Código	Descrição	Peso	Mat.	Qt.
		Código MCM2500-01-001CONJ			
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Título
Desenhista	Victor Crespo				Molde para Compactação da Mistura Reativa para as cápsulas da prensa de 2500 Ton.
Revisor	E.S. Boliravitchi				Série
Projetista	A.M. Raulho				Peso
C. do Setor	E.S. Boliravitchi				Esc.
C. do LAMAV	R. Sanchez				1:2
D. do CCT	H.R. Paes Jr.				Folha: 1 Folhas: 1
					Materiais
					AISI 4140
					UENF CCT/LAMAV



OBS:
1-Demais dimensões não especificadas usar tolerância de $\pm 0,1\text{mm}$.

					Código					
					MCM2500-01-401					
					Título			Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Fixador			P	0,9Kg	2:1
Desenhista	Carlan R. R.							Folha: 1 Folhas: 1		
Revisor	A.M.Ramalho									
Projetista	G.S.Bokrovitchii									
C. do Setor	G.S.Bokrovitchii				Material			UENF		
C. do LAMAV	R. Sanchez				AISI-4140			CCT/LAMAV		
D. do CCT	H.R.Paes Jr.									

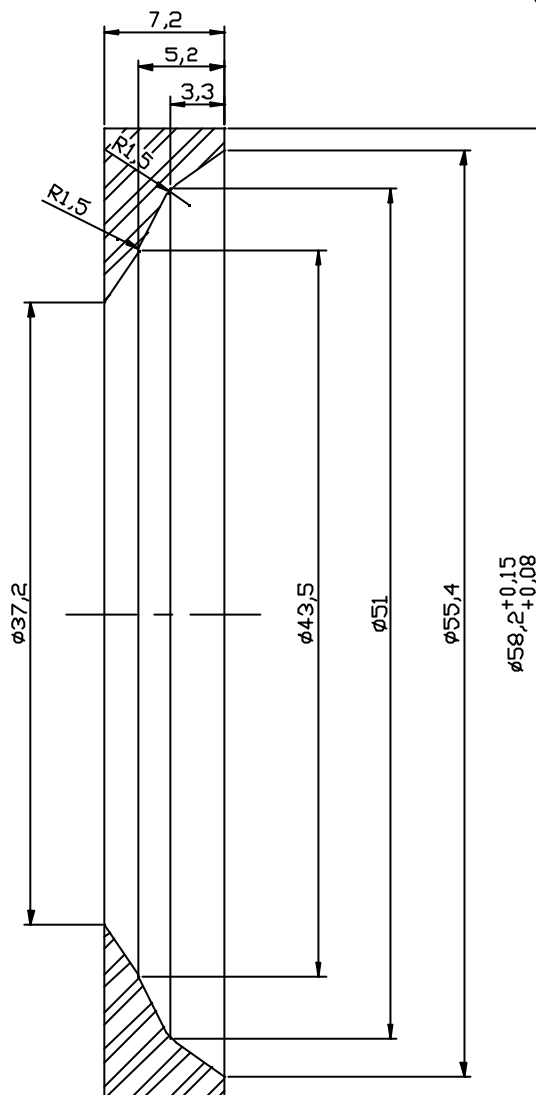


OBS:
1-Demais dimensões não indicadas usar tolerância de $\pm 0,05\text{mm}$.

					Código	MCM2500-01-402		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data		P	0,55Kg	2:1
Desenhista	Carlan R. R.				Material	Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	A.M.Ramalho					AISÍ-4140	UENF	
Projetista	G.S.Babrovitchil				CCT/LAMAV			
C. do Setor	G.S.Babrovitchil							
C. da LAMAV	R Sanchez							
D. do CCT	H.R.Paes Jr.							

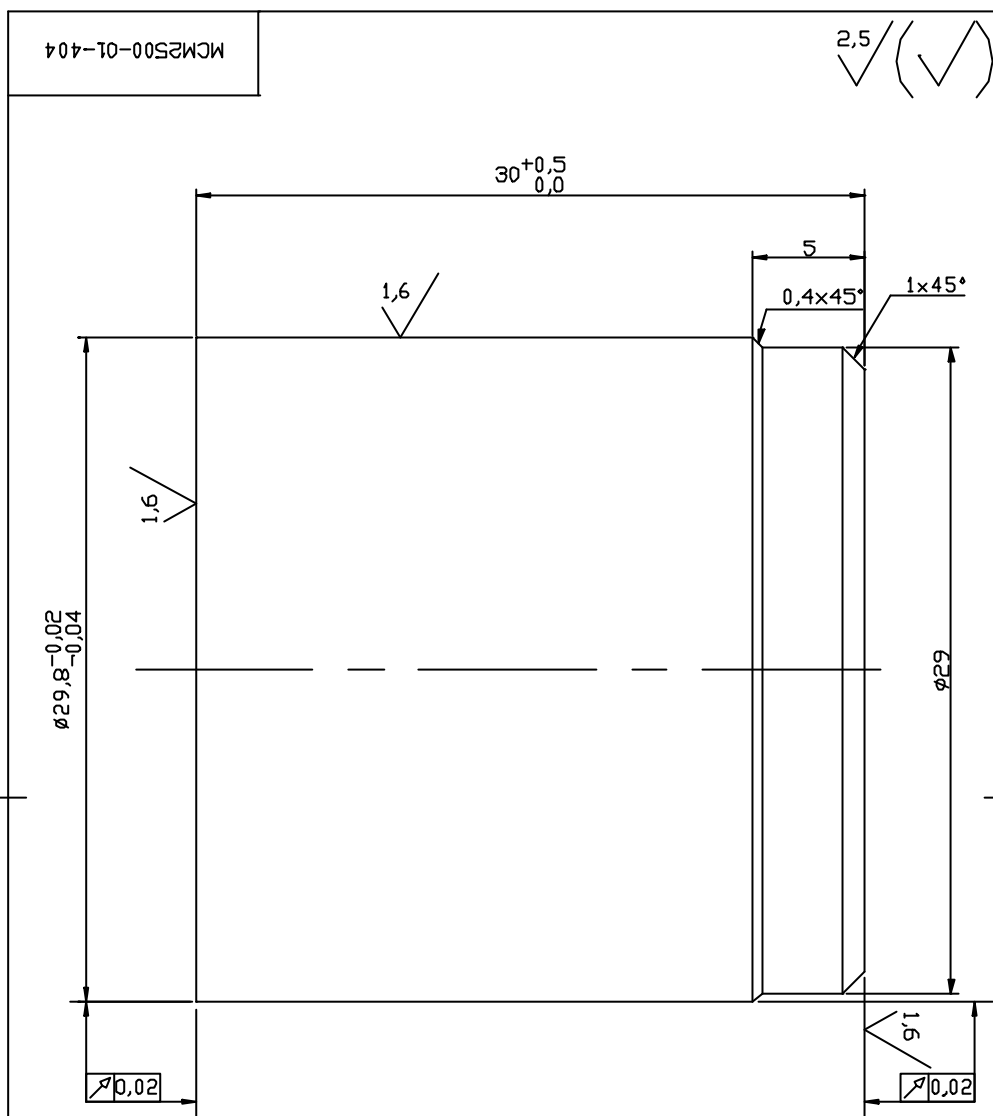
MCM2500-01-403

1,6 (✓)



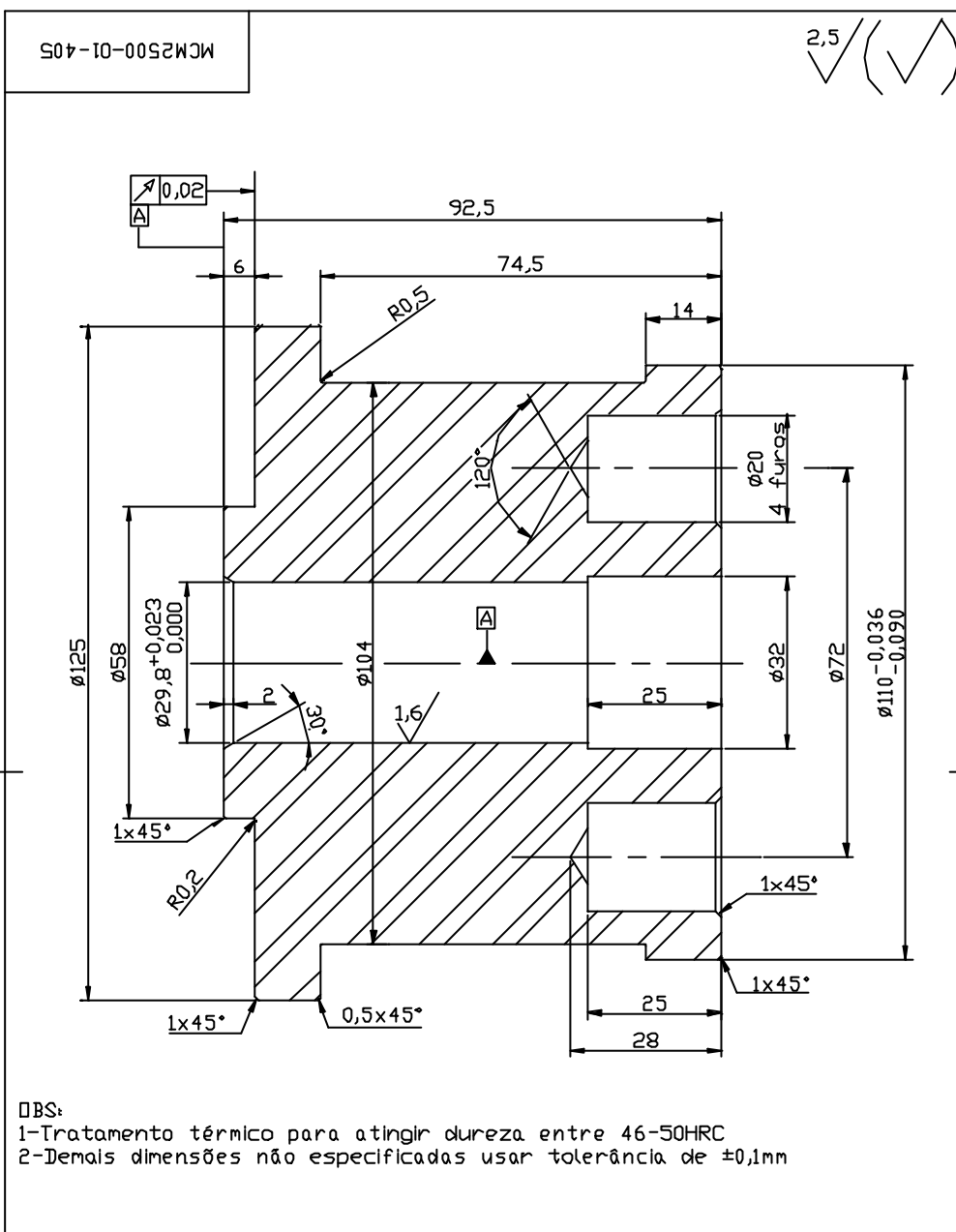
DBS: Demais dimensões não especificadas usar tolerância de $\pm 0,1\text{mm}$

					Dólgar	MCM2500-01-403		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Anel	P	0,03Kg	3:1
Desenhista		Carlan R. R.				Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor		AM.Ramalho						
Projetista		G.S.Bobravitchi						
C. do Setor		G.S.Bobravitchi						
C. do LAMAV		R Sanchez			Materia:	UENF CCT/LAMAV		
D. do CCT		H.R.Paes Jr.				AISÍ-1020		



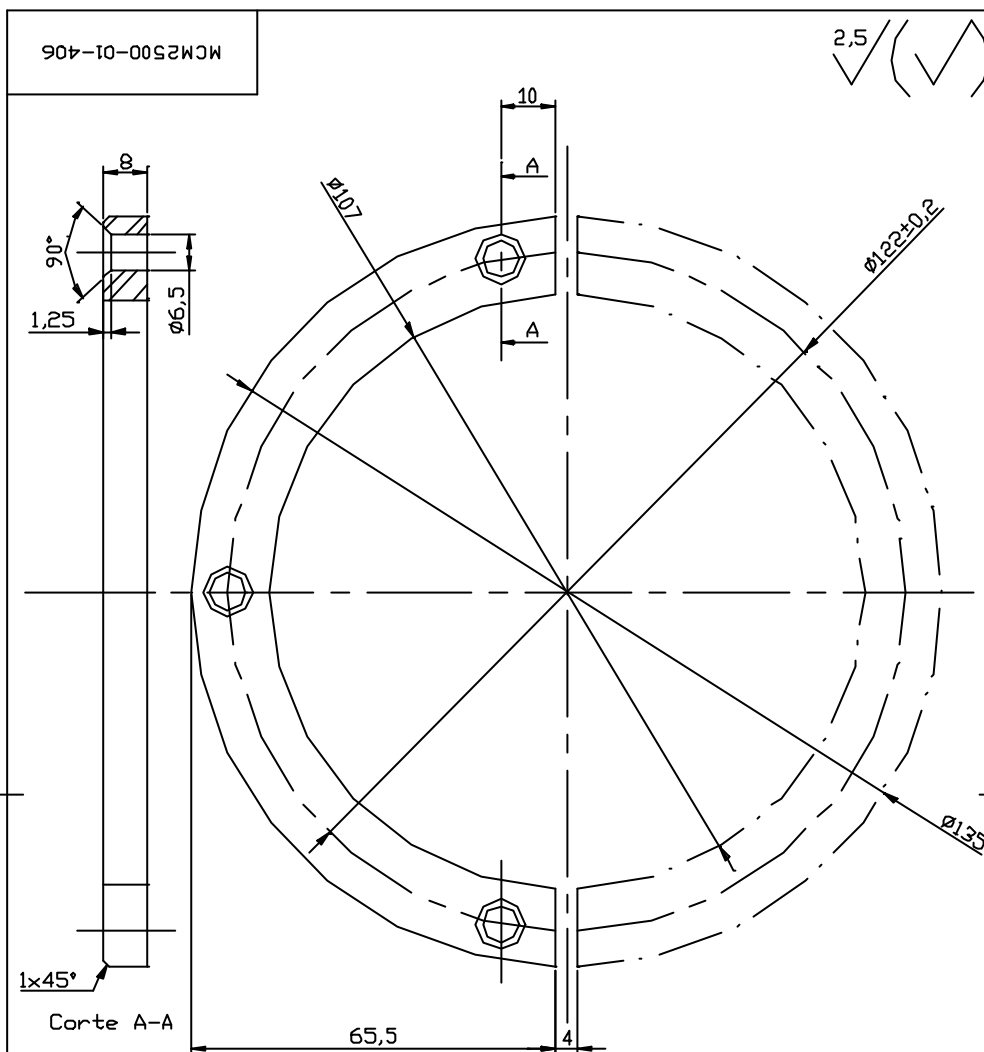
OBS:
 1-Tratamento térmico para atingir dureza entre 52-56HRc
 2-Demais dimensões não especificadas usar tolerância de ±0.1mm

					Design	MCM2500-01-404		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data		P	0,16Kg	4:1
Desenhista					Pistão Superior			
Revisor					Folha:1 Folhas:1			
Projeta					Material	UENF CCT/LAMAV		
C. do Setor						AISÍ-4140		
C. do LAMAV								
D. do CCT								



OBS:
 1-Tratamento térmico para atingir dureza entre 46-50HRC
 2-Demais dimensões não especificadas usar tolerância de ±0,1mm

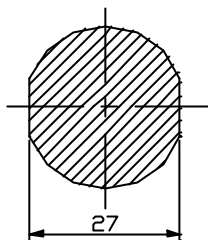
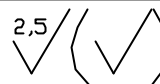
					Código	MCM2500-01-405		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Cilindro	P	7,6Kg	1:1
Desenhista		Carlson R. R.				Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor		A.M.Ranallo						
Projetista		G.S.Botravirtchi						
C. do Setor		G.S.Botravirtchi						
Cdo LAMAV		R. Sanchez						
D do CCT		H.R.Paes Jr.			Materia	AISII-4140		
						UENF CCT/LAMAV		



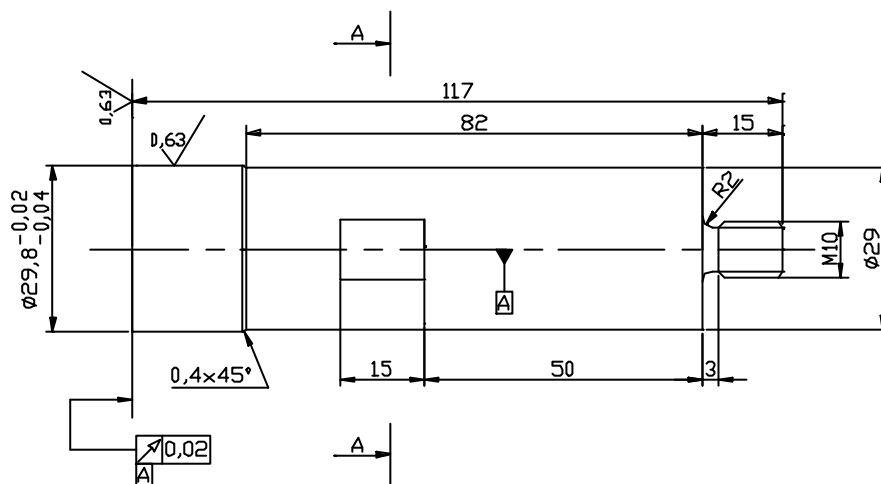
Obs: Demais dimensões não especificadas usar tolerância de ±0,1mm

					Código	MCM2500-01-406		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data		P	0,2Kg	1:1
					Material	Folha: 1 Folhas: 1		
Desenhista	Carlan R. R.					AIISI-1020		
Revisor	AM.Ramalho							
Projetista	G.S.Babrovitchil							
C. do Setor	G.S.Babrovitchil							
Cola LAMAV	R Sanchez				UENF CCT/LAMAV			
D. do CCT	H.R.Paes Jr.							

MCM2500-01-407



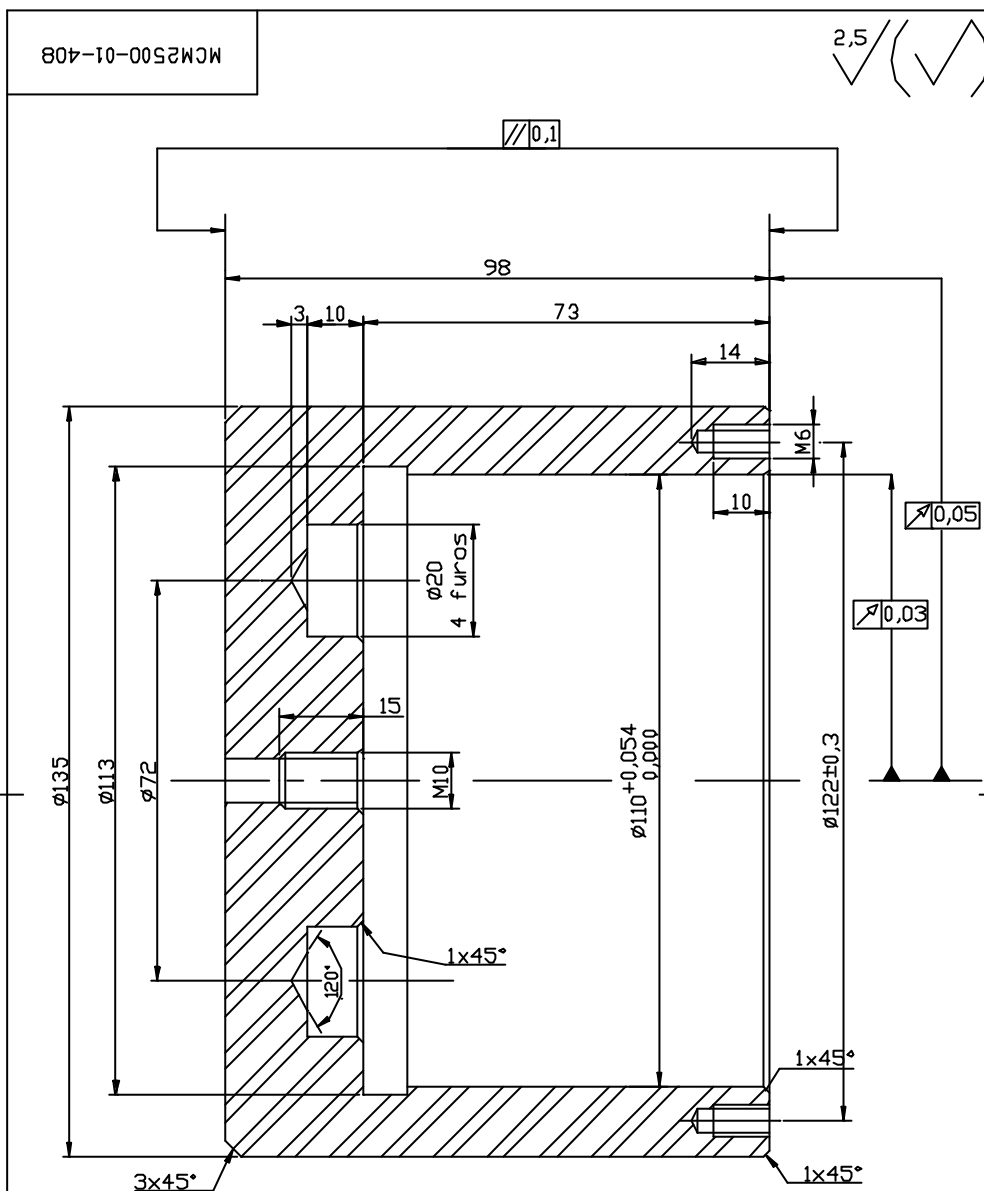
Corte A-A



OBS:

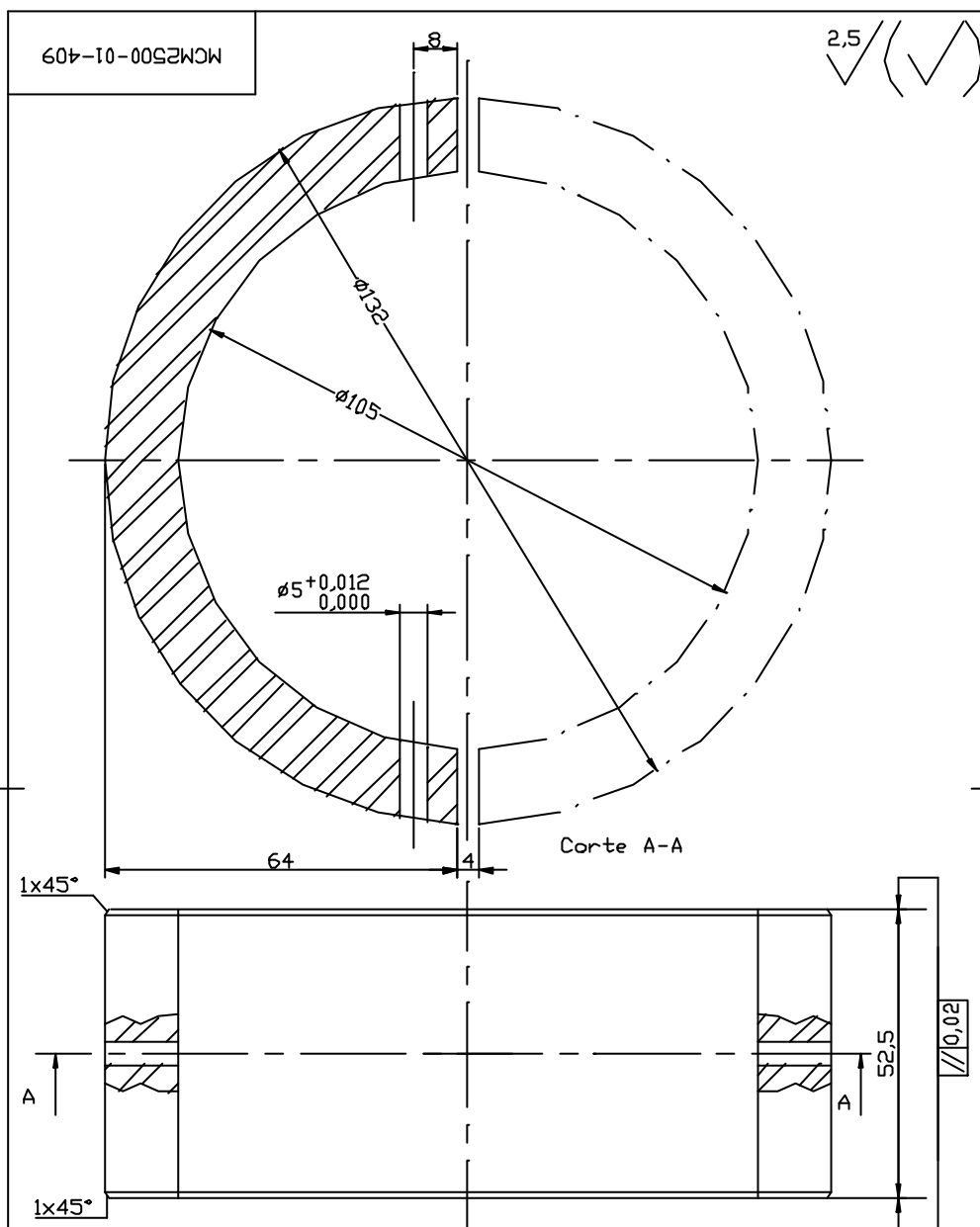
- 1-Tratamento térmico para atingir dureza entre 52-56HRC
- 2-Dimensões nÃO especificadas usar tolerância $\pm 0,1\text{mm}$

					Código:	MCM2500-01-407		
					Título:	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data	Pistão Inferior	P	0,62Kg	1:1
Desenhista		Carlan R. R.				Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor		A.M.Ramalho			Material:	UNF CCT/LAMAV		
Projatista		G.S.Bobrovitchii			AIS1-4140			
C. da Setor		G.S.Bobrovitchii						
Cdo LAMAV		R. Sanchez						
D. do CCT		H.R.Paes Jr.						



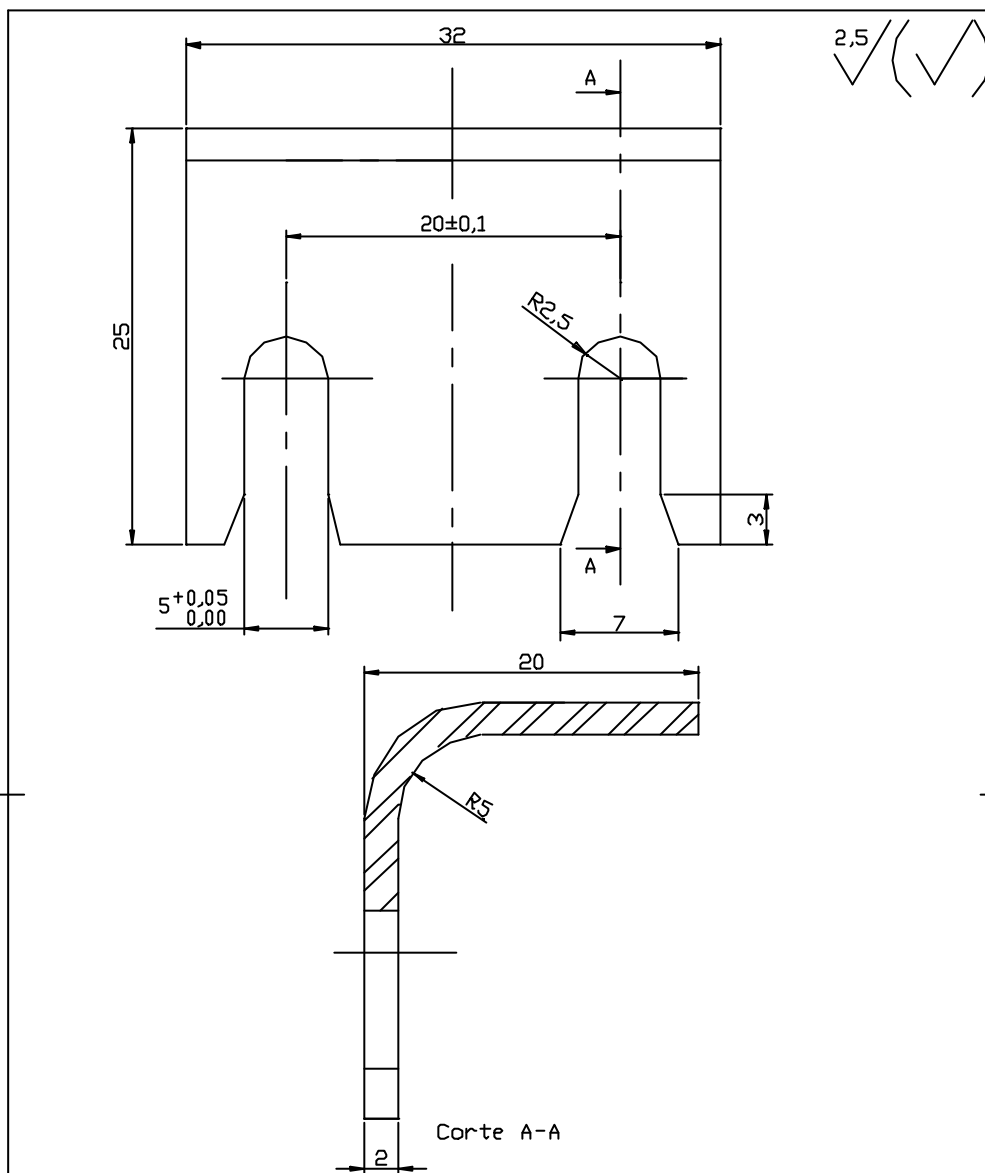
OBS:
 1-Tratamento térmico para atingir dureza entre 40-44HRC
 2-Demais dimensões não especificadas usar tolerância de 0,05mm

					Dóigor	MCM-2500-01-408		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Corpo	P	3Kg	1:1
Desenhista	Carlan R. R.					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	AM.Ramalho							
Projetista	G.S.Bobravitchil							
C. do Setor	G.S.Bobravitchil							
C. do LAMAV	R Sanchez							
D. do CCT	H.R.Paes Jr.				Material:	AIISI-4140		
					UENF CCT/LAMAV			



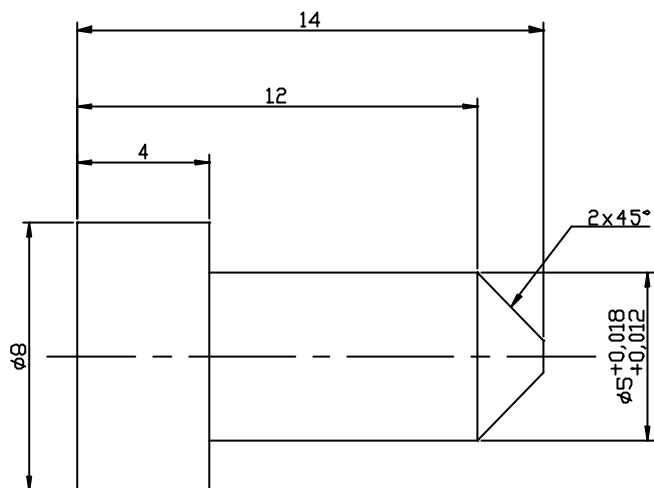
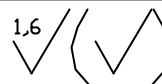
Obs: Demais dimensões não especificadas usar tolerância de $\pm 0,1\text{mm}$.

					Código	MCM2500-01-409		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Semi-Bucha	P	1,1Kg	1:1
Desenhista	Carlan R. R.					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	A.M.Ramalho							
Projetista	G.S.Bokrovitchii							
					Material	UENF CCT/LAMAV		
C. do Setor	G.S.Bokrovitchii				AISI-1020			
Colo LAMAV	R. Sanchez							
D. da CCT	HR.Paes Jr.							



Obs: Demais dimensões não especificadas usar tolerância de ±0,1mm

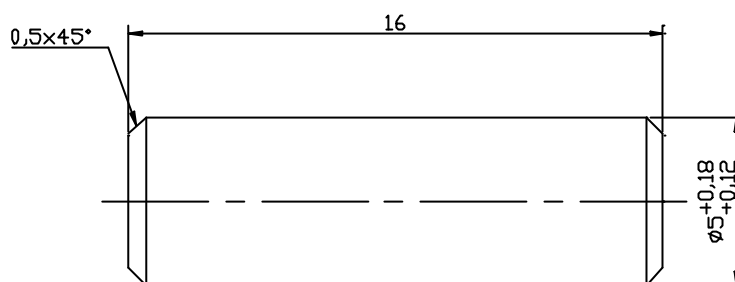
					Código	MCM2500-01-410		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Fechadura	P		3:1
Desenhista	Carlan R. R.					Folha: 1	Folhas: 1	
Revisor	A.M.Ramalho							
Projetista	G.S.Babrovitchil							
C. do Setor	G.S.Babrovitchil							
Cda LAMAV	R Sanchez				Materia:	UENF CCT/LAMAV		
D. do CCT	H.R.Paes Jr.					AISI-1020		



OBS:
1-Demais dimensões não especificadas usar tolerância de $\pm 0,1\text{mm}$.

					Código	MCM2500-01-411		
					Título	Série	Peso	Esc.
Rev.	Folha	N° do Doc.	Rubrica	Data	Pino-1	P	0,003Kg	6:1
Desenhista	Carlan R. R.					Folha:1	Folhas: 1	
Revisor	A.M.Ramalho							
Projetista	G.S.Bobrovitchii							
C. do Setor	G.S.Bobrovitchii							
C. do LAMAV	R. Sanchez				Material	UENF CCT/LAMAV		
D. do CCT	H.R.Paes Jr.					AISI-4140		

1,6 (✓)



OBS:
1-Demais dimensões não especificadas usar tolerância de ±0,1mm.

					Designo	MCM2500-01-412			
					Titulo	Série	Peso	Esc.	
Rev.	Folha	Nº do Doc.	Rubrica	Data		Pino-2	P	0,002Kg	6:1
Desenhista	Carlan R. R.						Folha:1	Folhas: 1	
Revisor	A.M.Ranalho					Materia	AIS-4140		
Proj.ista	G.S.Bokravitchi					UENF CCT/LAMAV			
C. do Setor	G.S.Bokravitchi								
C. do LAMAV	R. Sanchez								
D. do CCT	H.R.Paes Jr.								