

INFLUÊNCIA DO Fe NA GRAFITIZAÇÃO DO DIAMANTE SEM COBERTURA

S. C. Cabral ¹, stenio@uenf.br,
H. C. P. Oliveira ¹, hellen@uenf.br,
A. C. Batista, adrianocorrea77@gmail.com,
R. S. Guimarães¹, renansg@yahoo.com.br,
M. Filgueira¹, marcello@uenf.br,

¹ Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF /
Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais –
PPGECM / Av. Alberto Lamego 2000, Parque Califórnia, 28015-620, Campos
dos Goytacazes/RJ.

Resumo: O diamante é um material cerâmico muito utilizado na constituição de diversas ferramentas de corte. A literatura relata que alguns metais que compõem a matriz destas ferramentas catalizam fortemente o diamante, tendo efeito reverso diamante-grafite. No estudo deste efeito utilizamos o Fe como compósito numa matriz diamantada buscando a ocorrência de grafitação no diamante. Adotamos os parâmetros de 35 MPa a temperatura de 900°C num tempo de 3 minutos para a prensagem a quente mantendo os mesmos parâmetros adotados pela indústria de processamento de ferramentas diamantadas. Aspectos microestruturais, difusão do Fe no diamante e contribuições no perfil estrutural da fase diamante foram analisados com as técnicas de MEV/ EDS e Difração de raios X respectivamente.

Palavras-chave: *Grafitação, Prensagem a quente, Diamantes.*

1. INTRODUÇÃO

As ferramentas diamantadas empregadas para o corte de rochas ornamentais são compósitos constituídos de partículas de diamante embebidos numa matriz metálica ligante (1).

As ferramentas diamantadas são produzidas por metalurgia do pó (MP), técnica de processamento que oferece facilidade na mistura de diferentes pós e, conseqüentemente, possibilita criar novos materiais compósitos com propriedades físicas e mecânicas especiais. Essa técnica compreende duas rotas (2-4):

1-Metalurgia do pó convencional;

2- Prensagem a quente.

A eficiência de diamantes em ferramentas cortantes depende da capacidade da matriz segurar os mesmos, pois a união entre matriz e diamante determina as características microestruturais e o rendimento da ferramenta de corte (1,5).

O ligante mais utilizado para a adesão de diamantes em ferramentas impregnadas é o cobalto (Co). Face às flutuações do preço deste metal no mercado mundial (instabilidade), alto custo, problemas ambientais no beneficiamento, e ao fato de que poucos países são detentores de reservas e produção deste metal, pesquisadores vem desenvolvendo novos ligantes metálicos, com substancial redução do teor de Co, onde tais produtos se baseiam no sistema ferro (Fe) - cobre (Cu), com adição mínima de (Co)-Cobalto (1,2,5).

O grande problema é que o Fe é um forte agente catalítico da transformação reversa do diamante em grafite – grafitização, e durante a sinterização (convencional ou por prensagem a quente) este fenômeno pode ocorrer de forma que a ferramenta sofre redução em desempenho e tempo de vida útil (1, 3, 5).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados foram: pó de Ferro puro, com tamanho médio de partícula 40µm (dados do fabricante Metalpó LTDA), e os diamantes da

element six (E6), com tamanho médio de cristal cubo-octaedral 425µm. Foram utilizados diamantes tipo MBS 960 sem revestimento.

2.1 SINTERIZAÇÃO (PRENSAGEM A QUENTE).

Estas sinterizações foram realizadas na prensa a quente industrial Pyramid, e foi utilizada a condição: 35MPa/900°C/3 minutos, uma vez que estes são os parâmetros designados para a produção industrial. Foram obtidas amostras cilíndricas de diâmetro x altura de 10 x 10 mm, à base de compósito Fe – 10% peso diamante.

2.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL .

As amostras à base de ferro com os cristais de diamante foram analisados via MEV, para a observação da distribuição dos cristais de diamantes na matriz ligante, após ensaios de compressão – superfície de fratura. Foi observada a adesão dos cristais de diamantes na matriz, mediante análise topológica de suas interfaces.

A análise da microestrutura das amostras foram realizadas no microscópio eletrônico shimadzu. Aumentos de 50 a 300x foram suficientes para fazer a análise, mediante voltagem de 15 KV.

Também foi utilizado o espectrômetro de fluorescência por energia dispersiva de raio-X (EDS), visando a determinação qualitativa dos elementos em vários pontos de interesse das amostras, para que se tenha uma indicação das possíveis formações de fases, carbeto.

2.3 AVALIAÇÃO ESTRUTURAL.

O equipamento utilizado foi um difratômetro marca shimadzu, utilizando a radiação Cu-K_α. Passo de 0,02°/seg., com varredura $2\theta=20-60^\circ$.

A determinação das características dos espectros de difração e a identificação das fases presentes nas amostras foram, realizadas com o auxílio das fichas JCPDS.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 MICROGRAFIAS OBTIDAS POR MEV.

As figuras 1 e 2 mostram a microestrutura do compósito obtido com diamantes sem recobrimento. Pode-se observar que as superfícies da fratura (ensaios de compressão) exibem diamantes fracamente aderidos a matriz de ferro. Isto pode ser explicado pela baixa adesão dos diamantes ao ferro sem a presença dos elementos notadamente consagrados na adesão de diamantes, tais como cobalto e níquel. Estas explicações estão em pleno acordo com as referências (2,3). Pode ser visualizado nas figuras 3, 4 e 5 espectros de EDS, que não houve nenhum tipo de reação na interface ferro - diamante, onde pode-se verificar que as arestas e vértices estão bem definidos, além das superfícies bem regulares que são indícios de que não houve consumo do carbono do diamante pela grafitação ou reação com o ferro, para formar cementita. As partículas de diamante não estão bem molhadas pela matriz de ferro, o que era de se esperar, pois como já foi mencionado, o ferro puro não é um bom ligante para os diamantes, e várias fendas entre a matriz e os cristais de diamante são observadas. A presença destas fendas é atribuída a dois fatores: a primeira é a retração diferencial do diamante e do ferro. Durante o resfriamento do compósito, os diferentes coeficientes de expansão podem descolar em parte os cristais da matriz. Um outro fator é atribuído à maneira como a superfície para análise foi obtida, ou seja, a deformação por ensaio de compressão. As tensões compressivas deformam primeiro a matriz de ferro e pouco raramente os cristais de diamante. Tais tensões também podem provocar a soltura mecânica dos cristais da matriz.

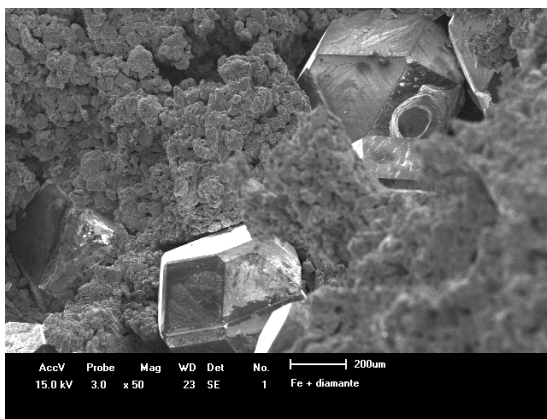


Figura 1 - Micrografia da matriz de ferro e cristais de diamante com aumento de 50 x.

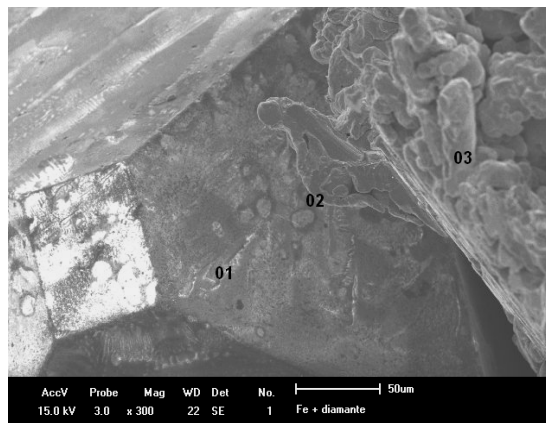


Figura 2 - Micrografia da matriz de ferro e cristais de diamante com aumento de 300x, com os pontos 01, 02 e 03 de EDS.

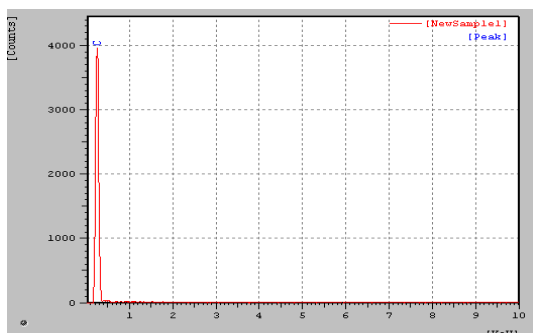


Figura 3 - Análise por EDS na amostra da figura 2, ponto 01.

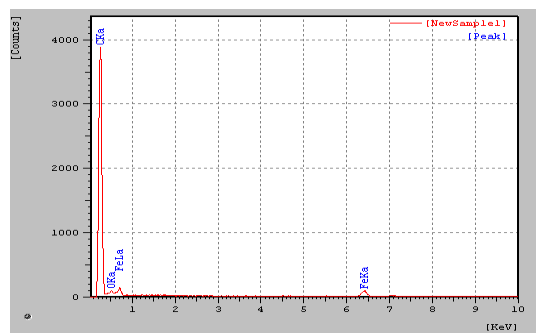


Figura 4 - Análise por EDS na amostra da figura 2, ponto 02.

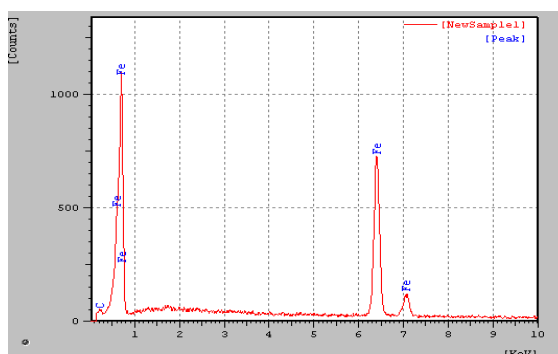


Figura 5 - Análise por EDS na amostra da figura 2, ponto 03.

3.2 ANÁLISE DOS DIFRATOGRAMAS DE RAIOS-X.

As figuras 6 e 7 apresentam os difratogramas dos diamantes sob duas diferentes condições: como fornecido antes da prensagem a quente (sem nenhum ataque químico), e a outra atacada quimicamente para liberação do diamante da matriz de ferro – após prensagem a quente, para detectar se houve ou não algum tipo de grafitização.

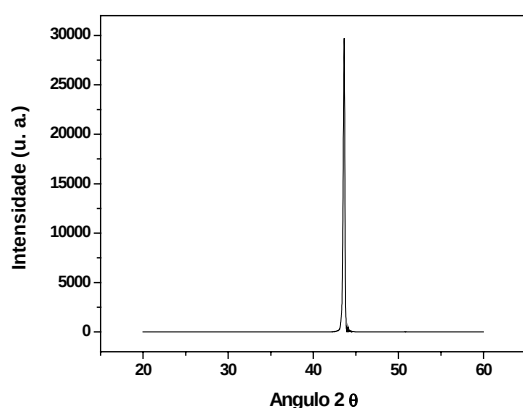


Figura 6 - Difratograma dos cristais de diamantes como recebidos do fabricante.

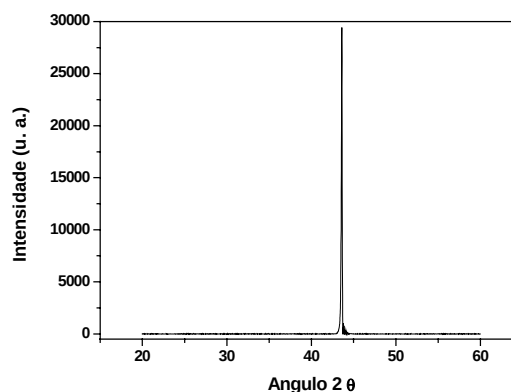


Figura 7 - Difratograma dos cristais de diamantes, após sinterização por prensagem a quente.

Os diamantes como recebido e aqueles prensados a quente e atacados quimicamente apresentaram difratogramas com o pico de carbono no mesmo ponto, tal como ilustrados nas figuras 6 e 7, como também podemos comparar com os trabalhos (6,7). Não existem, portanto, indícios de fases residuais presentes, (grafite) somente sendo observado o pico referente ao carbono, na fase alotrópica diamante.

Assim, o DRX não verificou nenhum indício de grafitização, contudo a margem de erro da análise de DRX é de aproximadamente 3%. Portanto se faz necessário a realização de caracterização mais aprofundada para a observação e análise de grafitização – Espectroscopia Raman, o que será alvo de estudos posteriores.

4. CONCLUSÕES

As conclusões dos estudos experimentais e da análise dos possíveis processos de grafitação do diamante durante a sinterização de compósitos diamantados em matriz de ferro são listadas a seguir:

- Nas micrografias obtidas por MEV verificou-se que matriz de ferro não consegue aderir de forma efetiva, com boa molhabilidade, os cristais de diamantes. Desta forma, houve desprendimentos de diamantes da matriz após sofrer fratura;

- Nos resultados de EDS também foi possível notar que não ocorreu nenhuma interação do carbono do diamante com as partículas de ferro durante a sinterização, mostrando assim que não ocorreu nenhum tipo de grafitação devido ao tempo de sinterização das amostras e sua temperatura;

- Nas análises dos difratogramas de raios-X, pode-se notar que não ocorreu nenhum tipo de grafitação onde o único pico dos difratogramas é relativo a diamante.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a bolsa do CNPq e a CAPES pelo apoio financeiro concedido.

6. REFERÊNCIAS

(1) Filgueira, M., Pinatti, D.G. (2002). *Processing of Diamond composites by powder metallurgy and rotary forging*. Master Science Forum 2003; 416-418:228-34.

(2) Oliveira L.J. et al (2007). *Use of PM Fe-Cu-SiC Composites as Bonding Matrix for Diamond Tools*. Powder Metallurgy, v. 50, p. 148-152.

(3) Oliveira L. J. et al (2007). *Processing and Characterization of Impregnated Diamond Cutting Tools Using a Ferrous Metal Matrix*. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, v. 25, p. 328-335, 2007.

- (4) Oliveira L. J. et al (2008) *Pérolas diamantadas obtidas por metalurgia do pó: Nacionalização da tecnologia* Revista Matéria, v. 13, n. 1, pp. 23 – 32, 2008
- (5) Barbosa, A.P. (2008) *Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual do Norte Fluminense*. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais. 111p
- (6) Donneta, J.B., Foussona, E., Delmotte, L., Samirant, M., Baras, C., (2000) *¹³C NMR characterization of nanodiamonds* Acad. Sci. Paris, Serie II, Chimie : Chemistry 3 831–838
- (7) Li, H.S., Qi, Y.X., Gong, J.H., Wang, M., Li, M.S., (2009) *High-pressure synthesis and characterization of thermal-stable boron-doped diamond single crystals* Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27 564–570

Fe INFLUENCE ON THE GRAPHITIZATION OF UNCOATED DIAMOND

S. C. Cabral ¹, stenio@uenf.br,
H. C. P. Oliveira ¹, hellen@uenf.br,
A. C. Batista, adrianocorrea77@gmail.com,
R. S. Guimarães¹, renansg@yahoo.com.br,
M. Filgueira¹, marcello@uenf.br,

¹ Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF / Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais – PPGECM / Av. Alberto Lamego 2000, Parque Califórnia, 28015-620, Campos dos Goytacazes/RJ.

ABSTRACT: Diamond is a ceramic material widely used in various cutting tools. The literature reports that metals that make up the matrix of these tools strongly catalyze the diamond, and diamond-graphite reverse effect. In the study of this effect we used Fe as a matrix, searching the occurrence of diamond graphitization. We adopt the parameters of 35 MPa at 900 ° C in a time of 3 minutes for the hot pressing keeping the same parameters adopted for the processing industry of diamond tools. Microstructural features, diffusion of Fe in diamond and contributions in the structural profile of the diamond phase were analyzed with the techniques of SEM / EDS and X-ray diffraction, respectively.

Keywords: graphitization, hot pressing, Diamonds