

PROCESSOS DE SÍNTESE E SINTERIZAÇÃO DE MATERIAIS SUPERDUROS EM NOVO SISTEMA AUTOMATIZADO

Guerold S. Bobrovnichii¹
 William da Silva Vianna²
 Leonardo Oliveira Tavares³
 Daniel Alves Gomes³

Resumo

Os processos de síntese e sinterização de diamantes realizam-se sob elevados parâmetros de pressão e temperatura (até 8,0 GPa e 1800 °C). Para geração desses parâmetros, utiliza-se prensa hidráulica especial e dispositivo de alta pressão (DAP). A engenharia sempre tenta otimizar este processo, pois a produtividade e qualidade dos produtos obtidos pela técnica da alta pressão dependem de muitos parâmetros. Na UENF, uma prensa especial industrial com força de 2500 toneladas não dispunha de recursos para reprogramação de novas operações do processo. Também não possuía instrumentos que fornecessem dados para análise do processo: aproximação das partes do DAP, vazão e temperatura da água de refrigeração, corrente, tensão, resistência, potência elétricas de aquecimento durante a manutenção de p,T-parâmetros de síntese, entre outras. Por este motivo foi desenvolvido projeto de modernização com sistema de supervisão controle e aquisição de dados (SCADA). O novo sistema de automação possibilitou aumentar a produtividade do processo em 1,2 vez, vida útil do DAP em 10%, melhorar as condições de segurança e principalmente fornecer dados para análise científica dos processos da síntese e sinterização sob altas pressões.

Palavras-chaves: Automação; Síntese; Sinterização; Diamante; Alta pressão.

SUPERHARD MATERIALS SYNTHESIS AND SINTERING PROCESSES IN A AUTOMATED SYSTEM

Abstract

The diamond synthesis and sinterization process takes place under high pressure and temperature parameters (up to 8 GPa and 1800 °C). For these parameter generation special hydraulics press and high pressure devices (HPD) are used. Engineering has been always tried to improve this process, mainly because the obtained productivity and quality associated with the high pressure technique relies on many parameters. At UENF, an special industrial press, capable of 2500 tons of force, had no resources for programming new operations and scientific researches. Also, had no instruments to supply data for analysis on: HPD approaching, refrigeration water flow and temperature, current, tension, resistance, electrical heating potency used during the maintenance of the synthesis process, and others. Updating process was accomplished with supervisory controls system and data acquisition (SCADA) which supplied for the scientific needs. The new system automation allowed process productivity increase 1.2 times, a 10% HPD life increase, improved safety's conditions and mainly to supply data for scientific analysis in the field of high pressure synthesis and sinterization.

Key words: Automation; Synthesis; Diamond; High pressure.

1 INTRODUÇÃO

Os processos de síntese e sinterização de diamantes realizam-se sob elevados parâmetros de pressão e temperatura (até 8,0 GPa e 1800 °C) nos chamados dispositivos de alta pressão

(DAP) capazes de sustentar estes valores por tempo determinado. Estes processos utilizam como fonte de força a prensa hidráulica. Isso significa que os principais parâmetros do processo são: pressão no interior da câmara de

¹ Eng. Mecânico. PhD. Professor Titular LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000. Horto. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28025-630. E-mail: guerold@uenf.br

² MSc. Professor CEFET Campos. Rua Dr. Siqueira 273. Pq. Dom Bosco. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28030-130. E-mail: wvianna@cefetcampos.br

³ Eng. T&T Automação. Av. Sete de Setembro 205. Centro. Campos dos Goytacazes – RJ. CEP 28013-331. E-mail: ttautomacao@ttautomacao.com.br

compressão do DAP(P_2) que está diretamente relacionada com a pressão no cilindro principal da prensa (P_1), temperatura (T) que está relacionada com parâmetros elétricos aplicados no aquecedor e tempo (t).

Foram publicados muitos trabalhos relacionados com a influência da pressão, temperatura e tempo na nucleação, crescimento dos cristais e particularidade dos compósitos sintetizados. Entretanto, em nenhum trabalho foi apresentado como realmente criar estas condições. Esse fato tem explicação: a comunidade científica não está envolvida com a tecnologia real e não presta atenção nos problemas relacionados com a automação dos processos que usam altas pressões e temperaturas. Entretanto, alguns trabalhos mostram dados isolados sobre a monitoração dos parâmetros de síntese e sinterização.

No trabalho de Fukunaga e col.,⁽¹⁾ foi verificado que o controle e monitoração dos parâmetros do processo de síntese de diamantes são etapas fundamentais para permitir a repetibilidade do processo e, desta forma, obter a qualidade e quantidade adequada do produto. Entre esses parâmetros estão a pressão e temperatura que controlam a nucleação e crescimento dos diamantes nas condições de alta pressão e alta temperatura.⁽²⁾ Ainda em Fukunaga e col.,⁽¹⁾ foi reportada técnica básica para controle e medição de pressão e temperatura utilizando prensa especial. A pressão de carga da prensa foi controlada usando uma pequena bomba auxiliar. A potência elétrica de aquecimento foi provida enquanto monitorava-se a voltagem e corrente no aquecedor. A potência da unidade tiristorizada foi regulada em função da diferença entre o valor medido na entrada do controlador e a temperatura desejada. Na síntese de diamante industrial realizada com apoio desse sistema, utilizando DAP tipo Belt, foi possível obter diamantes com morfologia cubo-octaédrica e granulometria entre 0,1 e 0,7 mm. No referido trabalho não foram apresentados detalhes técnicos da montagem, sinais, tipo de controladores, algoritmos de controle, tipo e montagem dos sensores. Também não foram notadas as influências da variedade das mudanças dos p,T-parâmetros sobre comportamento de materiais na célula reativa do DAP.

Borimsky⁽³⁾ propôs um sistema de monitoração e armazenamento das informações do processo da síntese sob alta pressão e alta temperatura. O sistema foi caracterizado como sistema universal para tratamento de sinais e arma-

zenagem de dados. No referido trabalho não foram apresentados detalhes do software utilizado para aquisição dos dados e pré-requisitos de conhecimento necessário para operá-lo.

Todos trabalhos na área de automação do processo de obtenção de materiais superduros (MSD), baseados na monitoração dos parâmetros principais, não apresentam dados sobre a execução do processo de maneira otimizada. Além da pressão, temperatura e tempo, existe grande necessidade do controle de outros parâmetros. Por exemplo, de acordo com Bobrovitchii e Carvalho,⁽⁴⁾ durante a manutenção da alta pressão e alta temperatura, ou seja, durante a síntese, a distância entre as bigornas (espessura crítica da gaxeta) e paralelismo entre superfícies de trabalho das mesmas devem ser controladas para diminuir a quantidade de despressurizações instantâneas em forma de ejeção rápida acompanhada por onda de choque mecânica. Logo, o parâmetro "altura crítica" quando controlado, pode possibilitar aumento na vida útil dos DAP e prensa.⁽⁵⁾ No trabalho de Vianna e col.⁽⁶⁾ foi apresentada uma metodologia para desligar a prensa no instante da ejeção rápida em forma de explosão, reduzindo, desta forma, os danos causados por este efeito. Essa metodologia considerou a variação do deslocamento ou pressão hidráulica (P_1) como parâmetro para o desligamento. Outro efeito que pode causar redução de produtividade devido à parada para manutenção é a chamada eletroerosão não controlada. Este fenômeno compreende o aquecimento pontual da bigorna e consequente fusão da mesma, podendo gerar perda do DAP. Também em Vianna e col.⁽⁶⁾ encontram-se dados que indicam como identificar automaticamente este fenômeno e interromper o processo de síntese ou sinterização.

No trabalho de Potemkin,⁽⁷⁾ foi proposta uma forma de avaliação da pressão durante o processo de síntese dos diamantes. O objetivo foi relacionar a altura da gaxeta a frio com a pressão no interior da câmara de compressão durante a síntese do material superduro, possibilitando assim o uso do parâmetro "altura" para monitorar essa pressão interna. Entretanto, não foi apresentada a influência da variedade dos parâmetros secundários sobre o valor da medição.

Em relação à manutenção da pressão durante a síntese, nos trabalhos de Wakatsuki,⁽⁸⁾ Wang e col.,⁽⁹⁾ e Wang e Wakatsuki⁽¹⁰⁾ foi proposto que o diagrama de controle de pressão deve ser caracterizado com a combinação de dois estágios: primeiro estágio com pressão inferior a necessária para transformação da grafite em diamante, promovendo tratamento da grafite; segundo estágio com pressão superior à linha de equilíbrio. No trabalho de Pink⁽¹¹⁾ foram propostos dois diagramas simples de manutenção de P e T utilizados para sínteses.

Nos trabalhos analisados não foram apresentadas informações dos possíveis métodos e equipamentos para o controle efetivo dos parâmetros citados. Logo, para realização otimizada da síntese e sinterização dos materiais superduros, além do sistema de armazenagem de dados do processo, é necessário ter controlador lógico programável (PLC) com alta flexibilidade para alterar o perfil do processo, considerando todos os possíveis parâmetros. O trabalho proposto é justificado pelo fato que a monitoração dos parâmetros, de primeira e segunda ordem do

processo, na prensa especial, podem aumentar a rentabilidade do processo de síntese e sinterização. Além disso, o desenvolvimento de novas pesquisas e tecnologias direcionadas para produção de novos materiais superduros (MSD) necessita da obtenção de dados que possam ser posteriormente analisados.

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

A prensa hidráulica industrial de força 2500 toneladas, modelo D0044 fabricada pela empresa Russa RayzanTyazh PressMash, instalada na Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF), não disponibilizava recursos para facilitar a reprogramação de novas operações. Assim sendo, não foram previstos sistemas de registro e monitoração dos dados do processo destinados aos fins científicos. Só existia a possibilidade de realização de síntese semi-automática com único diagrama simples de manutenção da pressão e temperatura. A alteração dos parâmetros no programa era complexa e demorada. A combinação dessas características tornava os trabalhos científicos extremamente difíceis. Informações importantes como: altura crítica da gaxeta, vazão e temperatura da água de refrigeração, pressão no cilindro principal, corrente, tensão, resistência e potência elétricas de aquecimento durante a manutenção da pressão do processo de síntese ou sinterização não estavam disponíveis para serem analisadas.

No início do trabalho, considerando a experiência acumulada e perspectivas científicas, foram desenvolvidas as exigências tecnológicas para o novo sistema de automação. Logo, foi desenvolvido projeto de modernização com sistema de supervisão, controle e aquisição de dados (SCADA) que atendesse, entre outras, as necessidades científicas. Esse sistema baseado em controlador lógico programável (CLP) permitiu de forma eficiente e segura a realização dos processos em prensas especiais que são envolvidas com síntese e sinterização de MSD. O novo sistema de automação da prensa de 2500 toneladas compreendeu controle, supervisão e registro da operação da unidade. Todos os controles e intertravamentos foram implementados na unidade central de processamento (UCP) de fabricação Phoenix Contact, utilizando software de programação Norma IEC-61131, do mesmo fabricante. Essa unidade foi instalada remotamente, separada dos módulos de entrada e saída (I/O's) interconectados por uma rede aberta do tipo "FieldBus" protocolo Interbus-S. Ligados a estes módulos de I/O estão os sensores e transmissores dos sinais dos parâmetros. A altura crítica da gaxeta foi medida utilizando sensor laser OROM com sensibilidade de 8 μm . As temperaturas dos anéis do DAP foram medidas utilizando dois termopares tipo K de isolamento mineral. As temperaturas de saída e entrada do fluido de refrigeração foram medidas com três sensores tipo bulbo de resistência PT100. A medição da vazão de entrada do fluido de refrigeração do DAP foi realizada com incerteza de 0,5%. A pressão hidráulica no cilindro principal da prensa foi medida com incerteza de 0,25%. As medições de corrente e tensão elétricas de

aquecimento foram feitas utilizando transformador de corrente e módulo conversor Vca para Vcc. A potência e resistência elétricas, aplicadas na célula reativa, foram calculadas utilizando a lei de Ohm e registradas. Além disso, a partir de algoritmos desenvolvidos para controlar o acesso ao sistema, intertravamentos e bloqueios, foi melhorada a segurança dos operadores e equipamentos envolvidos no processo.

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

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

Os algoritmos desenvolvidos permitem automaticamente trocar o DAP, mantendo as condições de bloqueio e intertravamento, controlar a P e T em função do diagrama escolhido (A, B, C, D). Algoritmos de cálculo da taxa de variação da pressão, corrente e tensão foram desenvolvidos para determinar e interromper o processo nos casos de: ejeção rápida em forma de explosão, curto circuito e eletroerosão não controlada.

A avaliação do novo sistema de automação foi realizada a partir de testes em condições reais de processamento.

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

Para síntese dos diamantes e sinterização, foram utilizados componentes comuns que são encontrados na produção industrial: DAP tipo bigorna com concavidade central diâmetro 55mm; cápsula deformável feita de calcário com diâmetro do orifício 30mm; tampas isolantes, condutores de grafite amorfo; anel de PVC para formação da gaxeta.

Foram realizadas 100 operações de síntese de diamantes utilizando liga solvente/catalisadora com composição 40% Mn + 60% Ni; mistura reativa de grafite e liga (1:1). Os principais componentes foram pesados e suas dimensões foram medidas. Os dados foram transferidos para o sistema SCADA desenvolvido. Com cápsula montada no DAP foi realizada a calibração da pressão P_2 e temperatura na câmara de compressão de acordo com o trabalho de Vianna e Bobrovnichii, 2005.

As sínteses foram realizadas com os diagramas A e D. Depois da síntese, os aglomerados foram purificados obtendo o pó diamantado. Utilizando balança, peneiras e mesa vibratória, o pó de cada aglomerado foi pesado e classificado em relação à granulometria e morfologia. Os diagramas B e C foram utilizados nos ensaios com síntese de policristais tipo carbonado e ballas e sinterização de compactos.

As sinterizações foram realizadas com aquecedor de grafite em forma de cilindro; pó de diamante de granulometria 40/28 μm ; pó de silício com granulometria 60/40 μm ; tampa de grafite com espessura 3mm; tampa de calcita com espessura 3mm; cilindros de grafite. Foram executadas 17 operações de sinterização com o diagramas B e C possibilitando aumento lento da pressão e temperatura. As pastilhas diamantadas obtidas tinham diâmetro de 10 mm e 6 mm de altura. Essas foram submetidas a testes de densidade e dureza.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Como pode ser observado nos itens anteriores, o novo sistema inclui a possibilidade de registro dos parâmetros do processo. Também foram consideradas as melhores soluções descritas em Fukunaga e col.,⁽¹⁾ foram incrementadas e melhoradas as soluções dos trabalhos de Borimsky, Jerebko e Kotenko,⁽²⁾ Vianna e Bobrovnichii,⁽¹²⁾ Wakatsuki⁽⁸⁾ e Pink.⁽¹¹⁾ Além

disso, o novo sistema inclui a possibilidade de controlar a pressão e temperatura (não somente registrar, como foi proposto por Borimsky), desta forma aumentando a capacidade científica e tecnológica da prensa.

A implementação possibilitou registrar dados dos seguintes parâmetros: temperaturas e vazão do líquido de refrigeração na prensa; temperatura da superfície da bigorna do DAP; altura crítica entre as bigornas; pressão hidráulica do cilindro principal; corrente, tensão e potência elétrica do aquecimento e resistência elétrica da célula reativa durante o processo de síntese ou sinterização.

A síntese do pó de diamante foi realizada de maneira automática com registro de todos os possíveis parâmetros. Um exemplo do registro é apresentado na figura 1 para pressões (A) e correntes (B) controladas. Os dados são portáveis para qualquer software de análise matemática. Pode ser observado que o comportamento da curva de aproximação das partes do DAP (F) não coincide com a curva de pressão (A). Isto mostra que espessura da gaxeta não é estável durante a aplicação simultânea da pressão e temperatura. No presente trabalho não foi analisado comportamento da espessura da gaxeta. Isto será pesquisa futura.

A influência da utilização do novo sistema de automação sobre o processo de síntese está apresentada na Tabela 1.

A partir dos dados apresentados na Tabela 1, pode ser verificado que o novo sistema de comando influencia significativamente durante o processo e nos resultados finais. Os melhores resultados foram obtidos com o diagrama D. Este possibilitou, além de economia de energia e tempo de operação, um aumento na produtividade em 19 % por operação, 62 % por minuto e a qualidade do pó de diamante, tendo em vista o aumento no tamanho dos cristais. Isso pode ser explicado tanto pelo aumento da precisão de manutenção dos parâmetros e pré-aquecimento, quanto pela adequação às condições de pressão e temperatura mais estáveis na câmara de compressão. Estas influências são parecidas com as consequências do diagrama de manutenção dos parâmetros apresentado por Wakatsuki.⁽⁸⁾ Entretanto, o diagrama A apresentou melhor resultado qualitativo considerando a morfologia dos cristais com forma correta. Isso pode ser explicado pela menor quantidade de centros de nucleação e conseqüentemente menor concorrência pela fonte de carbono na fase de crescimento.

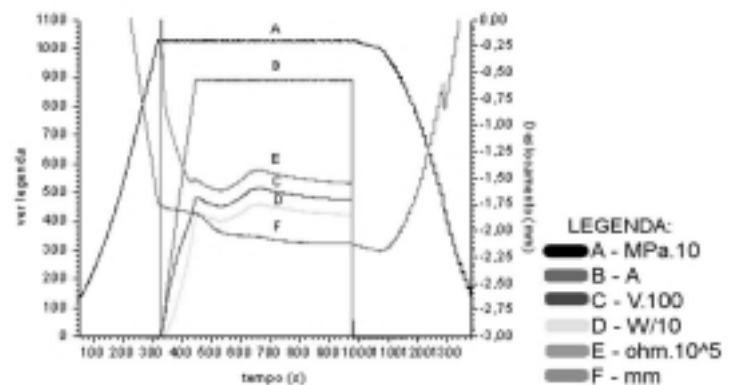


Figura 1. Curvas dos principais parâmetros do processo de síntese dos diamantes.

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

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

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

Tabela 2. Tabela comparativa de propriedades das pastilhas sinterizadas.

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

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

5 CONCLUSÕES

Foram desenvolvidas as exigências para modernização do sistema de automação da prensa hidráulica especial com 2500 toneladas de força destinada à produção de materiais superduros. As exigências incluíram quatro diagramas de manutenção de P e T (A, B, C e D) que correspondem aos processos atuais e possivelmente futuros. Ainda a realização de controle automático, monitoração e registro dos parâmetros primários e secundários do processo de produção de materiais superduros.

As exigências desenvolvidas permitiram modernizar a referida prensa com características como: escolha e para-

metrização, através de interface gráfica, dos valores de P, T e t nos diagramas pré-programados. Além disso, as condições de segurança e sequências de acionamento foram obedecidas e melhoradas na implementação no novo sistema de automação.

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

O novo comando possibilitou aumentar a produtividade do processo em 1,2 vez, aumentar a vida útil do DAP em 10%, melhorar as condições de segurança e principalmente fornecer dados para análises científicas nos estudos das altas pressões.

Agradecimentos

A FAPERJ pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 FUKUNAGA, O.; KO, Y. S.; KONOUE, M.; OHASHI, N.; TSURUMI, T. Pressure and temperature control in flat-belt type high pressure apparatus for reproducible diamond synthesis. Tokyo Institute of Technology, Japan. **Diamond and Related Materials**, v. 8, n.11, p. 2036–2042, 1999.
- 2 STRONG, H. M.; BUNDY, F. P. Accurate characterization of the high-pressure environment. **NBS Special Publication**, v. 326, p. 283–290, 1971.
- 3 BORIMSKY, I. A.; JEREBKO, V. A.; KOTENKO, Y. V. Sistema de armazenamento de informações das transformações de fases nos materiais sob ação de APAT – parâmetros usando computador pessoal. S.l.: S.n.t., 2003. p. 179-184. (Coletânea de obras científicas do ISM da Academia Nacional de Ciência Kiev – Ucrânia)
- 4 BOBROVNITCHII, G. S.; CARVALHO, E. A. Influência da precisão do Sistema “Prensa-Dispositivo de Alta pressão” nas condições de produção de materiais superduros. In: CONGRESSO ÍBERO-AMERICANO DE ENGENHARIA MECÂNICA CIDIM – 99,4., 1999, Santiago, Chile. **Anais...** Santiago : Universidad de Santiago, 1999. v. 1, p. 153-157.
- 5 SHULZHENKO, A. A. Estudo da mudança da pressão nas condições da síntese de materiais superduros. In: ACADEMIA DAS CIÊNCIA DA USSR. **Influência da alta pressão sobre os materiais**. S.L, 1977. p. 113. (em russo).
- 6 VIANNA, W. S.; BOBROVNITVCHII, G. S.; SKURY, A. L. D.; NEVES, S. N., Procedimento para detectar eletro erosão das bigornas do dispositivo de alta pressão durante a síntese de diamantes. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CARBONO, 3., 2005, Rio de Janeiro. **Anais...** S.l. : s.n.t., 2005. p. 246-250.
- 7 POTEMKIN, A. A.; POLIAKOV, V. P. The evolution of pressure during diamond synthesis in a high pressure apparatus. **High Pressure Science and Technology**, v. 7, , p. 1004-1006, 1998.
- 8 WAKATSUKI, M. Fomation and groyth of diamond: for understanding and better control of the process. **High Pressure Science Technoloe**, v. 7, , p. 951-956, 1998.
- 9 WANG, Y.; TAKANABE, R.; KAGI, H.; TAKANO, K. J.; WKATSUKI, M. Advances in new diamond science and technology. New York: [s.l.], 1994.
- 10 WANG, Y., WAKATSUKI, M. Título do artigo. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ADVANCED MATERIALS, 3., 1996. **Proceedings...** Tsukuba : National Institute for Research in Inorganic Materials. Tsukuba, 1996. p. 271.
- 11 PINK, R. L. Modelo para comando em processos de aquecimento do volume de reação da célula de alta pressão. In: PILIANKEVITCH, A.N. [ed.] **Tratamento de materiais por altas pressões**. Kiev : IPM, Kiev, 1987. p. 132-137. (em russo).
- 12 VIANNA, W. S.; BOBROVNITCHII, G. S. Metodologia para medição da temperatura nos dispositivos de alta pressão com grande volume usados na síntese dos diamantes. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM - INTERNACIONAL, 60., Belo Horizonte, MG. **Anais...** São Paulo : ABM, 2005. p. 3078-3087. CD-Rom.

Recebido em: 30/01/06

Aceito em: 07/08/06

Proveniente de: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 60., 2005, Belo Horizonte, MG. São Paulo : ABM, 2005.