

Projeto, construção e comissionamento de um reator para tratamento de nitretação iônica a plasma em aço P20

Design, construction, and commissioning of a reactor for ionic plasma nitriding treatment in P20 steel

Daniel da Cruz^{1,2}, Bruno Alves de Souza³, Lucas de Almeida Pires de Campos^{1,3}, Larissa Solano de Almeida³, Jeferson Aparecido Moreto⁴, Marcos Dorigão Manfrinato³, Nilson Cristino da Cruz², Luciana Sgarbi Rossino^{1,3}

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi desenvolver um dispositivo para tratamento a plasma e verificar sua eficiência no aço P20. A influência dos principais parâmetros de tratamento na camada formada foi verificada por meio de testes de comissionamento. Os tratamentos de nitretação iônica a plasma foram realizados na superfície do aço P20 com 80% de N₂ e 20% de H₂, utilizando fonte de tensão DC corrente contínua e fonte de tensão DC corrente pulsada. Observou-se a formação de camada heterogênea com efeito de borda ao se realizar o tratamento com fonte de tensão DC corrente contínua; o efeito oposto foi observado para o tratamento utilizando fonte de tensão DC corrente pulsada. Os resultados mostram que a tensão influencia diretamente na temperatura de tratamento, enquanto a pressão determina a formação da bainha catódica, atuando na uniformidade da luminescência catódica e na uniformidade da camada produzida. Foi possível observar a relação da temperatura com a dureza, enquanto o tempo foi significativo na espessura da camada formada. Conclui-se que o equipamento construído mostrou eficácia para os fins a que foi designado, e seu melhor desempenho deu-se com o uso da fonte de tensão DC corrente pulsada.

Palavras-chave: Efeito de borda, Bainha catódica, Camada luminescente, Fonte DC corrente contínua, Fonte DC corrente pulsada.

ABSTRACT

The aim of this work was to develop a device for plasma nitriding treatment and to verify its efficiency by using P20 steel. The influence of the main treatment parameters on the formed layer was verified through commissioning tests. The ionic nitriding treatments were performed in the surface of P20 steel with 80% N₂ and 20% H₂, using a DC voltage source and a pulsed current DC voltage source. It was observed the formation of a heterogeneous layer with edge effect when the treatment was carried out with DC voltage source; the opposite effect was observed for the DC voltage source pulsed current. The results show that the voltage directly influences the treatment temperature while the pressure determines the formation of the cathodic sheath, acting on the uniformity of the cathodic luminescence and on the uniformity of the layer produced. It was possible to observe a relation of the temperature with the hardness, while the time was significant in the thickness of the formed layer. It is concluded that the built equipment showed efficiency for the purposes it was designed and its best performance occurred with the use of pulsed current DC voltage source.

Keywords: Edge effect, DC source current, DC source pulsed current, Cathodic sheath, Luminescent layer.

¹Universidade Federal de São Carlos – Centro de Ciências e Tecnologias para a Sustentabilidade – Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais – Sorocaba/SP – Brasil.

²Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Grupo de Plasma e Materiais – Sorocaba/SP – Brasil.

³Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales – Laboratório de Tecnologia em Engenharia de Superfície – Sorocaba/SP – Brasil.

⁴Universidade Federal do Triângulo Mineiro – Instituto de Ciências Exatas, Naturais e Educação – Uberaba/MG – Brasil.

Autor correspondente: Luciana Sgarbi Rossino | Faculdade de Tecnologia de Sorocaba | Avenida Engenheiro Carlos Reinaldo Mendes, 2015, Além Ponte | CEP 18013-280 | Sorocaba/SP – Brasil
E-mail: lu.sgarbi@yahoo.com

Recebido: 16 Jun. 2018 **Aprovado:** 16 Ago. 2018

INTRODUÇÃO

O plasma é uma tecnologia considerada limpa, em ascensão, empregado como alternativa aos processos tradicionais, como o mecânico e o químico, em tratamento de superfície de metais^{1,2}. As vantagens do plasma incluem alta eficiência energética, controle da atmosfera, possibilidade de alcançar desde baixa até altas temperaturas dentro do reator, utilização de gases não poluentes e menor obtenção de deformação nas peças (empenamento)³.

Deve-se considerar que o desenvolvimento de tratamento a plasma deixou os laboratórios de pesquisa das universidades e já se encontra em linhas de produção, uma vez que não é mais apenas um procedimento para aplicações especiais, mas que já vem sendo utilizado em produções seriadas⁴. Os materiais modificados superficialmente têm uma variedade de aplicações, incluindo dispositivos optoeletrônicos, isolantes térmicos, revestimentos ou deposição tribológica e revestimentos decorativos⁵.

Para a construção de um reator para tratamento termoquímico a plasma, deve-se utilizar um sistema que permita o controle do processo e garanta reprodução da morfologia da camada formada, sendo essa uma exigência para as aplicações em serviço de peças a serem tratadas, uma vez que, na nitretação por plasma, o controle sobre a metalurgia da camada nitretada é, sem dúvida, o aspecto mais importante e vantajoso⁶.

A nitretação iônica a plasma é o nome dado genericamente à técnica de modificação da superfície de metais em meio plasmático mediante a difusão de átomos de nitrogênio que combinam com os elementos presentes no metal formando nitretos e/ou solução sólida de nitrogênio, proporcionando modificações superficiais que tendem a incrementar a dureza superficial, reduzir o coeficiente de atrito, aumentar a resistência à fadiga em alto ciclo, melhorar a resistência ao desgaste e a resistência à corrosão dos materiais tratados⁷. A nitretação é uma técnica utilizada em aços P20 para moldes poliméricos quando se necessita de um material de maior resistência ao desgaste.

O objetivo deste trabalho consistiu no desenvolvimento, construção e avaliação de um equipamento para tratamento a plasma. Foi avaliado o funcionamento do equipamento, bem como a influência das variáveis de tratamento, tais como tensão, pressão, temperatura e tempo de tratamento na estabilidade do sistema e na camada formada no tratamento de nitretação iônica a plasma em aço P20, utilizando fonte DC corrente contínua e DC corrente pulsada. Foi verificada a influência do tipo de fonte na uniformidade, dureza e metalografia da camada formada.

MATERIAL E MÉTODOS

O desenvolvimento deste trabalho foi realizado em três etapas:

1. Projeto da câmara e definições dos componentes a serem utilizados no sistema;
2. Realização de tratamento de nitretação iônica a plasma em aço P20 utilizando fonte DC corrente contínua e fonte DC corrente pulsada;

3. Realização de tratamento de nitretação iônica a plasma em aço P20 a fim de verificar a influência dos parâmetros pressão, tensão, temperatura e tempo na camada formada.

Material

O aço P20 foi adquirido beneficiado com dureza de 230 HV, com composição química (% em peso) apresentada na Tabela 1, determinada utilizando espectrômetro Ametek Spectromaxx, modelo LMF05, presente no Laboratório de Análise Química da Fatec-Sorocaba.

Tabela 1: Composição química nominal (% em peso) do aço AISI P20⁸.

Aço AISI P20	C	Mn	Si	Cr	Mo
Nominal	0,35-0,45	1,30-1,60	0,20-0,40	1,80-2,10	0,75-0,25
Obtido	0,425	1,42	0,308	1,90	0,21

Projeto do Sistema

Para o projeto do sistema de tratamento, seguiu-se o esquema apresentado na Fig. 1. O sistema de tratamento a plasma deve contar com uma série de equipamentos, tais como reator (câmara de tratamento), sistema de vácuo, fonte de tensão, termopar, pressostato, válvulas e sistema de alimentação de gases.

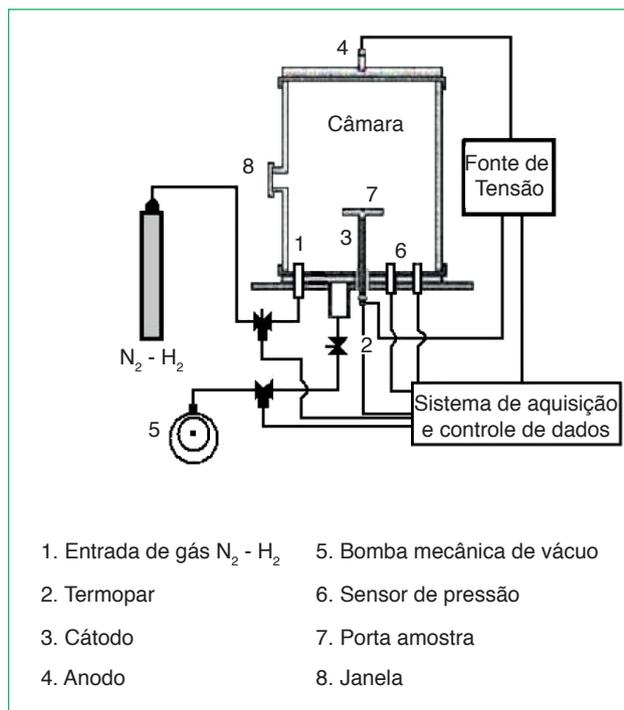


Figura 1: Diagrama esquemático do sistema de tratamento de nitretação iônica a plasma⁹.

A câmara do reator, composta por corpo, janela de inspeção, tampas superior e inferior e prato (eletrodo inferior), deve ser fabricada com material que não contamine os processos de

tratamento, ser resistente à oxidação e à corrosão e também suportar as condições impostas ao tratamento termoquímico. Já a janela de inspeção deve ser composta por material transparente, resistente a variações de temperatura, inerte e que permita a vedação do sistema.

Para a geração do plasma, deve-se utilizar uma fonte de tensão que permita o controle do processo e garanta reprodução da morfologia da camada formada. Essa, em conjunto com densidade e tipos de gases dentro da câmara, é responsável pela elevação de temperatura, imprescindível para tratamentos termoquímicos.

O sistema de vácuo deve ser projetado de modo que o reator (câmara) seja evacuado para a injeção e renovação dos gases inseridos durante a realização do tratamento.

O controle da vazão mássica dos gases de tratamento deve ser realizado por um sistema que permita introduzir, de forma individual e precisa, os gases de processo, os quais podem ter sua composição e proporções diferentes de acordo com o tipo de tratamento e de camada que se deseja obter, compondo uma atmosfera gasosa específica para cada tipo de material e aplicação. Os gases que abastecem o sistema podem ser oriundos de cilindros de gases individuais (um para cada tipo de gás) que têm reguladores e manômetros individuais e são conectados por mangueiras específicas, ou ser conectados a um cilindro com a proporção específica dos gases que se deseja utilizar no tratamento.

Para o controle da temperatura (item essencial em tratamentos termoquímicos), deve-se utilizar um termopar capaz de medir temperaturas até aproximadamente 1.000 °C, o qual deve estar posicionado o mais próximo possível das amostras. Deve-se salientar que o reator projetado é de parede fria, não contando com sistema de aquecimento externo. Assim, as amostras atingem a temperatura de tratamento por meio de suas interações com o plasma, que ocorrem intensivamente no porta-amostras (prato ou eletrodo inferior), pouco expressivas nas outras partes que compõem o reator.

O controle das pressões de fundo e trabalho foi aferido por um medidor adequado (baixas pressões) o qual também foi utilizado para sinalizar e monitorar a entrada de gases de trabalho na câmara durante o processo de tratamento. O reator deve ser hermeticamente fechado e todas as peças e equipamentos devem ser conectados ao sistema, sem permitir a entrada de gases externos ao sistema ou fuga de gás do reator para o meio externo.

Comissionamento do Reator

Para o comissionamento do reator, verificação de sua funcionalidade, viabilidade e eficiência, tratamentos termoquímicos de nitretação iônica a plasma foram realizados no aço P20, utilizando fonte DC corrente contínua e introduzindo, nessa, um sistema de pulso (DC corrente pulsada) a fim de verificar o efeito da presença do gerador de pulso na camada formada. Para tanto, as amostras polidas, limpas (em banho ultrasônico com detergente e posteriormente com acetona) e secas

foram introduzidas e posicionadas no prato do reator. A câmara foi fechada e, após atingir a pressão de 8×10^{-2} torr, iniciou-se o tratamento de *sputtering* com gás Ar à pressão de 1 torr por 30 min, seguido pelo tratamento de nitretação realizado a 450 °C por 4 h, pressão de 3,2 torr e proporção dos gases de 20% de H₂ e 80% de N₂. Após o tratamento, as amostras foram resfriadas em vácuo dentro do reator.

A caracterização das amostras foi realizada por análise visual e mapa de dureza. Para análise visual, utilizou-se uma câmera de captura de imagens com 16 megapixels de resolução. As medidas de microdureza Vickers foram realizadas utilizando durômetro Emcotest DuraScan do Laboratório de Soldagem e Junção da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. A carga aplicada foi de 0,025 g por um espaçamento entre endentações de duas vezes o tamanho da marca obtida, em uma região superficial em forma de pizza da amostra tratada.

Tratamento de Nitretação Iônica

Para determinar a influência dos parâmetros de tratamento na camada produzida por nitretação iônica a plasma, utilizou-se a fonte DC com gerador de pulso, com frequência de 20 Hz, pulso de 48 μ s *on* e 2 μ s *off*. Após polimento e limpeza das amostras, como descrito anteriormente, iniciou-se o tratamento de *sputtering* com gases com 86% de Ar e 14% de H₂, à pressão de 2,15 torr, 450 °C por um período de 1 h.

A segunda etapa é o próprio processo de nitretação. Após a retirada do gás Ar de dentro da câmara, injetou-se a mistura de gases de N₂ e H₂, em proporções específicas, e aplicou-se a diferença de potencial entre o anodo (carcaça metálica) e o catodo (prato). Os parâmetros de tratamento utilizados para cada tipo de ensaio realizado, a fim de determinar a influência dos parâmetros tensão, pressão, tempo e temperatura de tratamento na camada formada, definidos de forma específica para cada tipo de tratamento, são apresentados a seguir. Após a realização dos tratamentos, as amostras foram resfriadas em vácuo dentro do reator e caracterizadas por análise visual, metalografia e microdureza Vickers.

As análises visuais, utilizadas para verificar a luminescência, bainha catódica e característica macrográfica superficial da camada formada, foram realizadas utilizando câmera de captura de imagens de 16 megapixels sem recursos de edição de imagens.

Para análise metalográfica, as amostras tratadas foram cortadas no sentido transversal em *cut off*, embutidas em baquelite, lixadas, polidas e atacadas com Nital 3%. As micrografias foram obtidas em Microscópio Óptico Leica mod. DMi8C, com câmera de captura de imagens pertencente ao Laboratório de Metalografia da Fatec- Sorocaba.

O ensaio de microdureza, utilizado para determinar a dureza superficial e o perfil de dureza da camada formada, foi realizado no Laboratório de Metalografia da Fatec-Sorocaba utilizando equipamento Mitutoyo de carga de 0,2 kgf e tempo de aplicação de carga de 15 s.

Tensão

Para a realização do estudo da influência da tensão na formação da luminescência anômala e temperatura de tratamento, realizaram-se testes mantendo todos os outros parâmetros de tratamento constantes, variando apenas a tensão aplicada ao prato de tratamento. Esse estudo foi realizado utilizando somente gás Ar a pressões de 0,305 e 1,02 torr. Aplicou-se tensão inicial de 351 V (tensão mínima necessária para formação de plasma), mantida até a temperatura estabilizar. Após a temperatura se manter estável, aumentou-se a tensão a cada 20 V a partir da tensão inicial até 700 V, sempre esperando a temperatura estabilizar a cada mudança de tensão. Analisou-se a variação da corrente para cada tensão aplicada e verificou-se visualmente o efeito desses parâmetros na luminescência, bainha catódica e temperatura atingida em cada condição de tratamento.

Pressão

Uma série de ensaios foi realizada para verificar o efeito da pressão na formação da luminescência catódica, temperatura de tratamento e análise macrográfica visual da camada formada. Verificou-se o efeito da pressão na temperatura atingida pela amostra, utilizando-se, para isso, gás Ar a pressões de 0,305 e 1,02 torr. Também, verificou-se a formação da luminescência anômala em toda a superfície da amostra exposta ao plasma utilizando-se gás Ar a pressões de 0,429 e 2,17 torr.

No intuito de aferir o efeito da pressão no tratamento de nitretação iônica a plasma, utilizaram-se diferentes pressões de trabalho, as quais variaram de 0,85, 1,87 e 4,28 torr, e os outros parâmetros (tempo, voltagem e composição de gases) mantiveram-se constantes durante o tratamento. Assim, mantiveram-se as amostras por 2 h sobre ambiente plasmático, voltagem média de 500 V e composição química dos gases de 80% de N_2 e 20% de H_2 . Verificou-se o efeito desse parâmetro na luminescência, bainha catódica, temperatura e na característica macrográfica superficial da camada formada.

Tempo

Para realização do estudo da influência do parâmetro tempo nos tratamentos de nitretação, realizaram-se ensaios em 2 e 5 h, mantendo constantes os outros parâmetros, sendo eles: pressão de trabalho de 6 torr; temperatura de tratamento de 520 °C; voltagem média de 500 V; e composição de gases de 80% de N_2 e 20% de H_2 . Verificou-se a influência desse parâmetro na dureza e espessura da camada formada.

Temperatura

Realizaram-se tratamentos de nitretação iônica a plasma nas temperaturas de 520 e 400 °C, mantendo constantes os demais parâmetros de tratamentos, de forma que apenas a temperatura variou para cada ensaio realizado. Assim, realizaram-se tratamentos por um período de 2 h, com pressão de trabalho de 6 torr e composição de gases de 80% de N_2 e 20% de H_2 . Verificou-se

a influência desse parâmetro na dureza e na espessura da camada formada.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Construção e Montagem do Reator

A Fig. 2 apresenta o esquema ilustrativo do reator projetado e montado para o desenvolvimento deste trabalho, com detalhamento do eletrodo inferior.

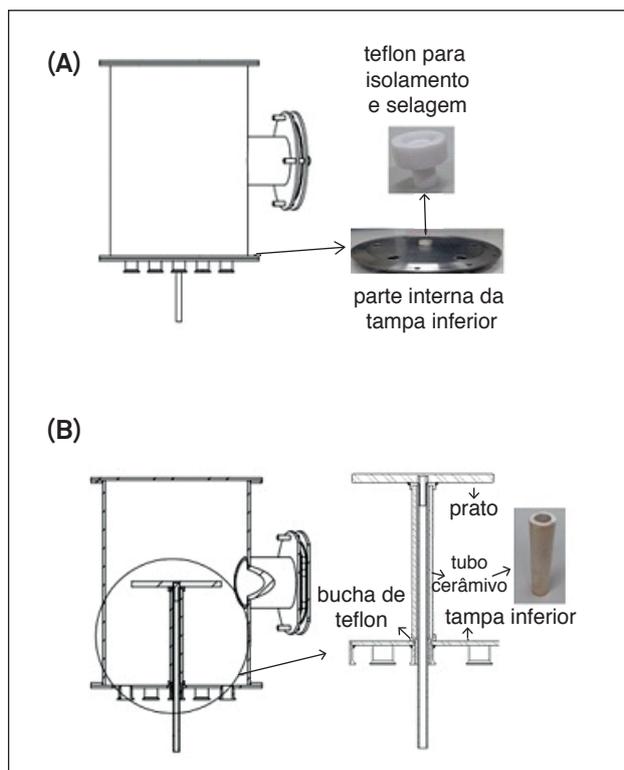


Figura 2: Esquema representativo do reator. (A) vista lateral sem corte com detalhamento da tampa inferior; (B) vista lateral com corte, ilustrando o sistema do eletrodo inferior.

Todas as partes metálicas da câmara foram fabricadas em aço AISI 316L, material resistente à oxidação e corrosão que tem baixo teor de carbono, facilitando o processo de soldagem utilizado para fabricar as partes do sistema. A câmara do reator foi construída em formato cilíndrico com altura de 500 mm e diâmetro interno de 450 mm, com espessura das chapas de 6,3 mm para evitar distorções devido à realização do vácuo e variações de temperatura.

Toda a carcaça do reator funciona como anodo e foi aterrada por questões de segurança. À câmara, foram soldadas, em suas extremidades, duas flanges nas quais são acopladas as duas tampas de fechamento. As tampas superior e inferior são removíveis, permitindo maior facilidade de acesso ao interior da câmara, caso seja necessário. No centro do corpo da câmara foi construída uma janela com visor de vidro de borossilicato que permite observação das ocorrências no interior do reator durante o tratamento.

Na tampa inferior, foram soldadas conexões modelo NW-25, permitindo a acoplagem de todos os equipamentos e sistema de controle dos parâmetros de tratamento (sistema de vácuo, medidor de pressão, sistema de alimentação dos gases, eletrodo inferior e termopar). Anéis de borracha de 6,35 mm de espessura foram utilizadas para vedar as tampas inferior e superior e o sistema de sustentação do visor do reator. O prato, que corresponde ao catodo (polo negativo), também fabricado de material aço inox AISI 316L, apresenta diâmetro externo 180 mm e espessura de 12 mm. O prato foi rosqueado ao tubo de aplicação da tensão.

O tubo de aplicação da tensão é vedado na região rosçada para evitar contato do meio externo com a parte interna da câmara, oco em seu interior, com a parte aberta na parte externa inferior da tampa para acoplagem do medidor de temperatura com o prato. Esse tubo entrou na câmara pela parte central da tampa inferior do reator, estando isolado do sistema por meio de uma bucha de teflon, com encaixe perfeito ao furo central, permitindo a vedação do sistema. Ao centro desse tubo foi introduzido o termopar, o qual foi encostado na região rosçada, o mais próximo possível do prato, para medir a temperatura de tratamento.

Assim, a carcaça do reator, que corresponde ao anodo, está isolada da tampa inferior pelo anel de borracha. Por sua vez, o prato, que corresponde ao catodo, está isolado da tampa inferior pela bucha de teflon, mantendo o sistema isolado, evitando curtos, arcos e danos aos equipamentos. Na parte interna do reator, um tubo cerâmico foi posicionado em toda a extensão do tubo de aplicação da tensão, revestindo, então, toda peça, a fim de isolamento e proteção contra deposições nesse tubo.

A Fig. 3 ilustra o sistema de tratamento a plasma desenvolvido neste trabalho.

Utilizou-se uma bomba mecânica de palheta rotativa série Pascal-SD, modelo 2021SD, marca Adixen da Pfeiffer, com velocidade de bombeamento de 22 m³/h, atingindo pressão de

fundo de $3,5 \times 10^{-2}$ torr, limitada pela bomba utilizada. Salienta-se que a pressão de fundo é aquela obtida na retirada de todos os gases e impurezas presentes no reator antes da introdução dos gases de tratamento.

Uma válvula globo foi utilizada para controlar a vazão de saída do gás de tratamento pela bomba mecânica que fica ligada durante o tratamento. A válvula globo, posicionada entre a bomba e a conexão NW25 da tampa inferior do reator, fica totalmente aberta na realização de vácuo antes do tratamento e é parcialmente fechada durante o tratamento para que o fluxo de retirada dos gases seja diminuído. O sistema ainda conta com uma válvula de ventilação manual utilizada para deixar o sistema sob vácuo com o reator sem operação e também para abrir a câmara.

Para medição da pressão de fundo e pressão de trabalho, utilizou-se medidor de pressão do tipo Pirani, Pfeiffer modelo TPR 270 da série ActveLine, com faixa de medição de 1×10^{-4} a 1.000 mbar, contendo uma unidade de medida e controle TPG26.

A fonte de tensão utilizada para geração do plasma, modelo GX100/800 da ADL, tem o módulo DC com capacidade máxima de 10 KW de potência, tensão máxima de 800 V e 25 A de corrente limite. O gerador de pulso, da ADL, modelo SD 150, tem potência máxima de 15 kW, 800 V de tensão e corrente máxima de 38 A. A frequência de pulso, fixo de fábrica, é de 20 kHz, com 48 ms *on* e 2 ms *off*, podendo ser modificada com gerador externo.

Para medir a temperatura do tratamento, utilizou-se um termopar do tipo K revestido com missangas de cerâmica, isolado do sistema, tendo contato somente com o prato (suporte do corpo de prova). Na saída do termopar, conectou-se um multímetro Minipa Digital ET2231A que permitiu a verificação e o monitoramento da temperatura do prato durante a realização do tratamento.

Deve-se salientar que a temperatura de tratamento foi obtida pela interação das partículas do plasma com a amostra e

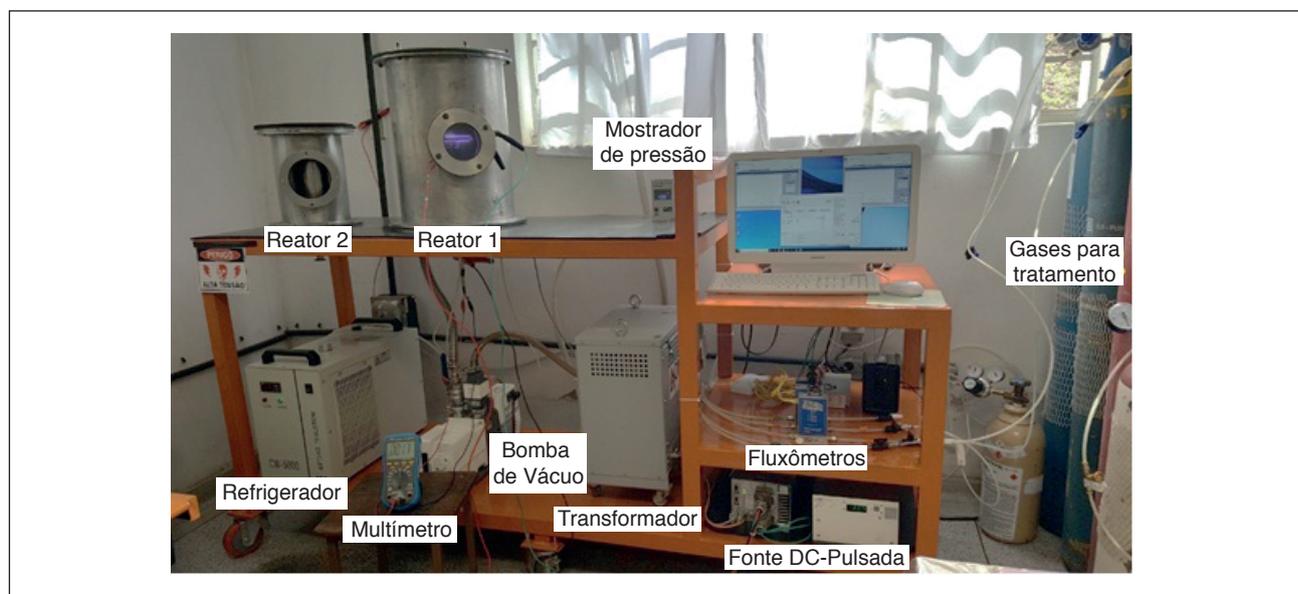


Figura 3: Sistema de tratamento a plasma.

porta-amostras, não sendo utilizada nenhuma outra fonte externa de aquecimento. Mesmo assim, conseguiu-se atingir temperaturas de 900 °C, ilustrando a versatilidade do equipamento. O termopar, externo ao sistema de vácuo e em contato direto somente com o prato, não sofreu influência do meio de tratamento, medindo corretamente a temperatura de trabalho.

Para inserção dos gases nitrogênio, hidrogênio e argônio no reator, as mangueiras de gás de nylon, conectadas aos cilindros de gás individuais, foram interligadas a controladores de fluxo mássico digital (fluxômetro) da marca MKS (dois com fluxo máximo de 1.000 sccm e um com fluxo máximo de 100 sccm) responsáveis por controlar o fluxo da entrada dos gases no reator. O Ar foi inserido no reator através de uma válvula agulha manual. Os fluxômetros com maior vazão foram utilizados para controlar a inserção dos gases em maior quantidade, enquanto o fluxômetro de menor vazão foi utilizado para controlar a inserção de gases em pequenas quantidades no sistema, permitindo maior precisão e controle adequado da entrada de pequenas quantidades de gás no sistema.

Optou-se, também, por utilizar cilindros individuais para cada tipo de gás, cuja mistura desses é realizada dentro da câmara de tratamento. Assim, pode-se realizar vários tipos de tratamentos com proporções variadas de gás, o que permite estudar a formação de diferentes camadas.

As mangueiras de gás foram conectadas a cada parte do sistema por engate rápido. Para conexão da mangueira à câmara de tratamento, o engate rápido foi soldado a tampas de vedação com conexão NW25, o qual foi acoplado à tampa inferior da câmara utilizando-se anel de centragem com anel Viton e abraçadeira. Foi utilizado um sistema desse para cada tipo de gás. Tanto a fonte de tensão quanto os fluxômetros são controlados por computador.

Comissionamento do Reator

Após a montagem do reator e sistema de tratamento, esse passou por comissionamento. Verificaram-se a estabilidade do sistema montado e o efeito dos parâmetros de tratamento na camada formada por tratamento de nitretação iônica a plasma. Com a operacionalização do reator, foi possível determinar e monitorar os parâmetros de tratamento como pressão, temperatura e proporção dos gases.

Durante a realização do tratamento com fonte DC corrente contínua, observou-se a formação de muitos arcos com tensões de 500 V, impedindo que o tratamento fosse realizado em temperaturas maiores de tratamento. Por esse motivo, o tratamento de nitretação nessa etapa de conhecimento do sistema montado foi realizado a 450 °C, menor do que a proposta para aços P20, o qual geralmente é tratado a 520 °C. Tal efeito vem a corroborar o relato de Bermudez¹⁰, o qual afirma que fontes de tensão DC corrente contínua favorecem a formação de arcos no plasma quando é aplicada tensão muito alta.

No que diz respeito à fonte de tensão DC corrente pulsada, observou-se a formação de arcos somente no início do processo de *sputtering*, usual nos primeiros minutos do processo de limpeza do prato e amostras. Isso mostra a maior estabilidade do sistema e a maior versatilidade dos parâmetros ao utilizar esse tipo de configuração de fonte. As macrografias das amostras sem tratamento e tratadas utilizando fonte com configuração DC corrente contínua e fonte DC corrente pulsada são apresentadas nas Figs. 4a, b e c, respectivamente.

As análises visuais das amostras revelaram a produção de uma superfície não uniforme para o tratamento realizado utilizando fonte DC corrente contínua, conforme observado na Fig. 4b. Conforme relatado por Alves Junior⁵, peças com coloração superficial variante da periferia ao centro indicam o fenômeno de efeito de borda ocasionado pela competição entre o *sputtering* e deposição durante o processo devido às alterações no campo elétrico em cantos e arestas. De acordo com Cordeiro¹¹, em tratamentos a plasma, a geometria das peças (principalmente as que têm quinhas vivas) influencia na geração do efeito de borda, devido à sua interferência na distribuição de campo elétrico.

A análise visual da amostra tratada utilizando fonte DC pulsada revelou a produção de superfície mais uniforme, conforme pode ser observado na Fig. 4c.

O efeito de borda caracteriza-se por regiões sem nenhum tratamento ou pouca camada formada, não alcançando a dureza desejada num processo de nitretação a plasma, o que pode ser observado na Fig. 5a. Esse tipo de camada formada é não uniforme, não sendo adequada para aplicações em serviço, uma vez que apresenta estruturas irregulares ao longo da superfície tratada, as quais apresentarão comportamento diferenciado

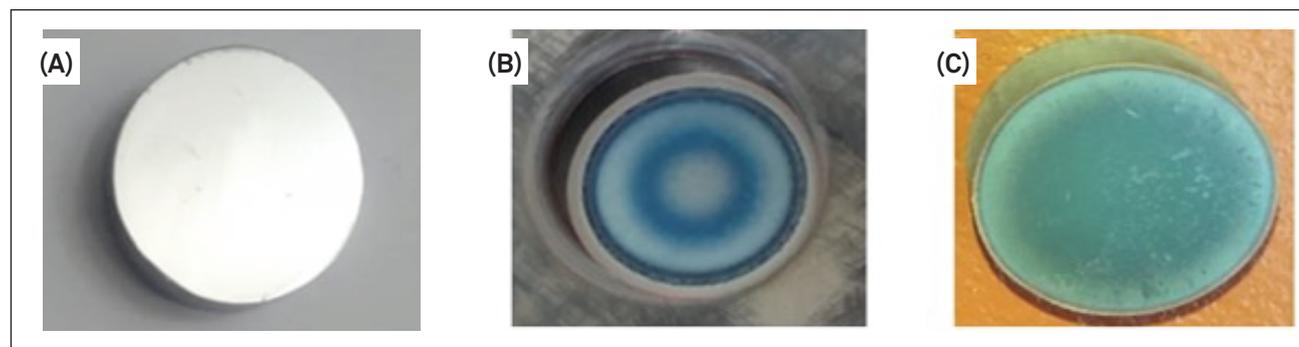


Figura 4: Imagem da amostra com 12,5 mm de diâmetro. (A) sem tratamento; (B) tratadas em fonte DC corrente contínua e (C) DC corrente pulsada.

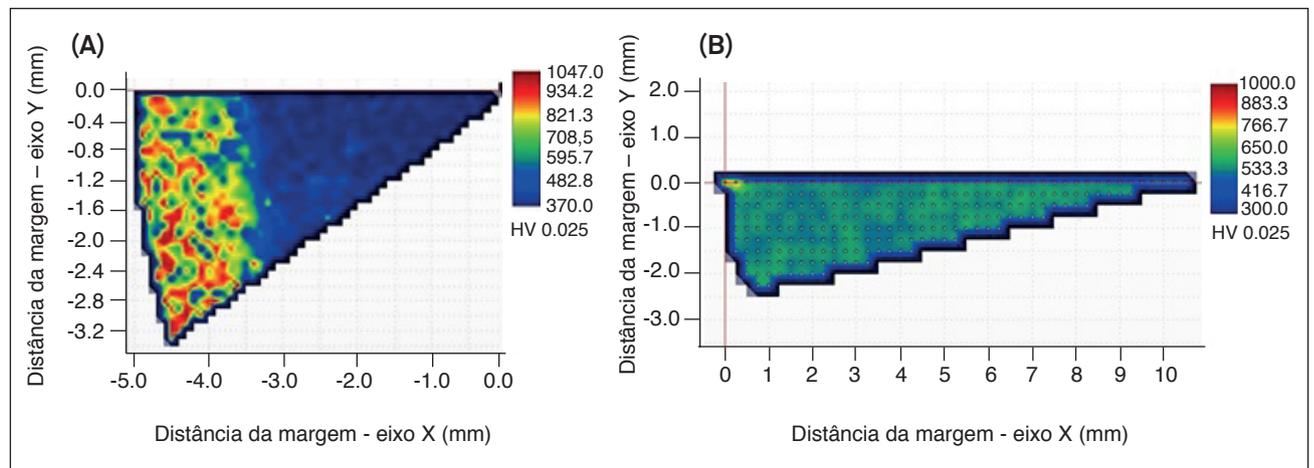


Figura 5: (A) Mapa de dureza superficial HV de uma região da amostra nitretada utilizando fonte DC corrente contínua; (B) fonte DC corrente pulsada.

em cada região que mostre dureza distinta. Assim, observa-se a influência do efeito de borda nas propriedades da camada formada, produzindo uma camada tratada de menor dureza na borda da amostra, enquanto uma maior dureza é observada em sua região central. Como observado na Fig. 5b, a amostra tratada por nitretação iônica a plasma com fonte DC corrente pulsada proporcionou maior uniformidade da dureza da camada formada.

O sistema de tensão DC corrente contínua, conforme relatado por Alves Junior⁵, era utilizado nos equipamentos mais antigos, para obtenção da descarga luminescente. Porém, esse era um sistema desfavorável, em peças com furos ou geometria complexas. Sistemas de tensão DC corrente pulsada são sistemas de chaveamento transistorizado que utilizam frequência entre 1.000 e 10.000 Hz. Esses pulsos geram alto nível de energia no plasma, com alta voltagem e baixa corrente¹⁰. Com essas características, a formação de arcos e catodo oco é eliminada e peças com furos e geometria complexas podem ser tratadas de forma mais adequada.

Tratamento de Nitretação Iônica a Plasma

Efeito da tensão

Esse é um importante parâmetro para realização dos tratamentos de nitretação iônica a plasma, pois, por meio dele, é possível controlar a intensidade do plasma e atingir as temperaturas de tratamento desejadas.

De forma geral, para uma descarga ser iniciada dentro de um sistema fechado, as partículas precisam atingir uma distribuição de energia tal que uma quantidade adequada dessas tenha energia suficiente para, ao sofrer colisões com as demais, produzir ionização. Dentre essas partículas, são os elétrons os que têm maior facilidade em ser acelerados, devido à sua baixa massa quando comparados aos íons e átomos neutros. Essa energia pode ser gerada por aumento da temperatura, utilizando sistema adicional, ou por uma fonte externa que aplique uma diferença de potencial capaz de acelerar os elétrons do sistema¹².

Então, para que sejam possíveis a formação do plasma em baixas pressões e a produção de reações em uma descarga luminescente, é necessária a aplicação de potência adequada¹⁰. Segundo Collison et al.¹³, quando a potência aumenta, diminui-se a queda de corrente de íons na borda da peça, resultando em uma melhor uniformidade do plasma próximo à superfície da amostra. Em trabalho realizado, Rembges e Buster¹⁴ observam que, nos tratamentos nos quais a potência é muito baixa, a nitretação é insuficiente.

Neste trabalho, para a geração do plasma, aplicou-se uma tensão de, no mínimo, 350 V, abaixo da qual o plasma não é estabelecido. Conforme pode ser observado na Fig. 6a, quanto maior a tensão aplicada, maior a temperatura de tratamento alcançada. Assim, para atingir a temperatura de tratamento, deve-se determinar a tensão e a corrente necessárias de tratamento.

Com aumento da tensão, há aumento da intensidade de corrente, fazendo com que os íons ganhem energia e, ao serem acelerados em direção ao catodo, produzam novos elétrons secundários que, por sua vez, produzirão novos íons, formando, com isso, a região anômala. Esse efeito causa aumento na temperatura, a qual se estabiliza quando os valores de densidade de corrente não são superiores aos valores máximos da descarga anômala, e assim o aquecimento do catodo será substancial⁵.

Analisando a Fig. 6a, é possível visualizar o aspecto do plasma em diferentes valores de tensão, sendo notável que, utilizando voltagens mais baixas, o plasma se forma com baixa luminescência. Dessa forma, não ocorre aumento significativo da temperatura. A partir do momento em que se aumenta a voltagem, a luminescência do plasma também aumenta, e isso se deve ao fato de a potência estar mais alta¹⁵.

Efeito da pressão

Segundo Boyer¹⁶, a espessura da camada luminescente é determinada pela pressão dos gases. Dessa forma, controlando a pressão, é possível controlar a espessura da camada luminescente e a uniformidade dessa camada durante a nitretação¹⁷.

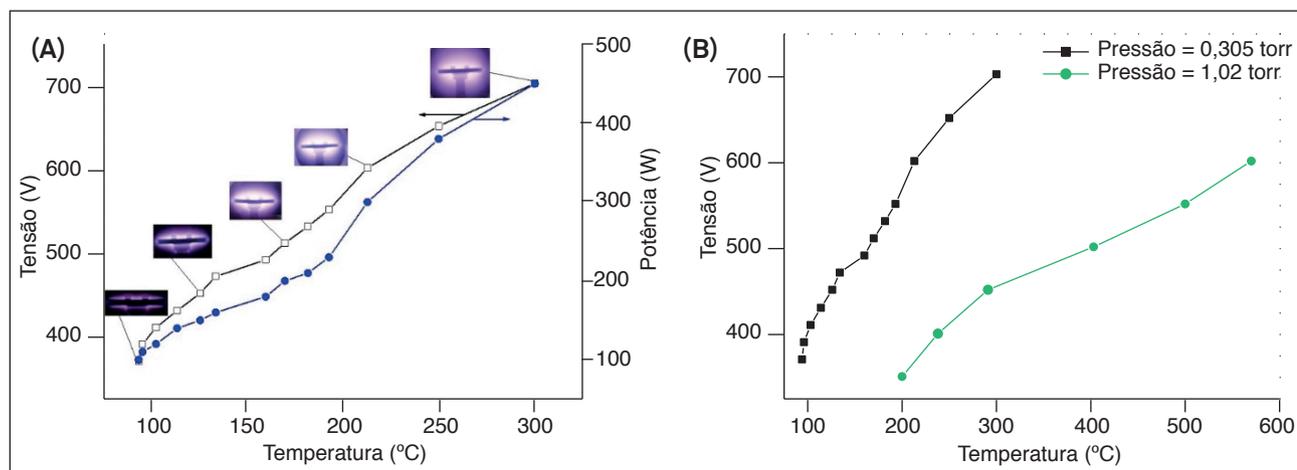


Figura 6: (A) Efeito da temperatura em função da tensão e potência a 0,305 torr; (B) influência da pressão de trabalho na temperatura de tratamento.

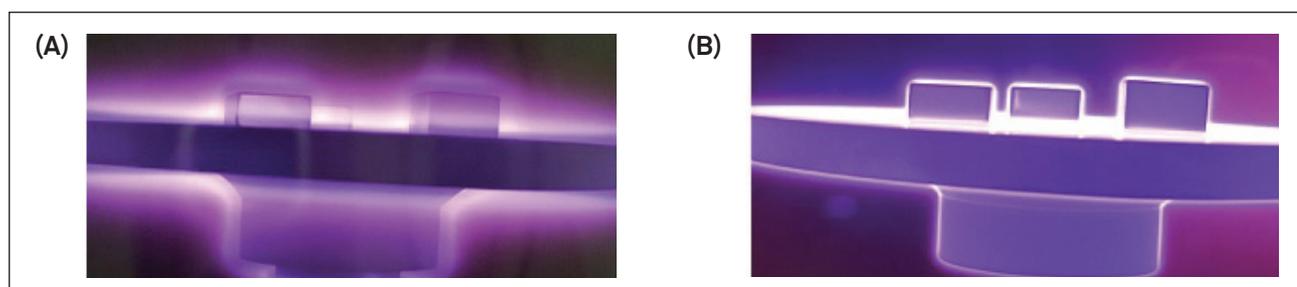


Figura 7: Intensidade luminosa do plasma utilizando gás Ar a (A) 0,429 torr; (B) 2,17 torr.

Segundo Collison et al.¹³, quando valores baixos de pressão são utilizados dentro da câmara, a uniformidade da camada luminescente é boa no centro da amostra; porém, nas extremidades ocorre um decaimento da uniformidade dessa camada. Entretanto, quando valores altos de pressões são utilizados, a uniformidade da camada luminescente é melhor nas extremidades do que no centro. Dessa forma, deve-se buscar um valor de pressão intermediário, pois resultará em uma uniformidade da camada luminescente média total mais apropriada.

Ao observar a Fig. 6b, é possível verificar que a pressão de trabalho influencia na temperatura de tratamento. Maiores pressões de trabalho, para uma mesma tensão aplicada, determinam maiores temperaturas de tratamento. Queiroz¹⁸ comenta que, com a elevação da pressão em um meio plasmático, a temperatura aumenta com mais facilidade devido a um número maior de colisões entre as partículas e à amostra pela redução do livre caminho médio entre as partículas energéticas. Mas, conforme observado neste trabalho, a temperatura alcançada é muito dependente, além da pressão de tratamento, da voltagem aplicada no sistema.

A pressão também controla a uniformidade da luminescência anômala formada sobre a amostra. Observa-se, na Fig. 7, que pressões de tratamento maiores produzem radiação luminosa intensa e muito próxima ao prato, e a bainha fica mais fina e uniforme ao redor de toda a superfície

da peça exposta ao plasma, o que produz uma camada nitretada homogênea e regular por toda a superfície tratada.

Conforme mencionado por Alves Junior⁵, na descarga luminescente anômala existe uma série de espaços escuros e luminosos, como apresentado na Fig. 8. Essa região de espaço escuro do catodo e uma camada fina de maior lumionosidade abaixo do espaço escuro é conhecida, respectivamente, como bainha catódica e luminescência catódica⁵. Conforme relatado por Souza¹⁹, os parâmetros, como a geometria da peça e principalmente a pressão e tensão, afetam a forma da bainha catódica.

A bainha catódica é uma região que, de acordo com Alves Junior⁵, apresenta baixa concentração de cargas devido seu baixo gradiente de potencial. E é nessa região, em conjunto com a luminescência catódica e o catodo, que ocorrem os fenômenos como transferência de carga, ionizações, excitações e produções de elétrons secundários, fenômenos esses responsáveis pela formação da camada de tratamento⁵.

Observou-se, neste trabalho, que a formação de bainhas mais finas e próximas à superfície das amostras tratadas (Fig. 8a) formam camadas uniformes e o efeito de borda é eliminado (Fig. 8d). Essa constatação ilustra bem o efeito da pressão na uniformidade do plasma e, conseqüentemente, na camada formada ao se realizar o tratamento de nitretação iônica a plasma à pressão de 4,28 torr.

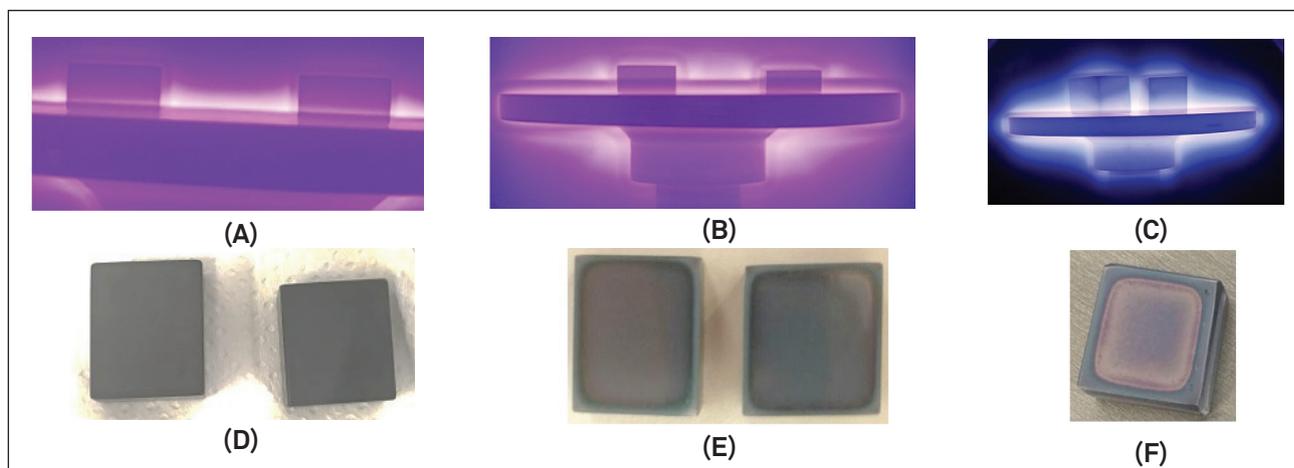


Figura 8: (A e D) Tratamento de nitretação iônica a plasma a 4,28 torr com bainha catódica fina e regular produzindo peça sem efeito de borda; (B e E) bainha grossa na peça nitretada a 1,87 torr produzindo amostra com efeito de borda; (C e F) luminescência heterogênea formada a 0,5 torr durante o *sputtering* com Ar, produzindo uma peça com camada heterogênea após nitretação iônica a plasma a 0,85 torr.

Assim, quando o plasma envolve uniformemente toda a peça, atingindo toda a superfície exposta ao plasma de maneira homogênea, garante-se a formação de uma camada nitretada com as mesmas características metalúrgicas em qualquer parte da peça, com dureza uniforme em toda sua extensão, adequada e necessária para aplicações de equipamentos nitretados em serviço²⁰.

A Fig. 8b apresenta a formação de uma bainha grossa em tratamento realizado a 1,87 torr, conferindo uma peça com efeito de borda após o tratamento (Fig. 8e). Já a Figs. 8c e f ilustram o tratamento de nitretação iônica realizada à baixa pressão (0,85 torr), com o *sputtering* realizado a 0,5 torr, formando luminescência irregular ao redor da amostra. Como consequência, formou-se uma camada com efeito de borda bastante intenso.

Para Dressler²¹, conforme apresentado por Riofano²⁰, a influência desse parâmetro no processo de nitretação está relacionada com o livre caminho médio entre as espécies presentes no plasma.

Para pressões em torno de 0,01 torr, alcançadas na evacuação do sistema e chamada de pressão de fundo, a trajetória livre média entre os elétrons e as moléculas do plasma é grande, e a probabilidade do elétron colidir com uma molécula do gás é menor, o que faz com que os íons atinjam a superfície da peça sem perda significativa de energia. Se a pressão parcial for aumentada entre 0,01 e 7,5 torr, a trajetória livre média é reduzida e o número de moléculas presentes no gás é suficiente para garantir um número de ionização do gás, o qual sustenta a descarga luminescente. Nessa condição, tem-se maior concentração de íons interagindo com a superfície da peça, embora esses apresentem menor energia²⁰⁻²².

Esse fato é coerente com o resultado obtido por Moradshahi et al.²³, que obtiveram uma camada mais rica em nitrogênio ao aumentar a pressão de tratamento de 46,5 para 80 Pa em liga de alumínio nitretada a plasma.

Se a pressão é aumentada ainda mais, o número de moléculas presentes no plasma será suficiente para garantir as colisões dessas com os elétrons, porém a trajetória de livre caminho médio entre

essas espécies é curta e não adquire, portanto, energia suficiente para causar ionização. Nesse caso, pode-se atingir ionização adequada do meio através da aplicação de altas voltagens, cujo valor necessário geralmente é superior aos valores práticos utilizados nesse tipo de tratamento²⁰⁻²².

Efeito do tempo de tratamento

Segundo Chiaverini²⁴, esse é um dos principais parâmetros de tratamentos termoquímicos e, comparados aos processos convencionais, o método a plasma necessita de um tempo muito menor para formar uma camada adequada para aplicação em serviço. Tempos de tratamentos maiores produzem camadas mais espessas, enquanto a temperatura influencia na dureza da camada.

O tempo de tratamento é governado pela teoria da difusão e, conforme aumenta-se o tempo de tratamento, os elementos difundem-se em maior profundidade no substrato tratado, o que aumenta a espessura e diminui a dureza da camada formada²⁴. Isso pode ser comprovado na Tabela 2, que determina a porcentagem de nitrogênio obtido na camada formada.

Tabela 2: Porcentagem em massa (%) do nitrogênio obtido pela técnica espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDX) na camada formada nas posições 1 (camada branca), 2 (interface da camada branca com a zona de difusão), 3 (zona de difusão logo abaixo da camada branca) e 4 (zona de difusão).

	400 °C 2 h	520 °C 2 h	520 °C 5 h
Posição 1	7,89	6,73	6,07
Posição 2	4,57	4,12	4,60
Posição 3	2,91	3,14	3,96
Posição 4	1,92	2,06	3,13

As Figs 9a e b ilustram o efeito do tempo de tratamento na espessura da camada formada no aço P20 nitretado a 520 °C por um período de 2 e 5 h. Observa-se que tempos maiores de tratamento produzem camadas brancas mais espessas. O tratamento realizado pelo período de 2 h produziu uma camada branca com espessura média de 10,211 µm, enquanto o tratamento realizado pelo período de 5 h produziu uma camada branca com espessura média de 15,64 mm. Os resultados obtidos no presente trabalho corroboram Manfrinato⁹ e Moradshahi et al.²³.

A camada nitretada cresce com o tempo de tratamento²⁵. Porém, deve-se considerar que a formação do nitreto depende de átomos do metal livre na superfície da peça tratada. Dessa forma, a espessura da camada formada apresenta uma dependência

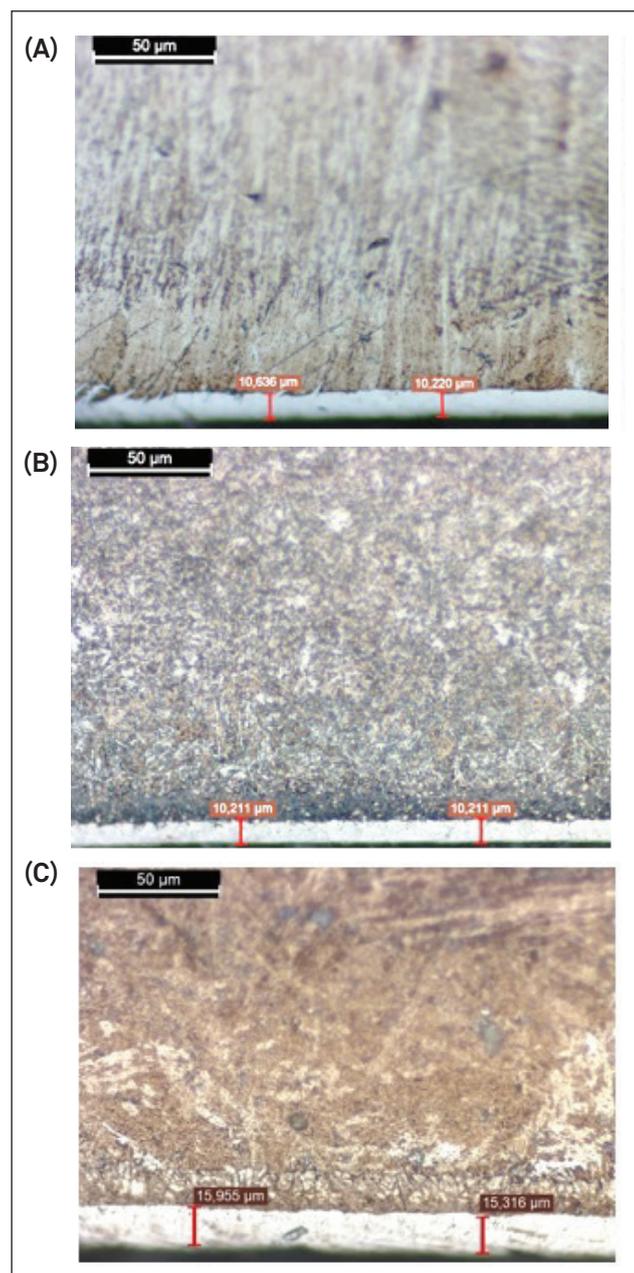


Figura 9: Tratamento de nitretação com 80% N₂ e 20% H₂ em P20. (A) 400 °C e 2 h; (B) 520 °C e 2 h; (C) 520 °C e 5 h.

parabólica desse parâmetro justificada pelo impedimento da difusão do metal para a superfície de nitretação pela formação do nitreto nessa região²³.

Observa-se, na Fig. 10, dureza de 788 HV para tempo de tratamento de 5 h, enquanto, para 2 h, a dureza máxima foi de 757 HV, evidenciando que o tempo de tratamento tem maior influência na espessura do que na dureza da camada formada.

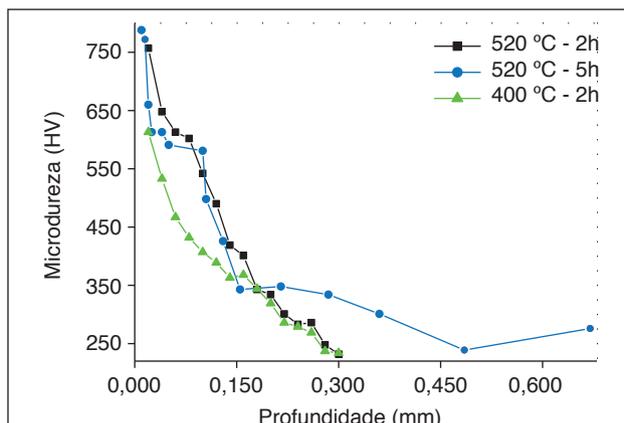


Figura 10: Microdureza Vickers em função da profundidade da camada obtida para tratamento realizado a 520 °C a 2 e 5 h e 400 °C a 2 h.

Efeito da temperatura de tratamento

A temperatura é um parâmetro de importante relevância, pois influencia diretamente na dureza da camada^{25,26}. Todavia, existe uma faixa de temperatura certa para tratamentos de nitretação iônica a plasma, sendo que, em altas temperaturas (acima de 650 °C), a solubilidade do nitrogênio no composto e o coeficiente de difusão são aumentados; dessa forma o nitrogênio se difunde de uma forma mais rápida para o substrato, tendo, como consequência, a não formação de uma camada composta compacta e densa de nitretos²⁷. Para temperaturas usuais de processos de nitretação (350 a 550 °C), tanto a solubilidade do nitrogênio quanto o coeficiente de difusão são menores e rapidamente uma camada de nitretos é formada²⁷.

Pela análise da Tabela 3 e da Fig. 9, é possível observar semelhança na espessura da camada branca e espessura da camada total do material tratado a 400 e 520 °C, ilustrando que a temperatura não influenciou de forma significativa na espessura da camada formada.

Tabela 3: Determinação da dureza, da espessura da camada branca e da espessura da camada total formada nos tratamentos realizados a 400 °C e 2 h, 520 °C e 2 h e 520 °C e 5 h.

Variáveis	400 °C 2 h	520 °C 2 h	520 °C 5 h
Espessura camada branca (mm)	10,4	10,211	15,64
Espessura camada total (mm)	300	300	484
Dureza (HV)	614	758	788

Porém, baixas temperaturas de tratamento (em torno de 400 °C) apresentam baixa difusão do íon ao substrato, o que satura a superfície com o elemento em difusão²⁵. Esse comportamento pode ser observado na Tabela 2.

Observa-se que, para a temperatura menor, a porcentagem de nitrogênio (% p N) na superfície é maior, porém, cai abruptamente ao longo da camada de forma, diferentemente do que ocorre a temperaturas mais altas, que mantêm valores de nitrogênio maiores ao longo da camada formada. Esse comportamento reflete na dureza em profundidade do material, que se mantém maior para o tratamento realizado à temperatura de 520 °C, conforme observado na Fig. 10. O tratamento realizado a 520 °C foi responsável pela formação de uma camada de maior dureza, se comparado com o tratamento realizado a 400 °C. Esse comportamento também foi observado por Yang et al.²⁵ e Pereira Neto et al.²⁶.

Para temperatura de 400 °C, obteve-se dureza de 614 HV, valor menor se comparado à amostra tratada a 520 °C, que atingiu dureza de 757 HV. Pereira Neto et al.²⁶ observaram que, em tratamentos de nitretação com temperaturas mais elevadas, foram obtidos maiores durezas e maior resistência ao desgaste. Isso ocorre devido à formação da camada por meio do fenômeno de difusão na superfície do material. O coeficiente de difusão aumenta de forma exponencial com a temperatura de tratamento, proporcionando maior difusão de nitrogênio na superfície tratada a temperaturas de tratamento maiores²⁸. Porém, deve-se salientar que temperaturas de tratamento muito elevadas (maiores que 800 °C para aços) devem ser evitadas, pois podem causar a diminuição da espessura da camada formada²⁹.

CONCLUSÕES

Comprovou-se que, com o sistema completo do reator projetado, construído e montado, foi possível a realização de tratamentos de nitretação iônica a plasma, os quais formaram camadas uniformes e homogêneas. Dessa forma, pode-se afirmar que o sistema montado é adequado ao tipo de tratamento estudado, podendo ser aplicado a outros tipos de tratamento a plasma.

A fonte DC corrente pulsada apresentou melhor desempenho quando comparada à DC corrente contínua, com relação à uniformidade e dureza da camada formada, permitindo atingir altas temperaturas de tratamento. Mesmo que em alguns momentos do tratamento tenham ocorrido problemas de aberturas de arcos catódicos, o chaveamento da tensão produzida pelo módulo de pulso da tensão suprimiu complicações com a continuidade do tratamento.

Para obtenção de uma camada homogênea, de dureza e espessura específicas para o tratamento de nitretação iônica, devem-se controlar os parâmetros pressão, potência, tempo e temperatura de tratamento. Assim, para obtenção de camadas com dureza mais elevadas, devem-se utilizar temperaturas mais elevadas. Para obterem-se camadas mais espessas, deve-se aumentar o tempo

de tratamento. Percebeu-se que pressões muito baixas não foram adequadas para a formação de camadas uniformes; dessa forma, as pressões ideais de tratamento foram de 4 a 7 torr, enquanto a tensão é responsável por se atingir a temperatura de tratamento desejada.

Com isso, pode-se afirmar que é importante realizar o estudo do efeito dos principais parâmetros para que seja possível a realização de tratamentos de nitretação eficiente, nos quais ocorra a formação das camadas nitretadas uniformes e homogêneas.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Capes (Codigo 001) e à Fapesp pelo auxílio financeiro.

REFERÊNCIAS

1. Grün R, Günther H-J. Plasma nitriding in industry – problems, new solutions and limits. *Mater Sci Eng A*. 1991;140(July):435-41.
2. Binder C, Bendo T, Hammes G, Klein AN, Mello JDB. Effect of nature of nitride phases on sliding wear of plasma nitrided sintered iron. *Wear*. 2015;332-3(May-June):995-1005.
3. Alves Junior C, Rodrigues JA, Martinelli AE. The effect of pulse width on the microstructure of d.c.-plasma-nitrided layers. *Surf Coat Technol*. 1999;122(2-3):112-7.
4. Vendramim JC. Efeito da nitretação na resistência à fadiga do aço CrSiV utilizado na fabricação de molas para indústria automotiva [dissertação]. Campinas (SP): Universidade Estadual de Campinas; 2004.
5. Alves Junior C. Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações. Natal: Universidade Federal do Rio Grande do Norte; 2001.
6. Pinedo CE, Monteiro WA. On the kinetics of plasma nitriding a martensitic stainless steel type AISI 420. *Surf Coat Technol*. 2004;179(2-3):119-23.
7. Pye D. Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing. Ohio: ASM International; 2003.
8. Favorit Aços Especiais. Aços Ferramenta: aço AISI P20 [Internet]. São Paulo: Favorit Aços Especiais. [citado março 2015]. Disponível em: <http://www.favorit.com.br/produtos/acos-ferramenta/aco-aisi-p20>. Acesso em Março de 2015.
9. Manfrinato MD. Influência da nitretação a plasma no comportamento em fadiga dos aços inoxidáveis austeníticos AISI-SAE 304 e 316 [dissertação]. São Carlos (SP): Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos; 2006.
10. Bermudez NEC. Nitretação por plasma contínuo e pulsado dos aços DIN X50 CrVMo 51 e DIN 34 CrAlNi 7 [dissertação]. São Carlos (SP): Universidade Federal de São Carlos; 1999.
11. Cordeiro RC. Nitretação iônica por plasma pulsado de aços inoxidáveis duplex [dissertação]. Rio de Janeiro (RJ): Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2010.
12. Fridman A. Plasma chemistry. New York: Cambridge University; 2008.
13. Collison WZ, Ni TQ, Barnes MS. Studies of the low-pressure inductively-coupled plasma etching for a larger area wafer using

- plasma modeling and Langmuir probe. *J Vac Sci Technol A*. 1998;16(1)100-7.
14. Rembges W, Buster RG. Ion nitriding application growth for automotive components. *Metallurgia*. 1993;58(5)177-8.
 15. Cruz D. Construção de equipamento de tratamento de superfície a plasma com fonte DC pulsada para tratamento de nitretação iônica [dissertação]. Sorocaba (SP): Universidade Federal de São Carlos, Centro de Ciências e Tecnologia; 2017.
 16. Boyer HE. Case hardening of steel. Ohio: ASM International; 1987.
 17. Delton RO. Wear enhancement of large automotive stamping dies by ion nitriding. *Heat Treatments Society. 6th International Congress on Heat Treatment of Materials*; 1988 Sep 28-30; Chicago, USA. Chicago: ASM International; 1988.
 18. Queiroz MKN. Nitretação e pós-oxidação a plasma pulsado de aços baixa liga. [dissertação]. Rio de Janeiro (RJ): Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2014.
 19. Souza RRM. Nitretação iônica sem efeito de borda: desenvolvimento e avaliação de uma nova técnica [dissertação]. Natal (RN): Universidade Federal do Rio Grande do Norte; 2006.
 20. Riofano RMM. Efeito das variáveis de nitretação por plasma na resistência à abrasão de um aço Maraging [dissertação]. São Carlos (SP): Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos; 1997.
 21. Dressler S. Plasma parameter control for industrial situations the role of hot wall plasma nitriding/fumaces. 2nd International Conference on Ion Nitriding/Carburizing; 1989 Sep 10-20; Cincinnati, USA. Cincinnati: ASM International; 1989.
 22. Ara JF, Almandoz E, Palacio JF, FUENTES GG. Simultaneous ageing and plasma nitriding of grade 300 maraging steel: how work pressure determines the effective nitrogen diffusion into narrow cavities. *Surf Coat Technol*. 2017;317(1)64-74.
 23. Moradshahi M, Tavakoli T, Amiri S, Shayeganmeher S. Plasma nitriding of Al alloys by DC glow discharge. *Surf Coat Technol*. 2006;201(3-4)567-74.
 24. Chiaverini V. Tratamento térmico das ligas metálicas. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais; 2008.
 25. Yang Y, Yan MF, Zhang SD, Guo JH, Jiang SS, Li DY. Diffusion behavior of carbon and its hardening effect on plasma carburized M50NiL steel: influence of treatment temperature and duration. *Surf Coat Technol*. 2018;333(1)96-103.
 26. Pereira Neto JO, Silva RO, Silva EH, Moreto JA, Bandeira RM, Manfrinato MD et al. Wear and corrosion study of plasma nitriding F53 super duplex stainless steel. *Mater Res*;2016;19(6)1241-52.
 27. Borges AS, Hennecke BE. Decreasing chromium precipitation in AISI 304 stainless steel during the plasma-nitriding process. *Surf Coat Technol*. 2006;123(1)112-21.
 28. Callister Junior WD, Rethwisch DG. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 8a ed. Rio de Janeiro: LTC; 2012.
 29. Reis RF, Schreiner WH, Borges PC. Nitretação do aço inoxidável AISI 316l a altas temperaturas: influência na camada nitretada. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*. 2006;25(3)183-7.