

## CONSTRUÇÃO DE UMA CÂMARA PARA TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE POR PLASMA

C.M.A. Andrade

Departamento Acadêmico de Tecnologia Industrial – CEFET-RN  
Av. Salgado Filho, 1159 Morro Branco CEP 59.000-000 Natal-RN  
E-mail: [cristian.araujo@gmail.com](mailto:cristian.araujo@gmail.com)

J.A. Lima

Departamento Acadêmico de Tecnologia Industrial – CEFET-RN  
Av. Salgado Filho, 1159 Morro Branco CEP 59.000-000 Natal-RN  
E-mail: [anchieta@cefetrn.br](mailto:anchieta@cefetrn.br)

J.M. Lourenço

Departamento Acadêmico de Tecnologia Industrial – CEFET-RN  
Av. Salgado Filho, 1159 Morro Branco CEP 59.000-000 Natal-RN  
E-mail: [magner@cefetrn.br](mailto:magner@cefetrn.br)

### RESUMO

A engenharia de superfície envolve a aplicação de tecnologias de superfície tradicionais e inovadoras para os componentes de engenharia e materiais, visando produzir um material composto com propriedades impossíveis de conseguir na base ou na superfície dos materiais. A técnica inovadora de tratamento de superfície por plasma obteve, nas últimas décadas, um grande desenvolvimento em pesquisas e no processamento na indústria. Pesquisas realizadas sobre a tecnologia do plasma permitiram um maior entendimento do fenômeno, novas aplicações ou substituições das técnicas convencionais, como por exemplo, a nitretação gasosa. Hoje sua aplicação abrange a indústria automotiva, aeroespacial, biomédica, microeletrônica, têxtil. O uso extensivo de plasmas para o tratamento de superfícies ocorre devido a sua capacidade de gerar eficientemente espécies químicas ativas e gerar íons e acelerá-los em direção ao substrato. As vantagens na aplicação desta tecnologia são principalmente a versatilidade na operacionalização do processo e sua reprodutibilidade, associada a economia (tempo temperatura de tratamentos menores) obtida quando comparado com os processos convencionais. O plasma aplicado no processamento de materiais é produzido usualmente por descargas elétricas por ser de fácil implementação e permitir um controle preciso das condições de trabalho. Geralmente aplica-se a um gás corrente contínua (DC), radio frequência (RF) e microondas (MW) para gerar e manter o plasma. O equipamento de nitretação por plasma é constituído, basicamente, de uma câmara de nitretação, um sistema de vácuo, um sistema de alimentação de gases, uma fonte de tensão e um sistema de medição e controle. Este trabalho visa construir uma câmara de vácuo para facilitar a visualização do plasma pelos alunos. A câmara deve permitir a instrumentação de monitoração e controle de pressão e temperatura, bem como a entrada e saída de gás. Deverá possuir o cátodo móvel para que possa ser feito experimentos com a lei de Paschen.

PALAVRAS-CHAVE: tecnologia a plasma, tecnologia do vácuo, lei de Paschen.

## 1-INTRODUÇÃO

O plasma é produzido aplicando-se uma tensão *dc* entre dois eletrodos inseridos em recipiente com gás à baixa pressão (vácuo). Quando se aplica um potencial entre dois eletrodos os elétrons livres, produzidos no gás por radiação de fundo (raios cósmicos, radioatividade), são acelerados e colidem com os átomos do gás contido no recipiente. Aumentando a corrente, continuamente, a tensão de ruptura é atingida. Neste momento ocorre um processo de avalanche resultante de eventos simultâneos, tais como: os íons, fótons e partículas neutras bombardeiam o catodo produzindo elétrons secundários que, por sua vez, são acelerados do catodo pelo campo elétrico e colidem com átomos e moléculas de gás, produzindo novos íons. Os novos íons formados são acelerados para o catodo onde novas colisões produzem mais elétrons e, na seqüência, produzem mais íons (Alves Jr, 2001; Bogaerts, 2002). Este processo continua até surgir uma descarga luminescente que chamamos de plasma.

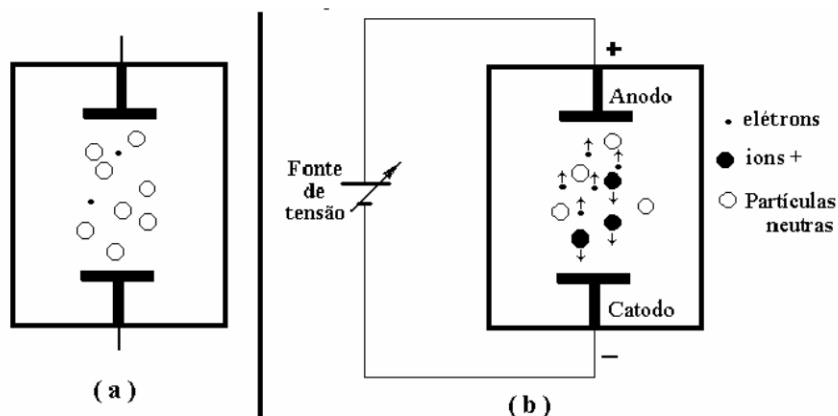


Figura 1. Geração do plasma DC: (a) Câmara contendo gás a baixa pressão; (b) Após a aplicação de uma tensão os elétrons livres contidos nesse gás são acelerados bombardeando os átomos, ionizando-os.

A distância que o elétron pode deslocar-se antes de sofrer uma colisão com uma molécula do gás é chamada de *livre caminho médio*. Este é proporcional à temperatura absoluta do gás e inversamente proporcional à pressão do gás. Numa câmara, o caminho livre médio torna-se um parâmetro com considerável significado. Numa câmara evacuada em baixa pressão, o caminho livre médio será grande, pois existirão poucas moléculas do gás entre os eletrodos, e existem também poucas colisões entre elétrons e moléculas para sustentar a corrente elétrica. Para pressões elevadas o *livre caminho médio* será reduzido. O aumento da pressão pode atingir um valor que os elétrons terão um caminho livre médio tão curto entre colisões que eles provavelmente não adquirirão energia suficiente para causar ionização de qualquer molécula encontrada exceto que a tensão seja elevada para valores maiores dos que os considerados para o tratamento a plasma.

### 1.1-VÁCUO

Pressão é definida como sendo a força exercida por unidade de área. No caso da pressão de um gás essa pressão é produzida pelo choque das moléculas do ar com as paredes do recipiente. A pressão depende do número de moléculas por unidade de volume e da agitação térmica dessas moléculas. Podemos considerar um ambiente em vácuo quando a densidade de partículas nele existente é inferior à que se encontra na atmosfera a pressão e temperaturas normais. Durante séculos o conceito de vácuo foi muito discutido e debatido. Por volta do ano 420 a.C. dois outros gregos (Leucipo e Demócrito) propuseram que tudo seria composto de átomos. Esses átomos se reuniriam ao acaso formando a matéria e entre os átomos não haveria nada. Entre esses átomos existiria o vácuo. Essas pesquisas foram continuadas por Torricelli que demonstrou que pressão atmosférica capaz de equilibrar uma coluna de 10,3 m de água. Assim foi construído o primeiro barômetro. É interessante perceber que a experiência de Torricelli, com o seu barômetro foi uma das primeiras técnicas para produzir vácuo artificialmente (Stempniak, 2002).

A unidade SI de pressão é o pascal, definido como sendo a pressão correspondente a  $1 \text{ N/m}^2$  (um Newton por metro quadrado) que é denominada pascal ( $1 \text{ Pa}$ ). Historicamente, entretanto, os físicos e engenheiros se acostumaram com outras unidades, ainda utilizadas. Uma delas é a altura da coluna de mercúrio em um barômetro cuja origem remonta ao tempo de Torricelli. Outras unidades ainda em uso são a atmosfera e o bar. Podemos para fazer uma conversão aproximada destas unidades da seguinte forma:  $1 \text{ torr} = 1 \text{ mmHg} = 133 \text{ Pascals (Pa)} = 1,33 \text{ mbar}$

O entendimento do princípio de funcionamento das bombas de vácuo é muito importante e um bom começo para um projeto de vácuo de sucesso. Devemos conhecer, por exemplo, a faixa de pressão de trabalho do processo em vácuo, pois dependendo desta faixa é recomendado utilizar duas bombas. Existem dois tipos básicos de maneiras de bombeamento de gases e vapores: bombas com deslocamento de gás e bombas de fixação. As bombas com deslocamento de gás, o bombeamento se dá a partir do deslocamento mecânico de partes da bomba de vácuo. Por exemplo, o deslocamento de um pistão em um êmbolo faz com que parte dos gases ocupem um determinado volume e assim, posteriormente possam expulsos deste êmbolo. Este princípio é utilizado pelas bombas mecânicas de palhetas de um ou dois estágios, *roots*, de pistão. Na bomba de vácuo de fixação, as partículas não são expulsas para fora do sistema de vácuo, mas ficam aprisionadas em uma superfície dentro da bomba de vácuo. O processo de aprisionamento tem duas possíveis origens: ligação por forças de *Van der Waals*, no caso, adsorção física. (Degasper, 2006; Moutinho, 1980)

## 1.2-MATERIAIS PARA SISTEMA DE VÁCUO.

A escolha de materiais para a construção do sistema de vácuo é de grande importância. O projeto estrutural é bem conhecido, no entanto, devemos conhecer muito bem o comportamento desses materiais em baixas pressões. Os materiais a escolher para a construção do sistema de vácuo devem satisfazer as seguintes características (Moutinho, 1980).

- Baixa capacidade de desgaseificação, que está relacionada com liberação de gases resultante da adsorção e absorção.
- Baixa permeabilidade aos gases e vapores: maior ou menor susceptibilidade a ser atravessado por gases ou vapores.
- Baixa tensão de vapor: a pressão de vapor do material utilizado deve ser menor que a pressão de trabalho pretendida.
- Elevada resistência a corrosão: os óxidos podem desgaseificar no vácuo
- Elevada resistência mecânica: no dimensionamento deve-se considerar não só a pressão de trabalho mas também a temperatura.

## 1.3-LIMPEZA DO SISTEMA DE VÁCUO

Primeiro lava-se os componentes do sistema de vácuo com detergente e bastante água. Depois pode passar solvente orgânico para facilitar a secagem e desengordurar. Os solventes mais usados são o álcool, a acetona e o tricloroetileno. Esta limpeza pode ser feita com pano embebido de solvente. Depois pode ser secado com secador ou estufa (cuidado com vapores orgânicos; local ventilado). Pode-se usar banho de ultra-som para limpeza em profundidade, onde deve ser feita num recipiente metálico (com éter, acetona, etc) ao qual está associado um vibrador de ultra-som (Moutinho, 1980).

## 2-MATERIAIS E MÉTODOS

A câmara foi construída com os seguintes materiais: aço inoxidável austenítico, cobre, tecnil, teflon, vidro. As peças foram usinadas na oficina mecânica do cefetrn. O comportamento destes materiais quando estão no vácuo é descrito abaixo (Moutinho, 1980):

*Aço inoxidável* - Possui estrutura austenítica e baixo teor de carbono. As propriedades antimagnéticas da estrutura austenítica garantem a não interferência com os instrumentos de medidas elétricas. O baixo teor em carbono garante uma baixa tensão de vapor. As peças devem ter um acabamento adequado sendo o polimento eletrolítico o melhor. A preparação das superfícies metálicas para alto vácuo incluirá também uma desgaseificação por aquecimento a temperaturas entre 250 e 350°C, no entanto para pressão utilizada no processo de nitretação esta não ocorre. Embora a qualidade do aço possa variar com as aplicações e com o grau de vácuo pretendido, em geral não se usam peças fundidas porque podem ter uma certa porosidade, que dará origem a fugas de difícil localização e correção.

*Cobre* - Usa-se para tubagens em pré-vácuo com soldaduras feitas a prata. Também se emprega para anéis de vedação e neste caso deve-se utilizar cobre eletrolítico e as superfícies deverão ter um aspecto polido sem imperfeições.

*Tecnil* - Os plásticos apresentam um conjunto de propriedades físicas, químicas e mecânicas que os tornam de grande utilidade em sistemas de vácuo. No entanto, é necessário fazer uma seleção cuidadosa, tendo atenção nas características do plástico a ser usado e a pressão que se deseja atingir no sistema. O tecnil adaptou-se muito bem as condições de trabalho que foi submetido.

*Teflon* (politetrafluoretileno, PTFE) - É bastante caro, mas é dos melhores plásticos para uso em vácuo. É facilmente trabalhável, autolubrificante e não é atacado pela maioria dos reagentes químicos. Aplica-se em anéis de vedação e diafragmas de válvulas. Porém, com o uso prolongado, pode perder a elasticidade e dar origem a fugas. O teflon é também muito usado como isolador elétrico. Pode ser utilizado até 300°C sem qualquer problema. Acima de 420°C decompõe-se, libertando vapores altamente tóxicos pelo que não se deve empregar em sistemas que requeiram desgaseificação, nem ser trabalhado no torno a temperaturas acima dos 400°C.

*Araldite* - Embora desgaseifique bastante, sobretudo vapor de água, a araldite é muito usada para colar materiais e como isolador elétrico. A desgaseificação depende muito da forma como se dá o endurecimento. Existem vários tipos de araldite de acordo com as utilizações a que se destinam e para vácuo deve-se empregar o tipo recomendado pelo fabricante.

*Borrachas*- Devido suas propriedades elásticas, são usadas para vedações, em anéis de juntas desmontáveis e para diafragmas de válvulas. Devido à elevada taxa de desgaseificação a sua superfície deve ser reduzida ao mínimo. Em geral, todas as borrachas perdem as propriedades elásticas quando submetidas a baixas temperaturas. A maioria destes materiais são atacados pelos solventes orgânicos usados para limpeza, aconselhando-se, por isso, a limpeza apenas com um pano seco ou uma passagem rápida com álcool, acetona ou de preferência xileno, benzeno, tolueno ou clorofórmio, que são os melhores solventes para limpar borrachas.

A borracha nitrílica tem permeabilidade e taxa de desgaseificação baixa, muito resistente ao ataque por óleo e temperatura de trabalho é de 80°C. Muito usado em O-rings.

*Vidro* é muito útil na construção de pequenos aparelhos laboratoriais. Em geral usam-se os vidros de borossilicato (Pyrex ou equivalente) pois possuem maior resistência mecânica, mas podem desgaseificar em vácuo na temperatura acima de 450°C. No vácuo, se a diferença de pressão em que é submetido for muito elevada que o vidro pode quebrar-se. Usam-se por isso tubos e balões de paredes grossas (da ordem de 1 mm de espessura pelo menos).

### 3- RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1- MONTAGEM DA CÂMARA

Na figura 2 é mostrado a câmara de vácuo montada com os seus diversos componentes: a mesma é composta de abóbada de vidro; um flange de tecnil de diâmetro de 20 mm e com uma borracha de vedação entre eles. No flange de tecnil fez-se sete furos, sendo um no centro e seis nas extremidades (veja figura 3). No furo do centro instalou-se a haste do anodo de aço inoxidável austenítico, que no tratamento de superfície o mesmo é o porta amostra. Uma haste com as pontas roscadas (para permitir a fixação no flange e no porta amostra) foi instalada com anéis de vedação para garantir a estanqueidade do sistema. Nos outros furos foram instalados o catodo, o termopar e quatro flanges para permitir o acesso à câmara de vácuo.

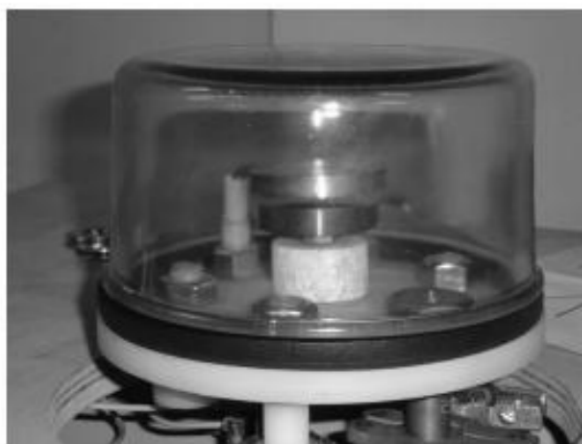


Figura 2. Câmara de vácuo montada



Figura 3. . Flange de tecnil

O catodo instalado possui um sistema mecânico que permite o movimento do mesmo dentro da câmara quando no vácuo (veja figura 4). Este mecanismo servirá para realizarmos experimentos da comprovação da lei de Paschen na disciplina de Tecnologia de superfície. O termopar instalado permite a medição da temperatura no anodo. Este termopar foi isolado para que o plasma não incida sobre o mesmo. Dois dos outros furos foram conectados com uma bomba de vácuo e um medidor de pressão de vácuo.

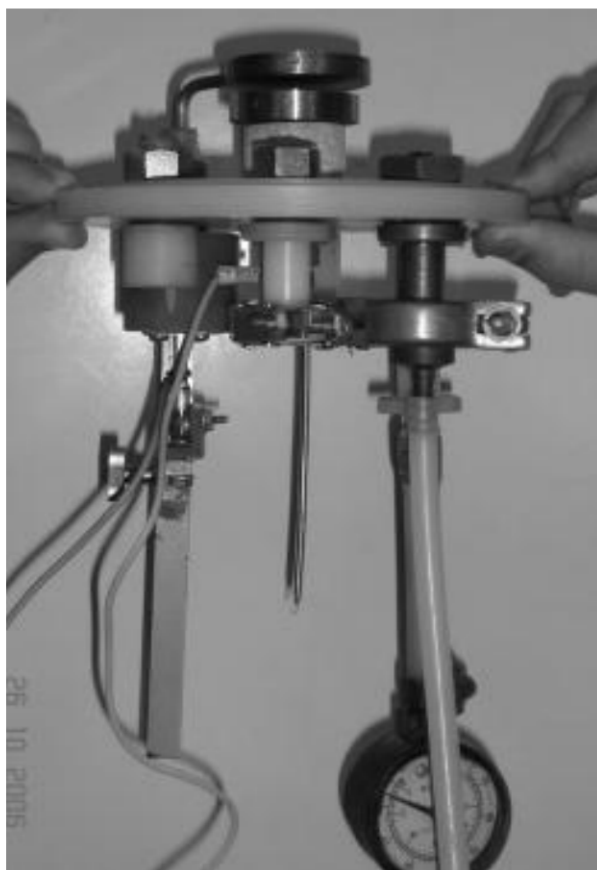


Figura 4. Sistema mecânico para movimentar o catodo

### 3.2-TESTE DE ESTANQUEIDADE DA CÂMARA

A bomba de vácuo foi ligada e o vácuo de 2 mmHg foi obtido em 1 minuto. Este tempo de evacuação comprova que os materiais utilizados na construção da câmara satisfazem os requisitos de baixa capacidade de desgaseificação e baixa permeabilidade aos gases. Após atingir o vácuo desejado a bomba foi desligada e o vácuo de 20 mbar se manteve durante 5 minutos. Estes dados garantem a estanqueidade da câmara, podendo a mesma ser utilizada para gerar o plasma.

### 3.3-GERAÇÃO DO PLASMA

Depois de feito o vácuo, foi ligado a fonte de tensão. Para uma distância de 3 mm entre o catodo e anodo a tensão de ruptura do plasma foi de 400 Volts. Não foram produzidos arcos voltaicos durante a abertura do plasma, significando que a geometria do anodo foi projetada corretamente. O plasma foi mantido por 15 minutos enquanto que a temperatura do flange manteve na temperatura ambiente, comprovando que a câmara serve para os experimentos propostos.

### 4- CONCLUSÃO

Com base no objetivo da construção de uma câmara de vácuo utilizada como protótipo para geração do plasma e para comprovação experimental da lei de Paschen concluímos que:

- Os materiais selecionados para construção da câmara tiveram um desempenho satisfatório na formação do vácuo e geração do plasma.
- Para pressão de trabalho do sistema de aproximadamente 2 mmHg, nenhum material gaseificou-se o suficiente para comprometer a manutenção do vácuo na câmara.
- Após feito o vácuo e desligado a bomba, o vácuo se mantém a uma pressão de 20 mmHg por 5 minutos. Este resultado nos dá a segurança de uma boa estanqueidade do sistema de vácuo.
- O tempo de permanência do plasma ligado não comprometeu os materiais utilizados por aquecimento.

### 5- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES JR., C. *Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações*. Natal: EDUFRRN, 2001.

BOGAERTS, A; NEYTS, E.; GJBELS, R.; DER MULLEN, J.V. *Spectrochimica Acta part B* 57 (4) (2002) 609-658.

DEGASPERI, F. T. *Materiais, processos e componentes eletrônicos*. Laboratório de Tecnologia do Vácuo - LTV - FATEC – São Paulo. 2006

MOUTINHO, M.C., SILVA, M.E.F., CUNHA, M.A. *Tecnologia do vácuo*. Universidade de Nova Lisboa. Lisboa, 1980.

STEMPNIAK, R.A. *A ciência e a tecnologia do vácuo: Resumo histórico e algumas aplicações*. Sociedade Brasileira de Vácuo. FACAP/CDT –São José dos Campos, 2002