

# *Monografia de Graduação*

**ESTUDO PRELIMINAR DA DEPOSIÇÃO DE FILMES DUROS POR PLASMA EM INSERTOS DE METAL DURO**

**Gustavo Santos de Lucena Lira**

**Natal, novembro de 2013.**

**GUSTAVO SANTOS DE LUCENA LIRA**

**ESTUDO PRELIMINAR DA DEPOSIÇÃO DE FILMES DUROS POR  
PLASMA EM INSERTOS DE METAL DURO**

**Trabalho de conclusão de curso  
submetido à Universidade Federal do  
Rio Grande do Norte como parte dos  
requisitos para obtenção do título de  
Engenheiro Mecânico.**

---

**PROF. Dr. ANDERSON CLAYTON ALVES DE MELO**

**Orientador**

**Natal, 2013**

**GUSTAVO SANTOS DE LUCENA LIRA**

**ESTUDO PRELIMINAR DA DEPOSIÇÃO DE FILMES DUROS POR  
PLASMA EM INSERTOS DE METAL DURO**

Este trabalho foi julgado adequado para a obtenção de título de

**ENGENHEIRO MECÂNICO**

sendo aprovado em sua forma final.

Data: \_\_\_ / \_\_\_ / \_\_\_

---

**Anderson Clayton Alves de Melo – Orientador**

**BANCA EXAMINADORA**

---

**Anderson Clayton Alves de Melo – Presidente (UFRN)**

---

**Salete Martins Alves**

---

**Ulisses Borges Souto**

**Natal, 2013**

**“A mente que se abre a uma nova idéia  
jamais voltará ao seu tamanho  
original.”**

**Albert Einsten**

**Dedico este trabalho aos meus pais  
Gilmar Lucena e Dione Santos, e ao  
meu irmão Glauber Santos.**

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, que me possibilitou as condições necessárias.

Aos meus pais, responsáveis pela minha educação e que me deram amor, força e carinho nos diversos momentos da minha vida.

À minha família, em especial ao meu irmão, Glauber Santos e à minha cunhada Clarisse Medeiros, com os quais compartilho grandes momentos de minha vida.

À minha namorada Sêmely Rodrigues, com quem divido grandes momentos da minha vida, pelo apoio, amor e carinho.

Aos meus amigos, que sempre estiveram presentes no meu cotidiano, possibilitando grandes momentos de felicidade.

Aos meus amigos da universidade, que juntos fomos capazes de vencer essa grande batalha, ajudando um ao outro nos estudos.

Ao Programa de Recursos Humanos da Agência Nacional de Petróleo.

Ao meu professor orientador Anderson Clayton Alves de Melo, pelo enorme aprendizado oferecido. Com seus ensinamentos fui capaz de ampliar minha visão acadêmica e pessoal.

A todos os professores do Departamento de Engenharia Mecânica, pela formação acadêmica proporcionada.

Ao amigo Ramsés Otto Cunha Lima, pela companhia nos estudos, amizade e fornecimento de conhecimento capaz de ampliar as condições para a elaboração deste trabalho.

Ao Mestre Lino, pela enorme dedicação e aprendizado oferecidos para a concretização deste trabalho.

Aos técnicos do Laboratório de Manufatura da UFRN, pela atenção e apoio profissional.

Aos responsáveis pelo Laboratório de Plasma da UFRN, por terem permitido o uso dos equipamentos essenciais para o desenvolvimento do meu trabalho.

Aos responsáveis pelo Laboratório de Caracterização de Materiais da UFRN, por terem possibilitado o uso da estrutura deste Laboratório e pelos importantes conhecimentos passados.

## RESUMO

O desgaste sofrido por ferramentas de usinagem e as constantes pesquisas buscando o aumento da produção industrial motivaram o desenvolvimento das técnicas de revestimento das ferramentas de corte com filmes duros. Estes revestimentos conferem às ferramentas propriedades que, somadas às do material do seu substrato, prolongam suas vidas. Técnicas de deposição por plasma vêm sendo bem aceitas por sanarem os inconvenientes das técnicas convencionais, além de permitirem ótimo controle das fases depositadas. Neste trabalho, fez-se um estudo preliminar das diversas técnicas de deposição, em particular da técnica de Descarga em Gaiola Catódica Rotativa, desenvolvida no Laboratório de Processamento de Materiais por Plasma da Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Neste caso, o presente estudo inicial visou a preparação e o recobrimento de insertos de metal duro.

**Palavras-Chave:** Metal duro, Revestimento, Plasma, Gaiola Catódica Rotativa.

## ABSTRACT

Wear of cutting tools and the uninterrupted research for increasing the industrial production have led to the development of techniques for protecting their surfaces against tribological effects. Nowadays the main way to do that, it is apply a hard coating all over their surface using a wide range of techniques. These coatings provide important properties to the cutting tools which extend their lives. Deposition techniques assisted by plasma have been used with success for overcoming the drawbacks from traditional techniques allowing excellent control of the deposited phases. In this work, a preliminary study of several deposition techniques has been performed and a particular technique called "Discharge in Rotating Cathodic Cage" has been considered.

**Keywords:** Cemented carbide, Coating, Plasma, Rotating Cathodic Cage.



## SUMÁRIO

<b>1 – INTRODUÇÃO.....</b>	<b>2</b>
<b>2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>5</b>
2.1 – DEPOSIÇÃO EM FASE VAPOR POR PROCESSO QUÍMICO .....	5
2.1.1 – Classificação dos processos CVD .....	7
2.1.1.1- Deposição CVD à pressão atmosférica .....	7
2.1.1.2 – Deposição CVD em baixa pressão .....	8
2.1.1.3 - Deposição CVD assistida por plasma.....	9
2.2 – DEPOSIÇÃO EM FASE VAPOR POR PROCESSO FÍSICO .....	10
2.2.1 – Classificação dos processos PVD .....	13
2.2.1.1 – Deposição a vácuo.....	13
2.2.1.2 - Deposição Magnetron Sputtering .....	14
2.2.1.3 - Deposição iônica .....	16
2.2.1.4 - Deposição de vapor à arco.....	16
2.5 – DESCRIÇÃO DO PLASMA .....	17
2.5.1 – Descarga elétrica nos gases .....	18
2.6 - DEPOSIÇÃO DE FILMES DUROS POR DESCARGA EM GAIOLA CATÓDICA .....	20
2.6.1 - Nitretação à Plasma em Tela Ativa .....	25
2.6.2 - Descarga em Gaiola Catódica.....	28
<b>3 – MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>34</b>
3.1 – CARACTERÍSTICAS DO INSERTO DE METAL DURO USADO NOS PRÉ-TESTES .....	34
3.2 – TEXTURIZAÇÃO DO INSERTO DE METAL DURO POR ATAQUE QUÍMICO .....	35
3.3 – MEDIÇÃO DA RUGOSIDADE DAS SUPERFÍCIES TEXTURIZADA E NÃO TEXTURIZADA....	36

3.3.1 - Medição da rugosidade com um rugosímetro digital .....	37
3.3.2 - Medição da rugosidade por microscopia de força atômica .....	38
3.4 – ANÁLISE DA DUREZA DO INSERTO DE METAL DURO .....	39
3.5 – CONSTRUÇÃO DA GAIOLA CATÓDICA ROTATIVA .....	40
<b>4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>47</b>
4.1 – RESULTADO DAS MEDIÇÕES DE RUGOSIDADE .....	47
4.1.1 – Resultado da medição de rugosidade com rugosímetro digital.....	47
4.1.2 – Resultado da medição de rugosidade por microscopia de força atômica	48
4.2 – RESULTADO DA ANÁLISE DE DUREZA .....	49
4.3 – FUNCIONAMENTO DA GAIOLA CATÓDICA ROTATIVA .....	50
<b>5 – CONCLUSÕES.....</b>	<b>53</b>
<b>6 – PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>55</b>
<b>7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>57</b>

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Taxa de deposição em função da temperatura (MAISEL, 2006). ....	6
Figura 2 – Reator APCVD horizontal com a injeção de gás (MAISEL, 2006). ....	7
Figura 3 - Reator LPCVD (WOLF, 1986). ....	8
Figura 4 – A) Reator de acoplamento indutivo e B) reator de acoplamento capacitivo (MAISEL, 2006). ....	9
Figura 5 - <i>Sputtering</i> de superfície. Fonte: < <a href="http://www.etafilm.com.tw/PVD_Sputtering_Deposition.html">http://www.etafilm.com.tw/PVD_Sputtering_Deposition.html</a> >. ....	12
Figura 6– <i>Magnetron sputtering</i> (RICKERBY, 2001). ....	15
Figura 7 - Curva característica da voltagem X corrente entre dois eletrodos, numa descarga elétrica em gases. (ALVES JR., 2001). ....	20
Figura 8 - A) Processo de nitretação convencional e B) Nitretação com gaiola catódica (RIBEIRO, 2007). ....	21
Figura 9 – Aspecto visual das amostras nitretadas por A) Nitretação convencional e B) Nitretação em gaiola catódica (RIBEIRO, 2007). ....	22
Figura 10 – Micrografia do aço nitretado. A) Região da borda da amostra nitretada pelo método convencional e B) Região da borda da amostra nitretada em gaiola catódica (RIBEIRO, 2007). ....	22
Figura 11– Rugosidade das amostras (RIBEIRO, 2007). ....	23
Figura 12 – Micrografia da ponta da amostra nitretada com gaiola catódica (RIBEIRO, 2007). ....	24
Figura 13 - Diagrama esquemático da técnica ASPN (LI, GEORGES e LI, 2002). ....	26
Figura 14 – A) Telas ativas com diferentes tamanhos furos e B) Microdureza Vickers obtidas em áreas diferentes da mesma amostra de aço AISI 304 sob a parte coberta da tela (GALLO; DONG, 2010). ....	27

Figura 15 - Vista em corte do reator e detalhe da gaiola catódica (DE SOUSA, 2007). .....	29
Figura 16 - Fotografia do aço AISI 420, apresentado anéis de erosão quando tratado convencionalmente (a), e sem efeito de borda quando tratado em gaiola catódica (b) e perfil de microdureza radial ao longo da superfície das amostras, carga de 100 gf (SOUSA, 2008a) .....	30
Figura 17 - Gráficos comparativos de espessuras de camadas de compostos para as amostras de 1, 3, 5 e 10 mm em função da pressão. (DE ARAÚJO et al., 2006) .....	32
Figura 18 – Inseto de metal duro. ....	34
Figura 19 - Ataques químicos na metade da superfície do inserto de metal duro, A) Solução de MURAKAMI e B) Solução ácida. ....	36
Figura 20 - Medição da rugosidade da superfície do inserto de metal duro com o rugosímetro portátil digital TAYLOR-ROBSON. ....	37
Figura 21 - Microscópio de Força Atômica usado para avaliação da rugosidade das superfícies do inserto de metal duro. ....	38
Figura 22 - Ultra-sonic Plana TC, modelo CBU-100/3L. ....	39
Figura 23 - Durômetro PANTEC, modelo RASN. ....	40
Figura 24 - Gaiola catódica rotativa.....	41
Figura 25 – Discos de tecnil usados para auxiliar a fixação do tubo de Titânio para sua usinagem.....	42
Figura 26 - Tubo de titânio posicionado para torneamento.....	42
Figura 27 - Parafuso fixado nas tampas de tecnil.....	43
Figura 28 - Tubo de titânio posicionado na fresadora para a abertura dos furos. ....	43
Figura 29 - Produção dos furos da gaiola catódica. ....	44
Figura 30 - Furadeira de bancada adaptada no torno mecânico para a operação de escareamento. ....	45
Figura 31 - Perfil da rugosidade da superfície do inserto P25 obtido por microscopia de força atômica. ....	49

Figura 32 - Reator com a gaiola catódica rotativa. ....	50
Figura 33 - Formação do plasma na gaiola catódica rotativa. ....	51

## LISTA DE TABELA

Tabela 1 - Propriedade do inserto utilizado na deposição (dados fornecidos pelo fabricante).....	35
Tabela 2 - Valores das rugosidades obtidas com o rugosímetro portátil.....	48
Tabela 3 - Valores de dureza do inserto.....	49

## SÍMBOLOS E ABREVIações

<b>APCVD</b>	<i>Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition</i>
<b>ASPN</b>	<i>Active Screen Plasma Nitriding</i>
<b>CVD</b>	<i>Chemical Vapour Deposition</i>
<b>LPCVD</b>	<i>Low Pressure Chemical Vapor Deposition</i>
<b>MEV</b>	Microscópio Eletrônico de Varredura
<b>NUPEG</b>	Núcleo de Pesquisa em Petróleo e Gás
<b>PECVD</b>	<i>Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition</i>
<b>PVD</b>	<i>Physical Vapour Deposition</i>
<b>UFRN</b>	Universidade Federal do Rio Grande do Norte
<b>Vb</b>	Tensão de ruptura

**CAPÍTULO 1**  
**INTRODUÇÃO**



## 1 – INTRODUÇÃO

Durante os diversos processos de usinagem, a ferramenta de corte é submetida a uma série de solicitações que, normalmente, tem origem mecânica e/ou térmica. Tais solicitações motivam o desenvolvimento de desgastes que conduzem ao fim de vida da ferramenta, o que influencia diretamente na produtividade. Muitas técnicas têm sido estudadas e aplicadas ao longo do tempo, no sentido de melhorar o desempenho dos diversos materiais de ferramentas de corte. Dentre as quais, pode-se destacar a deposição de filmes duros sobre o substrato. Os principais métodos usados são derivados principalmente dos processos CVD (*Chemical Vapour Deposition*) e PVD (*Physical Vapour Deposition*). Na verdade, as principais técnicas de deposição modernas envolvem processos de deposição de vapor físico e químico.

Dentre as diversas técnicas híbridas, destaca-se a deposição por Descarga em Gaiola Catódica utilizando Plasma, desenvolvida no Laboratório de Plasma da UFRN. Uma variação deste processo que vem sendo estudada nos últimos anos é denominada Deposição por Descarga em Gaiola Catódica Rotativa, que permite a deposição do filme em todas as superfícies das amostras.

Este trabalho propõe um estudo preliminar da aplicação da técnica de deposição de filmes duros por plasma utilizando descarga por gaiola catódica rotativa em insertos de metal duro. Esta técnica se assemelha à ASPN (*Active Screen Plasma Nitriding* - Nitretação à Plasma em Tela Ativa) em que as amostras são envolvidas por uma tela onde um alto potencial catódico é aplicado. As amostras são colocadas dentro de um tubo metálico com vários furos, permanecendo em um potencial flutuante ou submetido a uma baixa tensão de polarização e são tratadas num regime semelhante a uma pós-descarga. Assim, alguns inconvenientes existentes no processo de nitretação iônica convencional são eliminados, tais como efeito de borda, efeito de superaquecimentos nos furos e reentrâncias das peças, temperatura não uniforme e abertura de arcos, especialmente no tratamento de peças com geometria complexa, como é o caso de insertos usados em processos de usinagem, dotados de quebra-cavacos e furos para fixação nos porta-ferramentas. Além dessas vantagens apresentadas pela técnica ASPN, o uso da gaiola catódica

rotativa promove a intensificação do *sputtering* e a deposição dos compostos formados no plasma sobre a superfície das amostras, o que garante uma melhor adesão do revestimento no substrato sem a necessidade de uma limpeza prévia mais rígida como acontece nos processos PVD (*Physical Vapour Deposition*) e CVD (*Chemical Vapour Deposition*), normalmente aplicados para recobrimento de ferramentas de corte industrialmente.

**CAPÍTULO 2**  
**REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

## 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O estudo da deposição de filmes, presente na revisão bibliográfica, está dividido nos seguintes tópicos.

- Deposição em fase vapor por processo químico;
- Deposição em fase vapor por processo físico;
- Descrição do plasma;
- Deposição de filmes duros por descarga em gaiola catódica.

### 2.1 – Deposição em fase vapor por processo químico

A Deposição em fase vapor por processo químico (CVD – *Chemical Vapour Deposition*) pode ser definido como sendo a formação de um filme fino sólido, não volátil, sobre um substrato através da reação química dos gases reagentes na fase vapor, na qual estão contidos os elementos que constituirão o filme a ser depositado (SMITH, 1995).

Esse processo consiste dos seguintes passos (MATTOX, 2002): primeiramente uma composição de gases reagentes e gases diluentes inertes são introduzidos na câmara de reação. Em seguida, a composição gasosa se move para o substrato e então ocorre a reação química para a formação do filme. Por fim os subprodutos da reação são dissolvidos e removidos da câmara de reação.

Para estas reações ocorrerem é necessária uma fonte de energia que pode ser térmica, fotônica ou eletrônica, sendo a fonte de energia térmica a mais utilizada (SMITH, 1995).

Analisando-se a Figura 1, a taxa de reação superficial aumenta com a temperatura, no entanto a velocidade da reação só pode aumentar se o suprimento de gases for aumentado (MAISEL, 2006). Se a situação for tal que a taxa de reação

é alta o suficiente para consumir todos os gases que chegam, a taxa de reação não pode crescer mais. Neste caso diz-se que a deposição está sendo limitada por transporte de massa. Se a temperatura for reduzida pode ocorrer o inverso, ou seja, a taxa de reação pode ser tão baixa que os gases não são totalmente consumidos. Neste caso diz-se que a deposição está sendo limitada pela taxa de reação.

Em um processo limitado por transporte de massa, o controle de temperatura do substrato se torna importante. Por outro lado, num processo limitado por taxa de reação o controle da concentração dos reagentes em toda a superfície do substrato torna-se um fator importante.

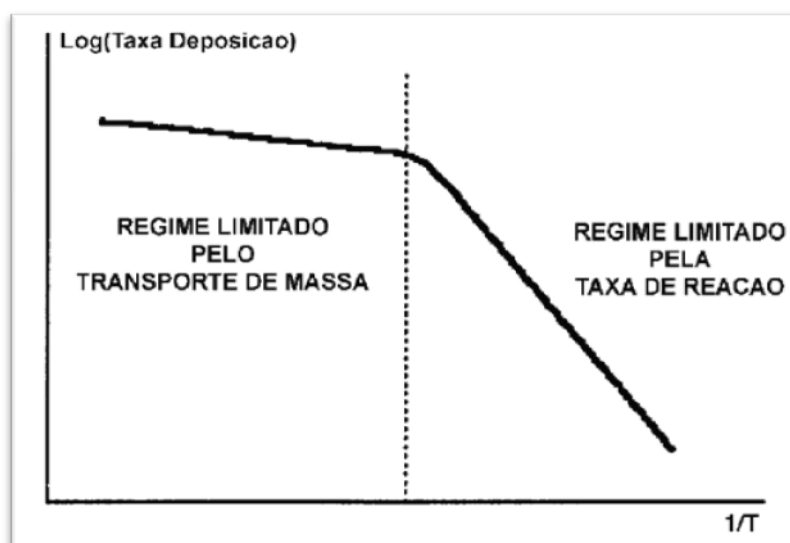


Figura 1 - Taxa de deposição em função da temperatura (MAISEL, 2006).

## 2.1.1 – Classificação dos processos CVD

Os processos CVD podem ser classificados da seguinte forma:

- Deposição CVD à pressão atmosférica
- Deposição CVD baixa pressão
- Deposição CVD assistida por plasma

### 2.1.1.1- Deposição CVD à pressão atmosférica

Neste processo de deposição, também conhecido como APCVD (*Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition*), a operação ocorre em pressão atmosférica (MAISEL, 2006), o que permite simplicidade na construção dos reatores e uma alta taxa de deposição. Porém, este processo é susceptível a reações na fase gasosa e seus filmes apresentam dificuldade em aderir nas quinças dos microfuros do material a ser depositado (SMITH, 1995).

O processo consiste de um tubo de quartzo horizontal com um suporte de amostras inclinado, conforme mostra a Figura 2. Os reagentes são insuflados por uma das extremidades do tubo e os produtos da reação são retirados do sistema pela outra extremidade. O aquecimento é feito por resistências elétricas.

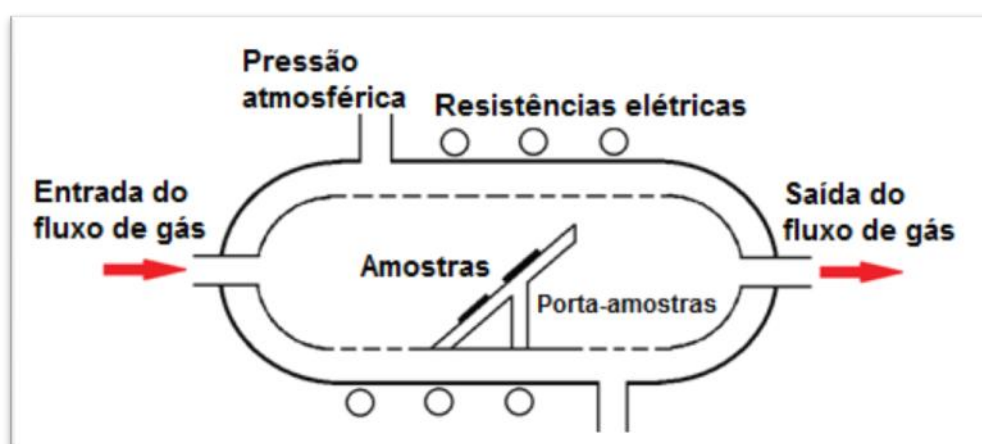


Figura 2 – Reator APCVD horizontal com a injeção de gás (MAISEL, 2006).

Segundo Smith (1995), este processo apresenta como desvantagens a contaminação de partículas atmosféricas no filme e uma baixa uniformidade deste. Para a diminuição da contaminação, pode ser aplicada uma cortina de fluxo de gases inertes.

### 2.1.1.2 – Deposição CVD em baixa pressão

Neste processo de deposição, também conhecido como LPCVD (*Low Pressure Chemical Vapor Deposition*), a operação ocorre em baixas pressões da ordem de 0,25 a 2,0 Torr, o que permite a obtenção de filmes boa uniformidade e pouca contaminação (KERN, 2005), quando comparado com a técnica de APCVD. As desvantagens são a alta temperatura de processo (550~600 °C) e a baixa taxa de deposição (10~50 nm/min). O regime limitante de deposição é predominantemente a taxa de reação. A Figura 3 demonstra um reator LPCVD. Os aquecedores são responsáveis por manter a temperatura desejada e a bomba a vácuo é responsável pelo deslocamento do gás.

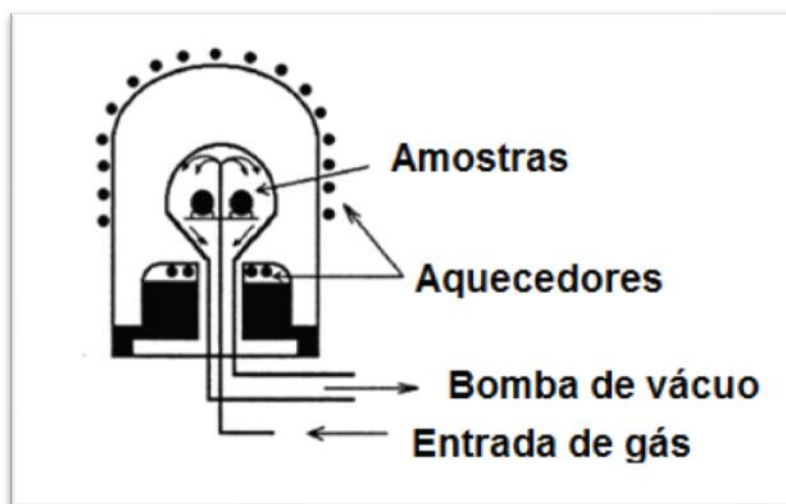


Figura 3 - Reator LPCVD (WOLF, 1986).

### 2.1.1.3 - Deposição CVD assistida por plasma

Segundo Smith (1995), este processo de deposição, também conhecido como PECVD (*Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*), além de permitir o crescimento da camada a partir da mistura adequada de determinados gases químicos, consiste da utilização da temperatura dentro do reator para realizar as dissociações dos gases reagentes. Esta técnica utiliza um campo elétrico, que pode ser contínuo ou alternado, que excita os gases e inicia e mantém uma descarga luminosa dentro da câmara de processo (ALVES JR., 2001). Os elétrons excitados, altamente energéticos fornecem energia aos gases reagentes, transformando-os em várias espécies ativas que ao reagirem quimicamente, resultam na formação da camada. A formação destas espécies ativas pelo plasma facilita assim a deposição do filme a temperaturas mais baixas.

Os processos de PECVD podem ainda ser agrupados em duas categorias (MATTOX, 2002): os que usam reatores do tipo acoplamento indutivo com eletrodos externos (Figura 4, A) e aqueles que usam reatores do tipo acoplamento capacitivo com eletrodos internos (Figura 4, B).

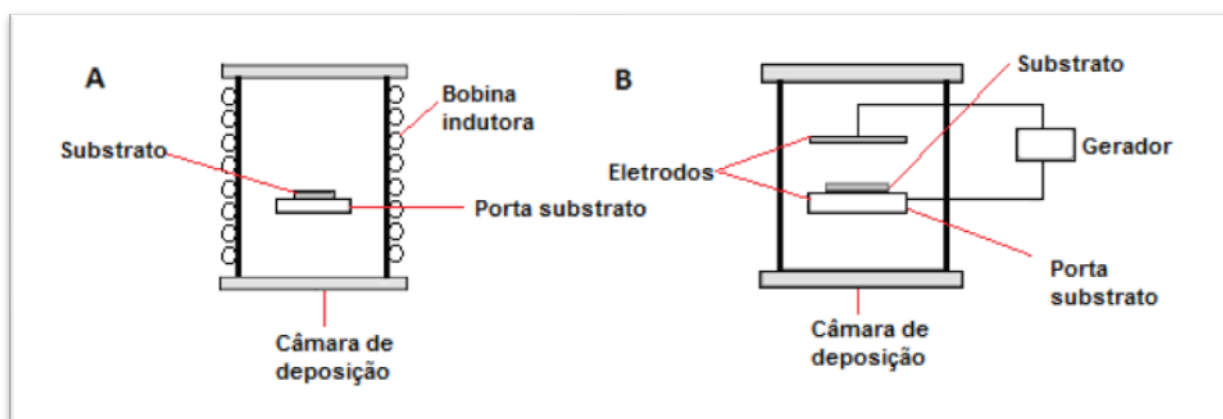


Figura 4 – A) Reator de acoplamento indutivo e B) reator de acoplamento capacitivo (MAISEL, 2006).

O primeiro apresenta uma desvantagem que consiste nos eletrodos se encontrarem fora da câmara, o que promove a ação do campo magnético na parede do reator, promovendo a ejeção das partículas da superfície, o que não é



interessante para a deposição, pois partículas da câmara poderão ser depositadas. Neste caso a utilização do reator do tipo acoplamento capacitivo (com eletrodos internos), se torna mais vantajosa, possibilitando a homogeneidade da espessura do filme obtido, já que agora a distribuição da densidade do plasma é uniforme sobre todo o substrato.

## 2.2 – Deposição em fase vapor por processo físico

Os processos PVD (*Physical Vapour Deposition*) são aqueles nos quais os átomos ou moléculas de um material são vaporizados a partir de uma fonte sólida ou líquida, transportados na forma de vapor através de um ambiente de plasma e condensados sobre um substrato (RICKERBY, 2001). A faixa típica de espessura das camadas depositadas varia de alguns poucos angstroms a milhares de angstroms, com uma taxa de deposição 10-100 Å/s (MATTOX, 2002).

Embora se possa utilizar uma definição geral para processos PVD, existem diversas variações destes em função do meio de obtenção do vapor ou mesmo da existência ou não de reações químicas durante o processo. Muitas vezes, um gás reativo ( $N_2$ ,  $CH_4$ ,  $O_2$ ) é introduzido a fim de promover reações químicas com espécies vaporizadas para a obtenção de compostos. Nestes casos, os processos são chamados de “reativos” (SMITH, 1995).

Dentre as técnicas mais comuns de geração da fase vapor tem-se:

### a) Vaporização por meios térmicos

Considerado o mais simples dos métodos, caracteriza-se pela vaporização do material pelo emprego de uma fonte de calor/energia. A vaporização é realizada num ambiente a vácuo de maneira a produzir uma nuvem de átomos que condensarão sobre a superfície do substrato produzindo o revestimento. Nestes processos, a energia cinética dos átomos que atingem o substrato é resultante

somente da energia térmica gerada pelo efeito Joule das resistências do reator (MATTOX, 2002).

Sobre o substrato frio, os átomos perdem energia rapidamente e ocorre pequena interação entre átomos da superfície do substrato e os átomos do filme depositado. Assim, a adesão é fraca e pode ser ainda mais prejudicada pela presença de contaminantes no substrato (PVD EDUCATION GUIDE, 1997).

Pode-se melhorar o processo pelo aquecimento do substrato, promovendo a interdifusão de átomos do substrato e do filme, mas a magnitude de resistência destas ligações é normalmente muito baixa para aplicações tribológicas.

Outra limitação do processo diz respeito ao transporte de átomos no vácuo, pois estes viajam da fonte para o substrato em linhas retas, dificultando a uniformidade do filme e o revestimento de superfícies complexas (HUTCHINGS, 2006). As diferentes técnicas de vaporização são classificadas de acordo com o método de aquecimento para a geração do vapor. Entre os meios de aquecimento mais comuns pode-se citar: resistivos (efeito joule), indutivos, por feixe de elétrons, a arco e a laser (RICKERBY, 2001).

#### b) *Sputtering* da superfície

Sempre que a superfície de um material sólido é bombardeada por átomos ou íons com energias de alguns eV ou KeV ocorrerá erosão da mesma, através da remoção de alguns átomos superficiais (LERMEN, 2006). Este fenômeno é denominado de pulverização por *sputtering*. Para haver *sputtering* na superfície de um material, é necessário que a espécie incidente possua uma energia maior ou igual à energia de ligação do átomo na superfície (energia de sublimação) (ALVES JR., 2001). Na Figura 5, o alvo é o material a ser pulverizado, que é colocado numa câmara de vácuo juntamente com os materiais que se pretendem revestir. As espécies mais utilizadas neste bombardeamento são átomos inertes e pesados, de modo a reduzir a possibilidade de reação com outros íons do plasma e possibilitar um impacto mais intenso com o alvo. Por estas razões o argônio é um dos gases mais utilizados. Para ionizar os átomos, efetua-se uma descarga elétrica, a baixa pressão, entre o cátodo e o ânodo.

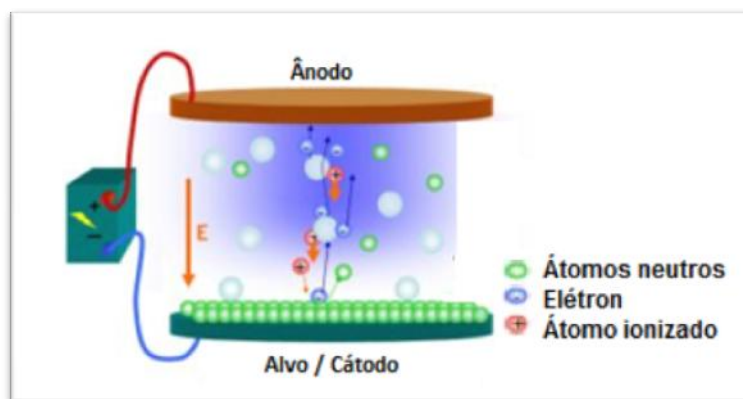


Figura 5 *Sputtering* de superfície. Fonte: [http://www.etafilm.com.tw/PVD\\_Sputtering\\_Deposition.html](http://www.etafilm.com.tw/PVD_Sputtering_Deposition.html).

A pulverização catódica possui algumas vantagens, dentre as quais pode-se destacar a sua grande versatilidade, uma vez que permite um controle dos parâmetros de deposição de uma forma relativamente fácil, possibilitando a obtenção de uma boa qualidade dos filmes produzidos (ALVES JR, 2001). Destaca-se ainda, a relativa facilidade com que se passa dos resultados laboratoriais para um nível industrial. Existem outras características que justificam a aplicação desta técnica na produção de filmes finos. Dentre estas se destacam (ALVES JR, 2001): o fato de ser ambientalmente pouco agressiva; possibilitar uma boa adesão à grande maioria dos substratos; produzir revestimentos adaptáveis à forma do substrato; proporcionar taxas de deposição relativamente elevadas (dependendo dos parâmetros de deposição); possibilita o controle da espessura dos revestimentos; produzir filmes com uma homogeneidade da espessura em superfícies planas.

A aplicação de um campo magnético no alvo através da colocação de eletrodos vai provocar um confinamento magnético do plasma (MATTOX, 2002), obrigando os elétrons a descreverem trajetórias do tipo helicoidal em torno das linhas de força do campo magnético. O percurso percorrido pelos elétrons até atingirem o alvo, embora restrito às proximidades deste, vai ser assim bastante superior à distância entre o cátodo e o ânodo, aumentando significativamente a probabilidade de colisão dos elétrons com os átomos de gás e na consequente ionização destes. Este fato vai permitir a pulverização em tensões de trabalho relativamente baixas (na ordem dos 500 a 600 V), tendo uma redução no

bombardeamento do substrato pelos elétrons (SMITH, 2005). Por outro lado, o aumento da densidade iônica acontece somente numa zona muito próxima do alvo onde os íons terão boa chance de serem atraídos pelo cátodo, permitindo o aumento da taxa de deposição e a diminuição da pressão de trabalho, reduzindo assim a possibilidade de contaminação do filme fino.

Quando partículas bombardeiam uma superfície, uma grande parte da energia destas partículas é dissipada em forma de calor. Segundo Mattox (2002), 90% da energia das partículas incidentes é perdida sob forma de calor para o aquecimento do alvo. Parte dessa energia é absorvida para aquecer o cátodo enquanto a outra é dissipada por radiação, convecção ou condução para as paredes e o meio de reação.

## 2.2.1 – Classificação dos processos PVD

Os processos PVD podem ser classificados da seguinte forma:

- Deposição a vácuo
- Deposição *Magnetron sputtering*
- Deposição iônica
- Deposição de vapor à arco

### 2.2.1.1 – Deposição a vácuo

A deposição a vácuo é um processo no qual o material a ser depositado é introduzido pela fonte de alimentação de gás do reator, sendo vaporizado por meios térmicos e chega ao substrato praticamente sem colisões com as moléculas de gás

contidas no espaço entre a fonte e o substrato. O ambiente a vácuo possibilita a redução de contaminantes gasosos no sistema de deposição (RICKERBY, 2001).

As possíveis fontes de aquecimento para a vaporização são: resistência, indução, arco, feixe de elétrons ou lasers. A vaporização é executada em um vácuo, numa pressão que varia entre 0,0013 a 0,00000013 Pa (PVD EDUCATION GUIDE, 1997).

### 2.2.1.2 - Deposição Magnetron Sputtering

*Sputtering* é o fenômeno de transferência da quantidade de momento de um projétil energizado a um alvo, resultando na ejeção de átomos e moléculas na superfície. Neste processo de deposição, o alvo (um dos materiais que irão compor o revestimento) e o substrato são colocados em uma câmara a vácuo a uma pressão na faixa de 0,013 a 0,000013 Pa (ALVES JR, 2001).

Analisando-se a Figura 6, o cátodo dentro da câmara é visto como o alvo, pois neste acontecerá o *sputtering* devido às linhas de campo magnético, com a finalidade de extrair partículas do material, que se encontra posicionado no alvo (RICKERBY, 2001). Uma descarga incandescente é iniciada após um gás inerte ser introduzido para dentro da câmara de vácuo e os níveis de corrente e tensão serem ideais, possibilitando condições favoráveis para ação dos íons e elétrons promoverem o *sputtering* do substrato.

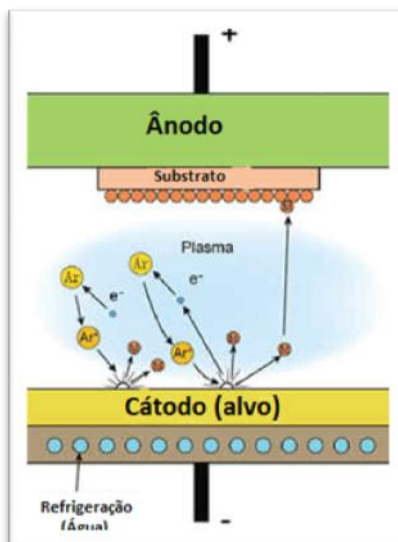


Figura 6– *Magnetron sputtering* (RICKERBY, 2001).

O *sputtering* realizado por eletrodos do tipo *magnetron* utiliza campos magnéticos gerados por ímãs permanentes ou eletroímãs, que atuam como armadilhas de elétrons. Eles são colocados nas proximidades do alvo de tal forma, que produzem linhas de campo magnético, capazes de formar um caminho fechado na frente do alvo (cátodo) (SMITH, 1995).

O campo magnético exerce uma força sobre os elétrons secundários emitidos do cátodo, fazendo com que percorram a trajetória das linhas de campo magnético (WOLF, 1986). Devido à formação dessas armadilhas de elétrons, a região é confinada próxima à superfície do cátodo.

O confinamento do plasma é a particularidade dessa técnica de deposição, pois permite simultaneamente que a descarga se realize a pressões mais baixas e em correntes mais altas, aumentando conseqüentemente a eficiência do processo (RICKERBY, 2001).

### 2.2.1.3 - Deposição iônica

No processo ion *plating*, ocorre o bombardeio periódico do material a ser depositado sobre o substrato com partículas energéticas, a fim de modificar e controlar a composição e as propriedades do filme (MATTOX, 2002). A forma de deposição do material pode ser por vaporização, *sputtering*, laser, etc. As partículas energéticas usadas para o bombardeio são normalmente íons de um gás inerte ou reativo (SMITH, 1995). O processo pode ser conduzido em um ambiente de plasma, onde os íons para o bombardeio são extraídos do próprio plasma ou pode ser feito em um ambiente de vácuo, onde os íons para o bombardeio são formados em uma pistola separada. Essa última configuração é conhecida como Deposição Assistida por Feixe Iônico. O processo mais comum é baseado no plasma, sendo que o substrato atua como um cátodo. A energia térmica obtida em função do bombardeio iônico promove maior mobilidade dos átomos depositados na superfície, gerando assim revestimentos com maior densidade, maior aderência, menor tensão interna e maior dureza (RICKERBY, 2001).

### 2.2.1.4 - Deposição de vapor à arco

Na deposição de vapor a arco elétrico o vapor a ser depositado é formado a partir do ânodo ou cátodo de um arco elétrico de baixa tensão-alta corrente DC, em atmosfera gasosa sob baixa pressão (WOLF, 1986). O método mais comum é a vaporização com arco elétrico catódico, em que um arco com alta densidade de corrente se move sobre a superfície de um eletrodo sólido (cátodo) causando aquecimento local e vaporização. Nesse processo, certa quantidade de material é ejetada como glóbulos fundidos chamados de “macros” ou “macropartículas”. Esses glóbulos se depositam no substrato e criam regiões inchadas, as quais, quando

deslocadas, formam pequenas cavidades. Essa é a principal desvantagem do processo (SMITH, 1995).

As técnicas de deposição que apresentam boa qualidade do revestimento têm sido as que utilizam o plasma. No item que segue será apresentada a descrição do plasma.

## 2.5 – Descrição do plasma

O plasma é um gás que em temperatura ambiente se comporta como um gás eletricamente neutro, quando passa por um processo de aquecimento acaba se tornando eletricamente carregado, podendo as cargas serem: elétrons, íons positivos e negativos, átomos e moléculas. Também é conhecido como descarga elétrica, descarga gasosa ou descarga luminescente, devido às reações químicas e físicas que ocorrem durante a sua formação (STURROCK, 1994).

Normalmente o plasma possui características neutras. Porém, caso venha a ocorrer qualquer desequilíbrio de cargas, isto resultará na formação de campos elétricos que promovem a locomoção das cargas a fim de estabelecer o equilíbrio (ALVES JR, 2001). Assim, a soma da densidade dos íons negativos com a densidade dos elétrons tem que ser igual a densidade dos íons positivos. O grau de ionização consiste em um parâmetro muito importante para o plasma, pois representa a fração das espécies neutras originais que foram ionizadas (ALVES JR, 2001). Diz-se que um plasma é fracamente ionizado quando ele possui um grau de ionização muito baixo, também chamado de plasma frio. As cargas citadas anteriormente, suas densidades, energia, moléculas e grau de ionização geralmente são os elementos que caracterizam o plasma. Porém, existe uma característica que independe destes elementos que é chamada de quase neutralidade (SOUSA, 2007). As cargas livres no plasma podem se mover em resposta a qualquer campo elétrico no sentido de neutralizá-lo. Se uma carga qualquer é inserida num plasma ou um campo elétrico é imposto, produzindo um potencial, as cargas livres, compostas de



elétrons na grande maioria, se moverão formando uma blindagem elétrica, denominada blindagem de Debye (ALVES JR., 2001).

Outro fator importante para o estudo do plasma consiste na oscilação deste, que é a tentativa dos elétrons de acabar com o desbalanceamento promovido por uma carga no plasma.

### **2.5.1 – Descarga elétrica nos gases**

A tensão e a corrente são fatores importantes para a deposição, pois para determinados valores dessas variáveis, o plasma se comporta adequadamente para remover os elementos de revestimento de uma estrutura e revestir as amostras.

Com a diferença de potencial dentro do reator é gerado um campo magnético em que os elétrons e íons acabam se movimentando e colidindo com as partículas do plasma, gerando novas cargas que dão início a uma nova corrente elétrica (ALVES JR., 2001).

A curva apresentada na figura 7 é iniciada por uma corrente muito baixa, que é proporcional apenas à velocidade com que os íons e elétrons se movem em direção aos eletrodos. Nesta condição, o gás se comporta como um condutor ôhmico, cuja condutividade depende da velocidade de produção de íons e elétrons, do coeficiente de recombinação e da mobilidade das cargas. À medida que a voltagem aumenta, também aumentará a velocidade dos íons e elétrons, que serão neutralizados nos eletrodos. Isto aumenta o coeficiente de recombinação destes e, conseqüentemente, decresce a taxa de aumento da corrente com a voltagem. Evidentemente, se o ritmo de produção dos íons e elétrons permanece constante ao se aumentar a voltagem, chega-se a uma condição limite nas quais todos os íons e elétrons alcançam os eletrodos antes que tenham tempo de se recombinar, gerando assim uma corrente de saturação localizada no ponto A da Figura 7. Se depois de alcançada a saturação, continua-se aumentando a voltagem entre os eletrodos, a corrente voltará a aumentar porque os elétrons possuirão energia suficiente para

ionizar outros átomos e produzir elétrons adicionais. Devido a esses elétrons adicionais, uma “avalanche” de cargas é produzida e uma tensão de ruptura “ $V_b$ ” surge como resposta do circuito externo a esta variação brusca de corrente. A descarga, entre a corrente de saturação e a tensão de ruptura, é denominada de **descarga de Townsend**.

Em seguida íons, fótons e partículas neutras começam a bombardear o cátodo, produzindo elétrons secundários que vão tornar a descarga autossustentada. O fluxo de elétrons secundários emitidos depende dos diferentes níveis de emissão das espécies incidentes. Os elétrons secundários são então acelerados e interagem com os átomos ou moléculas do gás residual, produzindo pares íons-elétrons através de colisão inelástica. Os íons são acelerados para o cátodo e produzem novos elétrons secundários. Este processo continua até que uma descarga se torne autossustentada. Nessa condição, o gás se torna brilhante e haverá uma queda de tensão até um patamar mínimo, região B da Figura 7. Essa região é chamada de **descarga Normal**.

Quando a voltagem é aumentada ainda mais, uma maior intensidade de corrente é observada e a densidade de corrente torna-se uma função da voltagem para uma pressão constante. Esta região, chamada de **região anômala**, é usada em processos de deposição por plasma, por ter maior densidade de corrente, portanto maior eficiência, além de proporcionar um tratamento superficial uniforme (SOUSA, 2007). Esta descarga é autossustentada porque os íons gerados são acelerados para o cátodo, produzindo novos elétrons secundários, que por sua vez produzirão novos íons.

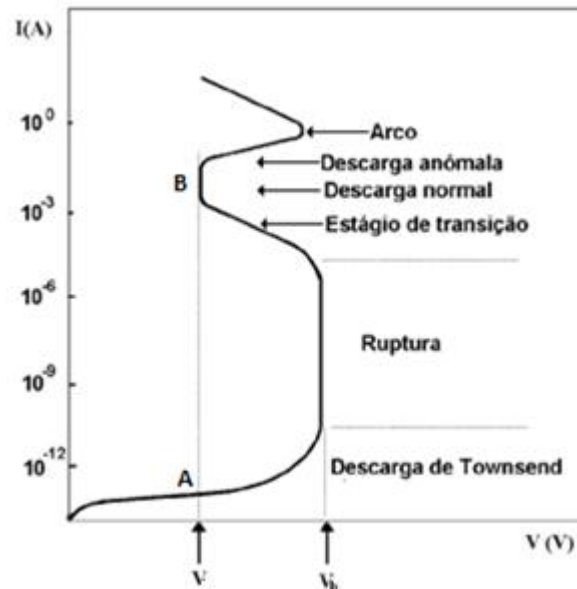


Figura 7 - Curva característica da tensão X corrente entre dois eletrodos, numa descarga elétrica em gases. (ALVES JR., 2001).

Para valores de corrente superiores ao valor máximo da descarga anômala, o aquecimento do cátodo será substancial e a emissão termoiônica contribuirá sensivelmente para o aumento da corrente, fazendo com que a descarga seja mantida a uma baixa tensão e alta corrente, originando o arco elétrico, capaz de gerar uma falta de deposição no substrato.

## 2.6 - Deposição de filmes duros por Descarga em Gaiola Catódica

Como foi visto anteriormente, o uso de reatores de plasma como equipamento para a deposição de camadas duras em peças diversas vem sendo bastante aplicado atualmente, principalmente na geração de camadas nitretadas em peças de aço, aço inoxidável, etc. A técnica apresenta várias vantagens em relação aos processos convencionais tais como o CVD e o PVD (SOUSA, 2007). Dentre estas pode-se citar: menor duração do tratamento e temperaturas mais baixas, diminuindo os riscos de empenamento e distorções dimensionais nas peças. De acordo com

Alves Jr *et al.* (2006), é um processo não poluente e que possibilita um ótimo controle das fases presentes na camada depositada, assim como na sua uniformidade. No entanto, este apresenta ainda, alguns inconvenientes, os quais são descritos a seguir com base em Alves Jr (2001), Janosi *et al.* (2004) e De Souza (2007):

- Efeito de borda: Quando peças com geometrias complexas são nitretadas, aparecem anéis de restrição na região próxima às bordas da peça. Esses anéis são detectados visualmente por uma coloração não uniforme na superfície nitretada e são caracterizados por falha na camada. Isto pode ser confirmado através de ensaio de microdureza, já que essa região apresenta uma queda acentuada nesta propriedade.

Em 2007, Ribeiro realizou a nitretação de ferramentas ABNT 4340 usadas na indústria de plástico, com os processos de nitretação convencional (Figura 8. A) e nitretação em gaiola catódica (Figura 8. B). A Figura 9 apresenta os resultados das amostras nitretadas por: A) Nitretação convencional e B) Nitretação em gaiola catódica. Analisando-se a Figura 9, pode-se concluir que a nitretação em gaiola catódica acaba com o efeito de borda, porque a amostra nitretada neste método apresenta revestimento em todo percurso de sua borda, enquanto que a amostra nitretada no método convencional não apresenta revestimento nas bordas.

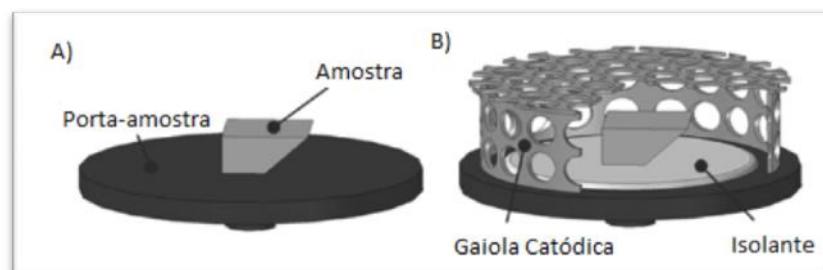


Figura 8 - A) Processo de nitretação convencional e B) Nitretação com gaiola catódica (RIBEIRO, 2007).

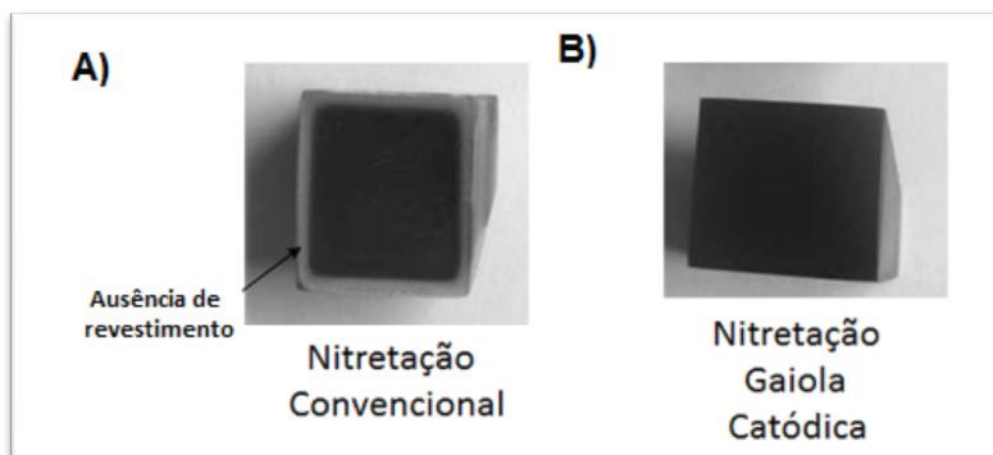


Figura 9 – Aspecto visual das amostras nitretadas por A) Nitretação convencional e B) Nitretação em gaiola catódica (RIBEIRO, 2007).

Para o processo de nitração convencional, Figura 10.A, a região da borda não apresentou uma deposição uniforme no substrato, devido à presença do efeito de borda, evitando a ação do *sputtering*. Enquanto no método de nitração utilizando gaiola catódica, a amostra está eletricamente isolada, excluindo o efeito de borda na amostra, isso acaba proporcionando uma melhor uniformidade do revestimento, como mostra na Figura 10.B.

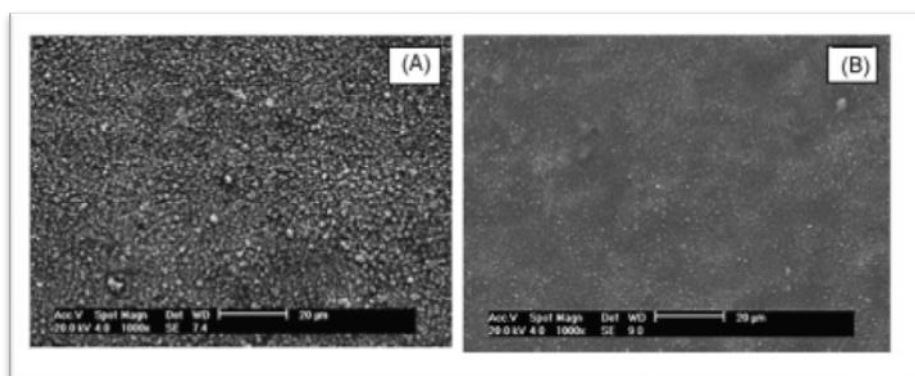


Figura 10 – Micrografia do aço nitretado. A) Região da borda da amostra nitretada pelo método convencional e B) Região da borda da amostra nitretada em gaiola catódica (RIBEIRO, 2007).

Observa-se que a peça tratada em gaiola catódica apresentou uma baixa rugosidade ( $0,2 \mu\text{m}$ ), parecida com a rugosidade da peça sem o

tratamento. Enquanto que a peça por nitretação a plasma convencional apresentou uma rugosidade de 0,6  $\mu\text{m}$  e maior microdureza (Figura 11).

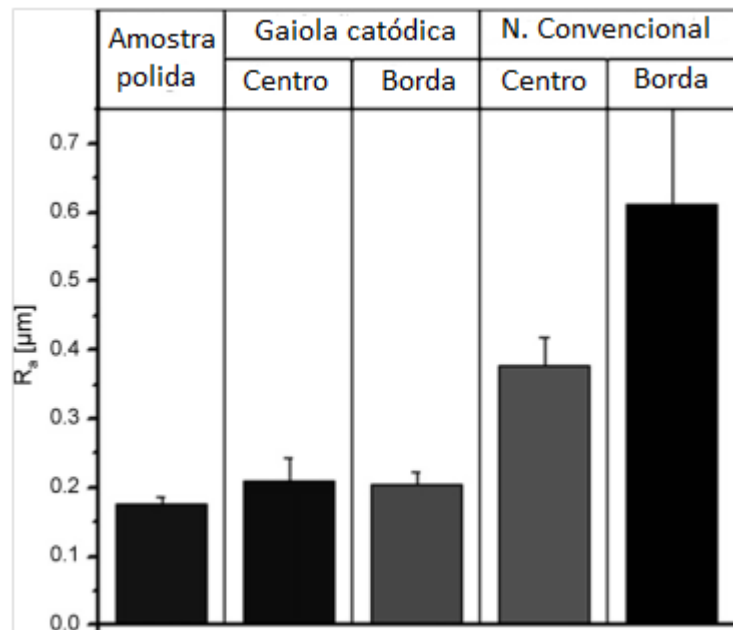


Figura 11– Rugosidade das amostras (RIBEIRO, 2007).

A perfeita uniformidade pode ser observada em toda a extensão da camada, inclusive na aresta indicada (Figura 12). Esta uniformidade pode ser comprovada pelos testes de microdurezas realizados por Alves Jr, em 2007, obtendo uma maior microdureza do que a ferramenta sem revestimento.

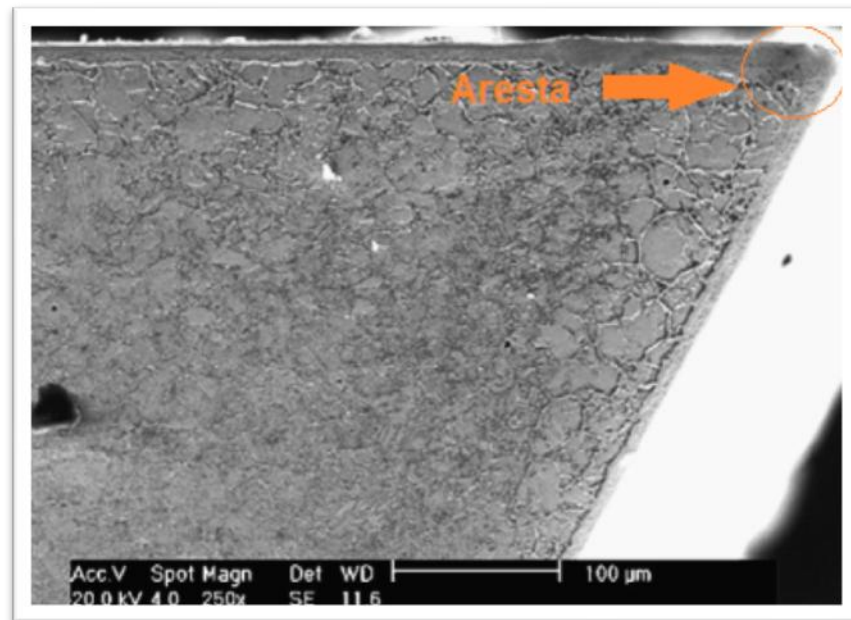


Figura 12 – Micrografia da ponta da amostra nitretada com gaiola catódica (RIBEIRO, 2007).

- Efeito de cátodo oco (nos furos e reentrâncias das peças): Esse efeito aparece quando as superfícies de furos, canaletas ou de superfícies planas estão posicionadas a uma distância próxima o suficiente para que haja sobreposição das regiões luminescentes do plasma. Os elétrons são confinados nestas regiões e oscilam, causando a ionização e a excitação adicional dos átomos. Quando a descarga se inicia, a região luminescente é confinada dentro da cavidade, onde uma elevada densidade de partículas pulverizadas e evaporadas são produzidas e ejetadas da cavidade devido ao fluxo de gás, dificultando a deposição do revestimento no substrato.
- Temperatura não uniforme: o superaquecimento em partes da peça que possuam uma maior relação entre a área superficial e o volume ( $A/V$ ). Diferentemente dos métodos de aquecimento convencionais, na nitretação iônica, a energia para aquecimento da peça é cedida através do bombardeamento de íons e espécies neutras energéticas na superfície da peça. A eficiência desse mecanismo pode chegar a 90% e depende da pressão e composição do gás (RUSET, 1991 *apud* DE SOUZA, 2007). A densidade de potência na superfície da peça não é constante; ela depende

significativamente da densidade de corrente que, por sua vez, está relacionada com a geometria da peça, logo peças com uma menor relação da área superficial com o volume terão problemas no momento de atingir a temperatura desejada pelo processo.

- **Abertura de arcos:** Quando partes de peças com geometrias complexas como furos, arestas, pontas, cantos, microprojeções, contaminantes adsorvidos, contornos de grãos, etc. são nitretados, haverá normalmente um confinamento de plasma nessas regiões. Se este confinamento gerar uma densidade de corrente superior àquela existente na descarga anômala, haverá a abertura de arcos (AHMED, 1987 *apud* DE SOUSA, 2007). Quando o arco é aberto, haverá uma queda de potencial e, como esse novo potencial é normalmente inferior à tensão de ruptura, o plasma se extinguirá. Por outro lado, se o equipamento for de alta potência, haverá uma fusão localizada, que poderá danificar as peças.

Estes inconvenientes ocorrem especialmente no tratamento de peças com geometria complexa, como é o caso de insertos utilizados em processos de usinagem.

A seguir são apresentadas algumas técnicas capazes de sanar os problemas apresentados anteriormente.

### **2.6.1 - Nitretação à Plasma em Tela Ativa**

Para corrigir os efeitos indesejáveis descritas anteriormente, uma das técnicas mais aplicadas é a ASPN (*Active Screen Plasma Nitriding* - Nitretação à Plasma em Tela Ativa). Esta técnica foi desenvolvida no final da década de 1990, baseada na técnica de descarga em corrente contínua, e no princípio da pós descarga de plasma (GEORGES e CLEUGH, 2001 *apud* LI, 2010).

Nesta técnica, apresentada esquematicamente na Figura 13, as amostras são envolvidas por uma tela, onde um alto potencial catódico é aplicado. Dessa forma, o



plasma atua na tela e não na superfície das amostras. As amostras são colocadas sobre uma superfície isolante, permanecendo em potencial flutuante (tensão oscilante) ou submetidas a uma baixa tensão de polarização e são tratadas num regime semelhante a uma pós-descarga (DE SOUSA, 2007; LI, 2010).

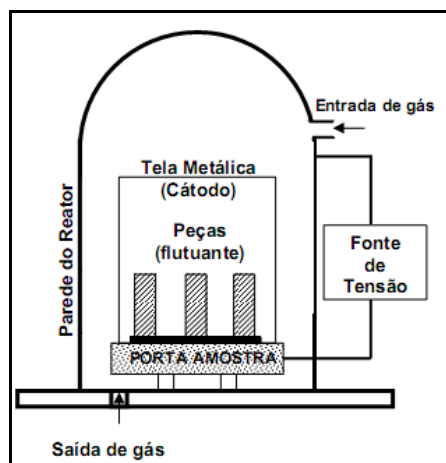


Figura 13 - Diagrama esquemático da técnica ASPN (LI, GEORGES e LI, 2002).

Pesquisas realizadas ao longo dos últimos anos têm mostrado que a nitretação a plasma em tela ativa pode superar muitas das limitações inerentes aos processos mais antigos, como os convencionais CVD e PVD, até mesmo a própria descarga em corrente contínua, tais como: efeito de borda, efeito de superaquecimentos nos furos e reentrâncias das peças, temperatura não uniforme e abertura de arcos, especialmente no tratamento de peças com geometria complexa, como é o caso de insertos usados em processos de usinagem, dotados de quebra-cavacos e furos para fixação nos porta-ferramentas.

As evidências sobre a transferência de material da tela para o corpo de prova são incontestáveis, porém a sua contribuição para o efeito da nitretação ainda é incerto. Gallo e Dong (2010) realizaram estudo visando produzir indícios sobre a natureza da camada depositada a fim de esclarecer seu papel no mecanismo de nitretação. Foi verificado que o material transferido a partir da tela (Figura 14.A) para as amostras tratadas desempenha importante papel no efeito de endurecimento. Foi encontrada uma correlação significativa entre a camada depositada e os valores de microdureza Vickers. Além disso, em ensaios utilizando a tampa da tela com furos maiores (25,4 mm de diâmetro), foram produzidos resultados interessantes,

mostrando diferença significativa entre a área do corpo de prova sob o furo, e a área coberta pela tela (Figura 14.B).

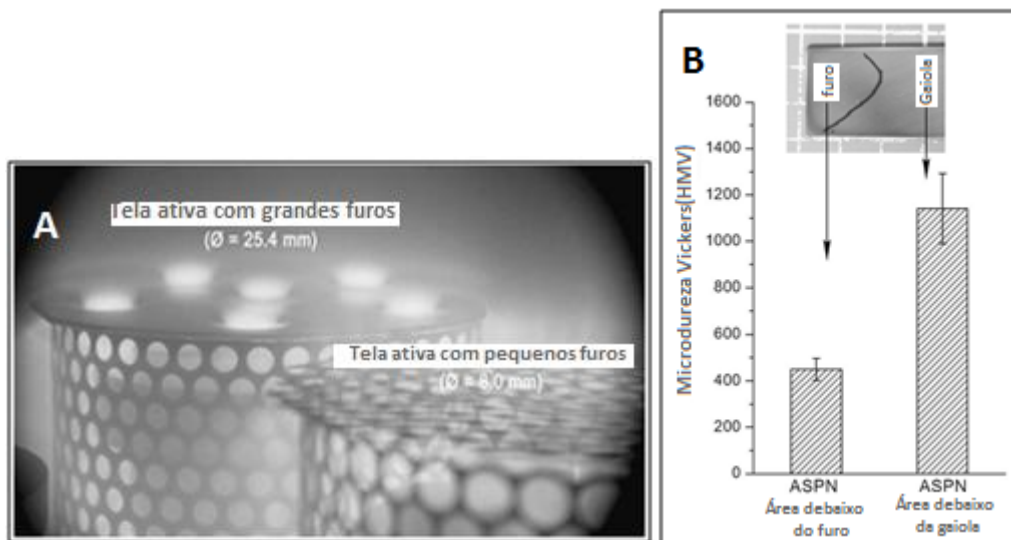


Figura 14 – A) Telas ativas com diferentes tamanhos furos e B) Microdureza Vickers obtidas em áreas diferentes da mesma amostra de aço AISI 304 sob a parte coberta da tela (GALLO; DONG, 2010).

Esta diferença é evidente a partir dos valores de microdureza obtidos sobre uma das amostras de AISI 304, o que indica efeito de endurecimento significativo na área coberta pela tela, enquanto que a área sob o orifício exibe apenas endurecimento moderado. Com base nesse resultado, pode-se supor uma relação inversa entre diâmetro dos furos da tela e a uniformidade da dureza superficial do corpo de prova depositado.

## 2.6.2 - Descarga em Gaiola Catódica

Tomando-se como base o processo ASPN, descrito anteriormente, surgiu a técnica de deposição de filmes duros por Descarga em Gaiola Catódica. Esta técnica foi desenvolvida no Laboratório de Processamento por Plasma (LabPlasma) da Universidade Federal do Rio Grande do Norte em 2006.

Neste caso, a amostra é envolvida por uma gaiola catódica (Figura 15), que se baseia no surgimento do efeito do cátodo oco produzido em cada furo da gaiola, para intensificar o *sputtering* e a deposição dos compostos formados no plasma sobre a superfície das amostras. A técnica garante uma melhor adesão do revestimento no substrato sem a necessidade de uma limpeza prévia mais rigorosa, como é exigida nos processos CVD e PVD. Como o plasma é formado diretamente na superfície da gaiola metálica, os defeitos sobre as amostras inerentes ao processo de deposição convencional são eliminados. Além disso, segundo DE ARAÚJO *et al.* (2006), a intensificação no bombardeio iônico na gaiola, conduz a um rápido aumento na sua temperatura. Devido à sua geometria, o calor proveniente da gaiola se difunde e aquece os corpos de prova até a temperatura de tratamento. Assim, o calor usado para aquecer as amostras para atingir a temperatura de tratamento é fornecido pela radiação proveniente da gaiola, o que promove uma maior homogeneidade da temperatura nas amostras tratadas (LI, GEORGES e LI, 2002).

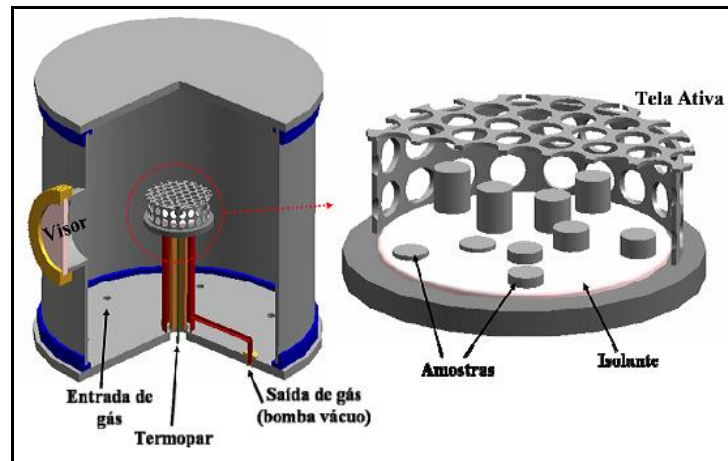


Figura 15 - Vista em corte do reator e detalhe da gaiola catódica (DE SOUSA, 2007).

Em um estudo para avaliar a deposição utilizando descarga em Gaiola Catódica em corpos de prova com diferentes dimensões, Alves Jr *et al.* (2007) observaram que não há uma variação significativa da espessura do filme para temperaturas de tratamento diferentes. Também foi verificado que a espessura da camada depositada se mantém praticamente constante e o valor medido de microdureza se mantém uniforme para uma mesma temperatura de tratamento independente da altura do corpo de prova. Resultados semelhantes foram obtidos por De Araújo *et al.* (2006), em seu estudo da variação da pressão com a tensão e a corrente, com a finalidade de determinar as melhores faixas de pressão e os seus efeitos no aumento na espessura da camada de nitretos sobre amostras de aço AISI 316. Estas análises mostraram que os corpos de prova se mantêm sob a mesma temperatura, de modo que a aplicação da Gaiola Catódica elimina o gradiente térmico dos mesmos durante o tratamento.

Em um estudo realizado para avaliar a eficiência desta técnica sobre a eliminação do efeito de borda, quando comparado com a nitretação iônica convencional, Sousa (2008a) realizou a nitretação iônica com gaiola catódica em aço inoxidável martensítico AISI 420. Foram obtidas camadas nitretadas com fases, taxa de nitretação e níveis de dureza semelhantes às aquelas obtidas usando o processo de nitretação iônica convencional. Porém, foi possível eliminar uma grande limitação existente no processo convencional, que era o surgimento de anéis de erosão, originados por variações do campo elétrico próximo às bordas das peças,

como mostra a Figura 16. Na Figura 16.A o resultado da deposição utilizando o método convencional apresentou uma variação na microdureza devido a presença do efeito *sputtering*, enquanto que na amostra nitretada pelo método utilizando gaiola catódica, Figura 16.B, não existiu grande variação de microdureza devido a peça estar eletricamente isolada, protegida do efeito *sputtering*. Em outro estudo semelhante, realizado com aço ferramenta tipo AISI D2 para trabalho a frio, Sousa (2009) também verificou esses resultados. Assim, foi possível confirmar mais uma vez, a eficiência da técnica de deposição em gaiola catódica em eliminar os problemas comuns associados com os processos plasma convencional, especialmente o efeito de borda proporcionando a formação de camadas uniformes.

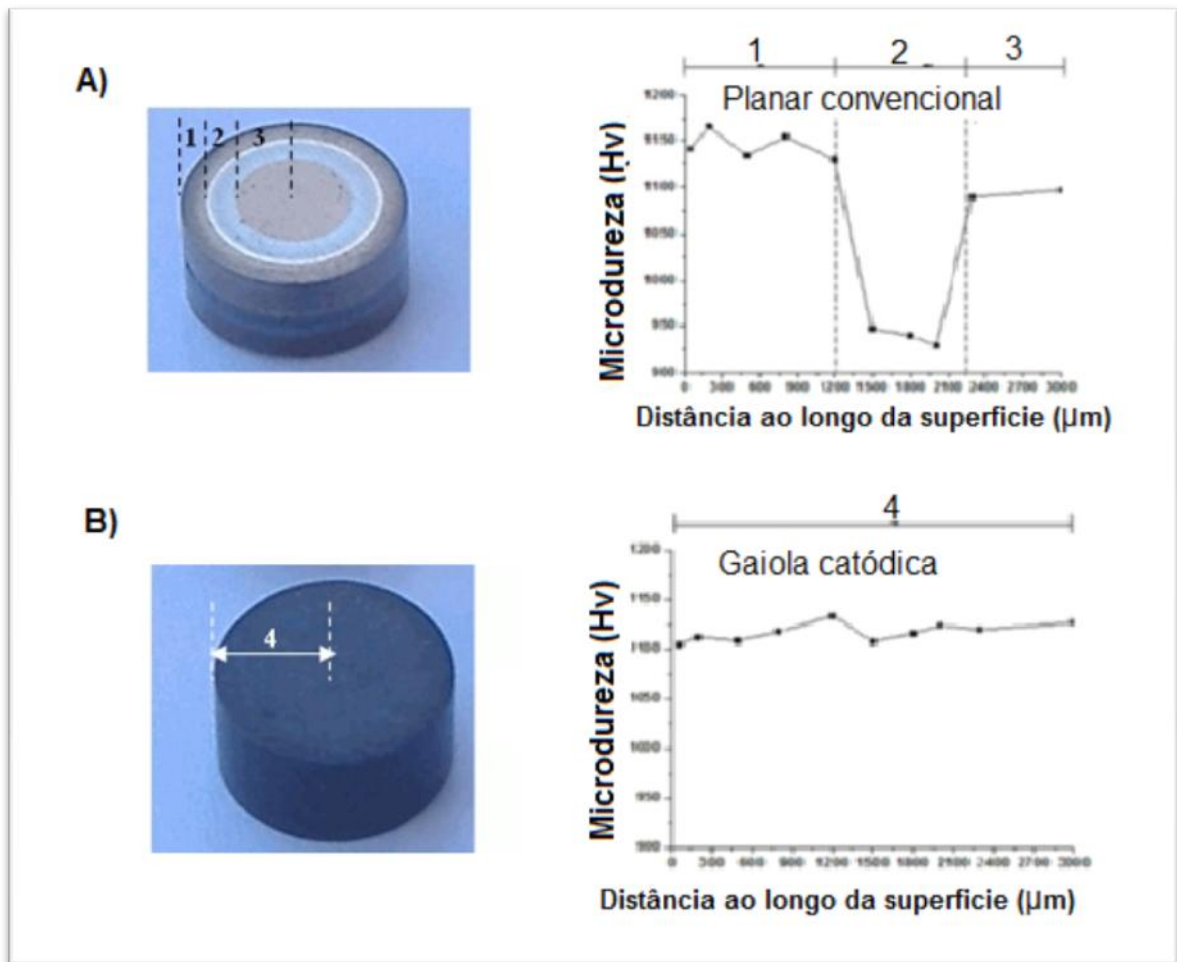


Figura 16 - Fotografia do aço AISI 420, apresentado anéis de erosão quando tratado convencionalmente (a), e sem efeito de borda quando tratado em gaiola catódica (b) e perfil de microdureza radial ao longo da superfície das amostras, carga de 100 gf (SOUSA, 2008a)

Com o objetivo de analisar a influência do tempo de tratamento, Sousa *et al.* (2008) realizou a nitretação de amostras de aço AISI 316 em gaiola catódica nas mesmas condições. As fases presentes são as mesmas para todos os tempos de tratamento e todas as amostras apresentaram endurecimento, como comprovado através de ensaios de microdureza. Obteve-se elevada dureza e praticamente as mesmas fases encontradas para tempos de nitretação a partir de uma hora. Observou-se um aumento da espessura da camada com a temperatura, principalmente para tempos de tratamento superiores a 2 horas.

No mesmo estudo, De Araújo *et al.* (2006) ainda relacionou os efeitos das variações dos parâmetros aplicados em deposição por gaiola catódica, os como segue:

- i. Fixando-se a corrente elétrica (0,35 A), a intensidade luminosa é inversamente proporcional à pressão. Para pressões mais baixas, o aumento da intensidade de emissão se deve à menor concentração de partículas de gás e ao conseqüente aumento da tensão aplicada para manter a corrente constante;
- ii. Fixando-se a tensão, o comportamento se inverte: A luminosidade é diretamente proporcional à pressão, devido ao aumento no número de portadores de carga que recebe energia. Assim, para baixas pressões, o número de portadores de cargas é menor, resultando numa luminosidade menor.

Este comportamento difere do observado em plasmas convencionais, onde se verifica um incremento nas intensidades das espécies excitadas com o aumento da pressão de trabalho (DE ARAÚJO *et al.*, 2006);

Para relacionar os parâmetros do plasma com a morfologia das camadas formadas, um perfil das espessuras das camadas de compostos das amostras nitretadas a 773 K, nas pressões de 2,5 e 5 mbar é apresentado na Figura 17.

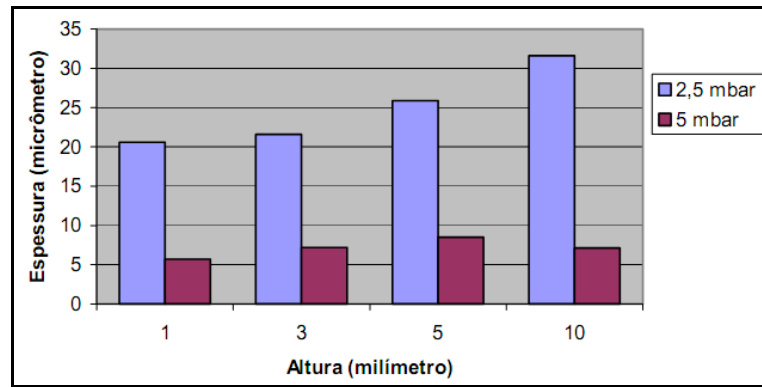


Figura 17 - Gráficos comparativos de espessuras de camadas de compostos para as amostras de 1, 3, 5 e 10 mm em função da pressão. (DE ARAÚJO et al., 2006)

Observa-se que as espessuras dos corpos de prova tratados a 2,5 mbar são maiores, indicando que esta pressão apresenta uma maior eficiência no confinamento das partículas energéticas presentes no plasma. Isto favorece uma elevação na taxa de *sputtering* da superfície da tela, com o conseqüente aumento na espessura da camada de nitretos formada.

**CAPÍTULO 3**  
**MATERIAIS E MÉTODOS**



### 3 – MATERIAIS E MÉTODOS

O desenvolvimento deste trabalho constituiu do cumprimento de alguns pré-testes com o objetivo de subsidiar o trabalho de doutorado do aluno do programa de pós-graduação em engenharia mecânica da UFRN, Ramsés Otto Cunha Lima. Portanto os seguintes itens foram executados e serão descritos na sequência.

- Características do inserto de metal duro usado nos pré-testes;
- Texturização do inserto de metal duro por ataque químico;
- Medição da rugosidade das superfícies texturizada e não texturizada;
- Análise da dureza de inserto de metal duro;
- Construção da gaiola catódica rotativa.

#### 3.1 – Características do inserto de metal duro usado nos pré-testes

O inserto de metal duro usado foi um da classe ISO P25 fabricado pela Sandvik Coromant (Figura 18).



Figura 18 – Inserto de metal duro.

A Tabela 1 apresenta algumas de suas características físicas e de composição química.

Tabela 1 - Propriedade do inserto utilizado na deposição (dados fornecidos pelo fabricante).

Classe	P25
WC (% em peso)	46,6
TiC+TaC+NbC (% em peso)	40,9
Co (% em peso)	12,5
Condutividade térmica (W/m.K)	40
Tamanho médio dos carbonetos ( $\mu\text{m}$ )	3

### 3.2 – Texturização do inserto de metal duro por ataque químico

Nas últimas duas décadas a modificação da topografia de uma superfície, criando um micro-relevo composto de asperidades e depressões uniformemente distribuídas, tem recebido grande atenção.

O processo, conhecido como texturização superficial, tem sido utilizado com grande sucesso em muitas aplicações com o objetivo de aumentar o desempenho das superfícies em vários aspectos.

Com o intuito de avaliar o grau da adesividade do revestimento em superfícies de diferentes texturas, foi realizado um ataque químico na metade do inserto de metal duro, a fim de obter duas regiões com diferentes valores de rugosidade.

O ataque químico na metade do inserto P25 foi realizado no Laboratório de Química da Escola de Ciência e Tecnologia da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, com duas soluções, sendo a primeira de MURAKAMI (Figura 19.A), composta de 10g de Ferricianeto de Potássio ( $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ ), 10g de Hidróxido de Potássio (KOH) e 100ml de Água, por um tempo de 20 minutos e na sequência com uma solução ácida (Figura 19.B) de 3,5ml de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) e 96,4ml de Peróxido de Hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) por 20 segundos.

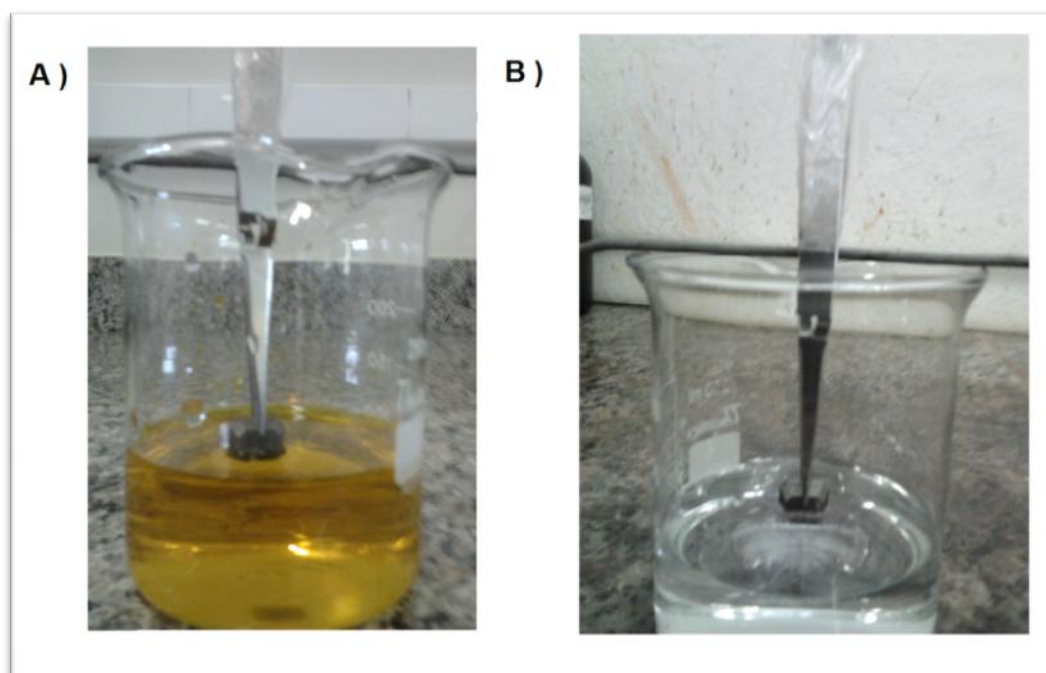


Figura 19 - Ataques químicos na metade da superfície do inserto de metal duro, A) Solução de MURAKAMI e B) Solução ácida.

### 3.3 – Medição da rugosidade das superfícies texturizada e não texturizada

A medição da rugosidade é um procedimento para se detectar as irregularidades finas ou de erros microgeométricos em uma superfície.

O aparelho empregado para a medição da rugosidade foi o rugosímetro com apalpador de contato. Neste caso o equipamento consiste de um apalpador de diamante que percorre, em linha reta, uma distância previamente definida sobre a superfície que se deseja avaliar. O deslocamento vertical do apalpador é convertido em sinal elétrico e então amplificado. O resultado pode ser apresentado, em forma numérica, pelo gráfico do perfil que representa a superfície analisada. Há ainda a possibilidade de utilizar filtros para eliminar a influência das ondulações (Machado *et al.* 2011).

Uma outra ferramenta usada para avaliar a rugosidade das superfícies, foi o uso de um Microscópio de Força Atômica (AFM), em que uma “agulha” posicionada

na extremidade de um sensor varre a superfície a ser avaliada e sua deflexão é medida pela posição do reflexo de um feixe de laser que é refletido no braço que a sustenta. A informação da posição do braço é uma medida do relevo, naquela posição. Este sinal é sincronizado, em um fila, com a varredura da amostra, de forma semelhante à realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura MEV. Uma imagem do relevo da amostra é assim obtida (Colpaert, 2008).

No trabalho, as duas técnicas foram usadas para avaliar a rugosidade das superfícies atacada e não atacada quimicamente.

A seguir, serão apresentadas as descrições das medições de rugosidade realizadas.

### 3.3.1 - Medição da rugosidade com um rugosímetro digital

Neste caso foi usado um rugosímetro portátil digital marca TAYLOR-ROBSON, modelo Surtronic (Figura 20). As medições foram realizadas no Laboratório de Metrologia da UFRN, com o intuito de avaliar a rugosidade das superfícies atacada e não atacada quimicamente do inserto de metal duro P25.

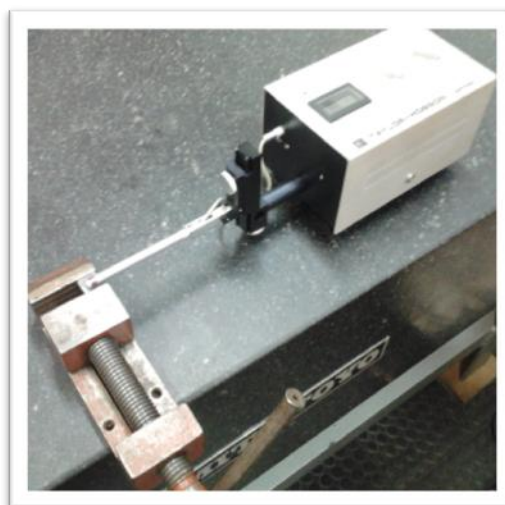


Figura 20 - Medição da rugosidade da superfície do inserto de metal duro com o rugosímetro portátil digital TAYLOR-ROBSON.

### 3.3.2 - Medição da rugosidade por microscopia de força atômica

Neste caso foi usado o microscópio de força atômica marca Shimadzu pertencente ao Núcleo de Pesquisa em Petróleo e Gás (NUPEG/UFRN), figura 21.



Figura 21 - Microscópio de Força Atômica usado para avaliação da rugosidade das superfícies do inserto de metal duro.

Antes da medição da rugosidade da superfície do inserto P25, fez-se necessário uma limpeza ultrassônica, realizada no Labplasma (Laboratório de Plasma) da Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN.

O equipamento utilizado foi o Ultra-sonic Plana TC, modelo CBU-100/3L (Figura 22).



Figura 22 - Ultra-sonic Plana TC, modelo CBU-100/3L.

A primeira etapa da limpeza foi realizada com um volume de 45 ml de detergente enzimático com concentração de 5 ml/l, durante 10 minutos. Em seguida, foi realizada a limpeza com Acetona ( $\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , P. M. 58,08, em um volume de 30 ml, durante 10 minutos e por fim, foi realizado o enxágue em água destilada durante 10 minutos com um volume de 58 ml. Após o processo de limpeza, a ferramenta foi secada usando um secador.

### 3.4 – Análise da dureza do inserto de metal duro

Os ensaios para avaliar as durezas das superfícies, atacada e não atacada quimicamente, do inserto de metal duro foram realizados no Laboratório de Tribologia e Integridade Estrutural da UFRN.

Neste caso foi feito o ensaio de dureza Rockwell C, com uma pré-carga de 10 Kgf e uma carga de 150 Kgf, com sete repetições.

A máquina utilizada nos ensaios de dureza foi o Durômetro PANTEC, modelo RASN (Figura 23).



Figura 23 - Durômetro PANTEC, modelo RASN.

### 3.5 – Construção da gaiola catódica rotativa

A fim de aumentar a eficiência tecnológica do processo de nitretação, Araújo Filho (2013) propôs um novo modelo de gaiola catódica, que apresenta um princípio de movimentação rotativo para que todas as superfícies da amostra possam ser revestidas simultaneamente (Figura 34). O eixo e o reator fazem o papel do ânodo, tendo o eixo partes vazadas capazes de promover a passagem do gás e das partículas, através da ação de uma bomba a vácuo.

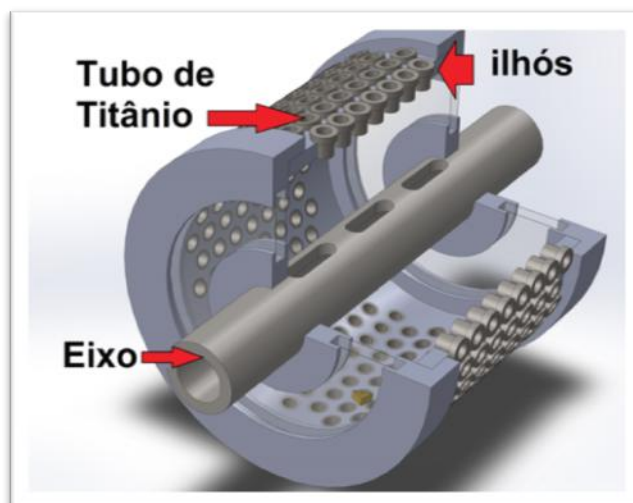


Figura 24 - Gaiola catódica rotativa.

A gaiola catódica rotativa consegue gerar o plasma com a pressão desejada em um intervalo de tempo menor, quando comparado com a gaiola catódica convencional.

A gaiola catódica rotativa, que é parte do equipamento que será usado para revestir os insertos por plasma no trabalho de doutoramento do aluno Ramsés, foi construída no Laboratório de Manufatura da UFRN. A mesma tem um formato cilíndrico, composta de um eixo de aço inoxidável vazado, responsável pela fixação da mesma no reator e pela passagem dos gases e partículas geradas no experimento e por um tubo de Titânio grau 2 vazado por pequenos furos roscados, onde serão aplicados ilhoses de Titânio e de Alumínio (figura 24).

A princípio, a construção da gaiola partiu da preparação do tubo de titânio para usinagem dos furos em sua superfície.

A partir de dois tarugos de um Technyl® (Neste texto denominado “tecnil”) (figura 25), foram fabricadas duas tampas para auxiliar na fixação do tubo de titânio para o seu desbaste por torneamento.

A figura 26 mostra o tubo de titânio posicionado no torno para usinagem.





Figura 25 – Discos de tecnil usados para auxiliar a fixação do tubo de Titânio para sua usinagem.

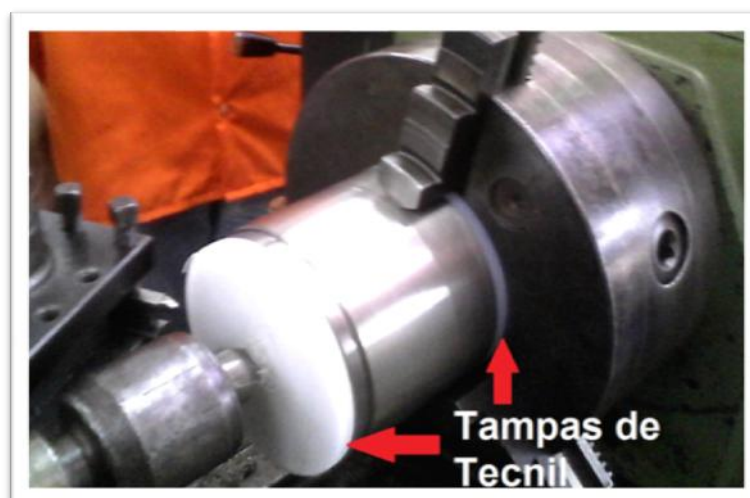


Figura 26 - Tubo de titânio posicionado para torneamento.

Após o torneamento do tubo de titânio, foi aplicado um parafuso (figura 27) nas tampas de tecnil para fixar e alinhar este no cabeçote divisor de uma fresadora Herckert convencional, com a finalidade de fabricação dos furos na superfície do tubo.

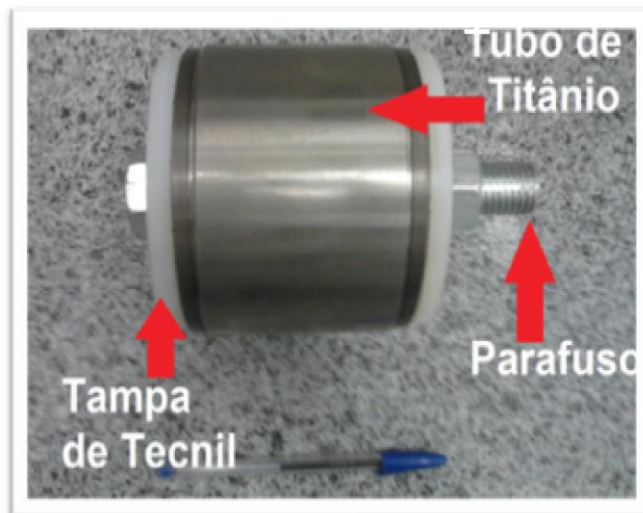


Figura 27 - Parafuso fixado nas tampas de tecnil.

Depois de preparado, o tubo de titânio foi fixado no cabeçote divisor da Herckert (figura 28), para dar início à abertura dos furos.



Figura 28 - Tubo de titânio posicionado na fresadora para a abertura dos furos.

A abertura dos furos (figura 29) foi iniciada com uma pré-furação com uma broca de aço-rápido de 6 mm. Após realizados os furos, os diâmetros destes foram alargados para 8 mm com o auxílio de uma fresa de topo.

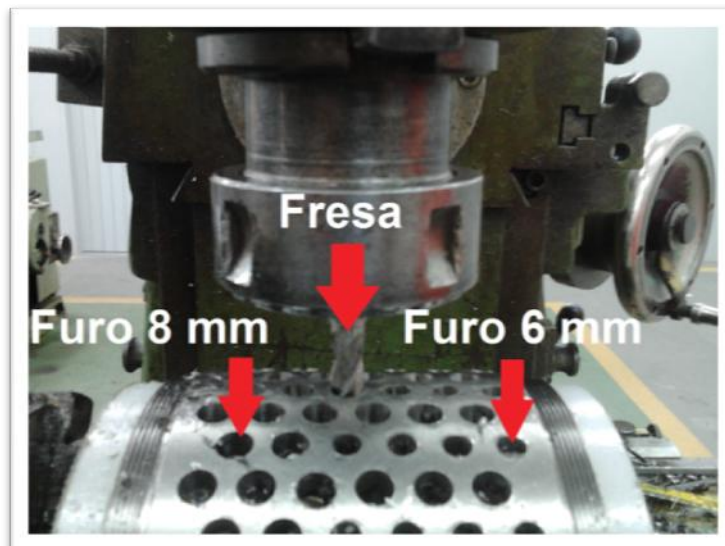


Figura 29 - Produção dos furos da gaiola catódica.

O deslocamento longitudinal para posicionar a broca e a fresa no tubo foi de 12 mm, estando uma fila defasada da seguinte de 6 mm, tomando como referência os centros dos furos.

O tubo de Titânio é composto por 228 furos, sendo dividido em 39 filas de 6 furos.

A usinagem dos furos foi feita com uma rotação de 140 rpm e auxiliada por um fluido de corte integral. O avanço foi realizado manualmente.

A etapa seguinte foi o escareamento dos furos com um escareador de aço-rápido, com o objetivo de facilitar a abertura das roscas.

Para realizar a operação de escareamento, o tubo de titânio foi fixado num torno mecânico convencional onde foi adaptada uma furadeira de bancada no carro transversal deste, conforme mostrado na figura 30.



Figura 30 - Furadeira de bancada adaptada no torno mecânico para a operação de escareamento.

O escareamento foi realizado no tubo de titânio com uma rotação de 620 rpm, estando o torno mecânico desligado e com o eixo-árvore destravado a fim de facilitar a movimentação manual do tubo na hora de trocar o furo a ser escareado.

Depois da etapa de escareamento dos furos, foram usinados os primeiros filetes de rosca para guiar o macho.

Com a furadeira posicionada no carro do torno, foi fixado um macho em seu mandril e, manualmente, foram abertos os primeiros filetes de rosca nos furos.

Com a finalização dos primeiros filetes de rosca nos furos, o tubo de titânio foi transferido para um outro torno mecânico convencional para a abertura final das roscas. Neste caso, foram passados três machos com diferentes conicidades de entrada e passo de 1,6 mm.

**CAPÍTULO 4**  
**RESULTADOS E DISCUSSÕES**

## **4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES**

O presente capítulo apresenta os resultados e as discussões, conforme os seguintes tópicos.

- Resultado das medições de rugosidade;
- Resultado da análise de dureza;
- Funcionamento da gaiola catódica rotativa.

### **4.1 – Resultado das medições de rugosidade**

Observou-se que os valores de rugosidade média apresentados pelos dois equipamentos foram bastante semelhantes.

A seguir serão apresentados e discutidos os valores de rugosidade obtidos pelos dois métodos de medição de rugosidade.

#### **4.1.1 – Resultado da medição de rugosidade com rugosímetro digital**

O inserto avaliado possuía duas superfícies com rugosidades diferentes, pois metade deste passou por um ataque químico prévio com a finalidade de texturizar a sua superfície. Foram realizadas sete medições em cada superfície. Os resultados são apresentados na tabela 2.

Tabela 2 - Valores das rugosidades obtidas com o rugosímetro portátil.

Superfície	Rugosidade média, Ra ( $\mu\text{m}$ )						
	1	2	3	4	5	6	7
Atacada	0,38	0,37	0,34	0,32	0,38	0,35	0,37
Não atacada	0,22	0,21	0,22	0,24	0,22	0,23	0,24

Observa-se que os valores médios das rugosidades obtidos a partir das sete medições realizadas nas superfícies atacadas e não atacada foram de 0,36  $\mu\text{m}$  e 0,23  $\mu\text{m}$ , mostrando que o objetivo de intensificar a rugosidade pela texturização química foi atingido.

Na sequência do desenvolvimento do trabalho do aluno de doutoramento Ramsés, estas superfícies serão revestidas com TiN usando a gaiola catódica rotativa e avaliadas através de ensaios tribológicos.

#### 4.1.2 – Resultado da medição de rugosidade por microscopia de força atômica

A medição da rugosidade pela microscopia de força atômica foi executada somente na superfície não atacada, pois a mesma foi realizada antes da texturização do inserto, em uma área de 25 x 25  $\mu\text{m}$ .

Além de medir o valor rugosidade média da superfície, o microscópio de força atômica apresentou o perfil da rugosidade do inserto, como pode ser visto na figura 31. O valor da rugosidade média (Ra) medida foi de 0,23  $\mu\text{m}$ .

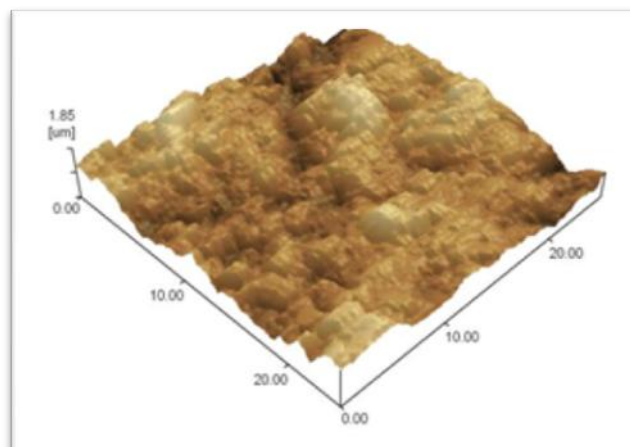


Figura 31 - Perfil da rugosidade da superfície do inserto P25 obtido por microscopia de força atômica.

## 4.2 – Resultado da análise de dureza

Os valores de dureza obtidos no inserto de metal duro P25 são apresentados na tabela 3.

Tabela 3 - Valores de dureza do inserto.

	Medições / Medidas de dureza						
	1	2	3	4	5	6	7
Inserto (HRC)	71	75	75	75	75	75,5	75

Os valores de dureza obtidos correspondem àqueles descritos por Trent, E. M., & Wright, P. K. (2000) para o material analisado e servirão de comparação com os valores a serem medidos após o revestimento do inserto.



### 4.3 – Funcionamento da gaiola catódica rotativa

Depois de construída, a gaiola catódica rotativa foi instalada no reator (figura 32) no Laboratório de plasma (Labplasma) da UFRN e conectada aos equipamentos auxiliares (bomba de vácuo, fonte de tensão e alimentação de gases).

Os valores de pressão, tensão e corrente atingidos no funcionamento da gaiola foram iguais a 0,74 mbar, 450 V e 0,7A, respectivamente.

A rotação da gaiola foi baixa, a fim de evitar que o inserto a ser depositado não permaneça fixado na parede do tubo devido às forças centrífuga.

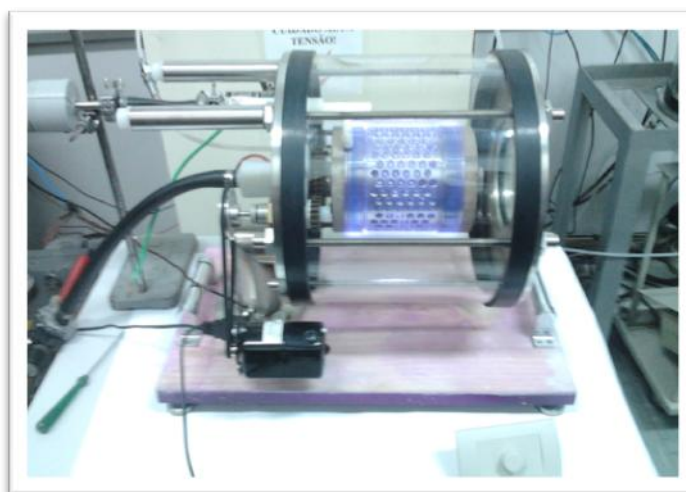


Figura 32 - Reator com a gaiola catódica rotativa.

Sob as condições citadas anteriormente, o gaiola catódica rotativa formou o plasma (figura 33) com a presença do efeito de cátodo oco nos furos, que é um fenômeno importante para ocorrência do *sputtering* necessário para o processo de obtenção dos compostos que irão revestir o inserto.

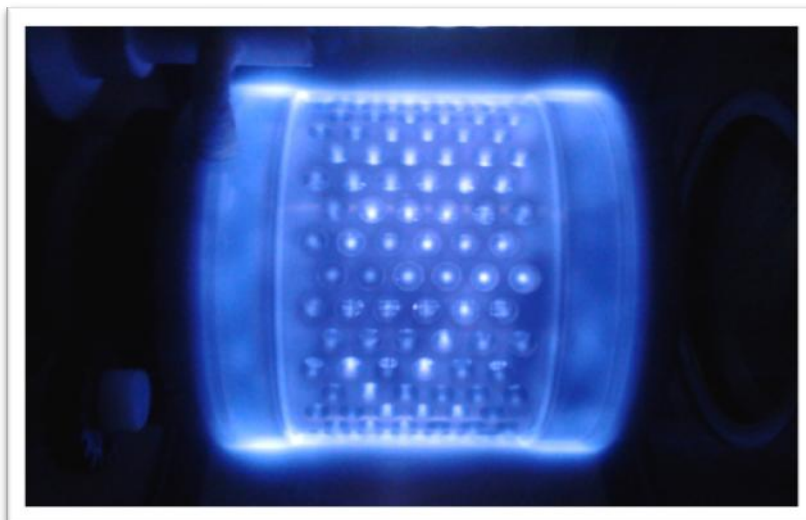


Figura 33 - Formação do plasma na gaiola catódica rotativa.

Cabe mencionar que a deposição do revestimento sobre o inserto de metal duro não foi realizada como havia sido inicialmente previsto, por motivo de interdição do LabPlasma. Porém, os resultados aqui apresentados serão importantes na continuidade do desenvolvimento do trabalho do doutorando Ramsés.

**CAPÍTULO 5**  
**CONCLUSÕES**

## 5 – CONCLUSÕES

- A rugosidade da superfície atacada do inserto de metal duro apresentou maior valor do que a sua superfície não atacada, demonstrando o sucesso da texturização química.
- Os valores de dureza obtidos no inserto de metal duro condizem com os valores encontrados na literatura.
- A Gaiola Catódica Rotativa construída funcionou normalmente no reator, possibilitando a formação do plasma e atingindo baixas pressões num curto intervalo de tempo.

**CAPÍTULO 6**  
**PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS**

## 6 – PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

- Depositar nitreto de titânio (TiN) no inserto de metal duro com a gaiola catódica rotativa.
- Realizar os ensaios de caracterização no inserto revestido, comparando a adesvidade do revestimento nas superfícies atacada e não atacada quimicamente.
- Avaliar o grau de desgaste do inserto revestido durante a operação de torneamento.

**CAPÍTULO 7**  
**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

## 7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMED, N.A.G., **Ion plating technology**. New York, Wiley, 1987.171p.

ALVES JR, Clodomiro. **Nitretação a Plasma: Fundamentos e Aplicações**. Natal: Edfrn, 2001.

ALVES JR, C. et al. Cathodic cage nitriding of samples with different dimensions. **Materials Science And Engineering A**, Natal, v. 465, n, p.223-227, 2007.

ALVES JR, C. et al. Use of cathodic cage in plasma nitriding. **Surface & Coatings Technology**, Natal, n. 201, 2006. 2450-2454.

ARAÚJO FILHO, L. **Projeto, construção e teste de um reator de plasma horizontal com gaiola catódica rotatória para nitretação de pequenas peças metálicas de geometria complexa**. Natal, 2013. 75f. Dissertação (Mestrado). Centro de Tecnologia, Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

COLPAERT, Hubertus et al. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4. ed. São Paulo: Blucher, 2008.

DE ARAÚJO, F.O. et al. **Diagnóstico por espectroscopia de emissão óptica da nitretação em gaiola catódica**. 17<sup>o</sup> Cbecimat: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu, Pr, Brasil, n. , p.7379-7388, 2006.

DE SOUSA, R. R. M. **Nitretação em Plasma com Gaiola Catódica: Investigação do Mecanismo e Estudo Comparativo com a Nitretação em Plasma de Tensão Contínua**. Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, p. 164. 2007. (Tese).

GALLO, Santiago Corujeira; DONG, Hanshan. **On the fundamental mechanisms of active screen plasma nitriding**. Vacuum, Birmingham, United Kingdom, v. 84, n. , p.321-325, 2010.

GEORGES, J.; CLEUGH, D. 'Active screen plasma nitriding', in '**Stainless steel 2000 – thermochemical surface engineering of stainless steel**', (ed. T. Bell and K. Akamatsu), 377–387; 2001, London, The Institute of Materials.



GEORGES, J. 'TC plasma nitriding', **Heat Treat. Met.**, 2001, 28, 33–37.

HUTCHINGS, I.M. **Tribology friction and wear of engineering material**. Edward Arnold, London. England, 2006.

JANOSI, S. et al. Controlled hollow cathode effect: new possibilities for heating low-pressure furnaces. **Metal Science And Heat Treatment**, Târug Mures, Romania, v. 46, n. 7-8, p.310-316, 2004.

LERMEN, Richard Thomas. **Desenvolvimento de uma tocha de plasma hibrida para processamento de materiais**. 2006. 150 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

Li, C. X. Active screen plasma nitriding – an overview. *Surface Engineering* , 26 (1-2), 2010, p. 135-141.

LI, C. X.; GEORGES, J.; LI, X. Y. **Surf. Eng.**, 18, n. 6, 2002. 453.

MACHADO, Állison Rocha et al. **Teoria da usinagem dos materiais**. 2. ed. São Paulo: Blucher, 2011. 397 p.

MATTOX, D. **Handbook of physical vapor Deposition (PVD) Procesing**. Estados Unidos, Noyes Publications, 2002.

MAISEL, LI e GLANG, R., "**Handbook of thin film technology**". McGraw-HillbookCompany, 2006.

PVD EDUCATION GUIDE, "**EDUCATION GUIDE to Vacumm Deposition Technology**" [http:// www.svc.org.edpvd](http://www.svc.org.edpvd) , 1997, Acessado em 14 de junho de 2012.

RICKERBY, D.S.; Matthews, A. **Advanced surface coatings: a handbook of surface engineering**. Led.Blackie.Glasgow and London, 2001.

RUSET, C., The influence of pressure on temperature uniformity in the plasma nitriding process. **Heat Treatment of Metals**, 3 (1991) 81 – 84.

WOLF, S.; TAUBER, R. N., **Silicon processing for VLSI era**.Lattice Press v. 1 California (EUA), 1986.

KERN, W., e SCHNABLE, G. L., IEEE Trans. Electron Devices ED-26, p. 647,2005.

K.J.B RIBEIRO, **Industrial application of AISI 4340 steels treated in cathodic cage plasma nitriding technique**, 2007. (Artigo). Periodicos capes, acessado em: 28/07/2012.

SMITH, Donald L. **Thin-film Deposition, principles and practice** 1 ed. MasGraw-Hill.USA, 1995.

SOUSA, R. M. et al. **Nitretação iônica em gaiola catódica do aço inoxidável martensítico AISI 420**. Matéria, Teresina, v. 13, n. 1, p.104-109, 2008.

SOUSA, R. M. et al. **Nitretação em gaiola catódica: influência do tempo de tratamento**. Matéria, Teresina, 13, n. 1, 2008. 119-124.

SOUSA, R. M. et al. **Nitretação iônica em gaiola catódica do aço ferramenta tipo AISI D2 para trabalho a frio**. Matéria, Teresina, v. 14, n. 2, p.861-868, 2009.

STURROCK, Peter A.. **Plasma Physics: An Introduction to the Theory of Astrophysical, Geophysical & Laboratory Plasmas**. Cambridge: Cambridge University Press, 1994.

TRENT, E. M., & WRIGHT, P. K. **Metal Cutting** (4 ed.). Woburn, MA: Butterworth-Heinemann, 2000.