

OXIDAÇÃO A PLASMA DE TITÂNIO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS: FABRICAÇÃO DE UMA CÂMARA DE OXIDAÇÃO A PLASMA

Carlos Roberto Wolz (Instituto Federal Catarinense – Campus Luzerna) E-mail: carloswolz19@gmail.com

Mario Wolfart Junior (Instituto Federal Catarinense – Campus Luzerna) E-mail: mario.wolfart@ifc.edu.br

Mateus Ritter Pasini (Instituto Federal Catarinense – Campus Luzerna) E-mail: mateus.pasini@ifc.edu.br

Resumo: O processo de oxidação a plasma é uma excelente alternativa para aumento da resistência superficial ao desgaste e à corrosão. Este tratamento termoquímico de superfície permite aumentar de forma considerável a dureza superficial da peça em questão. A oxidação a plasma, procedimento aplicável em materiais metálicos, baseia-se em uma aplicação de uma diferença de potencial sobre uma peça que está contida dentro de uma câmara hermeticamente vedada com atmosfera ionizada sob pressão controlada. O presente trabalho teve como propósito construir uma câmara para realização do processo de oxidação a plasma. Visto que o Laboratório de Ensaios Mecânicos e Metalúrgicos (LABEMM) já dispõe de uma câmara para realização do processo de nitretação a plasma, a construção de uma nova câmara possibilitará um aumento das pesquisas realizadas no âmbito dos tratamentos termoquímicos de superfície, podendo aliar os processos de nitretação com pós oxidação. A validação da câmara construída se deu por meio de análises de estabilidade do plasma, capacidade de vácuo do sistema e coloração durante o processo. Não foram realizadas análises microestruturais e de dureza na amostra nitretada, uma vez que, as verificações realizadas tem como principal intuito validar a câmara para questões básicas durante o processo, citadas anteriormente. Os resultados obtidos foram de grande valia, trazendo ótimas perspectivas para a realização de processos de oxidação e/ou nitretação a plasma na câmara confeccionada.

Palavras-chave: Tratamento, plasma, câmara, validação.

1. Introdução

Os tratamentos termoquímicos de superfície são uma ótima alternativa para elevar a resistência ao desgaste de materiais convencionais ou até mesmo a resistência a corrosão e ao desgaste de materiais que atuam em ambientes adversos, como é o caso dos biomateriais. O principal intuito destes tratamentos é de aumentar a vida útil no desempenho de ferramentas e biomateriais, como por exemplo: engrenagens, matrizes para forjamento ou próteses em titânio (PINEDO, 2004). Atualmente, os tratamentos superficiais mais utilizados em metais são: cementação, nitretação e oxidação a plasma e têmpera por indução.

A nitretação e oxidação a plasma vêm se consolidando como processos “limpos” e de extrema eficácia quando comparados à cementação e/ou tempera por indução, por exemplo. O maior uso destes tratamentos termoquímicos deve-se à inúmeras vantagens, tendo como destaque: maior dureza superficial, utilização de gases não poluentes, alta eficiência energética e baixo risco de empenamento e deformações (CRUZ, 2017).

Em relação aos processos termoquímicos de superfície, a nitretação a plasma vem sendo implantada há mais tempo do que a oxidação a plasma. A forma como são realizados estes tratamentos tem grande semelhança entre si, tendo como diferenças os parâmetros de processo: mistura gasosa, tempo e temperatura de tratamento, corrente e tensão. Além do mais, é possível aliar um processo de nitretação com uma oxidação após a nitretação, comumente chamado de nitretação com pós oxidação. O processo de pós-oxidação a plasma visa proporcionar ao material uma melhora no desgaste e resistência à corrosão, grande redução no coeficiente de atrito e uma alta estabilidade química para condições extremas (REIS, 2017).

O tratamento termoquímico de oxidação a plasma é realizado dentro de uma câmara de aço inoxidável, totalmente vedada, através de uma descarga incandescente para introduzir oxigênio de forma controlada à superfície dos componentes em tratamento. A peça que está

sendo tratada está ligada ao cátodo de um circuito elétrico enquanto a câmara torna-se o ânodo. Desse modo, gera-se uma diferença de potencial através da aplicação de uma tensão de 300–800 V entre os dois eletrodos (cátodo e ânodo), normalmente a uma pressão de 1 a 8 mbar. Sendo assim, ocorre uma descarga de brilho anormal que cobre o cátodo. O cátodo é aquecido através da transferência de energia associada com a ação do bombardeio iônico, desse modo, o oxigênio é transferido para as peças, por difusão na superfície que já contém ou não uma média camada nitretada onde combina-se com elementos de liga formadores de óxidos no metal em tratamento (MAHBOUBI, 2005). À vista disso, é de extrema importância ter o controle de todas as variáveis no processo, uma vez que, este controle permitirá o alcance de uma maior qualidade na camada oxidada e, desse modo, resultados mais satisfatórios no que diz respeito às características microestruturais e de dureza (PASINI, 2020).

Este trabalho teve como principal objetivo a construção e validação de uma câmara de oxidação e nitretação a plasma para a realização de processos termoquímicos nos mais diversos metais, visando um maior aprofundamento das pesquisas realizadas. A construção de uma nova câmara possibilitará um aumento nas pesquisas em diversos materiais, podendo a partir disso aliar processos de nitretação com pós oxidação. Portanto, pode-se afirmar que o desenvolvimento de mais uma tecnologia no Laboratório de Ensaio Mecânicos e Metalúrgicos (LABEMM), permitirá o aprimoramento de equipamentos no setor industrial da região do meio oeste catarinense.

2. Materiais e Métodos

O desenvolvimento de todo o trabalho foi resumido em três grandes partes: projeto, construção e validação da câmara de oxidação.

2.1. Projeto e Construção

2.1.1. Estrutura

Primeiramente, foi desenvolvida uma estrutura rígida capaz de suportar todo o conjunto da câmara de oxidação, tendo como principal objetivo fazer com que a base de todo o conjunto fique estável para uma melhor garantia da realização do processo. Já, em relação a todo o corpo estrutural da câmara, algumas características importantes devem ser citadas. Uma das principais, é que a câmara de oxidação é composta inteiramente de aço inoxidável AISI 304, devido ao fato deste material não gerar contaminações e oxidações no seu interior, além de possuir ótima resistência mecânica para componentes estruturais (WOLFART, 2002).

Através das ilustrações abaixo (Figura 1: a e b), pode-se visualizar o corpo da câmara de forma projetada. O visor frontal da câmara, permite a visualização do processo e acompanhamento do tratamento, assim, caso ocorra alguma avaria, pode-se em certos casos através do visor frontal, avaliar as principais causas para tal acontecimento.

Figura 1(a) - Vista frontal da câmara



Figura 1(b) - Vista em perspectiva



Fonte: Próprio Autor – AUTODESK INVENTOR 2021.

Visto que a câmara de oxidação realiza o processo de difusão do gás em pressões próximas ao vácuo, é de extrema importância evitar e prevenir possíveis vazamentos durante o tratamento. Em pontos de união permanente, foi utilizado o processo de soldagem TIG (processo de solda em atmosfera de gás inerte) devido a este método de soldagem apresentar um cordão de solda bem acabado.

Em áreas onde se tem um acoplamento e encaixe entre componentes, fez-se necessário a instalação de anéis o-ring. Sendo assim, é de fundamental importância garantir as condições ideais de pressão para que o processo não venha a ser afetado.

2.1.2. Vácuo e Gases

Como já citado anteriormente, o processo de oxidação a plasma necessita de um controle minucioso de pressão de extrema precisão. Diante disso, a bomba de vácuo utilizada deve ser capaz de atingir as condições pré vácuo ($5,0 \cdot 10^{-2}$ mbar) e manter a pressão constante durante todo o processo de oxidação (2,0 a 4,0 mbar) e período de resfriamento.

O principal objetivo dos gases é difundir-se da superfície em direção do núcleo das amostras, promovendo as melhorias que advém do processo de oxidação. Todos os gases são interligados a um único tubo, que por sua vez é conectado a uma válvula agulha que tem a função de realizar um ajuste preciso da vazão dos gases que entram na câmara. Este tipo de válvula é utilizado quando se tem a necessidade um fino fluxo de gases para dentro da câmara (FILETI; SILVA; PEREIRA, 2011).

2.1.3. Instalação Elétrica e Instrumentação

Visto que é necessário ter-se uma diferença de potencial para ionizar o gás em questão, para assim, os íons serem acelerados contra a superfície, pode-se afirmar que o aumento de temperatura do processo depende do aumento da diferença de potencial (tensão). Para atingir as tensões necessárias do processo, a corrente passa por um regulador de tensão, chamado de Variac.

Figura 2: Representação do Variac utilizado no LABEMM



Fonte: <joining.com.br>

Normalmente este equipamento está conectado a uma tomada de parede (220 volts), após a passagem da tensão de tomada de corrente pelo transformador do regulador, esta será aumentada para que seja possível atingir as tensões de trabalho necessárias (200 a 400 volts para o presente caso) (COMOZED, 2020).

Referente à parte de instrumentação, podemos destacar alguns equipamentos de medição que foram utilizados para auxiliar no controle dos parâmetros. Tanto a temperatura quanto a pressão devem ser controladas para que os resultados esperados venham a se comprovar no processo prático.

Para aferição da temperatura, o termopar tipo K é um sensor ideal por se tratar de um modelo de maior resistência à oxidação e à altas temperaturas, informando a temperatura durante o tratamento, pois o mesmo permanece diretamente em contato com a peça. A leitura foi visualizada através de um sistema de aquisição de dados.

Figura 3 - Módulo de aquisição de dados para aferição de temperatura



Fonte: <aemc.com>

Para medição da pressão no interior da câmara, utiliza-se o medidor tipo Pirani. O princípio de funcionamento está relacionado com a condutividade térmica dos gases, sendo que

esta condutividade é convertida diretamente em pressão, visto que a capacidade de um gás conduzir calor depende da sua pressão. O valor da pressão medida é expresso em um leitor digital que está conectado ao equipamento.

Figura 4 – Medidor de vácuo tipo Pirani



Fonte: <sensum.com>

A leitura da tensão elétrica é realizada através da utilização de um multímetro Minipa ET-2940. O equipamento instalado para esta leitura possui capacidade de até 1000 V.

Figura 5 – Representação do multímetro Minipa ET-2940



Fonte: <minipa.com.br>

Foi necessária a utilização de dois multímetros durante o processo de oxidação a plasma. Um deles, ligado em paralelo, tem por finalidade a aferição da tensão de entrada na câmara. Já o outro, ligado em série, indica qual é a corrente de entrada.

2.2. Processo de Validação da Câmara

Em relação as etapas de validação da câmara, foram analisados fatores: capacidade de vácuo do sistema, estabilidade do plasma gerado, coloração violeta e relação entre temperatura e tensão.

2.2.1. Capacidade de Vácuo do Sistema

É de total necessidade o sistema ser capaz de atingir a pressão necessária durante todo o tratamento em si, no que se refere à pressão de vácuo do pré processo até a etapa de resfriamento

pós processo. Sendo assim, a bomba de vácuo instalada deve atingir todas as pressões necessárias e estipuladas.

O inspecionamento da pressão durante todo o processo foi realizado através do medidor de pressão tipo Pirani. A qualidade do processo foi considerada após o acompanhamento visual da câmara antes da abertura da válvula dos gases e também durante o tempo em que o plasma se manteve aberto.

2.2.2. Estabilidade do Plasma Gerado e Coloração Violeta

No que se refere à estabilidade do processo, a abertura ou não de arcos elétricos define se tal processo de oxidação / nitretação é estável. A análise da estabilidade do processo pode ser realizada de mais de uma maneira, podendo aliá-las para se ter resultados de maior confiabilidade. A associação da análise visual através do visor com a verificação constante de corrente por meio do multímetro ao longo de todo o processo nos permite um diagnóstico valioso do que está ocorrendo no interior da câmara. A estabilidade também se refere a temperatura, que é medida através do termopar que, por sua vez, está conectado ao módulo de aquisição de dados.

A emissão dos fótons em direção ao cátodo forma uma coloração violeta característica da nitretação / oxidação a plasma (ZAMBOM, 2011). Esta coloração pode ser observada através do visor de vidro instalado na janela de inspeção da câmara, sendo possível realizar registros fotográficos para análise da coloração.

3. Resultados e Discussão

3.1. Construção e Montagem da Câmara

Pela Figura 6, pode-se observar a base desenvolvida, a qual tem como principais funções: sustentar o corpo rígido da câmara e servir como entrada de componentes externos. As dimensões da base desenvolvida têm como principal objetivo realizar o tratamento termoquímico de superfície em amostras relativamente pequenas, tendo em vista que através destes testes pode-se realizar o efetivo tratamento em câmaras de maiores proporções com parâmetros já conhecidos através da atual câmara desenvolvida.

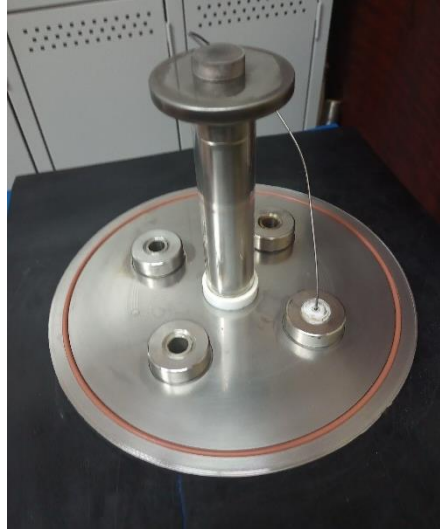
Figura 6 – Base da câmara



Fonte: Próprio Autor.

As Figura 7 mostra de forma mais detalhada a base da câmara, com o anel o´ring já alojado, o porta amostras instalado, além dos equipamentos acoplados aos furos da base. Vale salientar o isolamento para que haja a diferença de potencial, através do material teflon, entre o ânodo (carcaça da câmara) e o cátodo (amostra posicionada no porta amostras).

Figura 7 – Base da câmara em detalhamento



Fonte: Próprio Autor.

O corpo estrutural da câmara pode ser visualizado através das figuras 8(a) e 8(b), onde destaca-se a presença do visor, fundamental para a inspeção e análise visual do processo.

Figura 8(a) - Vista ampliada

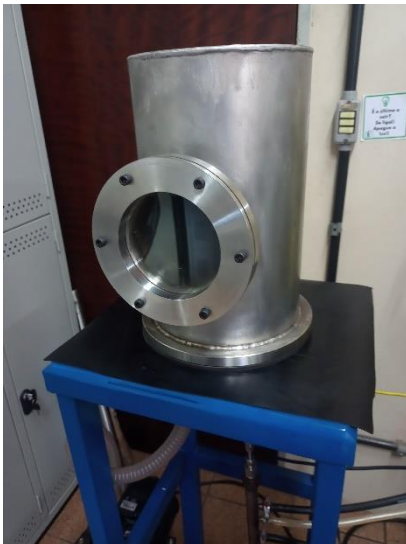


Figura 8(b) - Vista com enfoque para o visor



Fonte: Próprio Autor.

3.2. Validação

Ressalta-se que os resultados obtidos para validação da câmara fazem referência ao processo de nitretação a plasma. Como a mistura gasosa utilizada na oxidação a plasma de materiais biomédicos ainda não está disponível, testes de nitretação a plasma na câmara

construída em amostras de aço AISI 4140 foram realizados a fim de validar a câmara para, com isso, a mesma ser utilizada de forma precisa nas etapas de oxidação a plasma. Foi proposto um ensaio com uma mistura gasosa de 76% N₂ + 24% H₂ durante um período de 3 horas, com temperatura de nitretação de 550 °C e pressão constante de nitretação de 4,0 mbar.

3.2.1. Vácuo

A estabilidade do vácuo pôde ser verificada através do display do Pirani (exemplo: Figura 4). Os valores de pressão atingida estão demonstrados através da tabela abaixo.

Tabela 1 – Valores de pressão

	Pressão pré nitretação (vácuo)	<i>sputter cleaning</i> (limpeza)	Pressão durante a nitretação
Amostra 1	5,0 .10 ⁻² mbar	1,0 mbar	4,0 mbar
Variação de pressão durante o tempo decorrido	0,1 mbar	0,1 mbar	0,1 mbar

Fonte: Próprio Autor.

A condição de 5. 10⁻² mbar é atingida em aproximadamente 10 minutos, já permitindo a entrada dos gases ao sistema através da abertura das válvulas. Após o processo de *sputter cleaning* (limpeza) realizado na pressão de 1,0 mbar, elevou-se a pressão a 4,0 mbar com a mistura gasosa composta de nitrogênio e hidrogênio. Esta pressão oscilou apenas ± 0,1 mbar durante o tempo de tratamento para validação da câmara.

3.2.2. Coloração e Estabilidade do Processo

A coloração observada do plasma foi violeta, mostrando que a estabilidade da atmosfera está adequada com a literatura.

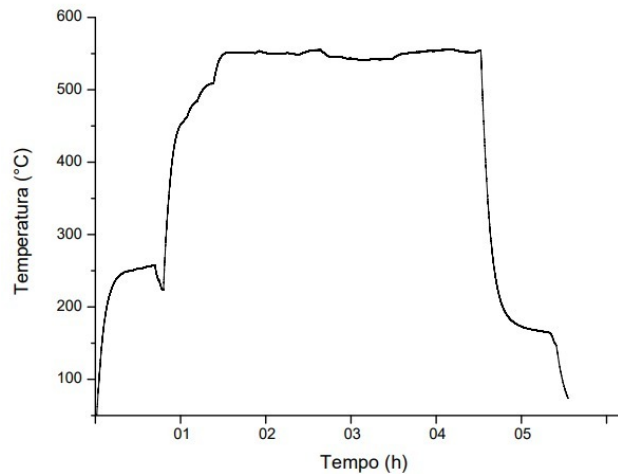
Figura 9 – Coloração durante o processo



Fonte: Próprio Autor.

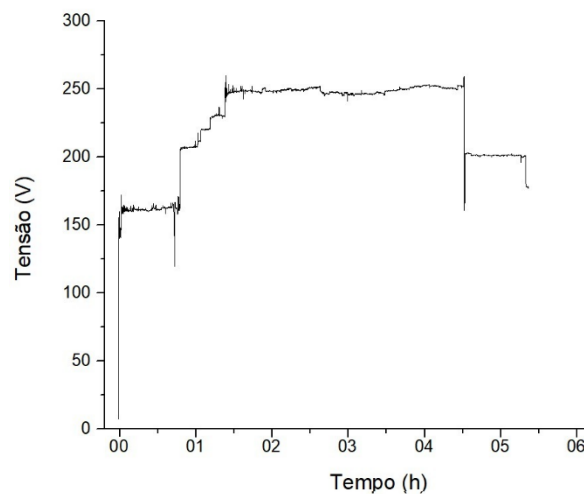
A temperatura e tensão também se mantiveram estáveis durante o tempo de nitretação propriamente dita. Através dos gráficos abaixo, pode-se observar o comportamento da temperatura e tensão, respectivamente.

Gráfico 1 - Temperatura durante o processo de nitretação a plasma a 550°C durante 3h, com mistura gasosa de 76% N₂ + 24% H₂ a uma pressão de 4,0 mbar



Fonte: Próprio Autor.

Gráfico 2 - Tensão durante o processo de nitretação a plasma a 550°C durante 3h, com mistura gasosa de 76% N₂ + 24% H₂ a uma pressão de 4,0mbar.



Fonte: Próprio Autor.

Durante as etapas da nitretação a plasma, verificou-se que houveram pequenas aberturas de arcos elétricos, principalmente na etapa de pré nitretação. Este fato pode ser explicado pelo interior da câmara apresentar pequenas sujeiras, causando assim, algumas variações na tensão. Após a limpeza, verificou-se uma boa estabilidade durante a nitretação.

4. Conclusão

Mediante resultados obtidos, pode-se concluir que:

- O projeto e construção da câmara atingiu o objetivo, apresentando excelente funcionalidade, sem vazamentos e capacidade de nitretação/oxidação
- A estabilidade da atmosfera do processo se manteve constante, sem a abertura de arcos elétricos;
- A coloração violeta mostrou que os gases realmente estavam sendo ionizados na superfície da amostra durante a nitretação;
- Com aumento da temperatura também se verificou o aumento da tensão, demonstrando realmente uma relação entre estes parâmetros.

Referências

- ALVES JÚNIOR, Clodomiro. **Nitretação a plasma: Fundamentos e aplicações**. Editora UFRN, 2001. 109 p.
- COMOZED. **Para que são usados os Variacs?** 2020. Disponível em: <https://comozed.com/para-que-s%C3%A3o-usados-os-variacs>. Acesso em: 15 maio 2022.
- CRUZ, Daniel da. **Construção de equipamento de tratamento de superfície a plasma com fonte DC pulsada para tratamento de nitretação iônica**. 2017. 112 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência dos Materiais, Nanociência e Nanotecnologia dos Materiais, Universidade Federal de São Carlos - Campus Sorocaba, Sorocaba, 2017.
- FILETI, Ana Maria Frattini; SILVA, Flávio Vasconcelos da; PEREIRA, João Alexandre Ferreira da Rocha. Desenvolvimento de circuito eletrônico comparador para controle de válvulas de vazões reduzidas. **Acta Scientiarum. Technology**, Maringá, v. 33, n. 2, p. 185-189, 20 abr. 2011. Universidade Estadual de Maringá. <http://dx.doi.org/10.4025/actascitechnol.v33i2.9936>.
- MAHBOUBI, F; FATTAH, M. Duplex treatment of plasma nitriding and plasma oxidation of plain carbon steel. **Elsevier: Vacuum**, Tehran, v. 79, p. 1-6, 05 jan. 2005.
- PASINI, Mateus Ritter. **Construção e validação de uma câmara de nitretação a plasma desenvolvida no Laboratório de Ensaios Mecânicos e Metalúrgicos do Instituto Federal Catarinense - Campus Luzerna**. 2020. 58 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Mecânica, Instituto Federal Catarinense - Campus Luzerna, Luzerna, 2020.
- PINEDO, C. E. Nitretação por plasma de aços inoxidáveis. **Metalurgia & Materiais**, v. 60, nº 543, Caderno Técnico – Editorial, p. 162-164, 2004.
- REIS, Tiago Marcelo. **Avaliação Tribológica do Tratamento de Nitretação a Plasma com Pós-Oxidação Aplicada em Sistema de Extração de Moldes para Injeção de Termoplásticos**. 2017. 73 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós- Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais., Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, Campus Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2017.

WOLFART JUNIOR, Mario. **Nitretação a plasma do aço ABNT 316L em baixas temperaturas.** 2002. 103 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Departamento de Metalurgia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

ZAMBON, Marcel Fabiano. **Modificação por Nitretação a Plasma das Superfícies dos Aços AISI-4140, AISI-420C e DIN16MnCr5.** 2011. 86 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2011.