

# MELHORAMENTOS EM PROCESSAMENTO 3IP COM PULSOS DE BAIXA ENERGIA PARA LIGAS DE ALUMÍNIO E AÇO INOX

Ataíde R. da Silva Junior<sup>1, 2</sup>, Mario Ueda<sup>1</sup>, Graziela da Silva<sup>3</sup>

1-INPE-LAS, São José dos Campos, Brasil

2-INPE-LAP, São José dos Campos, Brasil

3- LPP-ITA, São José dos Campos, Brasil

[silvajr2010@terra.com.br](mailto:silvajr2010@terra.com.br)

*RESUMO: A dificuldade de implantação de íons de nitrogênio em alguns tipos de materiais nos levou a investigar os elementos contaminantes presentes na câmara de vácuo do sistema 3IP, em particular, o oxigênio. Foi utilizado um espectrômetro de massa (RGA) de um tipo de filtro quadrupolar, que permite a análise de gases residuais na câmara por meio da medição da relação massa/carga de suas composições. Encontramos uma grande proporção de oxigênio combinado com o hidrogênio (H<sub>2</sub>O) no caso de um vácuo com uma pressão de base de 1x10<sup>-5</sup> mbar. Uma vez que o oxigênio está fortemente presente em todos os nossos resultados de 3IP realizados anteriormente, tentamos minimizar a sua presença. No caso do alumínio, a formação de óxido impede a implantação de nitrogênio, enquanto em aço inoxidável a sua presença tem uma influência pouco significativa. O óxido é uma barreira natural encontrado na superfície da maioria dos materiais metálicos, é ele um dos responsáveis da alta energia necessária para se realizar o processamento 3IP. O processamento é realizado habitualmente com pulsos acima de 15 kV, mas com a melhora no sistema de injeção de gás e limpeza da câmara de vácuo por plasma de argônio, reduziu a presença de oxigênio residual em 80%, e dessa maneira conseguimos bons resultados em melhoramentos de materiais para aplicações espaciais e aeronáuticos usando o processamento 3IP com pulsos de apenas 3kV.*

**Palavras chave:** implantação iônica, óxidos, pulsos de baixa energia, melhoramentos de materiais

## 1-INTRODUÇÃO

O processamento 3IP (implantação iônica por imersão em plasma) é bastante adequado para o tratamento de materiais para modificação de suas características mecânicas, físicas ou químicas, apenas superficialmente, para aplicações espaciais e aeronáuticas. Uma das suas características favoráveis é poder realizar o processo em peças tridimensionais com formas irregulares. O processo é realizado através da formação de plasma, que deve ser em baixa pressão, geração de plasma e aplicação de pulsos de alta tensão negativa, geralmente, na peça de trabalho, resultando na implantação dos íons. O plasma pode ser gerado por uma variedade de fontes como rádio frequência, ressonância de elétron ciclotrônico, magnetron, e entre outros, por descarga luminescente o qual utilizamos em nosso experimento, mostrados na figura 1. O processo, entretanto, encontra barreiras como à necessidade de um sistema de vácuo e de um pulsador de alta tensão, que encarece e dificulta o avanço da técnica para uma escala industrial.

A execução do processo com pulsos acima de 15kV gera uma maior eficiência na implantação, mas gera também alguns problemas de segurança dos operadores e maiores custos ao processo. Em alguns tipos de materiais é possível realizar 3IP com uma energia de implantação dos íons mais baixa do que a habitual. Em outros, como em ligas de alumínio, isso se torna quase impossível devido a condições de estruturas atômicas, baixo temperatura de fusão e de barreiras de óxido superficiais. A eliminação ou amenização desses fatores que dificultam a realização do processo 3IP a uma condição de baixa energia para a implantação é o objeto deste estudo. Apresentaremos a proposta da redução de impurezas, como o oxigênio residual, como uma forma eficiente de facilitar a penetração dos íons durante o processo.

Na figura 2 está apresentado um esquema de um espectrômetro de massa com filtro quadrupolar, usado em nossas pesquisas para acompanhar os gases residuais presentes em nossa

câmara de vácuo e a relação entre o gás a ser implantado e as impurezas presentes, em especial o oxigênio.

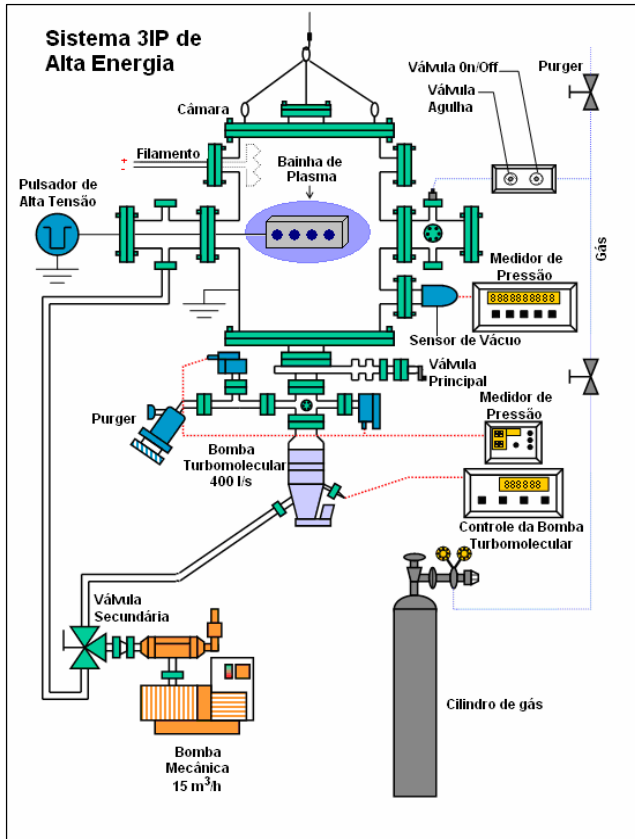


Fig. 1 – Esquema de um sistema de processamento 3IP por descarga luminescente.

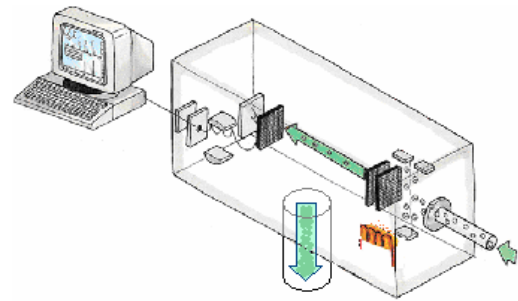


Fig. 2 – Esquema de um espectrômetro de massa, também conhecido como Analizador de Gás Residual (RGA).

## 2- EXPERIMENTOS E RESULTADOS

Foram realizados dois casos de tratamentos em diferentes condições, uma em condição habitual de operação e outra com redução dos gases residuais no vácuo. No primeiro caso, a relação  $r = \text{H}_2\text{O}/\text{N}$ , foi de aproximadamente 30% a uma pressão de trabalho de  $7,5 \times 10^{-3}$  mbar. No segundo caso, com a melhora do sistema de injeção de gás e limpeza da parede com descarga luminescente de plasma de argônio, foi possível reduzir a relação  $r$  a 5%, ou seja, redução de 80% de oxigênio na câmara, resultados mostrados na figura 3.

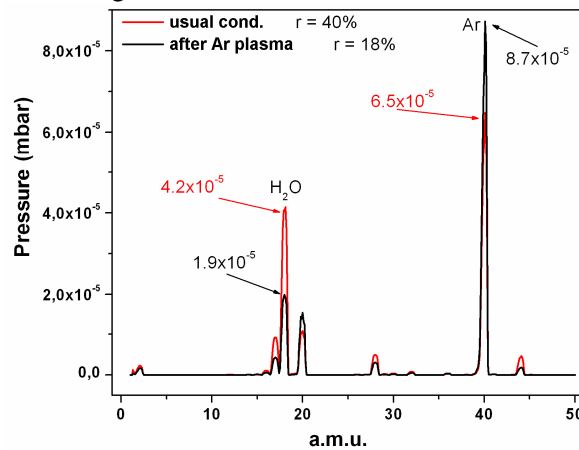


Fig. 3 – Comparação de composição de gases residuais no vácuo, antes e depois de alterações no sistema.

Realizamos 3IP em amostras de Al7075 e SS304 em uma pressão total de  $2 \times 10^{-2}$  mbar, com pulsos de alta tensão de 3kV, frequência de 1 kHz com largura de pulso de 5 $\mu$ s. A fonte de plasma foi operada em 300V e 0,6A. Análises com raios-X mostraram forte presença do nitrogênio nas amostras implantadas de alumínio e de aço inox 304 sob esta condição de baixa impureza residual de oxigênio no vácuo. Os resultados de raio-x indicam grande melhora no processamento com presença de nitretos e mostram a importância de se realizar o processamento 3IP em ambiente com concentração de oxigênio reduzido, nos dois casos analisados, de aço inox e liga de alumínio, como mostra a figura 4 e a figura 5. O raio-x mostra também a presença de novas fases como nitretos de ferro, nitretos de alumínio e oxinitretos.

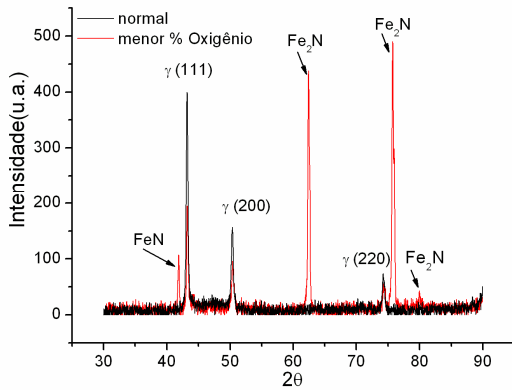


Fig. 4- Formação de nitretos revelada por difração de raio-X em implantação de baixa energia .

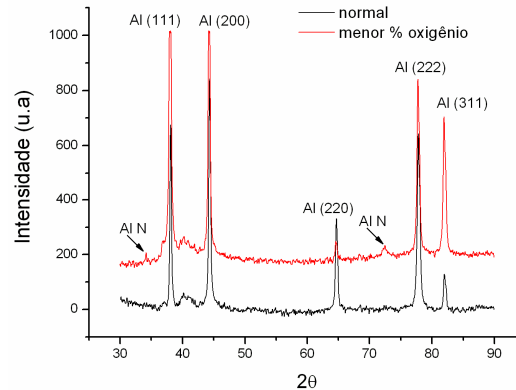


Fig. 5- A análise de raio-X mostra nitrogênio implantado no alumínio em condição de operação em baixa energia.

A partir destes resultados, submetemos as amostras a testes de corrosão, constatando uma melhora nos resultados de impedância potenciodinâmica para o SS304 com melhora na resistência ao ataque corrosivo, apresentado na figura 6. No caso da liga de alumínio 7075, não houve variação significativa, como mostra a comparação com o comportamento padrão da liga na Fig. 7.

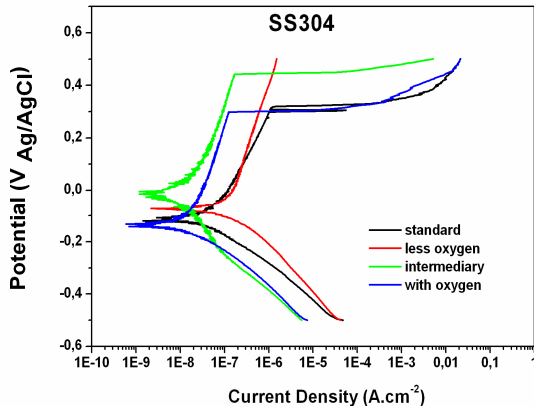


Fig. 6- Impedância potenciodinâmica em SS304.

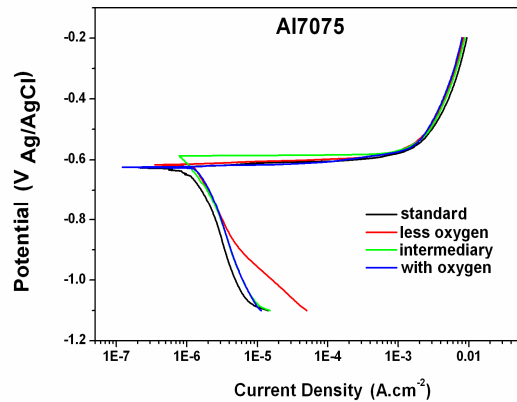


Fig. 7- Impedância potenciodinâmica em Al7075.

### 3- CONCLUSÕES

Um melhor controle do gás residual no vácuo permite um processo 3IP altamente eficaz com baixo consumo de energia para evitar um aquecimento excessivo do material e permitir o tratamento de materiais com baixo ponto de fusão. Além disso, essa técnica reduz os efeitos de sputtering (arrancamento de materiais por impactos na superfície) para obter camadas tratadas mais espessas. A camada de óxido é reduzida pela atenuação da pressão de oxigênio residual e, conseqüentemente, um tratamento 3IP mais eficaz é obtido. Testes de impedância potenciodinâmica mostraram melhora na resistência à corrosão do SS304 e no caso da liga Al 7075, não houve

alterações significativas. As amostras de trabalhos futuros serão submetidas a testes de dureza para investigação de possíveis mudanças na sua resistência mecânica.

#### **4- REFERÊNCIAS**

- Anders, A. "Handbook of Plasma Immersion Ion Implantation and Deposition", Wiley-Interscience (2000).
- W. Möller, S. Parascandola, O. Kruse, R. Günzel and E. Richter. *Surf. Coat. Technol.* 116–119 (1999), p. 1-10.
- W. Möller, S. Parascandola, T. Telbizova, R. Günzel and E. Richter. *Surf. Coat. Technol.* 73-79 (2001), p. 1-7.
- G. da Silva, M. Ueda, J. O. Rossi, C. B. Mello. *Rev. Brás. Aplic. de Vácuo*, v. 25, n. 4, 223-225, 2006.
- Jose O. Rossi, M. Ueda, C. B. Mello, A. R. Marcondes, A. Tóth, G. da Silva. *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 37, issue 1, pp. 204-210 (2008).
- M. Ueda, H. Reuther, C. M. Lepienski. *Nuclear Instrum. Meth. B.* 240, 199-203 (2005).