# ANGELA CHRISTINA FINHOLDT BARATELLI

# ESTUDO DE MATERIAIS PARA ELETRODOS DE TOCHAS DE PLASMA

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

São Paulo

2004

# ANGELA CHRISTINA FINHOLDT BARATELLI

# ESTUDO DE MATERIAIS PARA ELETRODOS DE TOCHAS DE PLASMA

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Engenharia de Materiais

Orientador: Prof. Dr. José Deodoro Trani Capocchi

São Paulo

2004

Baratelli, Angela Christina Finholdt

Estudo de materiais para eletrodos de tocha de plasma São Paulo, 2004.

121 p.

Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1. Eletrodos 2. Tocha de Plasma 3. Erosão I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. II. t

#### AGRADECIMENTOS

Ao orientador e amigo Prof. Dr. José Deodoro Trani Capocchi, por toda instrução e conhecimento sempre oferecidos.

Ao querido amigo e professor Prof. Dr. Roberto Nunes Szente, pela imensa gama de conhecimento cedida ao longo desse trabalho, que foi essencial não apenas para a realização deste, mas também para um crescimento pessoal com responsabilidade, humildade e respeito.

Gostaria de agradecer aos meus grandes amigos e colegas Lourenço Barbosa de Souza e Luiz Carlos da Silva, pelas discussões produtivas, pelo companheirismo, pelo incentivo, pelo suporte e principalmente pela amizade.

Aos meus amigos da Divisão de Mecânica e Eletricidade do IPT: Érica, Pedrão, Chicão, Avelino, Carlinhos, Francisco, Douglas, Antônio, Cheiro, Aloísio, Cláudio, Clóvis, Jorge, Wanderlei e Alex, pelo incentivo, pela ajuda e amizade.

As minhas amigas da Divisão de Metalurgia do IPT: Denise e Sandra pelo carinho.

Meus sinceros agradecimentos a todos os meus amigos e as pessoas que direta ou indiretamente me acompanharam, incentivaram e apoiaram ao longo dessa jornada.

E muito mais que agradecimentos aos meus pais José Lucio Baratelli e Thereza Christina Finholdt Baratelli, meus irmãos Walter e Flávia, meu namorado Victor e a toda a minha família, por sempre me apoiarem, incentivarem e compreenderem todos os momentos que vivi ao longo desse trabalho. Por maiores que sejam os agradecimentos que tente fazer, esses não seriam suficientes por tudo que fizeram por mim. Só posso dizer que os amo muito e muito obrigada.

# SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO1					
	1.1 Sistemas a plasma1					
	1.2 Erosão	ο	2			
2.	REVISÃO	O BIBLIOGRÁFICA	4			
	2.1 Histór	ico	4			
	2.2 Plasm	a	5			
	2.2.1	Características	5			
	2.2.2	Tochas de plasma	7			
	2.2.3	Arcos Elétricos	9			
	2.2.4	Ignição do Arco	11			
	2.2.5	Propriedades dos Gases	12			
	2.3 Erosão	o	13			
	2.3.1	Características	13			
	2.3.2	Teorias de Emissão de Elétrons	17			
	2.3.3	Transferência de Calor	19			
	2.3.4	Movimentação do Arco	20			
	2.3.5	Parâmetros Importantes na Erosão do Catodo	24			
	2.3.6	Propriedades do Cobre	26			
	2.4 Caracterização do Material26					
	2.4.1	Recristalização	26			
3.	MATERI	AIS E MÉTODOS				
	3.1 Projeto do equipamento					
	3.1.1	Descrição da câmara	29			
	3.1.2	Refrigeração da câmara				
	3.1.3	Bobina	37			
	3.1.4	Estrutura	41			
	3.2 Equipamentos auxiliares41					
	3.3 Procedimentos experimentais					

	3.4 Ensaio de dureza					
	3.5 Co	mposição dos gases utilizados	48			
4.	RESU	LTADOS				
	4.1 Inti	oducão				
	4.2 Res	sultados preliminares	51			
	4.3 Arg	zônio				
	4.4 Hé	io	53			
	4.5 Nit	rogênio	54			
	4.6 Arg	gônio + Nitrogênio	55			
	4.7 Arg	gônio + Oxigênio	57			
	4.8 Lig	a Cu/Ni				
	4.9 Tip	os de cobre	62			
	4.10	Movimentação do arco	71			
	4.11	Análise da superfície do catodo	77			
	4.12	Análise da secção do catodo	79			
	4.13	Medida de dureza do material do catodo				
5	DISCI	ISSÃO	86			
5.	5 1 Res	sultados preliminares	86			
	5.2 Gas	ses puros	86			
	5.2	1 Argônio	86			
	5.2	2 Hélio				
	5.2.3 Nitrogênio					
	5 3 Misturas Gasosas					
	5.3	1 Argônio + Nitrogênio				
	5.3	2 Argônio + Oxigênio				
	5.4 Ligas de cobre					
	5.5 Tipos de cobre					
	5.6 Caracterização dos materiais   106					
6.	CONC	LUSÕES				

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	113
ANEXO A	118
ANEXO B	119
ANEXO C	120
ANEXO D	121

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - a) Fornalha vertical de Siemens, arco transferido,1878; b) Fornalha
horizontal de Siemens, arco não transferido, 18785
Figura 2 – Tocha de arco não transferido e de arco transferido
Figura 3 – Eletrodos geradores de arco elétrico9
Figura 4 - Função de distribuição de Fermi-Dirac para uma energia de Fermi de 2,5 eV e para temperaturas de 0° K, 600° K e 6000° K15
Figura 5 - Bandas de energia para um metal e um semicondutor tipo n16
Figura 6 - Esquema da região do catodo fundida por superaquecimento local20
Figura 7 – Direção da força magnética21
Figura 8 - Posicionamento da bobina e direção do campo magnético e corrente do arco elétrico
Figura 9 - Deformação plástica a frio de um metal - transição dos grãos originais para os grãos deformados alongados
Figura 10 - Esquema geral da câmara de testes projetada
Figura 11 - Corpo da câmara de testes
Figura 12 - a) Flange inferior; b) Flange superior
Figura 13 - Esquema do anodo com o tubo de refrigeração concêntrico32

Figura 14 - Anodo
Figura 15 - Conjunto do catodo. Suporte, peça de fixação e o catodo33
Figura 16 - Catodo
Figura 17 - Suporte do catodo
Figura 18 - Rosca de fixação do catodo
Figura 19 - Espaçadores35
Figura 20 - a) Espaçadores abaixo da flange; b) Espaçadores acima da flange35
Figura 21 - Anel de sustentação do suporte do catodo
Figura 22 - Diagrama do reator e a bobina, mostrando a configuração das linhas de campo magnético
Figura 23 - Tubo de cobre encapado com o plástico termoretrátil
Figura 24 - Divisão da bobina em cinco partes
Figura 25 - Divisões da bobina
Figura 26 - a) e b) Bobina revestida com resina40
Figura 27 - a) e b) Distribuidor de água de refrigeração da bobina40
Figura 28 - a) Estrutura de sustentação da câmara de testes; b) Talha manual para
erguer a flange superior; c) Talha e estrutura de sustentação41

Figura 29 - Esquema dos equipamentos auxiliares da câmara de testes42
Figura 30 - Gráficos TxVxC dos experimentos 1 e 2 da Tabela IV53
Figura 31 - Catodo submetido a ensaio em atmosfera de argônio53
Figura 32 - Erosão x velocidade para os diferentes tipos de gases utilizados em catodos de cobre
Figura 33 – Gráficos da erosão x velocidade em função da % vol de nitrogênio adicionada ao argônio dos experimentos da Tabela VII
Figura 34 - Catodo submetido a ensaio em atmosfera de argônio com nitrogênio56
Figura 35 - Gráficos erosão x velocidade em função da % vol de oxigênio adicionada ao argônio dos experimentos da Tabela VIII
Figura 36 - Catodo submetido a ensaio em atmosfera de argônio com oxigênio58
Figura 37 - Catodo de cobre (escuro) e catodo constituído de cobre e níquel (claro)
Figura 38 – Gráficos de erosão x velocidade em função da % vol de oxigênio adicionada ao argônio nos experimentos da Tabela IX
Figura 39 - Gráfico de erosão x velocidade dos diferentes tipos de gases puros utilizados nos experimentos da Tabela IX
Figura 40 - Catodo de Cu/Ni submetido a ensaio em atmosfera de argônio60
Figura 41 - Variação da erosão e da velocidade em função do tipo de gás utilizado com catodos de Cu/Ni61

Figura 42 - Retirada das camadas com diferentes profundidades da amostra de cobre
tipo 1 na região de passagem do arco para análise63
Figura 43 - a) Geometria antiga e nova do catodo; b) geometria nova do catodo e seu
suporte de sustentação65
Figura 44 - Dimensões e formatos antigos do catodo de cobre tipos 1 e 266
Figura 45 - Dimensões e formato novos do catodo de cobre tipo 366
Figura 46 - Gráficos de erosão x velocidade em função da variação da % de cobre
dos catodos dos experimentos Tabela XV67
Figura 47 - a) Catodo de cobre tipo 1 após ensaio com argônio ultra puro; b) Catodo
de cobre tipo 2 após ensaio com argônio ultra puro; c) Catodo com cobre tipo 3 após ensaio com argônio ultra puro
Figura 48 - a) Anodo fabricado no laboratório (anodo 3); b) Anodos utilizados nos
experimentos; de cima para baixo: anodo1, anodo 2 e anodo 368
Figura 49 - Tarugo resultante da fusão dos cavacos de cobre69
Figura 50 - Reator utilizado na fusão do cobre tipo 3 para a confecção do anodo69
Figura 51 - Catodo de cobre tipo 3 após o ensaio com anodo de cobre tipo 3 em
atmosfera de argônio ultrapuro70
Figura 52 – Variação das taxas de erosão e da velocidade em função dos diferentes
tipos de gases de plasma e materiais dos catodos utilizados71

Figura 54 - Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) - experimento 1 da Tabela VII a aproximadamente 9 minutos de ensaio (condições: atmosfera de argônio industrial, campo magnético de 160 G e erosão obtida 15,8  $\mu$ g/C)......72

Figura 05 –	Superficie	do calodo d	e cobre antes	s do ensaio	 //

- Figura 64 Superfície do catodo de cobre após ensaio com Ar ind......77
- Figura 65 Superfície do catodo de cobre após ensaio com Ar U.P.....77

Figura 66 – Superfície do catodo de cobre após ensaio com Ar + 0,3% N<sub>2</sub>.....77

- Figura 67 Superfície do catodo de cobre após ensaio com Ar + 0,3% O<sub>2</sub>.....78
- Figura 68 Superfície do catodo de Cu/Ni antes do ensaio......78
- Figura 69 Superfície do catodo de Cu/Ni após o ensaio com Ar U.P.....78

Figura 70 – Superfície do catodo de Cu/Ni após o ensaio com Ar + 2,5% O<sub>2</sub>......78

Figura 71 – Superfície do catodo de Cu/Ni após o ensaio com Ar + $0,3\%$ O <sub>2</sub> 78
Figura 72 – Superfície do catodo de Cu/Ni após o ensaio com N <sub>2</sub> 78
Figura 73 – Superfície do catodo de cobre após o ensaio He79
Figura 74 – Superfície do catodo de cobre após o ensaio com N <sub>2</sub> 79
Figura 75 - Catodo de cobre tipo 1 antes do ensaio (aumento 125 x)79
Figura 76 - Catodo de cobre tipo 1 após ensaio sob atmosfera de argônio U.P. (vista geral – aumento 25,6 x)
Figura 77 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda recristalizada – aumento 125 x)
Figura 78 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda recristalizada – aumento 250 x)
Figura 79 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda esquerda recristalizada – aumento 250 x)
Figura 80 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda fora da região de passagem do arco – aumento 125 x)
Figura 81 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda direita recristalizada – aumento 250 x)
Figura 82 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de hélio. (aumento 32 x)

Figura 85 –	Catodo de	cobre/níquel	antes do	ensaio	(região	central	- au	mento
200x)							•••••	83

Figura 86 - Catodo de cobre/níquel após experimento sob atmosfera de arg	;ônio U.P.
(região central – aumento 200 x)	

Figura 93 – Representação esquemática das características físicas do arco elétrico em experimentos realizados com porcentagens de nitrogênio adicionadas ao argônio....95

# LISTA DE TABELAS

Tabela I – Propriedades eletrônicas de alguns metais16
Tabela II – Resultados preliminares51
Tabela III – Argônio Ultra Puro x Argônio Industrial
Tabela IV – Variação do campo magnético em experimentos com argônio52
Tabela V – Hélio54
Tabela VI – Nitrogênio54
Tabela VII – Influência da % vol. de nitrogênio juntamente com argônio55
Tabela VIII – Influência de % vol. oxigênio juntamente com o argônio57
Tabela IX – Variação dos gases de plasma em catodos de Cu/Ni59
Tabela X – Análise por AAS para determinar a quantidade de níquel do catodo de
liga Cu/Ni 90/10 em diferentes condições
Tabela XI – Análise por FR-X do cobre tipo 162
Tabela XII – Análise por FR-X do cobre tipo 262
Tabela XIII – Análise por FR-X do cobre tipo 363
Tabela XIV – Análise por ICPS para determinar a quantidade de alumínio no cobre
tipo 1 em diferentes condições

Tabela XV – Cu 1, Cu 2, Cu 3, utilizado	s para experimentos com condições de
operação semelhantes	67

Tabela	XVI	-	Experimentos	realizados	com	anodo	de	cobre	tipo	3	e dife	rentes
catodos					•••••	•••••			•••••	••••	•••••	70

Tabela XVII – Medidas de dureza antes e depois de cada tipo de ensaio......85

# LISTA DE SÍMBOLOS

Ar	Átomos de argônio neutros
Ar <sup>+</sup>	Íons positivos de argônio
e	Elétron
n <sub>e</sub>	Número de densidade de elétrons
n <sub>i</sub>	Número de densidade de íons
n	Número de densidade de nêutrons
Qi	Função de partição de íons
Q	Função de partição de nêutrons
•	Constante de Planck
Ei	Energia de ionização
m <sub>e</sub>	Massa do elétron
k	Constante de Boltzmann
Т	Temperatura
F(E)	Distribuição de Fermi-Dirac
Е	Energia
Ef	Energia de Fermi
ø	Função de trabalho
φ	Função de trabalho
ξ	Potencial elétrico principal
λ	Potencial químico do substrato
je	Densidade de corrente emitida
Es	Campo elétrico sobre a superfície
W	Função de trabalho da superfície
Qj	Aquecimento Joule
η	Resistividade elétrica do metal
Fm	Força magnética
В	Campo magnético
Ι	Corrente do arco elétrico
d	Comprimento do arco elétrico
Fd	Força de resistência aerodinâmica

Cd	Coeficiente de resistência
D	Diâmetro do arco elétrico
ρ	Densidade do gás
Vel	Velocidade do arco
S	Força de resistência da superfície
μο	Constante da permeabilidade do ar
Ib	Corrente aplicada na bobina
Ν	Número de espiras
L	Comprimento do tubo
α1 e α2	Ângulos formados com o centro da bobina
V	Volts
kW	Kilowatts
А	Amperes
E	Erosão
mf	Massa final
mi	Massa inicial
t	Tempo
μg	Microgramas
С	Coulomb
l/min	Litros por minuto
G	Gauss
m/s	Metros por segundo
$N_2$	Nitrogênio
<b>O</b> <sub>2</sub>	Oxigênio
Cu	Cobre
Ni	Níquel
Cu/Ni 90/10	Liga 90% cobre 10% níquel
Q	Vazão em l/min
D	Diâmetro em metros
J	Perda de carga em metro/metro
А	$\text{Área em mm}^2$
R	Raio externo

r Raio interno h Altura em m

# LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ICP	Induced Coupled Plasma (técnica analítica)
FRX	Fluorescência de raios-X (técnica analítica)
IEEE	Institute of Electrical and Electronics Engineers
IEE	Institution of Electrical Engineers
ICPS	Inducted Coupled Plasma Spectrometry
FR-X	Fluorescência de raios-X
AAS	Atomic Absortion Spectrometry
RF	Rádio Freqüência
AC	Corrente Alternada
DC	Corrente Contínua

#### RESUMO

Plasmas térmicos vêm sendo utilizados em um crescente número de aplicações industriais. Na maioria dessas aplicações, as tochas de plasmas (o equipamento utilizado para gerar o plasma) necessitam ser utilizadas por várias centenas de horas antes de qualquer manutenção, a fim de permitir um contínuo processo industrial. Os eletrodos da tocha de plasma, particularmente o catodo, eventualmente irão apresentar sinais de desgaste (erosão), forçando uma substituição dos mesmos e, conseqüentemente, obrigando a uma parada na operação da tocha. Desse modo, a erosão dos eletrodos de uma tocha de plasma (em particular, a erosão do catodo) deve ser minimizada sempre que possível. Este trabalho visa estudar materiais para eletrodos e condições de operação de tochas de plasma a fim de se diminuir a erosão dos eletrodos, particularmente do catodo. Nesse sentido, uma câmara de testes foi construída para simular eletrodos concêntricos de uma tocha de plasma. Um campo magnético externo foi utilizado para movimentar um arco elétrico que foi estabelecido entre os eletrodos concêntricos. Nessa câmara foram estudados diferentes tipos de gases e materiais para o catodo, para tentar aumentar o tempo de vida dos catodos de tocha de plasma. Os resultados obtidos mostraram que:

a) A presença de contaminantes nos gases utilizados como gases de plasma alteram as condições da superfície do catodo, diminuindo as taxas de erosão;

b) Misturas de gases inertes com gases poliatômicos, quando utilizadas como gases de plasma, contaminam a superfície do catodo, alterando as condições das mesmas, diminuindo as taxas de erosão;

c) A presença de contaminantes no material utilizado no catodo, como também a utilização de ligas de cobre como material para os eletrodos, também alteram as características da superfície, aumentando o tempo de vida dos catodos.

## ABSTRACT

Thermal plasmas have shown a growing number of industrial applications. In most of those applications, the plasma torch (the device used to generate the thermal plasma) would need several hundred hours of using before anykind of maintenance, in spite of permit a continuous industrial process. The electrodes of the plasma torch, particularly the cathode, eventually will present signs of erosion, forcing their replacement and, consequently, a stoppage of the torch operation. However, electrode erosion of a plasma torch (cathode erosion in particular) must be minimized as often as possible. The objective of this work is to study materials for plasma torch electrodes and the operation condition of the plasma torch, in order to diminish the erosion of the electrodes (cathode in particular). Therefore, an experimental chamber was built in order to simulate concentric electrodes of a plasma torch. An external magnetic field was used for moving the electric arc that was stablished between the concentric electrodes. Different types of gases and cathode materials have been studied using that chamber. The results obtained so far showed that:

a) Contaminants present in the gases used as plasma gases, change the cathode surface conditions, decreasing the erosion rates;

b) Mixtures of inert gases with potiatomic gases, when used as plasma gases, contaminate the cathode surface, changing their conditions, decreasing the erosion rates;

c) Contaminants in the composition of the materials used in the cathode, and even the use of copper alloys as material for electrodes, changes the surface characteristics, increasing the cathode lifetime.

## 1. INTRODUÇÃO

### 1.1 Sistemas a plasma

A tecnologia a plasma vem sendo muito utilizada em um grande número de aplicações industriais. Aplicações típicas dessa tecnologia incluem processamento de materiais, metalurgia e siderurgia.

Nos últimos anos, a tecnologia a plasma também vem sendo extensivamente aplicada no tratamento de resíduos, em problemas ambientais como tratamento de lixo hospitalar, destruição de materiais tóxicos, vitrificação de resíduos nocivos, e outros.

Nessas aplicações, são normalmente empregadas tochas de plasma para geração do jato de plasma que será utilizado para a aplicação desejada. Uma tocha de plasma é composta essencialmente por dois eletrodos, entre os quais é mantido um arco elétrico. Ao injetar um gás na tocha de plasma, o arco elétrico irá aquecer e ionizar o gás, resultando desse processo um jato de plasma.

Um dos problemas que ainda existem e inibem uma contínua aplicação industrial do plasma está relacionado à tocha de plasma. A curta vida útil dos eletrodos, a performance indesejável da tocha e a falta de flexibilidade nas condições de operação são devidas à falta de conhecimento do papel dos eletrodos no processo de geração de plasma.

Consideráveis avanços vêm sendo feitos por fabricantes de tocha de plasma, mas a erosão dos eletrodos continua limitando a aplicação da tecnologia de plasma térmico em processos industriais. Deste modo, uma maior inserção dessa tecnologia na indústria poderá ser realizada através do desenvolvimento de tochas de plasma com maior vida útil dos eletrodos. As tochas de plasma são classificadas em dois sistemas, de arco transferido e de arco não transferido. Em um sistema de arco transferido, o catodo é feito de tungstênio toriado e tem uma vida útil acima de 1000 horas, em condições normais de operação. As tochas de plasma de arco não transferido consistem essencialmente em dois eletrodos de cobre, apresentando geometria tubular e concêntrica e sua durabilidade não excede algumas centenas de horas, tendo o catodo uma erosão mais intensa.

Para processos industriais necessitam-se normalmente de operações contínuas de milhares de horas, o que não é possível, no momento, para processos empregando tochas de plasma de arco não transferido, em particular.

### 1.2 Erosão

Como já mencionado, a erosão dos catodos é geralmente mais intensa (para materiais não refratários) e, desse modo, vem sendo mais estudada. Na falta de reação química direta, a erosão é principalmente devida à volatilização de material do eletrodo por superaquecimento local.

Alguns dos fatores que foram sugeridos por outros pesquisadores [1, 2] como importantes para as taxas de erosão dos catodos são: velocidade do arco, fluxo de água de refrigeração, força do campo magnético, espessura da camada de óxido na superfície do catodo, tempo de duração do experimento, composição do gás de plasma e outros.

Estudos anteriores [1, 2] também apontaram a importância da composição da superfície nas taxas de erosão do catodo, a qual foi diretamente afetada pelo tipo de gás de plasma ou mistura de gases utilizada.

O objetivo deste trabalho foi dar continuação a esses estudos de erosão em eletrodos de tochas de plasma, visando aumentar o conhecimento nessa área.

Uma câmara de testes foi construída para simular as condições de operação de uma tocha de plasma. O trabalho concentrou-se no estudo da erosão de catodos de cobre em função de diversas condições de operação do sistema como gás de plasma, intensidade do campo magnético, tempo de operação, velocidade do arco, corrente do arco, fluxo de gás e novos materiais para o catodo.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

## 2.1 Histórico

A história da tecnologia de plasma é quase tão antiga quanto a história da eletricidade. Descargas elétricas em forma de arco foram um aspecto fascinante no início do desenvolvimento e estudo da energia elétrica e a influência de descargas elétricas nas propriedades físicas e químicas dos materiais foi reconhecida desde o início dos estudos.

Experimentos e pesquisas em arcos elétricos dependiam de descargas de baterias e condensadores até 1867, quando o gerador elétrico foi desenvolvido. O uso prático de arcos elétricos para a maioria das fundições de metais começou em 1878, quando Sir W. Siemens desenvolveu a fornalha DC. A fornalha Siemens usava um catodo vertical de grafite, com o arco transferido para um metal derretido em contado com o anodo refrigerado com água (Figura 1-a). Siemens também desenvolveu uma fornalha independente (arco não transferido), com o arco mantendo-se entre dois eletrodos horizontais (Figura 1-b). O catodo era de cobre refrigerado com água e o anodo era um tubo de grafite através do qual gases neutros eram alimentados na fornalha [3]. Esses conceitos iniciais de Siemens continuam sendo usados no projeto de fornalhas de plasma modernas tanto para pesquisa quanto para aplicações comerciais. Os experimentos iniciais de Siemens incluíram a fundição de muitos quilogramas de aço e platina e também a vaporização de cobre.

Em 1897, os experimentos clássicos de H. Moissan foram publicados como aplicação química de plasmas térmicos para a metalurgia a alta temperatura. Em um forno de arco não transferido, similar ao de Siemens, Moissan tentou fabricar diamantes artificiais. Sua pesquisa incluiu o estudo de carbono amorfo, grafite e diamantes; também estudou a preparação de metais e carbetos de cromo, manganês, molibdênio, tungstênio, urânio, vanádio, zircônio, titânio, silício, alumínio e, em particular carbeto de cálcio. A atual tecnologia de plasma foi o resultado de diferentes estímulos iniciados no final dos anos 50. Um deles foi motivado pela necessidade de altas entalpias em um fluxo de gás para simulação da reentrada de satélites no programa espacial da NASA; esse estímulo promoveu o desenvolvimento de instrumentos para a geração de plasma do tipo "aquecedor de gases". Companhias oferecem, atualmente, sistemas de plasma com tecnologia derivada desses programas espaciais, incluindo a Acurex, Plasma Energy Corporation e Siemens Westinghouse [3].



Figura 1-a – Fornalha vertical de Siemens, arco transferido, 1878.





### 2.2 Plasma

## 2.2.1 Características

O plasma, conhecido como o quarto estado da matéria, é um gás ionizado que contém moléculas, átomos, íons, elétrons e fótons. Globalmente, o plasma é

eletricamente neutro, ou seja, o número de partículas positivas é igual ao de partículas negativas. [4]

O plasma pode ser gerado passando uma corrente elétrica através de um gás. Os gases à temperatura ambiente são excelentes isolantes, pois não contêm um número apreciável de elétrons ou íons livres, mas uma pequena porcentagem de cargas carregadas pode ser suficiente para fazer o gás conduzir eletricamente. Este processo é conhecido como colapso elétrico, podendo ser realizado de diversas maneiras. Colapso do gás original não condutor estabelece um caminho condutor entre um par de eletrodos. A passagem de uma corrente elétrica através de um gás ionizado conduz a uma série de fenômenos conhecidos como descargas gasosas. Essas descargas gasosas são muito comuns, mas não apenas na produção de plasmas. Para certas aplicações, o plasma é produzido por descargas RF (Rádio Freqüência), por microondas, por ondas de choque, por laser ou feixe de partículas de alta energia e por arcos elétricos. Finalmente, o plasma pode ser também produzido por gases aquecidos (vapores) em uma fornalha de alta temperatura [5].

No plasma gerado por um gás monoatômico, por exemplo, o argônio, três espécies compõem o plasma: elétrons, átomos de argônio neutros e íons positivos de argônio (os dois últimos podendo estar no estado excitado).

$$Ar \leftrightarrow Ar^+ + e$$
 (1)

A composição do plasma, nesse caso, pode ser descrita por um conjunto de equações: a equação de Eggert-Saha (Eq. 2), a lei de Dalton (Eq. 3) e as condições para a quase - neutralidade do plasma (Eq. 4):

$$\frac{n_e n_i}{n} = \frac{2Q_i}{Q_i \left(\frac{2\pi m_e kT}{h^2}\right)^{3/2} \exp\left(\frac{-E_i}{kT}\right)}$$
(2)

$$p = (n_e + n_i + n)kT$$
(3)

$$n_e = n_i \tag{4}$$

Na equação de Eggert-Saha,  $n_e$  é o número de densidade dos elétrons,  $n_i$  e n representam o número de densidade de íons e neutrons,  $Q_i$  e Q são as funções de partição dos íons e neutros, respectivamente, ħ é a constante de Planck,  $E_i$  representa a energia de ionização,  $m_e$  é a massa do elétron, k é a constante de Boltzmann e T é a temperatura. [1,6]

Com as três equações acima, para uma dada pressão, é possível calcular a composição do plasma e seu grau de ionização, em função da temperatura.

O plasma térmico, também conhecido como plasma quente ou equilíbrio, é caracterizado pelo equilíbrio termodinâmico local (LTE – Local Thermodynamic Equilibrium), i.e. todos os componentes do plasma (elétrons, íons e nêutrons) têm temperatura semelhante e esta condição prevalece por toda a coluna do arco, do catodo ao anodo.

O plasma para aplicações industriais é gerado por descargas elétricas, podendo ser corrente alternada (AC) ou corrente contínua (DC). O modo DC é o mais utilizado, sendo este o utilizado neste trabalho.

A descarga DC é uma função da corrente e da voltagem aplicadas, do tipo de gás utilizado, da pressão dentro do reator, da geometria dos eletrodos e outros parâmetros.

#### 2.2.2 Tochas de Plasma

O plasma térmico é normalmente gerado em um equipamento chamado de tocha de plasma, o qual consiste essencialmente de dois eletrodos (catodo e anodo). Um arco elétrico é mantido entre dois eletrodos. Uma certa quantidade de gás é injetada dentro da tocha recebendo energia do arco e gerando o plasma térmico. Normalmente, são necessárias condições operacionais e de projeto específicas para as diferentes aplicações industriais das tochas de plasma.

Existem diversos tipos e geometrias de tochas de plasma. As duas principais classes dessas tochas são chamadas de arco transferido e de arco não transferido.

Nas tochas de plasma de arco transferido, o arco elétrico utilizado para gerar o plasma é mantido entre um eletrodo da tocha (normalmente o catodo) e um pedaço de metal ou qualquer outro material condutor, o qual será aquecido (fundido) do lado externo da tocha. Essas tochas são tipicamente utilizadas para processos de produção de ferro ligas e fundição (Figura 2).

No segundo tipo mencionado, i.e., tochas de plasma de arco não transferido; são normalmente empregados dois eletrodos tubulares e concêntricos, o arco elétrico é mantido entre os eletrodos e permanece dentro da tocha. Essas tochas são normalmente utilizadas na produção de materiais avançados e tratamento de resíduos industriais (Figura 2).



Figura 2 – a) Tocha de arco não transferido; b) Tocha de arco transferido.R ef. [3].

#### 2.2.3 Arcos Elétricos

Considerando um tubo evacuado (sem qualquer tipo de gás no seu interior), contendo uma estrutura de eletrodos planar simples no seu interior (Figura 3), elétrons poderão deixar a sua superfície caso o catodo seja suficientemente aquecido. Se um potencial (corrente elétrica DC) for aplicado, alguns dos elétrons irão deixar a superfície do catodo em direção ao anodo, formando uma descarga elétrica. [7]



Figura 3 – Eletrodos geradores de arco elétrico.

Introduzindo um gás dentro deste tubo evacuado, os elétrons emitidos pelo catodo irão colidir com as moléculas do gás, ionizando o gás e gerando mais elétrons livres. A energia de alguns dos elétrons secundários, como também dos primários, é alta o suficiente para continuar o processo de ionização. Esses elétrons secundários, por sua vez, colidem novamente com os elétrons primários ou com eles mesmos, gerando novos elétrons livres, mantendo a descarga elétrica contínua podendo atingir um estado estável. [7]

Existem três tipos de descargas elétricas, a corona, a glow e arcos elétricos.

A descarga elétrica mais comumente empregada industrialmente é a descarga em forma de arco. Ela tem diversas aplicações industriais e é a mais utilizada em aplicações com plasmas térmicos [1]. Apesar de não existir uma definição clara para arco elétrico, existe um número de aspectos que distinguem um arco elétrico de outros modos de descarga. Para efeito de simplificação, a discussão a seguir será restrita a arcos elétricos em estados estabilizados. Uma comparação com outras formas de descarga sugere separar três aspectos típicos, os quais são característicos de arcos elétricos e não são encontrados em outros modos de descarga. Os três principais aspectos são: densidade de corrente relativamente alta; baixa queda de voltagem no catodo e alta luminosidade da coluna.

Como foi mencionado anteriormente, o arco elétrico do plasma é gerado entre dois eletrodos. As características de operação dependem de um número de variáveis relacionadas com os parâmetros elétricos e considerações físicas. O arco para um eletrodo tipo haste é normalmente concentrado perto do fim da haste, enquanto que para o eletrodo tipo tubular o arco se move rapidamente sobre a superfície do eletrodo pelo vórtex do gás alimentado ou por forças eletromagnéticas (esse assunto é melhor explanado no item 2.4.4) [8].

Arcos elétricos podem ser iniciados basicamente de duas maneiras diferentes. A escolha do método para iniciar um arco depende principalmente do arranjo e, em particular, da configuração dos eletrodos. As duas principais maneiras de iniciar-se um arco elétrico são: por contato dos eletrodos e por pré-ionização da região de ionização.

Neste trabalho foi utilizado o segundo método (será discutido mais adiante), que consiste em uma pré-ionização da região do eletrodo, onde se forma o arco. Existem várias maneiras de tornar a região do eletrodo eletricamente condutora; o modo mais comum é usar uma faísca de alta freqüência que gera as cargas elétricas necessárias entre os eletrodos para formar o arco elétrico. [5]

O arco elétrico é dividido em três regiões: a coluna do arco, a região do catodo e a região do anodo.

A coluna do arco elétrico representa o corpo do arco, sendo essa região considerada o próprio plasma, e sua geometria varia com o tipo de arco, mas na maioria dos casos é considerada cilíndrica [1].

A região dos eletrodos é definida como a região da superfície do eletrodo onde ocorre a descarga elétrica, como também a zona de transmissão de cargas elétricas em direção à coluna do arco elétrico. A região dos eletrodos contém uma camada elétrica limite que acomoda a transição entre a região condutora metálica e a gasosa, estabelecendo a conexão com a coluna do arco. [5]

A região do catodo é responsável pela produção dos elétrons. Por causa dessa emissão de elétrons, o catodo realiza a parte mais ativa das duas regiões de eletrodos e influencia mais fortemente o comportamento do arco.

A região do anodo tem como objetivo principal receber os elétrons gerados pelo catodo fechando o circuito para o arco elétrico e plasma.

#### 2.2.4 Ignição do Arco

Como já foi mencionado anteriormente, para iniciar-se um arco elétrico, necessita-se aplicar uma alta voltagem entre os eletrodos. Normalmente, a fonte de energia do gerador de plasma não pode suprir essa voltagem. Este problema pode ser solucionado utilizando-se de procedimentos iniciais especiais, como explicado a seguir.

Para iniciar o arco elétrico, pode-se utilizar um gás mais facilmente ionizável como argônio, diminuindo-se a distância entre os eletrodos até o contato entre eles e posteriormente afastando-os, formando um arco elétrico ou ainda utilizando um eletrodo auxiliar (piloto), colocando-o perto ou em contato com um dos eletrodos principais.
Um outro modo de se iniciar um arco elétrico é alimentar os eletrodos momentaneamente com um pulso de alta voltagem (alta freqüência) através de um indutor de ignição (vela de ignição), espira Tesla ou dispositivos similares. Neste caso, a fonte de energia do gerador deve ser protegida do pulso de alta voltagem. Esses indutores de ignição são conhecidos como fortes fontes transmissoras de interferência e em instalações de múltiplas unidades ou de constante uso como sistemas de aquisição de dados conectados entre o gerador de plasma e computadores e equipamentos vizinhos também devem ser protegidos [8].

O modo de pulso de alta voltagem foi o escolhido neste trabalho para a ignição do arco elétrico.

### 2.2.5 Propriedades dos Gases

As propriedades do plasma são funções de diversos parâmetros. Um dos mais importantes é o gás utilizado para gerar o plasma. Diferentes gases têm diferentes perfis de temperatura, condutividades térmicas e elétricas, distribuições de velocidade, grau de ionização, emissividades e reações químicas para as mesmas condições de operação [1].

Quando gases poliatômicos são utilizados, eles são dissociados e ionizados, necessitando de uma energia de dissociação que aumenta a diferença de potencial entre os eletrodos e outros parâmetros operacionais. Para os gases nobres (hélio e argônio) isso não ocorre, já que eles encontram-se na forma de átomos.

O argônio é normalmente empregado como gás de plasma, pois é um gás de fácil ionização e não reage com o material que está sendo tratado.

Eventualmente, os gases de plasma podem conter contaminantes e, quando esses gases são utilizados, podem vir a alterar substancialmente a erosão dos eletrodos e outros parâmetros de operação devido à contaminação da superfície [9,10].

Esse mesmo efeito ocorre quando misturas gasosas (gases inertes com gases poliatômicos) são utilizadas, partículas do gás poliatômico que está sendo utilizado reagem com a superfície do catodo, alterando os resultados de taxa de erosão [1, 10, 11, 12].

### 2.3 Erosão

### 2.3.1 Características

O uso de tochas de plasma apresenta grandes vantagens como altas temperaturas e densidade de energia. Por esta razão, são aplicadas efetivamente em processos industriais como na manufatura de ferro ou fusão e refino de metais, e também em processos para a conservação do meio ambiente, como os processos de tratamentos de resíduos e materiais nocivos, entre outras aplicações.[13]

Em quase todas as aplicações a plasma, exceto em geradores de plasma com alta freqüência ou plasma indutivo, a erosão dos eletrodos é um problema.[1]

A disseminação da tecnologia a plasma só pode ser realizada através do desenvolvimento de geradores a plasma que tenham uma maior vida útil dos eletrodos. Como mencionado anteriormente, a grande limitação desta vida útil é a erosão dos eletrodos. A erosão deve ser minimizada para diminuir o custo da reposição dos eletrodos, como também para diminuir as perdas de tempo no processo durante a reposição dos mesmos. [11]

A erosão é entendida como qualquer perda do material do eletrodo, podendo ser por vaporização direta ou reação química entre o gás de plasma e a superfície do eletrodo. Na falta de reações químicas diretas, a erosão é primeiramente devida a volatilização do material do eletrodo por superaquecimento local. A erosão do catodo parece ser função da velocidade, do tempo de residência e da densidade de corrente do arco elétrico [1,2]. Esses três parâmetros, por sua vez, parecem serem função de um termo relacionado com a emissão de elétrons chamado de função de trabalho [1,2]. Para que seja possível o entendimento da teoria de emissão de elétrons, que será explicada mais adiante, primeiramente se deve entender o conceito de função de trabalho.

As propriedades elétricas e magnéticas dos sólidos são determinadas principalmente pelas propriedades dos elétrons que eles contêm. Para exemplificar essa afirmação, utiliza-se um corpo de prova metálico à temperatura ambiente, onde não existe elétron sobre a superfície do mesmo, pois os elétrons são mantidos dentro do metal. Sommerfeld, em 1928, introduziu o modelo de elétrons livres, onde os mesmos, dentro do metal (mais precisamente, os elétrons da camada de valência que tendem a migrar para a camada mais externa do átomo), estão totalmente livres para circular, mas não podem deixar o metal.

A distribuição de Fermi – Dirac F(E) (Eq. 5) é utilizada para quantificar a probabilidade de ocupação da camada mais externa.

$$F(E) = \frac{1}{\left\{\frac{\exp(E - E_F)}{kT}\right\} + 1} \quad (5)$$

onde  $E_F$  é o nível de Fermi, E é a energia, k é a constante de Boltzmann e T é a temperatura (figura – 4) [14,15]



Figura 4 – Função de distribuição de Fermi-Dirac para uma energia de Fermi de 2,5 eV e para temperaturas de 0° K, 600° K e 6000° K. [14]

Se o corpo de prova metálico for agora aquecido, os elétrons que estão dentro do metal tenderão a sair, pois como os elétrons estão sendo excitados termicamente, poderão receber uma quantidade de energia que seja suficiente para ultrapassar o nível de Fermi e deixar o metal. A função de trabalho ( $\phi$ ) é a diferença de energia entre a energia de Fermi e a energia de ionização, i.e., a energia requerida para que um elétron que ocupa o nível mais alto no metal (nível de Fermi) saia para a superfície (Figura 5). Exemplos de valores de função de trabalho dos metais podem ser vistos na Tabela I. [14,15]



Figura 5 – Bandas de energia para um metal e um semicondutor tipo n. [15]

Material	Massa efetiva		Energia	Neff	Função de trabalho Resist	
	$\left(\frac{m^*}{m_0}\right)_{\rm el}$	$\left(\frac{m^*}{m_0}\right)_{opt}$	de Fermi $E_{\rm F}[{\rm eV}]$	$\left[\frac{\text{electrons}}{\text{m}^3}\right]$	(photoelectric) $\phi[eV]$	$\rho[\mu\Omega cm]$ at 20° C
Ag		0.95	5.5	$6.1 \times 10^{28}$	4.7	1.59
Al	0.97	1.08	11.8	$16.7 \times 10^{28}$	4.1	2.65
Au		1.04	5.5	$5.65 \times 10^{28}$	4.8	2.35
Be	1.6		12.0		3.9	4.0
Ca	1.4		3.0		2.7	3.91
Cs			1.6		1.9	20.0
Cu	1.0	1.42	7.0	$6.3 \times 10^{28}$	4.5	1.67
Fe	1.2				4.7	9.71
K	1.1		1.9		2.2	6.15
Li	1.2		4.7		2.3	8 55
Na	1.0		3.2		2.3	4 20
Ni	2.8				5.0	6.84
Zn	0.85		11.0	$3 \times 10^{28}$	4.3	5.91

A função de trabalho de uma superfície policristalina é definida como:

$$\varphi = \xi - \lambda / e \quad (6)$$

onde  $\varphi$  é a função de trabalho,  $\xi$  é o potencial elétrico principal sobre a superfície do metal e  $\lambda$  é o potencial químico do substrato dos elétrons [16].

O potencial elétrico ( $\xi$ ) depende da condição da superfície, i. e., depende da presença de átomos ou moléculas adsorvidos na superfície; dessa maneira, qualquer contaminação na superfície resulta em mudanças na função de trabalho causada por mudanças no potencial eletrostático principal [2].

As mudanças na função de trabalho, de acordo com a sua definição, são mudanças na energia que o elétron deve ter para ultrapassar o nível de Fermi e chegar à superfície do metal. Essas mudanças resultam em alterações nas taxas de erosão, pois dependendo do tipo da contaminação, a função de trabalho pode aumentar ou diminuir, culminando em uma maior facilidade ou dificuldade dos elétrons chegarem à superfície, causando alterações na velocidade e no tempo de residência do arco elétrico [1,2].

### 2.3.2 Teorias de Emissão de Elétrons

Como mencionado anteriormente, a erosão dos eletrodos é função de diversos parâmetros; mais de um fenômeno ocorre simultaneamente e é quase impossível separar e analisar todos os processos de erosão. Um dos parâmetros que parece afetar a erosão dos eletrodos é a condição da superfície. Esse parâmetro está relacionado com a emissão de elétrons da superfície do metal. Os elétrons vencem o nível de Fermi e deixam a superfície do metal do catodo formando o arco elétrico em direção ao anodo, que recebe os elétrons provindos do catodo.

Dois mecanismos fundamentais de emissão de elétrons diferentes são conhecidos. Na emissão termiônica, a superfície do catodo deve ser aquecida a uma temperatura alta suficiente para que um número suficiente de elétrons excitados termicamente supere a função de trabalho (barreira de potencial da superfície) do material do catodo. Para a maioria dos metais, essa temperatura ultrapassa a temperatura de fusão. A emissão termiônica de elétrons ocorre em catodos constituídos de materiais refratários que tem altos pontos de fusão e ebulição (como carbono e tungstênio), permitindo ao catodo alcançar altas temperaturas de operação. [5]

Em condições onde não é possível utilizar materiais refratários, pode-se utilizar materiais não refratários, como cobre e outros, que podem resistir a atmosferas reativas, além do custo ser menor do que o tungstênio. [5]

Como os materiais não refratários têm baixos pontos de fusão, deve existir um outro mecanismo de emissão de elétrons, menos compreendido, mas geralmente considerado como uma forma de emissão por termo-campo.

A emissão de elétrons para catodos de cobre de tochas de plasma de arco não transferido pode ser explicada pela teoria de Termo-Campo (Thermo-Field Emission). Essa teoria de emissão de elétrons baseia-se nos conceitos propostos originalmente por Fowler-Nordheim [17]. A equação geral descrevendo a emissão de Termo-Campo foi primeiramente proposta por Murphy e Good [18], que pode ser resumida em:

$$j_e = f(T, Es, W) \quad (7)$$

onde  $j_e$  é a densidade de corrente emitida, T é a temperatura da superfície, Es é o campo elétrico sobre a superfície e W é a função de trabalho da superfície.

Os elétrons são emitidos da superfície do condutor por meio de um campo elétrico local muito alto. O processo físico, provavelmente, não exige que a superfície esteja quente, mas um intenso bombardeamento de íons e a radiação do arco levam a uma alta dissipação de energia do catodo.

Como mencionado anteriormente, catodos emitem elétrons; desse modo, a densidade de corrente e o material de construção do catodo são importantes

parâmetros que afetam as características de operação. Materiais com pontos de fusão menores do que a temperatura correspondente à densidade de corrente necessária, como cobre e ferro, podem ser usados apenas quando houver uma movimentação rápida do arco sobre a superfície, que deve estar bem refrigerada.

### 2.3.3 Transferência de Calor

Como dito anteriormente, a volatilização do metal por superaquecimento local é fator determinante para a erosão de eletrodos.

Quando a terminação do arco ("pé do arco") está condicionada a um pequeno volume e restrita a uma única região no catodo, existe uma alta densidade de energia no ponto de contato entre o catodo e o arco. Se essa energia não for dissipada corretamente, o eletrodo irá fundir ou vaporizar.

O arco elétrico é a fonte de energia que provê a alta temperatura na região perto da superfície ou na própria superfície. O arco elétrico gera calor em quatro formas diferentes: radiação, convecção, aquecimento Joule e bombardeamento iônico.

Apenas uma das formas de fontes de calor é significante na superfície do catodo, e está relacionada mais diretamente com a erosão dos eletrodos. Essa fonte de calor é causada pela passagem do arco elétrico na superfície do catodo (aquecimento Joule) [19]. As outras três formas, bombardeamento iônico, radiação e convecção, afetam uma grande área e contribuem com uma grande quantidade de energia para o catodo, mas são muito difusas para causar erosão nos eletrodos e podem ser omitidas dos estudos de erosão [2,20-22].

O fluxo de elétrons em um metal gera calor, sendo conhecido como aquecimento resistivo ou Joule sendo representado por:

$$Q_j = j_e^2 + \eta \qquad (8)$$

onde  $Q_j$  é o aquecimento Joule,  $j_e$  é a densidade de corrente do elétron e  $\eta$  é a resistividade elétrica do metal.

O aquecimento Joule é uma importante fonte de calor para erosão se a corrente está condicionada em um pequeno volume, o do "pé do arco".

Desse modo, a erosão dos eletrodos é causada pela incapacidade de dissipar o calor localizado causado por uma pequena e intensa fonte de calor (o "pé do arco") (Figura 6) [2].



Figura 6 – Esquema da região do catodo fundida por superaquecimento local.

### 2.3.4 Movimentação do Arco

É possível reduzir a taxa de erosão através da movimentação rápida do arco sobre a superfície dos eletrodos, pois causa um decréscimo no tempo de residência do arco no mesmo ponto da superfície, permitindo uma melhor distribuição de calor transferido do arco para o catodo, diminuindo a fusão do metal da superfície.

O movimento rápido do arco na superfície pode ser realizado por um vórtex de gás ou pelo uso de campos magnéticos externos aos eletrodos.

O vórtex de gás baseia-se na injeção tangencial de gás entre os eletrodos (geometria tubular) que exerce uma força no arco elétrico e o plasma circundante na direção do fluxo de gás, ocasionando a movimentação do arco.

O campo magnético interage com o arco elétrico e o plasma, resultando em uma movimentação do arco e do plasma em volta. O campo magnético exerce uma força no arco quando as direções do arco e do campo magnético estão em ângulo, resultando em uma força perpendicular ao plano contendo a direção do arco e do campo magnético (Força de Lorentz). Essa força é exercida no arco de maneira semelhante a que seria exercida em um sólido condutor, com correntes elétricas passando por ele, causando um decréscimo no tempo de residência do arco no mesmo ponto da superfície, permitindo uma melhor distribuição de calor transferido do arco para o catodo e, eventualmente, para o anodo [1].

A força de Lorentz é dada por:

$$Fm = B.I.d \quad (9)$$

onde Fm é a força magnética, B é o campo magnético aplicado, I é a corrente do arco e d o comprimento do arco.



Figura 7 – Direção da força magnética.

A força magnética é aplicada em uma direção perpendicular a B e I (Figuras 7 e 8). Dessa forma, o arco começa a se mover e é acelerado até alcançar um estado de equilíbrio (velocidade constante).

O movimento do arco elétrico (causado por um campo magnético externo) pode ser entendido da seguinte maneira: o arco se move discretamente de um ponto para outro no catodo, dependendo da característica de emissão do catodo, i.e., o arco mudará para o próximo local se o potencial for menor do que no presente local. A voltagem do arco elétrico aumenta pelo alongamento do arco pela interação com o campo magnético (força de Lorentz aplicada ao arco) de forma que, em algum momento, o arco é forçado a pular para um novo ponto na superfície. Assim, a facilidade com que o catodo emite elétrons também afeta a velocidade do movimento do arco.

Para criar o campo magnético para movimentação do arco elétrico, uma bobina foi colocada do lado de fora da câmara de testes e posicionada coaxialmente com os eletrodos, produzindo um campo magnético com o seu eixo paralelo ao eixo dos eletrodos (Figura 8). Mais detalhes sobre a câmara de testes de eletrodos podem ser vistos no item 3.1.1.



Figura 8 – Posicionamento da bobina e direção do campo magnético e corrente do arco elétrico.

O arco elétrico mais o plasma que o circunda forma uma região no espaço onde as temperaturas excedem 5000 K, alcançando valores maiores até que 20000 K [1,2]. A viscosidade do gás (plasma) é, desse modo, extremamente alta e a região pode ser considerada como um corpo sólido [2]. Quando um fluido se move em relação a um corpo sólido ele exerce uma força dinâmica no mesmo. A componente dessa força na direção oposta ao movimento é chamada de força de resistência aerodinâmica (Fd). Essa força depende de diversos parâmetros, como o diâmetro do arco, o comprimento do arco e a densidade do gás [1,2], e pode ser expressa como:

$$Fd = 0.5 Cd D d \rho Vel^2 \quad (10)$$

onde Fd é a força de resistência aerodinâmica,  $\rho$  é a densidade do gás, Vel é a velocidade do arco, Cd é o coeficiente de resistência, D é o diâmetro do arco e d é o comprimento do arco.

Uma outra força foi sugerida existir para explicar resultados de movimentação do arco elétrico [2]. Essa força, de resistência da superfície (S), está relacionada com os eletrodos, mais especificamente com o catodo, i.e., com a capacidade local do catodo de emitir elétrons, sendo independente do campo magnético e da corrente do arco. Desse modo, a facilidade com que o catodo emite elétrons afetaria a velocidade à qual o arco pode se mover, pois a resistência da superfície aumenta quando aumenta a dificuldade de emissão de elétrons [2].

Com as três forças que interagem com o arco elétrico descritas anteriormente é possível escrever a equação da movimentação de um arco, considerando que a soma das forças que agem no arco anula-se para um arco elétrico que se move com velocidade constante [2].

$$\sum F = 0$$
  

$$Fm + Fd + S = 0$$
  

$$BId + 0.5Cd D d \rho Vel^{2} + S = 0 \quad (11)$$

A partir da equação 11, a seguinte relação foi obtida, para um arco que se move com velocidade constante, sendo os outros termos da equação independentes da velocidade [2]:

$$Vel \alpha I^{0,56} \quad (13)$$

Essa equação pode ser utilizada na faixa de corrente entre 100-850 A [2].

### 2.3.5 Parâmetros Importantes na Erosão do Catodo

Como já afirmamos, a erosão do catodo pode ser afetada por diferentes fatores, por exemplo: fluxo de gás, velocidade do arco, corrente do arco, intensidade do campo magnético, fluxo de água de refrigeração, composição do gás de plasma, material do eletrodo, pureza da superfície do eletrodo e espessura da camada de óxido na superfície.

Dos fatores descritos acima, alguns deles foram estudados com maior ênfase e serão suscintamente descritos a seguir:

- Material do Catodo: o material do catodo tem influência fundamental na taxa de erosão e, a condição da superfície está diretamente relacionada com a taxa de erosão, pois é função da taxa de emissão de elétrons, que está sujeita a alterações através da presença de contaminantes na superfície ou na composição do metal. O material de estudo nesse trabalho é o cobre, devido às suas propriedades e baixo custo (comparado com outros materiais, como o tungstênio, empregados como eletrodos). A variação nas taxas de erosão em diferentes materiais pode ser causada por diferentes funções de trabalho. [1] Desse modo, ligas de cobre são materiais com grande potencial para serem estudados como catodos de tochas de plasma.
- Gás de Plasma: os gases utilizados como gases de plasma também têm grande influência sobre a taxa de erosão, pelas reações químicas que podem ocorrer

entre a superfície do catodo e o gás de plasma, alterando desta forma as características da superfície, principalmente quanto à emissão de elétrons.

- Fluxo de gás: a variação do fluxo de gás influencia a taxa de erosão, devido à força de resistência aerodinâmica. Como mencionado, a força de resistência aerodinâmica é função; entre outros parâmetros, da densidade do gás. Quando o fluxo de gás é pequeno, a densidade do gás na frente do arco em movimento é afetada pela passagem prévia do arco no mesmo local, permanecendo, o gás, ainda quente, quando da próxima passagem do arco. Desta forma, a resistência aerodinâmica diminui (menor densidade) o que permitirá que o arco elétrico + plasma mova-se mais rapidamente sobre a superfície, o que deve diminuir a erosão dos eletrodos. Aumentando-se o fluxo de gás, a atmosfera dentro do reator é renovada mais rapidamente não permitindo que o gás permaneça quente após a passagem do arco.
- Velocidade do arco: a velocidade do arco é função das condições da superfície e do campo magnético. As condições favoráveis da superfície e do campo magnético permitem uma redução do tempo de residência do arco em um mesmo ponto, o que reduz as taxas de erosão. Condições não favoráveis da superfície ou menor campo magnético externo causam aumento nas taxas de erosão. [1,23]
- Fluxo de água de refrigeração: como já referido, a principal causa da erosão é a volatilização de material da superfície do eletrodo por superaquecimento local. Esse fato pode ser melhorado através de uma boa refrigeração da superfície do eletrodo. [24]
- Pureza da superfície do catodo: a pureza da superfície do catodo tem grande influência na taxa de erosão. A presença de contaminantes na superfície do catodo pode causar alterações na taxa de emissão de elétrons, que alteram o temo de residência do arco na superfície. Outro aspecto a ser considerado é a camada de óxido que se forma na superfície. Dependendo da sua espessura, a

camada de óxido será favorável ou não a erosão, por permitir ou não uma emissão de elétrons mais facilitada. [25]

### 2.3.6 Propriedades do Cobre

Como já visto, o cobre é o material mais empregado como eletrodos de tochas de plasma de arco não transferido. A preferência por cobre é devida as suas propriedades, como alta condutibilidade elétrica e térmica, fácil usinabilidade e baixo custo. Quando essas propriedades, do cobre puro, não forem suficientes, a produção de ligas, normalmente supre o desempenho desejado.

Dentre os diversos tipos de cobre comerciais, o que contém maior condutibilidade elétrica e térmica é o cobre eletrolítico [26]. Além disso, é o tipo de cobre que contém menos impurezas; a quantidade mínima de cobre é de 99,9%, incluindo a prata (liga utilizada na industrialização do cobre) [27].

O cobre comum pode conter, intencionalmente, algumas pequenas quantidades de certos elementos, permitindo um melhoramento de determinadas propriedades, mas, sem diminuir excessivamente sua condutibilidade elétrica. A quantidade total de cobre, mais os elementos específicos permitidos, é normalmente especificada como 99,85% [27,28].

## 2.4 Caracterização do material

### 2.4.1 Recristalização

O cobre utilizado no catodo apresenta estrutura encruada (grãos alongados), possivelmente resultado da deformação plástica (laminação) sofrida pela matriz. P cobre utilizado é adquirido na forma de tubos (ver mais adiante).

A Figura 9 mostra a representação da transformação da matriz com grãos originais em grãos deformados alongados.



Figura 9 – Deformação plástica a frio de um metal - transição dos grãos originais para os grãos deformados alongados.

A deformação plástica introduz uma variedade de defeitos de rede, como por exemplo, conjuntos de discordâncias. A estrutura deformada é termodinamicamente instável, e depois de um tempo, poderia retornar a um estado de equilíbrio de baixa energia. O material deformado irá retornar a um estado policristalino consistindo de vacâncias com aproximadamente a concentração de equilíbrio e relativamente baixa densidade de discordâncias, se for colocado em temperaturas elevadas durante um longo tempo.

O aquecimento do material deformado pode ser divido em tres etapas: recuperação, recristalização e crescimento de grão.

A recuperação é a fase mais curta do aquecimento do material e é onde algumas das propriedades originais do material se recuperam. Durante a recristalização, cristais com baixa densidade de discordâncias se formam (nucleiam) e crescem na matriz deformada plasticamente. Uma vez que essa matriz é consumida por esses novos cristais, um maior tempo de aquecimento causa apenas o crescimento de grãos [39].

A temperatura da recristalização pode ser definida de diversas maneiras, como: aproximadamente a temperatura mínima no qual ocorre a recristalização completa em um tempo específico, ou, pode ser a temperatura no qual a recristalização acabou de começar ou ainda a temperatura no qual a recristalização ocorreu até a metade.

A recristalização ocorre em um período de tempo razoável quando a temperatura for entre 0,3 e 0,6 da temperatura de fusão do material [39].

# **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

## 3.1 Projeto do equipamento

Neste trabalho foi construída uma câmara de testes de eletrodos para simular o comportamento de uma tocha de plasma. Segue abaixo uma descrição do projeto da câmara, seus principais elementos e características.

## 3.1.1 Descrição da câmara

O projeto da câmara de testes de eletrodos foi fundamentado em trabalhos anteriores (a câmara simula uma tocha de plasma de arco não transferido). [1,2]

Durante o projeto, algumas restrições foram seguidas, como também foram feitas diversas mudanças visando um bom funcionamento da câmara, facilidade de manutenção e um melhor controle do processo; essas características do projeto da câmara podem ser resumidas em:

- A distância máxima entre os eletrodos não deveria ultrapassar
   4mm, para a geração do arco elétrico (devido a descarga elétrica de alta voltagem para iniciar o arco);
- 2- O catodo, peça principal do estudo, não deveria ser usinado, visando uma maior facilidade de troca e baixo custo de manutenção;
- 3- A câmara deveria ter dimensões que facilitassem a troca dos eletrodos e a manutenção da mesma; o gás que formaria o plasma quando na região do arco elétrico deveria ter o seu perfil de velocidades o mais uniforme possível;

- 4- As energias envolvidas no processo são bastante elevadas, por esse motivo, os eletrodos, as paredes e a flange inferior para onde se direciona o gás ionizado deveriam ser refrigerados;
- 5- A câmara deveria conter um visor para que se pudesse monitorar o arco elétrico através de uma câmera fotográfica de alta velocidade.

Um esquema geral da câmara projetada é apresentado na Figura 10.



Figura 10 – Esquema geral da câmara de testes projetada.

A câmara consiste, essencialmente, em um cilindro de paredes duplas refrigeradas, fechado por duas flanges, construída totalmente em aço inoxidável (Figura 11). A flange inferior (também refrigerada) contém um visor para monitorar o arco elétrico entre os eletrodos e uma saída para o gás (Figura 12a). Na flange superior, estão instalados os suportes para os eletrodos, como também para a entrada de gás e para uma fibra ótica (Figura 12b).



Figura 11 – Corpo da câmara de testes.



Figura 12 – a) Flange inferior; b) Flange superior

Para uma melhor compreensão da câmara de testes, a seguir estão descritas suas principais partes constituintes:

• Anodo:

O anodo foi desenvolvido de maneira a forçar o arco elétrico a permanecer no centro geométrico do catodo, fixando-se assim uma linha de rotação mais definida (Figuras 13 e 14).

Como uma parte considerável de energia é dissipada no anodo, o mesmo foi projetado para que pudesse ser colocado um tubo de cobre interno, concêntrico com o tubo principal do anodo, de modo que o tubo interno injetasse o líquido refrigerante (água) e o tubo externo (principal) retirasse o líquido aquecido (água), como mostram as Figuras 13 e 14.



Figura 13 – Esquema do anodo com o tubo de refrigeração concêntrico.



Figura 14 – Anodo.

• Catodo:

A principal preocupação com o catodo foi com a refrigeração, pois a maior parte da energia é dissipada por ele; duas entradas e duas saídas de água foram projetadas para que houvesse circulação de água que garantisse a troca de calor entre o catodo e o líquido refrigerante. Essas entradas consistem em tubos de cobre, (que também conduzem corrente elétrica para que seja possível a geração do arco elétrico), que conduzem a água até um reservatório que envolve o catodo para refrigeração do mesmo.

Como uma das restrições do projeto do catodo era que o mesmo não fosse uma peça usinada, desenvolveu-se um suporte para o catodo, onde a estrutura fosse parcialmente fixa, possibilitando que o catodo fosse confeccionado com tubos comerciais, sem usinagem e de fácil troca (Figuras 15, 16, 17 e 18).

O catodo projetado pode ser fabricado a partir de um tubo comercial de cobre com duas polegadas, com um diâmetro externo de 5,08 cm, cortado no comprimento necessário de 11,3cm de altura, para garantir que o mesmo não necessite ser usinado e resista à pressão do líquido refrigerante sem vazamentos e com um bom contato elétrico entre o catodo e seu suporte (Figura 15).



Figura 15 – Conjunto do catodo. Suporte, peça de fixação e o catodo.



Figura 16 – Catodo.



Figura 17 – Suporte do catodo.



Figura 18 – Rosca de fixação do catodo.

• Espaçadores

Para manter os eletrodos concêntricos foram colocados espaçadores de teflon entre os tubos do suporte do catodo e o tubo do anodo, inicialmente, abaixo da flange (Figuras 19 e 20a). O anodo é centralizado em relação ao catodo através do ajuste dos espaçadores.

Para facilitar esse ajuste, os espaçadores foram colocados posteriormente na parte externa do reator, logo acima da flange, promovendo um fácil acesso dos mesmos (Figura 20b).



Figura 19 – Espaçadores.



Figura 20 - a) Espaçadores abaixo da flange; b) Espaçadores acima da flange.

• Anel de isolação

O suporte do catodo é feito de bronze e, conseqüentemente, também conduz corrente elétrica, sendo necessária a colocação um anel de isolação entre o suporte do catodo e o reator. O anel é feito de silicato de cálcio, sendo colocado entre o suporte do catodo e o anel de sustentação de aço inoxidável soldado às paredes do reator (Figura 21).



Figura 21 – Anel de sustentação do suporte do catodo.

## 3.1.2 Refrigeração da câmara

Como já foi mencionado, a câmara de testes necessita ser refrigerada; desta forma foi necessário calcular a perda de carga de cada parte constituinte da câmara. Foi realizado um estudo sobre a perda de carga em tubulações; os cálculos podem ser vistos no anexo A.

Os resultados obtidos de perda de carga mostraram-se aceitáveis, encontrando-se valores abaixo do valor da pressão na água do laboratório, que é de 40 m de coluna d'água, permitindo, assim, que a geometria da câmara proposta inicialmente fosse adotada.

## 3.1.3 Bobina

Como dito anteriormente, a movimentação do arco através do uso de um campo magnético externo auxilia na redução das taxas de erosão.

Uma bobina foi projetada para ser posicionada na parte externa do reator e gerar um campo magnético perpendicular ao arco elétrico gerado entre os eletrodos. A maior intensidade do campo magnético ocorre na região onde se forma o arco elétrico.

Através de cálculos feitos (podem ser vistos em maiores detalhes no anexo B), foi possível determinar o número de espiras, 160, sendo 32 camadas na vertical e 5 camadas na horizontal, e a forma da bobina, conforme a configuração mostrada na Figura 22 (ver maiores detalhes a seguir).



Figura 22 – Diagrama do reator e a bobina, mostrando a configuração das linhas de campo magnético.

• Cálculo da bobina

Tendo-se os valores de campo magnético (B), corrente (I), comprimento (L) e do ângulo formado com o centro da bobina (α), foi possível calcular o número de espiras da bobina através equação 12, baseada na lei de Biot-Savart [1]:

$$B = \frac{\mu o.I.N}{L} \left( \frac{\cos \alpha 1 + \cos \alpha 2}{2} \right) \quad (12)$$

Depois de calculado o número de espiras da bobina, é necessário calcular quantas camadas serão colocadas na mesma, pois esse valor varia de acordo com o diâmetro do tubo que será utilizado.

A bobina foi construída com tubo de cobre com 3/8" de diâmetro devido à necessidade de refrigeração da mesma (para gerar o campo magnético necessário para os ensaios, altas correntes são aplicadas à bobina).

Para evitar um curto-circuito entre as camadas, os tubos de cobre foram encapados com um plástico termoretrátil (Figura 23).



Figura 23 – Tubo de cobre encapado com o plástico termoretrátil.

Devido à necessidade de refrigeração, foi realizado o cálculo da perda de carga nas espiras da bobina. Através dos cálculos de perda de carga apresentados no anexo C, conclui-se que se a bobina fosse construída sem divisões sua perda de carga seria alta, causando deficiência no fluxo de água para refrigeração da mesma.

Sendo assim, dividiu-se a bobina em cinco partes de 32 espiras cada uma (Figuras 24 e 25).



Figura 24 – Divisão da bobina em cinco partes.



Figura 25 – Divisões da bobina.

Para melhorar a isolação elétrica e a rigidez mecânica da bobina, a mesma foi envolvida em uma resina de silicone (Figura 26 a e b).



Figura 26 – a) e b) Bobina revestida com resina.

Para o sistema de refrigeração da bobina foi necessário projetar um distribuidor de água, consistindo em uma entrada e uma saída de água, que se subdividem em cinco entradas e cinco saídas de água de refrigeração (Figura 27 a e b).



Figura 27 - a) e b) Distribuidor de água de refrigeração da bobina.

## 3.1.4 Estrutura

A câmara, juntamente com a bobina, foi instalada em uma estrutura já existente no laboratório de Plasma do IPT (onde os ensaios foram realizados).

Para facilitar a montagem, uma talha manual foi colocada na parte superior da estrutura para erguer a flange superior, onde estão instalados os eletrodos (Figura 28 a, b e c).



Figura 28 – a) Estrutura de sustentação da câmara de testes; b) Talha manual para erguer a flange superior; c) Talha e estrutura de sustentação.

## 3.2 Equipamentos Auxiliares

Os equipamentos auxiliares que foram utilizados junto com a da câmara de testes podem ser vistos na Figura 29 e estão descritos a seguir.

- 1. Painel de controle (câmara, bobina e sistema de refrigeração).
- 2. Bomba d'água e rotâmetros de controle de vazão de água.
- 3. Cilindros de gás e rotâmetros de controle de vazão de gás.
- 4. Fibra ótica e circuito contador de rotações do arco.
- 5. Sistema de aquisição de dados.
- 6. Fontes de Potência.
- 7. Equipamento fotográfico.



Figura 29 – Esquema dos equipamentos auxiliares da câmara de testes.

A descrição dos equipamentos auxiliares utilizados segue na legenda apresentada:

- Painel de controle (Telemecanique): esse painel é o centro de controle elétrico do laboratório. Nesse painel são controlados alguns dos equipamentos que fazem parte do sistema utilizado, como a bomba de água, o sistema de ignição do arco e as fontes retificadoras para a bobina e para a câmara.
- Rotâmetros de água: rotâmetros calibrados foram utilizados para controlar e medir o fluxo de água de refrigeração.

- Rotâmetros de gás: foram utilizados rotâmetros (calibrados pela empresa Omel S. A.), para controlar o fluxo de gás injetado na câmara.
- 4. Fibra ótica e circuito para medição da velocidade do arco: para medir a velocidade de rotação do arco elétrico, uma fibra ótica foi instalada no interior do reator posicionada de forma a receber luminosidade quando da passagem do arco sob ela. Essa luminosidade é conduzida a um fototransistor, o qual transforma luz em pulso elétrico. O circuito que contém o fototransistor está conectado a um sistema de aquisição de dados; desse modo, cada passagem do arco elétrico sob a fibra ótica é computada no sistema de aquisição de dados.
- 5. Sistema de aquisição de dados: esse sistema é composto por um circuito (Pico Technology Limited ADC-11) com 11 canais conectado a uma *hard key*, ambos conectados a um computador e o *software* responsável pela aquisição dos dados (Pico Technology Limited PicoLog e PicoScope). Esse sistema é responsável pela monitoração da velocidade do arco e dos valores de tensão e corrente durante os ensaios.
- Fontes retificadoras: foram utilizadas duas fontes retificadoras (uma para o reator e outra para a bobina) com potência máxima de 80 kW (200 V e 400 A).
- 7. Equipamento fotográfico: para monitorar o arco elétrico, durante determinados ensaios, uma câmera fotográfica de alta velocidade(Canon EOS-5, Vivitar 100mm f3.5 macro), com obturador de alta performance que oferece velocidades de obturador de 1/8000 segundos, para congelar ações muito rápidas, foi instalada na parte inferior do reator, com um tripé apropriado, abaixo do visor.

### 3.3 Procedimentos Experimentais

Para a realização de um ensaio, os seguintes procedimentos foram adotados: i) limpeza da câmara, ii) limpeza e posicionamento do anodo, iii) limpeza, pesagem e posicionamento do catodo, iv) montagem do equipamento fotográfico, v) purga com argônio, vi) ignição e início do experimento, vii) medição de parâmetros durante o experimento, viii) procedimentos após o experimento, ix) cálculo da taxa de erosão. Segue abaixo uma descrição suscinta de cada uma dessas etapas.

## i) Limpeza da câmara

A limpeza do interior da câmara foi realizada, previamente a cada ensaio, com um lenço de papel fino embebido em álcool, possibilitando a retirada de qualquer material aderido à superfície; devido a uma rápida evaporação do álcool, evita-se a presença de compostos estranhos ou de umidade dentro do reator.

### ii) Limpeza e posicionamento do anodo

A limpeza do anodo foi feita na região de permanência do arco com um cotonete embebido em uma solução de ácido nítrico e água destilada, retirando o óxido de cobre formado em sua superfície como também, poeira e cobre em pó resultantes de ensaios anteriores. Para evitar que o arco elétrico possa, às vezes, ser formado entre o catodo e o tubo de sustentação do anodo, a parte superior e a parte inferior à região onde se forma o arco, foram envolvidas por uma pasta de zircônia, pois a mesma é isolante elétrica e tem alto ponto de fusão.

Após a limpeza, o anodo é posicionado na flange superior, permanecendo nessa posição enquanto o catodo não é colocado.

### iii) Limpeza, pesagem e posicionamento do catodo.

Primeiramente o catodo é limpo com um lenço de papel fino embebido em álcool para retirar óleo e poeira agregados. Em seguida, o catodo é mergulhado em uma solução de acido nítrico e água destilada durante 1 minuto para retirar o óxido de cobre formado em sua superfície e depois é mergulhado em água destilada para retirar a solução ácida. Desta forma, garante-se uma igualdade de condições da superfície do catodo (especialmente quanto a camada de óxido). Após esse procedimento, o catodo é seco com um lenço de papel fino e pesado em uma balança (Gehaka digital BG1000) com precisão de 0,01g e posicionado no suporte do catodo.

Com catodo e anodo posicionados, a câmara pode ser fechada e os dois eletrodos centralizados.

### iv) Montagem do equipamento fotográfico

Com a câmara já fechada, apenas o visor é retirado para limpeza, com um lenço de papel fino embebido em álcool. A câmera fotográfica é posicionada abaixo do visor com um tripé apropriado e em uma posição onde é possível focalizar a área entre os eletrodos (onde o arco elétrico é formado), permitindo fotografar o arco em qualquer posição que ele esteja. Devido à alta luminosidade do arco elétrico, um filtro de luz (do tipo utilizado em soldagem elétrica) foi colocado permitindo que apenas a coluna do arco (região de mais alta luminosidade) fosse fotografada.

Após o término da montagem e focalização da região entre os eletrodos, o visor é recolocado e a câmara é fechada, estando pronto o experimento.

## v) Purga com argônio

Antes de iniciar o experimento, argônio é injetado na câmara durante aproximadamente 5 minutos, permitindo que toda a câmara esteja cheia de gás e retirando todo o ar atmosférico que antes permanecia em seu interior.

## vi) Ignição e início do experimento

Com a câmara repleta de argônio, o sistema de refrigeração, as fontes retificadoras e o campo magnético externo são ligados; o sistema de aquisição de dados deve permanecer desconectado da câmara durante a ignição do arco elétrico, que é feita com pulsos de alta freqüência. Após a ignição, o sistema de aquisição de dados é conectado à câmara dando inicio ao monitoramento dos parâmetros selecionados. Quando outros gases também são utilizados, a injeção desses gases é feita logo após a ignição do arco elétrico em argônio. No mesmo instante, a vazão de argônio é fechada ou regulada para fazer uma mistura com o gás desejado.

## vii) Medição de parâmetros durante o experimento

Durante o experimento, a velocidade do arco, a tensão e a corrente aplicada nos eletrodos são medidos pelo sistema de aquisição de dados. A taxa de aquisição de dados é de uma medida por segundo.

Para validar os valores obtidos pelo sistema de aquisição de dados durante o experimento, algumas medidas foram feitas manualmente, com um multímetro digital (Minipa), no caso da tensão e da corrente, e com um osciloscópio digital (TekScope THS 710 Tektronix), no caso da velocidade do arco, mostrando que em alguns ensaios havia uma pequena diferença entre os valores obtidos.

### viii) Procedimentos após o experimento

Terminado o experimento, toda a água do sistema é drenada, a câmara é aberta e o catodo retirado, examinado, limpo (mesma seqüência descrita anteriormente) e novamente pesado.

### ix) Cálculo da taxa de erosão (E)

A taxa de erosão (E) do catodo de cobre utilizado em cada experimento é obtida através da diferença de massa antes e depois do experimento, sendo a segunda medida feita após a limpeza do catodo para retirar qualquer contaminante que tenha se formado na superfície durante o experimento. A perda de massa é medida em  $\mu$ g e é uma função do tempo de duração do experimento e da corrente aplicada. O produto do tempo em segundos e da corrente amperes utilizados no ensaio resulta em Coulomb, C. [2]

$$E = \frac{mf - mi}{t.I} \quad \mu g / C \quad (14)$$

### 3.4 Ensaio de dureza

O ensaio de dureza é um dos ensaios mecânicos mais freqüentemente utilizados para indústrias. Existem diversos tipos de ensaios de dureza; os ensaios podem ser classificados, conforme a maneira com que o ensaio é realizado, em três tipos: por penetração, por choque e por risco.

Existem três tipos de escala de dureza, a Brinell, a Vickers e a Rockwell. A escala Rockwell foi introduzida em 1922. Este ensaio de dureza utiliza a profundidade de prenetração sob a ação de uma carga constante, como medida de dureza. Os penetradores são do tipo esférico (esfera de aço temperado, com diâmetro de 1,59 mm e carga de 100 kg), com dureza Rockwell B (HRB) ou cônico (diamante com 120° de conicidade e carga de 150 kg), com dureza Rockwell C (HRC) [38].

Neste trabalho, foi utilizada a escala Rockwell B (HRB) nas medidas de dureza das amostras de cobre.
## 3.5 Composição dos gases utilizados

A seguir, estão descritas as composições dos gases utilizados baseadas em um certificado de especificação fornecido pela AGA S/A, conforme norma interna.

Argônio Gasoso

Especificação (%) / Grau de pureza: 99,99 / 4,0

Análise Típica (ppm) O2 > 10 N2 > 80 H2O > 10

Nitrogênio Gasoso

Especificação (%) / Grau de pureza: 99,9% / 3,0

Análise Típica (ppm) O2 > 20 H2O > 20

Oxigênio Gasoso

Especificação (%) / Grau de pureza: 99,5 / 2,5

Análise Típica (ppm) N2 > 1000 Ar > 3000 H2O > 20

• Argônio Ultra Puro UP – 5.0

Especificação (%) / Grau de pureza: 99,999 / 4,7

Análise Típica (ppm) Oxigênio < 1 Água < 3 Nitrogênio < 5 Hidrogênio < 1 Monóxido de Carbono + C Oxigênio < 1 Metano < 1 Hidrocarbonetos não especificados < 1

• Nitrogênio Ultra Puro UP – 5.0

Especificação (%) / Grau de pureza: 99,999 / 5

Análise Típica (ppm) Oxigênio < 1 Monóxido de Carbono + C Oxigênio < 1 Hidrocarbonetos não especificados < 1 Água < 3

#### **4 RESULTADOS**

#### 4.1 Introdução

Foram realizados diversos experimentos com características diferentes e cada conjunto dos mesmos será descrito mais adiante. A discussão sobre os resultados está apresentada no capítulo 5.

As condições gerais de operação utilizadas nos experimentos foram:

- O fluxo de gás utilizado em todos os ensaios foi de 20 l/min, independentemente do gás ser puro ou de ser uma mistura gasosa.
- O campo magnético foi mantido em 1000 G para a maior parte dos experimentos. Em alguns deles houve variação do campo magnético com o intuito de determinar variações nas taxas de erosão (nesse caso os ensaios são identificados nos resultados).
- Neste trabalho, o valor mínimo de corrente obtido foi 156 A, devido às restrições dos retificadores.
- A pressão interna da câmara foi mantida positiva (levemente acima de 1 atm), para garantir a pureza do gás de plasma utilizado dentro da câmara.
- As vazões de água de refrigeração do sistema foram as mesmas em todos os ensaios.

Os resultados obtidos no presente trabalho estão resumidos nas Tabelas que seguem. Cada conjunto de resultados é o valor médio de, no mínimo, três experimentos individuais, conduzidos sob condições de operação idênticas.

#### 4.2 Resultados preliminares

Na Tabela II são mostrados dois conjuntos de resultados, um obtido aqui e o outro obtido por outros pesquisadores [2], utilizando condições de operação e equipamentos similares.

	Gás	Material do	Erosão	Velocidade	Campo Magnético	Corrente	Tensão	Fluxo de Gás
	Gus	Catodo	(µg/C)	(m/s)	(G)	(A)	(V)	(l/min)
				. ,	. ,			` ´
Este	Ar +	99,5%						
trabalho	1,25%N <sub>2</sub>	Cu	3,5	43	1000	156	38	20
	Ar+	99,9%						
Ref[2]	1,25%N <sub>2</sub>	Cu	3,4	35	1000	100	39	20

Tabela II – Resultados preliminares.

Como existem diferenças nos valores de corrente aplicados (devido a limitações na fonte retificadora), os resultados foram normalizados para 100 A, utilizando a equação, que é melhor descrita no item 2.4.4:

$$Vel \,\alpha I^{0.56} \quad (13)$$
$$Vel '= (100/I)^{0.56} Vel$$

onde Vel' é a velocidade normalizada a 100 A, I é a corrente utilizada e Vel é a velocidade obtida com a corrente I.

Utilizando essa equação, o valor da velocidade do arco do experimento realizado aqui seria 33,5 m/s, semelhante ao encontrado na literatura [2].

# 4.3 Argônio

Os resultados a seguir são de conjuntos de ensaios realizados sob atmosfera de argônio. Foram utilizados dois tipos de argônio, o comum ou industrial e o ultrapuro. Os resultados podem ser vistos na Tabela III.

	Gás	Erosão (µg/C)	Velocidade do arco (m/s)	Corrente (A)	Tensão (V)	Campo magnético (G)	Fluxo do gás (l/min)
1	Ar Industrial	4,4	49	156	36	1000	20
2	Ar Ultra Puro	7,6	16	156	38	1000	20

Tabela III – Argônio Ultra Puro x Argônio Industrial.

A variação da velocidade do arco com o campo magnético também foi examinada em atmosfera de argônio e os resultados obtidos são apresentados na Tabela IV.

Tabela IV – Variação do campo magnético em experimentos com argônio.

	Gás	Campo magnético (G)	Erosão (µg/C)	Velocidade do arco (m/s)	Corrente (A)	Tensão (V)	Fluxo do gás (l/min)
1	Ar Industrial	160	15,8	23	180	34-35	20
2	Ar Industrial	1000	4,4	49	156	36	20



Figura 30 – Gráficos TxVxC dos experimentos 1 e 2 da Tabela IV.

O catodo apresentou uma trilha profunda em seu centro geométrico em todos os experimentos realizados com argônio (Figura 31).



Figura 31 – Catodo submetido a ensaio em atmosfera de argônio.

# 4.4 Hélio

Os resultados apresentados na Tabela V foram obtidos dos experimentos utilizando como gás de plasma apenas hélio.

	Erosão	Velocidade do	Corrente	Tensão	Campo	Fluxo do gás
	(µg/C)	arco (m/s)	(A)	(V)	magnético (G)	(l/min)
1	1,2	189	216	48	1000	20

Tabela V – Hélio.

### 4.5 Nitrogênio

Também foram realizados experimentos utilizando como gás de plasma apenas o nitrogênio. Os resultados podem ser vistos na Tabela VI.

Tabela VI – Nitrogênio.

	Erosão	Velocidade do	Corrente	Tensão	Campo	Fluxo do gás
	(µg/C)	arco (m/s)	(A)	(V)	magnético (G)	(l/min)
1	2,2	100	165	60	1000	20
2	1,7	103,6	200	65	1000	20

A Figura 32 mostra a variação da erosão e da velocidade em funçao do tipo de gás puro que é utilizado como gás de plasma.



Figura 32 - Erosão x velocidade para os diferentes tipos de gases utilizados em catodos de cobre.

### 4.6 Argônio + Nitrogênio

A influência da adição de 1,25%  $N_2$  e 0,3%  $N_2$  em Ar foi estudada; os resultados experimentais obtidos são apresentados na Tabela VII. A Figura 33 representa o gráfico de erosão x velocidade de alguns experimentos selecionados apresentados na Tabela VII.

	Gás de plasma	Erosão (µg/C)	Velocidade do arco (m/s)	Corrente (A)	Tensão (V)	Campo magnético (G)	Fluxo do gás (l/min)
1	Ar Ultra Puro + 1,25% N <sub>2</sub> Industrial	3,5	43	156	38	1000	20
2	Ar Ultra Puro + 1,25% N <sub>2</sub> Ultra Puro	3,5	44	156	38	1000	20
3	Ar Ultra Puro + 0,3% N <sub>2</sub> Industrial	3,6	38	158	36	1000	20
4	Ar Industrial + 0,3% N <sub>2</sub> Industrial	4,2	39	158	36	1000	20

Tabela VII – Influência da % vol. de nitrogênio juntamente com argônio.



Figura 33 – Gráficos da erosão x velocidade em função da % vol de nitrogênio adicionada ao argônio dos experimentos da Tabela VII.

Nestes experimentos, a trilha formada pelo arco elétrico mais o plasma não é profunda e centralizada como no caso dos experimentos realizados com argônio, mas se forma sobre uma larga faixa na superfície (Figura 34).



Figura 34 – Catodo submetido a ensaio em atmosfera de argônio com nitrogênio.

### 4.7 Argônio + Oxigênio

Na Tabela VIII são apresentados os valores obtidos nos experimentos utilizando argônio + 2,5%  $O_2$ . A Figura 35 mostra o gráfico de erosão x velocidade de alguns experimentos apresentados na Tabela VIII e a Figura 36 mostra o catodo após o ensaio com as características mencionadas.

	Gás de plasma	Erosão (µg/C)	Velocidade do arco (m/s)	Corrente (A)	Tensão (V)	Campo magnético (G)	Fluxo do gás (l/min)
1	Ar Industrial + 0,3% O <sub>2</sub>	6	17,5	156	45	1000	20
2	Ar Industrial + 2,5% O <sub>2</sub>	4,1	24	180	38	1000	20

Tabela VIII – Influência de % vol. oxigênio juntamente com o argônio.



Figura 35 – Gráficos erosão x velocidade em função da % vol de oxigênio adicionada ao argônio dos experimentos da Tabela VIII.



Figura 36 – Catodo submetido a ensaio em atmosfera de argônio com oxigênio.

## 4.8 Liga Cu/Ni

Esses experimentos foram realizados utilizando como material de catodo a liga Cu/Ni 90/10 (Figura 37), em condições de operação semelhantes às já apresentadas. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela IX. A Figura 38 apresenta os gráficos de erosão x velocidade de alguns resultados apresentados na Tabela IX e a Figura 39 apresenta a variação da erosão e da velocidade em função do tipo de argônio que foi utilizado como gás de plasma. O catodo após o ensaio pode ser visto na Figura 40



Figura 37 – Catodo de cobre (escuro) e catodo constituído de cobre e níquel (claro).

	Gás de plasma	Erosão (µg/C)	Velocidade do arco (m/s)	Corrente (A)	Tensão (V)	Campo magnético (G)	Fluxo do gás (l/min)
1	Ar Industrial	3,9	37	158	30	1000	20
2	Ar Ultra Puro	4,3	26	157	37-32	1000	20
3	Ar Industrial + 2,5% O <sub>2</sub>	5,5	22	196	40	1000	20
4	Ar Industrial + 0,3% O <sub>2</sub>	7,7	19	158	36	1000	20
5	N <sub>2</sub>	1,9	93	200	52-58	1000	20

Tabela IX – Variação dos gases de plasma em catodos de Cu/Ni.



Figura 38 – Gráficos de erosão x velocidade em função da % vol de oxigênio adicionada ao argônio nos experimentos da Tabela IX.



Figura 39 – Gráfico de erosão x velocidade dos diferentes tipos de gases puros utilizados nos experimentos da Tabela IX.



Figura 40 – Catodo de Cu/Ni submetido a ensaio em atmosfera de argônio.

Na Tabela X, estão apresentados os resultados das análises realizadas com espectrometria de absorção atômica – AAS (detalhes sobre essa técnica pode ser visto no anexo D), para determinar as quantidades de níquel antes e depois do ensaio.

Tabela X – Análise por AAS para determinar a quantidade de níquel do catodo de liga Cu/Ni 90/10 em diferentes condições.

Condição	Massa dissolvida (g)	Quantidade de Níquel (%)
Catodo Cu/Ni antes do	0,1040	9,45
ensaio		
Catodo Cu/Ni depois do	0,1002	8,60
ensaio com 2,5% de $O_2$		

Na Figura 41 está apresentada a variação da erosão e da velocidade para todos os tipos de gases utilizados como gases de plasma em experimentos com catodo de Cu/Ni.



Figura 41 - Variação da erosão e da velocidade em função do tipo de gás utilizado com catodos de Cu/Ni.

## 4.9 Tipos de cobre

Nas Tabelas XI, XII, XIII estão mostradas as composições químicas dos materiais utilizados como catodos (três tipos de cobre diferentes). As análises foram

efetuadas por fluorescência de raios-x (detalhes sobre essa técnica podem ser vistos no anexo D).

	QUANTIDADES (Resultados
ELEMENTOS	em % de elementos,
	normalizados a 100%)
Al	1,07
Si	0,13
Р	0,11
S	0,03
Cl	0,06
Cu	98,6

Tabela XI – Análise por FR-X do cobre tipo 1.

Tabela XII – Análise por FR-X do cobre tipo 2.

	QUANTIDADES (Resultados
ELEMENTOS	em % de elementos,
	normalizados a 100%)
Al	0,07
Si	0,15
Р	0,07
S	0,03
Cl	0,06
Ca	<<
Fe	0,05
Cu	99,5
Sn	0,04

	QUANTIDADES (Resultados
ELEMENTOS	em % de elementos,
	normalizados a 100%)
Cu	100

Tabela XIII – Análise por FR-X do cobre tipo 3.

Na Tabela XIV, estão apresentadas análises por ICPS (detalhes sobre essa técnica podem ser vistos no anexo D) para determinar a quantidade de alumínio no cobre tipo 1 em diferentes condições. As amostras analisadas foram retiradas do catodo de cobre tipo 1 utilizando um equipamento que retirou as camadas da superfície precisamente (Figura 42), variando as profundidades conforme os valores apresentados na tabela.



Figura 42 – Retirada das camadas com diferentes profundidades da amostra de cobre tipo 1 na região de passagem do arco para análise

Condição	Massa dissolvida (g)	Quantidade de Alumínio	
		(ppm)	
Antes do ensaio	0,1537	101	
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco	0,16	2,34	
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco (~ 0,1	0,0156	203,8	
mm de profundidade)			
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco (~ 0,2	0,2016	13,09	
mm de profundidade)			
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco (~ 0,3	0,2013	0,7	
mm de profundidade)			
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco (~ 0,4	0,2009	0	
mm de profundidade)			
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco (~ 0,5	0,2464	103,2	
mm de profundidade)			
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco (~ 0,6	0,3622	126	
mm de profundidade)			
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco (~ 0,7	0,4137	124	
mm de profundidade)			
Após o ensaio, na região			
de passagem do arco (~ 0,8	0,3510	88,9	
mm de profundidade)			

Tabela XIV – Análise por ICPS para determinar a quantidade de alumínio no cobre tipo 1 em diferentes condições.

As dimensões dos blocos de cobre utilizados para a fabricação dos catodos com cobre tipo 3 foram diferentes dos materiais tipos 1 e 2 utilizados (Figura 16). Esses blocos de cobre vieram do Canadá (McGill University), cedidos pelo grupo de plasma daquela universidade. Infelizmente, esses blocos de cobre não possuíam as mesmas dimensões dos outros catodos com os outros tipos de cobre. Devido a essa característica dos blocos de cobre tipo 3 foram necessárias adaptações das dimensões desses blocos ao reator. Como é possível observar na Figura 43, os catodos constituídos de cobre 3 têm uma geometria diferente dos utilizados até o momento. Devido a essa diferença na geometria, foi preciso a usinagem de anodos com a geometria de acordo com o catodo para que fosse mantida a distância entre eles necessária para a ignição e formação do arco elétrico (Figuras 44 e 45).



Figura 43 – a) Geometria antiga e nova do catodo; b) geometria nova do catodo e seu suporte de sustentação.



Figura 44 – Dimensões e formatos antigos do catodo de cobre tipos 1 e 2.



Figura 45 – Dimensões e formato novos do catodo de cobre tipo 3.

Na Tabela XV estão mostrados os resultados obtidos utilizando os três tipos de cobre previamente apresentados. Todos os experimentos foram realizados utilizando argônio ultrapuro. Os gráficos de tensão x velocidade e corrente de alguns experimentos mostrados na Tabela XV podem ser vistos na Figura 46 e os catodos podem ser vistos na Figura 47.

	Material do catodo	Erosão (µg/C)	Velocidade do arco (m/s)	Corrente (A)	Tensão (V)	Campo magnético (G)	Fluxo do gás (l/min)
1	Cu 1	4,5	41	156	39	1000	20
2	Cu 1	3,9	37	156	37	1000	20
3	Cu 2	9	16	156	38	1000	20
4	Cu 2	7,6	16	156	39	1000	20
5	Cu 3	3,1	50	166	37	1000	6
6	Cu3	3,5	55	160	37	1000	6

Tabela XV – Cu 1, Cu 2, Cu 3, utilizados para experimentos com condições de operação semelhantes.



Figura 46 – Gráficos de erosão x velocidade em função da variação da % de cobre dos catodos dos experimentos Tabela XV.





Figura 47 – a) Catodo de cobre tipo 1 após ensaio com argônio ultra puro; b) Catodo de cobre tipo 2 após ensaio com argônio ultra puro; c) Catodo com cobre tipo 3 após ensaio com argônio ultra puro.

Um dos anodos foi confeccionado utilizando-se o cobre tipo 3 (os outros anodos foram construídos com cobre tipo 2), através da fusão dos cavacos resultantes da usinagem dos catodos feitos com esse mesmo material (Figura 48 e 49).



Figura 48 – a) Anodo fabricado no laboratório (anodo 3); b) Anodos utilizados nos experimentos; de cima para baixo: anodo1, anodo 2 e anodo 3.

A fusão foi feita utilizando-se um reator (Figura 50) com uma tocha de plasma de arco transferido existente no laboratório. O cobre foi fundido em cadinho de grafite e vazado em molde também de grafite.



Figura 49 – Tarugo resultante da fusão dos cavacos de cobre.



Figura 50 – Reator utilizado na fusão do cobre tipo 3 para a confecção do anodo.

Os resultados dos experimentos realizados utilizando o anodo fabricado no laboratório com cobre tipo 3 juntamente com tipos diferentes de catodos, podem ser vistos na Tabela XVI.

	Material	Erosão	Velocidade	Corrente	Tensão	Campo	Fluxo do gás
	do catodo	(µg/C)	do arco (m/s)	(A)	(V)	magnético (G)	(l/min)
1	Cu 3	11,8	2	85	38	1000	20
2	Cu 3	13,3	1,2	85	38	1000	20
3	Cu 2	4,8	16	94	40	1000	20
4	Cu 2	4,3	27	130	42	1000	20

Tabela XVI – Experimentos realizados com anodo de cobre tipo 3 e diferentes catodos.

A Figura 51 mostra a trilha formada no catodo constituído por cobre tipo 3 submetido a um ensaio com atmosfera de argônio ultrapuro e utilizando o anodo também constituído de cobre tipo 3.



Figura 51 – Catodo de cobre tipo 3 após o ensaio com anodo de cobre tipo 3 em atmosfera de argônio ultrapuro.



Figura 52 – Variação das taxas de erosão e da velocidade em função dos diferentes tipos de gases de plasma e materiais dos catodos utilizados.

#### 4.10 Movimentação do Arco

Neste item, são apresentadas fotografias (Figuras 53 à 62), obtidas com o equipamento fotográfico de alta velocidade que mostram as características físicas do arco elétrico, mais o plasma, durante diferentes experimentos.



Figura 53 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) - experimento 2 da Tabela III (condições: atmosfera de argônio ultra puro, campo magnético de 1000 G e erosão obtida 7,6  $\mu$ g/C).



Figura 54 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) - experimento 1 da Tabela VII a, aproximadamente, 9 minutos de ensaio (condições: atmosfera de argônio industrial, campo magnético de 160 G e erosão obtida 15,8  $\mu$ g/C).



Figura 55 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) -experimento 1 da Tabela VIII a, aproximadamente, 7 minutos de ensaio (condições: atmosfera de argônio industrial + 0,3% O<sub>2</sub>, campo magnético de 1000 G e erosão obtida 6 µg/C).



Figura 56 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) -experimento 2 da Tabela VIII a, aproximadamente, 3 minutos de ensaio (condições: atmosfera de argônio industrial + 2,5%  $O_2$ , campo magnético de 1000 G e erosão obtida 4,1 µg/C).



Figura 57 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) - experimento 3 da Tabela IX a, aproximadamente, 3 minutos de ensaio (condições: catodo de Cu/Ni, atmosfera de argônio industrial + 0,3% O<sub>2</sub>, campo magnético de 1000 G e erosão obtida 5,5  $\mu$ g/C).



Figura 58 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) - experimento 4 da Tabela IX a, aproximadamente, 30 segundos de ensaio (condições: catodo de Cu/Ni, atmosfera de argônio industrial, campo magnético de 1000 G e erosão obtida 7,7  $\mu$ g/C).



Figura 59 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) - experimento 1 da Tabela XV a, aproximadamente, 7 minutos de ensaio (condições: catodo de cobre tipo 1, atmosfera de argônio ultra puro, campo magnético de 1000 G e erosão obtida 4,5  $\mu$ g/C).



Figura 60 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) - experimento 5 da Tabela XV a, aproximadamente, 12 minutos de ensaio (condições: catodo de cobre tipo 3, atmosfera de argônio ultra puro, campo magnético de 1000 G e erosão obtida 3,1  $\mu$ g/C).



Figura 61 – Fotografia do arco elétrico + plasma ultra-rápida (1/1000s) - experimento 6 da Tabela XV a, aproximadamente, 3 minutos de ensaio (condições: catodo de cobre tipo 3, atmosfera de argônio ultra puro, campo magnético de 1000 G e erosão obtida 3,5  $\mu$ g/C).



Figura 62 – Fotografia ultra-rápida do arco elétrico + plasma (1/1000s) - experimento 2 da Tabela XVI a, aproximadamente, 3 minutos de ensaio (condições: anodo e catodo de cobre tipo 3, atmosfera de argônio ultra puro, campo magnético de 1000 G e erosão obtida 13,3  $\mu$ g/C).

### 4.11 Análise da superfície do catodo

Neste item são apresentadas micrografias (Figuras 63 à 74), obtidas com microscópio eletrônico de varredura, que mostram as características físicas da superfície dos catodos, com aumentos diferentes, previamente e após os experimentos.



a)100x

b)500x

c)1000x





## 4.12 Análise da secção do catodo

Neste item são apresentadas micrografias (Figuras 75 à 90), obtidas com microscópio óptico, que mostram as mudanças nas características da estrutura do cobre dos catodos, através da observação da secção dos tubos de cobre com aumentos diferentes. Todas as amostras seguiram a mesma rotina de preparação e ataque químico com solução de cloreto férrico [40].



Figura 75 - Catodo de cobre tipo 1 antes do ensaio (aumento 125 x)



Figura 76 - Catodo de cobre tipo 1 após ensaio sob atmosfera de argônio U.P. (vista geral – aumento 25,6 x)



Figura 77 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda recristalizada – aumento 125 x)



Figura 78 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda recristalizada – aumento 250 x)



Figura 79 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda esquerda recristalizada – aumento 250 x)



Figura 80 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda fora da região de passagem do arco – aumento 125 x)



Figura 81 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (borda direita recristalizada – aumento 250 x)



Figura 82 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de hélio. (aumento 32 x)



Figura 83 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de nitrogênio puro (região de passagem do arco recristalizada – aumento 100 x)



Figura 84 – Catodo de cobre tipo 1 após experimento sob atmosfera de nitrogênio puro (região de passagem do arco recristalizada – aumento 200 x)



Figura 85 – Catodo de cobre/níquel antes do ensaio (região central - aumento 200x)



Figura 86 – Catodo de cobre/níquel após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (região central – aumento 200 x)



Figura 87 – Catodo de cobre/níquel após experimento sob atmosfera de argônio U.P. (região da borda – aumento 100 x)


Figura 88 – Catodo de cobre tipo 3 antes do experimento (região da borda – aumento 200 x)



Figura 89 – Catodo de cobre tipo 3 depois do experimento sob atmosfera de argônio U.P. ( região da borda – aumento 100 x)



Figura 90 – Catodo de cobre tipo 3 antes do experimento (região da borda – aumento 200 x)

## 4.13 Medida de dureza do material do catodo

Foram feitas medidas de dureza nos catodos utilizados em cada tipo de ensaio realizado neste trabalho. As medidas foram feitas utilizando um durômetro (Torsee Rockwell Hardness Tester), com esfera de aço de 1/8" carga de 100 kgf, na região de passagem do arco e na região onde não houve a passagem do arco. A Tabela XVII mostra as diferenças entre as medidas de dureza nas duas regiões do catodo.

Tipo de ensaio	Região de passagem do	Região s/ a passagem
	arco (HRB)	do arco (HRB)
Cu 1 c/ Ar Ind	79	83,5
Cu 1 c/ Ar U P	70	93
Cu 1 c/ 0,3 % N <sub>2</sub>	78	85
Cu 1 c/ 0,3 % O <sub>2</sub>	79,5	97,5
Cu/Ni c/ Ar UP	32	35,5
Cu/Ni c/ 2,5 % O <sub>2</sub>	36,5	43
Cu/Ni c/ 0,3 % O <sub>2</sub>	31,5	35,5
Cu/Ni c/ N <sub>2</sub>	35,5	43
Cu 1 c/ He	73	80,5
Cu 1 c/ N <sub>2</sub>	77	80
Cu 1 c/ 2,5 % O <sub>2</sub>	78,5	85,5
Cu 3 c/ Ar UP	15	15

Tabela XVII – Medidas de dureza antes e depois de cada tipo de ensaio

## 5. DISCUSSÃO

Os resultados obtidos neste trabalho, os quais foram apresentados no item 4 são discutidos neste item.

#### **5.1 Resultados preliminares**

Como pode ser visto na Tabela II, os resultados obtidos neste trabalho são muito similares aos resultados obtidos por outros pesquisadores (para as mesmas condições de operação), validando os procedimentos e equipamentos utilizados aqui.

Esses resultados foram obtidos utilizando catodos de cobre diferentes (composições diferentes – cobre canadense e cobre brasileiro), e apesar de serem diferentes, os resultados foram semelhantes.

Essa semelhança nesses resultados é, possivelmente, devida a uma camada de  $Cu+N_2$ , que se forma na superfície do cobre no momento da passagem do arco, causando alterações na superfície (ver item 5.2.3).

Desta forma, as quantidades dos elementos que compõem os diferentes tipos de cobre acabam sendo menores do que a quantidade de nitrogênio que reage com a superfície, ocasionando a similaridade entre os resultados obtidos neste trabalho e os obtidos por outros pesquisadores.

#### 5.2 Gases puros

#### 5.2.1 Argônio

Os resultados obtidos utilizando argônio industrial (experimento 1 da Tabela III, 4,4  $\mu$ g/C, 38 m/s (velocidade corrigida para corrente de 100 A, utilizando a equação 13) e 36 V), são bem diferentes dos resultados obtidos por outros pesquisadores [1] que obtiveram, para as mesmas condições de operação, uma taxa

de erosão do catodo de 13,5 µg/C, velocidade do arco 2 m/s e 44 V de tensão. As diferenças podem ser devido à contaminação do argônio industrial utilizado aqui [8] ou possíveis diferenças na composição do cobre eletrolítico.

As mudanças na composição da superfície, que podem ser causadas pelo uso de misturas gasosas (os gases poliatômicos adicionados aos gases inertes afetam a composição da superfície fundida do catodo no momento da passagem do arco; a superfície se solidifica rapidamente após a passagem do arco) ou de ligas de cobre poderiam causar diferenças na função de trabalho e isto causaria uma grande mudança no comportamento do arco elétrico e do plasma [30].

Comparando os experimentos 1 e 2 da Tabela III, pode ser visto que o uso de argônio ultrapuro resultou em valores mais próximos aos obtidos em [1], indicando que o argônio industrial utilizado neste trabalho, especificado como 99,9% de pureza contém alguns contaminantes que causam contaminação da superfície (ver item 3.4). Essa contaminação da superfície pode resultar em diminuição da função de trabalho, o que teria como conseqüência uma melhor emissão de elétrons, diminuindo a força de resistência da superfície e o tempo de residência do arco em um mesmo ponto (ver item 2.4.1). As alterações desses parâmetros causam uma alta velocidade do arco, baixa taxa de erosão e baixa tensão (voltagem) do arco (arcos elétricos menores).

A influência do campo magnético pode ser vista na Tabela IV. Como é possível observar, uma redução no campo magnético causa um grande aumento na taxa de erosão; isto provavelmente é devido ao fato de que o uso de um campo magnético mais fraco resulta em uma velocidade do arco mais baixa (49m/s para campo mais intenso e 21 m/s para campo menos intenso – o segundo valor de velocidade corrigido para corrente de 156 A utilizando a equação 13), aumentando o tempo de residência do arco, aquecendo mais fortemente uma mesma região do catodo (ver itens 2.3.3 e 2.3.4) e conseqüentemente aumentando a taxa de erosão (Figura 30).

Como pode ser visto na Figura 30, há uma grande diferença entre os valores de corrente dos experimentos apresentados na Tabela IV. O valor de corrente mais alto para o experimento 1 (campo magnético mais baixo) ocorre devido às características da fonte retificadora utilizada, pois quando há uma diminuição nos valores de tensão, automaticamente a corrente aumenta para manter a potência constante. Nesse caso, a diminuição da tensão ocorre devido ao pequeno comprimento do arco, causando o aumento na corrente. O arco tem um comprimento menor do que arcos em campos magnéticos de maior intensidade, pois a força que o campo magnético exerce no arco é menor quanto menor for a intensidade do campo, como explicado mais abaixo.

Como pode ser visto nas Figuras 53 e 91, o arco para experimentos em argônio puro e campo magnético mais intenso é longo e o "pé do arco" se mantém posicionado atrás da coluna do arco. Isso ocorre, possivelmente, devido a uma maior força de resistência da superfície, o que resulta na permanência do arco elétrico em uma mesma posição por um tempo maior (maior tempo de residência em uma mesma posição). O campo magnético tende a forçar o arco a se movimentar, "puxando-o para frente", tornando-o longo. Em um determinado momento, o arco se move para outra região tornando-se curto, isto ocorrendo sucessivamente, causando pequenas oscilações na voltagem, como mostra a Figura 30.

A movimentação do arco ocorre de um ponto para outro na superfície do catodo dependendo da voltagem favorável e das características da emissão de elétrons da superfície, i.e., o arco irá se mover para um outro ponto se a resistência da superfície em emitir elétrons no ponto onde o arco permanece for maior do que em um outro ponto.



Figura 91 – Representação esquemática das características físicas do arco em experimentos com argônio.

#### 5.2.2 Hélio

Os resultados mostrados na Tabela V foram obtidos utilizando-se hélio industrial como gás de plasma. Os valores absolutos dos resultados obtidos neste trabalho (1,2  $\mu$ g/C, 48V e 129 m/s (corrigida para a corrente de 110 A utilizando a equação 13)) são diferentes dos obtidos por Szente [2], que obteve menor velocidade do arco (20 m/s), maior tensão (110V) e taxa de erosão similar (1 $\mu$ g/C).

As diferenças entre os valores de tensão e velocidade obtidos aqui e na literatura são, possivelmente, explicadas através de uma análise do comprimento do arco e da força de resistência da superfície, conforme segue.

Um menor valor de tensão é obtido quanto menor for o comprimento do arco, i.e., se a força de resistência da superfície for menor (devido a uma melhor emissão de elétrons) a movimentação do arco é facilitada, o que resulta em uma diminuição do comprimento do arco elétrico (pois o campo magnético não necessita exercer muita força no arco para que ele se movimente) e, conseqüentemente, aumenta a velocidade de movimentação do arco.

Como o ensaio realizado aqui e o realizado por Szente [2] tiveram as mesmas características de operação, uma provável explicação para a discrepância entre os

valores de tensão e velocidade é a composição da superfície, causando uma redução na força de resistência da superfície. Como mencionado no item 5.1, as composições dos cobres utilizados aqui e por Szente [1, 2] são diferentes e podem estar ocasionando as diferenças entre os resultados, pois a presença de contaminantes altera as características da superfície.

Experimentos utilizando-se argônio puro e hélio puro, com o mesmo campo magnético (1000 G) mostraram diferentes taxas de erosão (experimento 2 da Tabela III – 7,6  $\mu$ g/C e experimento 1 da Tabela V – 1,2  $\mu$ g/C), mas foram obtidas diferentes velocidades (experimento 2 da Tabela III – 16 m/s e experimento 1 da Tabela V – 129 m/s (corrigida para corrente de 110A utilizando a equação 13)), não sendo possível uma comparação direta. As possíveis explicações para as diferenças nas taxas de erosão e de velocidade entre esses experimentos são devidas à menor força de resistência aerodinâmica para os experimentos com hélio, pois esses dois gases possuem densidades diferentes e/ou também devido ao maior tempo de residência do arco em um mesmo local para experimentos em argônio. [31]

Os arcos elétricos para os experimentos com hélio são extremamente longos (maiores do que para o argônio). O "pé do arco" sempre se mantém atrás da coluna do arco, devido à alta força de resistência da superfície que faz com que o arco permaneça por um tempo maior na mesma posição; o campo magnético força o arco elétrico a se mover, empurrando-o e alongando-o (uma representação do arco pode ser vista na Figura 92). Uma possível explicação para as diferenças entre os comprimentos dos arcos para experimentos em argônio e hélio é devida às diferenças de densidades dos dois gases. A densidade do hélio é muito menor do que a densidade do argônio, o que causa uma redução na força de resistência aerodinâmica. De acordo com outros pesquisadores [2], o arco elétrico para experimentos em argônio, pois como a remoção é feita por volatilização de material, a superfície dos catodos em experimentos com argônio é, provavelmente, mais quente do que em experimentos com hélio, o que pode justificar o alto tempo de residência do arco e seu alongamento.



Figura 92 – Representação esquemática das características físicas do arco elétrico em experimentos com hélio.

## 5.2.3 Nitrogênio

Na Tabela VI é possível observar os resultados obtidos utilizando nitrogênio puro como gás de plasma.

Comparando-se os resultados obtidos com  $N_2$  (experimento 1 – 60V, experimento 2 – 65V) com o experimento 2 da Tabela III (36V) obtido com argônio, pode se dizer que o aumento na tensão é, provavelmente, devido à necessidade de uma maior energia para dissociar e ionizar as moléculas de nitrogênio do que as de argônio. Esse maior valor de tensão não indica um arco elétrico maior para nitrogênio, pois devido às contaminações do nitrogênio que alteram as características da superfície, o arco elétrico é extremamente curto, quase perpendicular aos eletrodos. O aumento da velocidade e, conseqüentemente, a redução da taxa de erosão ocorrem devido a um decréscimo da força de resistência aerodinâmica; ou seja, a densidade do gás é menor e a temperatura do plasma de nitrogênio maior do que de argônio [2], que facilitam a movimentação do arco elétrico; e um decréscimo na força de resistência da superfície, já que há um decréscimo na função de trabalho devido à contaminação da superfície, aumentando a taxa de emissão de elétrons, resultado da adsorção e/ou reação de nitrogênio com o cobre que está fundido (região do arco) que, rapidamente, se solidifica após a passagem do arco. Quando o arco passa novamente, a emissão de elétrons é facilitada e a quantidade de material que é removida é pequena, fazendo com que a taxa de erosão seja baixa.

Essas alterações diminuem o tempo de residência do arco em um mesmo local, facilitando a sua movimentação (maior velocidade) e, conseqüentemente, reduzindo a taxa de erosão, como se pode observar através da comparação entre os resultados do experimento 2 da Tabela III (7,6  $\mu$ g/C e 16 m/s) em experimentos com argônio e do experimento 1 da Tabela VI (2,2  $\mu$ g/C e 100 m/s), com N<sub>2</sub>.

De acordo com o que foi descrito nos itens 5.2.1, 5.2.2, 5.2.3, pode-se observar na Figura 32 a variação das taxas de erosão do catodo e da velocidade do arco elétrico para os diferentes tipos de experimentos conduzidos sob atmosfera de gases puros. Essa Figura mostra que o uso de gases poliatômicos, como também gases inertes com densidades diferentes e a presença de contaminantes nesses gases alteram as características da superfície do catodo causando alterações nos parâmetros anteriormente mencionados, ou seja, a presença de contaminantes diminui a função de trabalho da superfície, que aumenta a taxa de emissão de elétrons, diminuindo o tempo de residência do arco, aumentando a velocidade do arco e diminuindo a taxa de erosão.

## **5.3 Misturas Gasosas**

#### 5.3.1 Argônio + Nitrogênio

Como relatado por outros pesquisadores [1, 2, 32], a adição de pequenas porcentagens de gases poliatômicos a gases nobres causa grandes variações na velocidade, na voltagem e na movimentação do arco, quando comparados com experimentos utilizando gases inertes puros. Como sugerido por outros pesquisadores [1,2], isso indica que um efeito ocorre na superfície, ou seja, os gases poliatômicos, possivelmente, contaminam a superfície do catodo de cobre e afetam as características do arco.

Examinando-se os resultados obtidos na Tabela VII, a primeira observação a ser feita é que o uso de nitrogênio industrial ou nitrogênio ultrapuro não causaram diferenças nos resultados de velocidade, erosão e tensão.

Analisando as taxas de erosão e os valores de velocidade dos experimentos 1  $(3,5 \ \mu\text{g/C} e 43 \ \text{m/s})$  e 2  $(3,5 \ \mu\text{g/C} e 44 \ \text{m/s})$  da Tabela VII obtidos com Ar+N<sub>2</sub> juntamente com o experimento 2 da Tabela III (7,6  $\mu\text{g/C} e 16 \ \text{m/s})$  obtido com Ar, pode-se dizer que mudanças ocorrem na superfície do catodo, devido a adição de nitrogênio em argônio, causando, provavelmente, uma redução na função de trabalho, facilitando a emissão de elétrons, diminuindo a força de resistência da superfície, facilitando a movimentação do arco, causando um aumento na velocidade do arco e conseqüentemente diminuindo a taxa de erosão (como mencionado em 5.2.3), corroborando com o observado em [1, 2].

Geralmente, as mudanças na superfície do catodo ocorrem basicamente devido à interação entre o gás de plasma e a superfície do eletrodo. Estas interações podem ser químicas (através da reação química do gás utilizado com a superfície) ou físicas (através da adsorção ou deposição de contaminantes na superfície), formando uma camada, neste caso, de Cu + N<sub>2</sub> na superfície do catodo [1,2].

Examinando agora os experimentos 3 e 4 e comparando-os com os experimentos 1 e 2 da mesma tabela (Figura 33), pode-se dizer que a variação das pequenas porcentagens de nitrogênio adicionadas ao argônio não apresentaram diferenças substanciais, pois após de um certo nível de contaminação não houve variação dos parâmetros analisados, ou seja, ocorre a saturação da superfície do cobre com relação à reação com pequenas porcentagens de nitrogênio, como indica a similaridade entre os valores de velocidade e erosão obtidos.

Variações maiores dos parâmetros irão ocorrer quando houver a adição de grandes porcentagens de nitrogênio (~ 100%), como mostram os resultados da Tabela VI, maior velocidade e menor taxa de erosão, provavelmente devido à maior

diminuição da força de resistência aerodinâmica, o que aumentou a velocidade do arco e conseqüentemente diminuiu a taxa de erosão.

Apesar das diferenças entre os valores de taxa de erosão dos experimentos das Tabelas VII e VI não serem tão grandes, os valores de velocidade e tensão são bem distintos. Uma possível explicação para essa diferença é devido a uma redução da força de resistência aerodinâmica, pois a densidade do gás é menor e também há um aumento na temperatura do mesmo na região do arco. A redução da força de resistência aerodinâmica varia com o aumento da porcentagem de nitrogênio, desse modo, quanto maior a porcentagem de nitrogênio, menor a força de resistência aerodinâmica e maior a velocidade de movimentação do arco. Os altos valores de tensão podem ser explicados pela maior quantidade de energia necessária para dissociar e ionizar as moléculas de nitrogênio.

O nitrogênio não reage com o cobre à temperatura ambiente [33]; desse modo, a possível presença de nitrogênio na superfície do catodo de cobre é explicada através da difusão de íons positivos de nitrogênio na região onde existe cobre líquido. Assim que o nitrogênio é incorporado ele reage com o cobre quente e no momento em que o arco muda para outra posição, a superfície se solidifica rapidamente, encapsulando o nitrogênio [2], alterando as características da superfície e do arco, no momento de sua passagem.

Como pode ser visto na Figura 54 e na Figura 93 abaixo, a coluna do arco é perpendicular aos eletrodos e o "pé do arco" não fica posicionado atrás da coluna do arco, significando que o arco elétrico para estes experimentos é curto, ou seja, baixo tempo de residência do "pé do arco" em um mesmo ponto, maior velocidade de rotação e baixa taxa de erosão.



Figura 93 – Representação esquemática das características físicas do arco elétrico em experimentos realizados com porcentagens de nitrogênio adicionadas ao argônio.

## 5.3.2 Argônio + Oxigênio

O uso de oxigênio adicionado ao argônio como gás de plasma resulta em uma camada de óxido na superfície do catodo, pois praticamente todos os metais quando em contato com oxigênio formam uma camada de óxido na superfície.

Naturalmente, já existe uma fina camada de óxido de cobre na superfície do catodo, devido à exposição do mesmo ao ar atmosférico [1]. Essa camada deve facilitar a emissão de elétrons da superfície do catodo, pois reduz sua função de trabalho, de acordo com [1,2].

Alguns pesquisadores [11, 25, 34] afirmam que a camada de óxido de cobre na superfície do catodo é favorável até uma certa espessura. Camadas finas de óxido em cobre favorecem a emissão de elétrons, enquanto que camadas espessas de óxidos em cobre dificultam a emissão de elétrons, aumentando a taxa de erosão. Por exemplo, a camada fina de óxido que se forma na superfície do catodo naturalmente, favorece a emissão de elétrons, pois durante as primeiras passagens do arco sobre a superfície do catodo (para um experimento com argônio puro) a velocidade do arco é alta, como mostra a linha de velocidade na Figura 94. As passagens subseqüentes do arco removem essa camada de óxido, chegando à superfície de cobre puro, onde a emissão de elétrons é mais difícil, diminuindo a velocidade do arco e aumentando a taxa de erosão.



Figura 94 – Diminuição da velocidade de movimentação do arco em função da remoção da camada de óxido ao longo do tempo.

Nos experimentos realizados neste trabalho, duas concentrações diferentes de oxigênio em argônio foram utilizadas. Comparando os experimentos da Tabela VIII entre si, juntamente com a Figura 35, pode-se observar que o uso de concentrações baixas de oxigênio em argônio não é suficiente para diminuir a força de resistência da superfície (melhor emissão de elétrons), resultando em um aumento na tensão e, conseqüentemente, um aumento na taxa de erosão e um decréscimo na velocidade. Isso, provavelmente, ocorre devido a uma taxa de remoção da camada de óxido maior em relação à taxa de formação do mesmo na superfície do catodo de cobre. O aumento na tensão é causado pela dificuldade da superfície em emitir elétrons, causando um aumento no tempo de residência do "pé do arco" em um mesmo ponto, e um pequeno alongamento do arco.

Aumentando-se a concentração de oxigênio na mistura, há um aumento na velocidade e, conseqüentemente, um decréscimo na taxa de erosão, devido a uma diminuição da força de resistência da superfície, provavelmente devido ao aumento da taxa de formação de óxido em relação à taxa de remoção do mesmo da superfície

do cobre. De acordo com alguns pesquisadores [9] isso também pode ocorrer devido a mudanças na força de resistência aerodinâmica, ou seja, há uma diminuição na densidade do gás devido ao aumento da temperatura e mudanças no peso molecular.

O valor de tensão do experimento 1, Ar+ $0,3\%O_2$ , (45V) é maior do que o experimento 2, Ar + 2,5%O<sub>2</sub>, (38V) (ambos da Tabela VIII) mostrando que o tamanho do arco é um pouco maior para o experimento 1, devido a uma maior força de resistência da superfície; há também um maior tempo de residência do arco em um mesmo ponto, o que causa uma redução na velocidade do arco e um acréscimo na taxa de erosão.

Comparando-se os resultados do experimento 1 (6  $\mu$ g/C, 17 m/s, 45V) e do experimento 2 (4,1  $\mu$ g/C, 24 m/s, 38V) (ambos da Tabela VIII) com o experimento 2 da Tabela III (7,6  $\mu$ g/C, 16 m/s, 38V) pode-se dizer que a adição de pequenas porcentagens de oxigênio ao argônio contaminam a superfície do cobre, reduzindo a função de trabalho da superfície que resulta no aumento da velocidade do arco e na redução da taxa de erosão. As diferenças e semelhanças entre os valores de tensão desses três experimentos podem ser explicadas pela competição entre o tamanho do arco e a energia de dissociação das moléculas. Para o experimento 1 da Tabela VIII (45V), o aumento na tensão ocorre devido a necessidade de maior energia de dissociação das moléculas de oxigênio. Para o experimento 2 da Tabela VIII (38V), esse valor de tensão é obtido com a redução do tamanho do arco, devido a adição de uma maior quantidade de oxigênio ao argônio. A semelhança entre os valores de tensão dos experimentos 2 da Tabela VIII e 2 da Tabela III é, possivelmente, coincidência.

Nas Figuras 55 e 56 é possível observar as características do arco para os experimentos 1 e 2 da Tabela VIII, respectivamente. Em ambos os experimentos obtiveram-se arcos mais curtos, comparando-os com arcos obtidos em experimentos realizados com argônio puro.

## 5.4 Ligas de Cobre

Existem diversos materiais, além do cobre, com potencial para serem utilizados como eletrodos de tocha de plasma.

Os materiais compostos por ligas de cobre são os mais favoráveis a serem utilizados como eletrodos de tocha de plasma de arco não transferido [35].

A liga monel, ou liga cobre níquel 90/10 foi a escolhida para ser estudada neste trabalho, devido à suas seguintes vantagens: resistência à alta temperatura e a corrosão, excelentes condutibilidades térmica e elétrica, resistência a oxidação e pode ser facilmente encontrada para ser comprada na forma de tubos ou tarugos [36].

A Tabela IX mostra os resultados obtidos utilizando a liga Cu/Ni 90/10 como material de catodo e diferentes gases de plasma.

Analisando os experimentos 1, Ar industrial em Cu/Ni (3,9  $\mu$ g/C, 37 m/s, 30V) e 2, Ar ultra-puro em Cu/Ni (4,3  $\mu$ g/C, 26 m/s, 34 V) da Tabela IX e comparando-os com os experimentos 1, Ar industrial em Cu (4,4  $\mu$ g/C, 49 m/s, 36V) e 2, Ar ultra-puro em Cu (7,6  $\mu$ g/C, 16 m/s, 38V) da Tabela III, pode-se dizer que ambos os experimentos 1 das Tabelas III e IX (foram realizados com argônio industrial) tiveram resultados semelhantes, mostrando que os contaminantes provindos do gás também alteram as características da superfície do catodo de liga de Cu/Ni (força de resistência da superfície e função de trabalho), favorecendo a velocidade do arco e apresentando taxa de erosão reduzida.

Examinando-se os experimentos de número 2 das Tabelas III e IX, pode-se dizer que os resultados obtidos com a liga Cu/Ni foram mais favoráveis, devido ao aumento na velocidade do arco e, conseqüentemente, uma redução na taxa de erosão. Isso mostra que uma pequena porcentagem de níquel incorporada ao catodo de cobre favorece o tempo de vida do catodo, operando em atmosfera de argônio puro,

possivelmente devido ao alto ponto de fusão do níquel ou pela redução da função de trabalho do cobre, por se tratar de uma liga.

Devido a liga Cu/Ni 90/10 apresentar, teoricamente, resistência a oxidação, foram realizados experimentos com oxigênio adicionados ao argônio, cujos resultados estão apresentados na Tabela IX nos experimentos 3 e 4.

Comparando-se o experimento 3 (5,5  $\mu$ g/C, 22 m/s, 40V) e experimento 4 (7,7  $\mu$ g/C, 19 m/s, 36v) e seguindo a mesma analogia utilizada com os experimentos da Tabela VIII, pode-se dizer que o uso de baixas concentrações de oxigênio em argônio não é suficiente para diminuir a força de resistência da superfície dessa liga, resultando em um decréscimo na velocidade e um aumento na taxa de erosão, como mostra a Figura 38. Isso ocorre, provavelmente, devido à taxa de formação de óxido na superfície do catodo ser inferior a taxa de remoção do mesmo. Desse modo, um pequeno aumento da quantidade de oxigênio na mistura, diminui a força de resistência da superfície (devido à contaminação), favorecendo um aumento na taxa de formação de óxido na taxa de erosão, provavelmente devido a um aumento na taxa de formação de óxido na superfície do catodo, tornando-a maior do que a taxa de remoção do mesmo.

Comparando-se os valores de erosão, velocidade e tensão do experimento 3 (5,5  $\mu$ g/C, 22 m/s, 40V) e do experimento 4 (7,7  $\mu$ g/C, 19 m/s, 36v) da Tabela IX com os experimentos 1 (6  $\mu$ g/C, 17,5 m/s, 45V) e 2 (4,1  $\mu$ g/C, 24 m/s, 38V) da Tabela VIII pode-se observar que a liga Cu/Ni apresentou resultados de erosão maiores do que o cobre puro, em experimentos realizados com oxigênio adicionado ao argônio. Apesar dessa liga apresentar boa resistência à oxidação, uma possível explicação para esses resultados é que devido ao níquel ser resistente à oxidação, apenas a parte constituinte de cobre da liga é oxidada, facilitando a emissão de elétrons (conforme mencionado no item 5.3.2), tendo a parte constituinte de níquel, possivelmente, uma maior taxa de remoção de material pelo arco.

Nas Figuras 57 e 58, podem ser vistas as características físicas do arco elétrico para os experimentos 3 e 4 da Tabela IX. Ambos apresentam arcos curtos, indicando que o tempo de residência do arco em um mesmo ponto não é alto, mas o suficiente para gerar uma alta taxa de erosão (comparada com experimentos realizados com argônio puro). É possível que o arco apresente tempos de residência diferentes, dependendo da região da liga em que ele está posicionado (cobre ou níquel), é possível que a parte constituinte de níquel da liga tenha maior erosão do que a parte constituinte de cobre, devido à oxidação.

Na Tabela X, estão apresentados os resultados obtidos por absorção atômica, mostrando que a amostra do catodo analisada após o ensaio contém menos níquel do que a amostra analisada antes do ensaio, mostrando que, possivelmente, o arco elétrico em atmosfera oxidante tende a retirar, preferencialmente, o níquel em relação ao cobre.

Analisando agora o experimento 5 da Tabela IX realizado com nitrogênio puro (1,9  $\mu$ g/C, 93m/s e 58V) com o experimento 2 da Tabela VI também realizado com nitrogênio puro (1,7  $\mu$ g/C, 103,6 m/s e 65V), pode-se dizer que os resultados obtidos foram similares, mostrando que quando nitrogênio é utilizado como gás de plasma, independente do material que está sendo utilizado como catodo (cobre puro ou liga de cobre), ele reage com a superfície do material facilitando a emissão de elétrons, ou seja, diminuindo a função de trabalho e a força de resistência da superfície, como mencionado nos itens 5.1, 5.2.3 e 5.3.1. As pequenas diferenças nos valores de tensão são devidas a diferenças nos tempos de residência do arco para cada experimento. Para o experimento realizado com a liga Cu/Ni, a tensão é um pouco menor do que para o cobre puro, possivelmente devido a uma pequena redução da função de trabalho da superfície da liga que contém níquel.

Nas Figuras 39 e 41, estão apresentadas as variações das taxas de erosão e das velocidades para os diferentes experimentos conduzidos sob atmosfera de gases puros (inertes e poliatômicos) e misturas gasosas. Para catodos de Cu/Ni, a relação entre a taxa de erosão e a velocidade do arco é dada por :

## $E \alpha Vel^{-0,8}$

indicando que a velocidade é inversamente proporcional à taxa de erosão. Desse modo, o uso de gases inertes com contaminantes em sua composição, ou a mistura de gases inertes com poliatômicos, como também o uso de gases poliatômicos puros alteram as características da superfície do catodo, causando a variação dos parâmetros que estão sendo analisados (velocidade de movimentação do arco e taxa de erosão do catodo).

## 5.5 Tipos de cobre

Nos experimentos conduzidos neste trabalho foram utilizados três tipos diferentes de cobre. Todos foram certificados como cobre eletrolítico e suas composições podem ser vistas nas Tabelas XI, XII e XIII.

Na Tabela XV estão apresentados os resultados obtidos utilizando os três tipos de cobre, todos realizados em atmosfera de argônio ultrapuro.

Os experimentos 1 (4,5  $\mu$ g/C, 41 m/s, 39V) e 2 (3,9  $\mu$ g/C, 36,7 m/s, 37V), utilizando o cobre tipo 1, obtiveram baixas taxas de erosão e altas velocidades. Como esses experimentos foram conduzidos em atmosferas de argônio ultrapuro e foi utilizado o material certificado como cobre eletrolítico, os valores de velocidade deveriam ser menores e, conseqüentemente, os valores de taxa de erosão deveriam ser maiores do que os obtidos.

Uma possível justificativa para o comportamento desse ensaio é a grande quantidade de contaminantes no cobre. A Tabela XI mostra a composição do cobre tipo 1. Esse material contém aproximadamente 1% de alumínio em sua composição. Como a análise realizada para essa amostra foi semi-quantitativa, os valores obtidos não são exatos, devendo ser considerados apenas qualitativamente. O alumínio tem a função de trabalho (Tabela I), menor que o cobre, sendo assim, como ele está incorporado no cobre, a emissão de elétrons é facilitada, o que diminui a força de resistência da superfície e aumenta a velocidade do arco elétrico.

Na Figura 59, é possível observar as características físicas do arco. O arco apresenta um alongamento, permanecendo o "pé do arco" atrás da coluna do arco. O arco é alongado devido à força do campo magnético que o empurra forçando a movimentação.

Essas características não são coniventes com os resultados obtidos.Uma possível explicação para isso é que as altas velocidades ocorrem devido ao baixo tempo de residência do arco em um mesmo local, devido à presença de alumínio na composição do cobre. O alongamento do arco é obtido quando está posicionado sobre uma região de cobre puro do catodo, onde a força de resistência da superfície é maior, ou seja, a taxa de emissão de elétrons é menor, aumentando o tempo de residência e, conseqüentemente, a força magnética tende a forçar o arco a se movimentar, alongando-o.

Com os resultados das análises realizadas com ICP (Tabela XIV) no catodo de cobre tipo 1, antes e depois do ensaio, é possível observar que o arco elétrico retira preferencialmente o alumínio, em relação ao cobre, devido a suas características mais favoráveis a emissão de elétrons e seus pontos de fusão e evaporação mais baixos, o que causou as alterações nos resultados de taxa de erosão, velocidade e tensão.

Um outro aspecto observado no catodo de cobre tipo 1, depois do ensaio, é a difusão (termomigração [37 e 38]) de alumínio do lado mais frio do catodo para o mais quente (região de passagem do arco), ou seja, do substrato para a superfície, o que fez com que as taxas obtidas durante os ensaios fossem constantes, pois o alumínio estava sendo retirado constantemente da superfície pelo arco elétrico. Esse aspecto foi observado através da análise por ICP de várias camadas com profundidades diferentes do catodo na região de passagem do arco, cujos resultados podem ser vistos na Tabela XIV.

De acordo com os resultados apresentados na Tabela XIV, até 0,4 mm da profundidade da amostra houve a termomigração do alumínio, que equivale à faixa onde houve aquecimento (recristalização), como mostram as Figuras 76 à 81.

Abaixo de 0,4 até 0,8 mm, não houve termomigração ou difusão de alumínio, pois a temperatura nesse ponto da estrutura já deve ser baixa, devido à excelente condutibilidade térmica do cobre.

As alterações causadas pela presença de alumínio na superfície do catodo de cobre foram favoráveis a redução da taxa de erosão, aumentando o tempo de vida do catodo.

Os experimentos 3 (9  $\mu$ g/C, 16,7 m/s, 38V) e 4 (7,6  $\mu$ g/C, 16,3 m/s, 39V) foram realizados com cobre tipo 2 e apresentaram resultados mais próximos dos obtidos por outros pesquisadores (13,5  $\mu$ g/C, 2 m/s e 40V) [1,2]. As diferenças ainda existentes entre os experimentos realizados aqui e os da literatura podem ser explicadas pela presença de contaminantes em sua composição, como mostra a Tabela XII. Os contaminantes se apresentam em menor concentração, sendo ainda o suficiente para alterar os valores de erosão e velocidade do arco.

Os experimentos 5 (3,1  $\mu$ g/C, 50 m/s, 37V) e 6 (3,5  $\mu$ g/C, 55 m/s, 37 V) foram realizados com cobre tipo 3, cuja composição é mostrada na Tabela XIII. Os níveis de contaminantes presentes nesse material são menores que os níveis possíveis de detecção do equipamento de fluorescência de raios – x, podendo ser desprezados nesta discussão.

O uso de baixas vazões causa a diminuição da densidade do gás (diminuição da força de resistência aerodinâmica), pois quando o gás injetado passa pelo arco e é aquecido, sua velocidade é baixa ao ponto de não ser substituído pela mesma quantidade de gás frio antes que o arco passe novamente. Como o arco elétrico se move rapidamente, ele passa novamente por aquele ponto onde ainda resta um pouco

de gás quente, devido à baixa vazão, o que facilita a sua movimentação, que acarretou em um aumento na velocidade e, conseqüentemente, um decréscimo na taxa de erosão, como mostram os valores obtidos nos experimentos 5 e 6 da Tabela XV.

Nas Figuras 60 e 61, podem ser vistas as características físicas do arco elétrico para os experimentos 5 e 6 da Tabela XV. Como é possível observar, o "pé do arco" se mantém atrás da coluna do arco, sendo que em alguns momentos ele parece dividir-se em dois. Como o arco dividiu-se em dois durante os experimentos, os valores de velocidade reais são os valores que foram medidos (estão apresentados na Tabela XV) divididos pela metade, pois como foram obtidos dois arcos nos experimentos, o circuito contador contabilizou duas passagens de arco e não dois arcos.

Os resultados obtidos nos experimentos 5 e 6 da Tabela XV são contraditórios com a literatura, pois quanto menor o nível de contaminantes na superfície do catodo, maiores as taxas de erosão. Esses experimentos foram realizados com o anodo constituído de material diferente do catodo, sendo esse material uma possível fonte de contaminação para a superfície do catodo.

Para concluir as investigações sobre o comportamento diferente dos experimentos realizados (comparado com de outros pesquisadores), um anodo foi construído com o mesmo material dos catodos de cobre tipo 3. Os resultados obtidos utilizando esse anodo podem ser vistos na Tabela XVI.

Os experimentos 1 (11,8  $\mu$ g/C, 2 m/s, 44V) e 2 (13,3  $\mu$ g/C, 1,2 m/s, 45V) foram realizados utilizando catodo e anodo constituídos do mesmo material (cobre tipo 3). Os valores de erosão e de velocidade foram muito similares aos obtidos por outros pesquisadores [1]. O baixo valor de corrente foi obtido utilizando uma resistência no sistema, para aproximar ainda mais as condições de operação entre esses experimentos (presentes e os da literatura).

Na Figura 62 pode-se observar as características do arco para o experimento 2. O arco é extenso devido ao seu alto tempo de residência, pois o mesmo fica sobre um mesmo local por longo tempo, sendo esticado pelo campo magnético até se mover para outro local com emissão de elétrons mais favorável, ocasionando um movimento não uniforme.

Os experimentos 3 (4,8  $\mu$ g/C, 16 m/s, 40V) e 4 (4,3  $\mu$ g/C, 27 m/s, 43V), da Tabela XVI, foram realizados utilizando catodo de cobre tipo 2 e anodo de cobre tipo 3. Como é possível observar, houve um aumento na velocidade do arco e conseqüentemente um decréscimo na taxa de erosão devido aos contaminantes existentes na composição do catodo.

Comparando o experimento 2 (catodo e anodo de cobre tipo 3) da Tabela XVI com o experimento 5 (catodo de cobre tipo 3 e anodo de cobre tipo 2) da Tabela XV é possível afirmar que há realmente uma influência do material do anodo no comportamento dos experimentos, ou seja, os contaminantes presentes no material que constitui o anodo são possivelmente transferidos para o catodo causando alterações nas condições da superfície.

Na Figura 52, pode-se observar a variação da taxa de erosão do catodo e da velocidade do arco em função do tipo de gás e do material do catodo e anodo utilizados. A relação entre a taxa de erosão e a velocidade para os diferentes tipos de gases de plasma e materiais dos eletrodos utilizados nos ensaios é dada por:

# $E \alpha Vel^{-0,45}$

Esse gráfico mostra que independentemente da fonte de contaminação, quando o contaminante atinge a superfície do catodo, ele irá causar alterações nas condições da superfície, aumentando o tempo de vida do catodo de tocha de plasma de arco não transferido. Comparando a relação obtida nesse trabalho com a da literatura (E  $\alpha$  Vel<sup>-0,6</sup> (Szente (2)), pode-se dizer que elas são próximas e que a obtida neste trabalho mostra que a taxa de erosão é mais fracamente dependente da velocidade do arco, do que a da literatura, mostrando que a diferença na composição do material dos eletrodos (presença de contaminantes) e eventuais contaminantes em alguns tipos de gases, causam alterações nos parâmetros que regem as condições da superfície, levando a obtenção de diferentes resultados para experimentos conduzidos sob as mesmas condições de operação.

Além disso, a menor dependência da taxa de erosão em relação a velocidade do arco indica que a variação da taxa de erosão dependo mais fortemente do aquecimento da superfície.

#### 5.6 Caracterização dos materiais

Nas Figuras 63 à 74 foi feita a caracterização da superfície dos catodos antes e depois de cada tipo diferente de ensaio realizado. Essas Figuras são as micrografias da superfície do catodo em diferentes aumentos. Em todas elas pode-se observar que houve a fusão da superfície, o que causou a erosão da superfície do eletrodo, sendo umas mais intensas do que outras, dependendo do tipo de ensaio realizado, corroborando com os resultados obtidos.

Com relação à caracterização da secção desses materiais, pode-se observar nas Figuras 75 e 76 a amostra da secção do catodo de cobre tipo 1 antes e depois do ensaio com argônio ultra-puro.

Nas Figuras 77, 78 e 79, pode-se observar a profundidade do aquecimento do catodo de cobre, exatamente sobre a região de passagem do arco (região mais profunda da Figura 76), pois é a região onde houve recristalização e crescimento de grão.

A Figura 80 mostra a profundidade da região recristalizada em uma região um pouco afastada da região da passagem do arco, onde pode-se observar que a profundidade dessa região é menor, pois o número de passagens do arco por essa região diminui, diminuindo, então, o aquecimento.

A Figura 81 mostra que na primeira faixa da amostra (10  $\mu$ m ou 0,01mm de comprimento), a temperatura alcançada foi a temperatura de fusão (1083 °C), pois fundiu a superfície e pode-se observar que não existem grãos e sim uma destruição da estrutura.

A segunda faixa que aparece na Figura 81 é a faixa onde ocorre a recristalização, com 119  $\mu$ m (0,119mm) de comprimento, pois pode-se observar que houve nucleação e crescimento de grão. A temperatura nessa faixa ficou em torno de 650°C.

Logo abaixo da faixa recristalizada, pode-se observar que a estrutura permanece a original (encruada, com grãos alongados), pois, como o cobre tem uma excelente condutibilidade térmica, a temperatura em uma face do tubo está maior ou igual a 1083°C e na outra está a 25 °C, tendo então um gradiente de temperatura decrescente em uma espessura muito fina (1,65 mm). Abaixo de 127µm a partir da superfície, a temperatura fica em torno de 25 °C, e as características da estrutura do metal permanecem inalteradas.

Na Figura 82 é apresentada a micrografia da secção do catodo de cobre tipo 1 após experimento com hélio puro na região de passagem do arco. Pode-se observar nessa figura que não há evidências de um grande aquecimento da superfície, pois não existem sinais de uma fusão expressiva da superfície, nem sequer recristalização e crescimento de grãos nas camadas mais próximas à superfície, mostrando que não houve grande erosão (perda) do material por aquecimento local, o que corrobora com os resultados de erosão obtidos. Nas Figuras 83 e 84 pode-se observar que houve recristalização apenas na região de maior número de passagens do arco, o que mostra que para o experimento realizado com nitrogênio puro como gás de plasma, o arco elétrico se espalha ao longo da superfície do catodo o que aumenta a velocidade de sua movimentação além de a temperatura na superfície ser menor do que para os experimentos utilizando argônio puro ou misturas de argônio com outros gases (valores de erosão para esses experimentos maiores) corroborando com os resultados de erosão obtidos.

As micrografias da secção do catodo de cobre-níquel antes e depois do ensaio podem ser vistas nas Figuras 85 e 86. Nessas figuras pode-se observar que esse material já apresenta uma estrutura de grãos recristalizados (devido a esse material já ter sofrido um tratamento térmico em seu processamento) que não se modificou após o ensaio. Na Figura 87 é possível observar a região de passagem do arco e que não houve nenhuma modificação da estrutura devido ao aquecimento pelo arco elétrico, ou seja, não houve fusão da superfície. Isso provavelmente ocorreu por esse material ser uma liga e apresentar propriedades diferentes, como maior resistência a altas temperaturas.

Nas Figuras 88, 89 e 90 são apresentadas as micrografias da secção do catodo de cobre tipo 3 antes do ensaio.

Nessas figuras pode-se observar que esse material apresenta uma estrutura de grãos diferentes dos apresentados anteriormente, possivelmente por esse catodo ter sido usinado a partir de um tarugo.

Comparando-se a Figura 88 com as Figuras 89 e 90 pode-se observar que há uma alteração dos grãos mais próximos à superfície, tendo eles possivelmente sofrido recristalização e crescimento de grão. Esse material apresenta grãos recristalizados muito maiores do que os grãos recristalizados dos outros materiais, indicando que nesse material o aquecimento da superfície do catodo foi maior, causando um maior crescimento de grão e conseqüentemente uma maior taxa de erosão, corroborando com os resultados obtidos. Com relação à dureza dos diferentes tipos de cobre, antes e depois de cada ensaio, a dureza diminui conforme o grau de recristalização do material aumenta. A medida de dureza é feita em alguns microns da superfície do catodo, com a mesma profundidade da região onde ocorreu a recristalização, ou seja, onde houve aquecimento. A Tabela XVII mostra que realmente houve recristalização da superfície, devido à redução da dureza do material depois do ensaio.

## 6. CONCLUSÕES

Neste trabalho foi construído um equipamento para estudar as características de possíveis materiais para serem utilizados como eletrodos de tocha de plasma de arco não transferido.

Este equipamento foi utilizado para simular as condições de operação de uma tocha de plasma, como também obter as medições dos parâmetros necessários para análise dos experimentos, como tensão, velocidade do arco elétrico e taxa de erosão, além de ser possível a observação das características físicas da movimentação do arco elétrico, como também registrar essas características através de fotografias obtidas por uma câmera de alta velocidade.

Todos os experimentos foram conduzidos por, pelo menos, três vezes sob as mesmas condições, para dar maior confiança aos dados obtidos.

A erosão do catodo é, principalmente, causada pela incapacidade do catodo em dissipar o calor localizado causado por uma pequena e intensa fonte de calor (o "pé do arco").

Os resultados mostram que as variações das taxas de erosão dependem das condições da superfície.

As condições da superfície podem variar de acordo com a composição original do material, que pode ter uma certa quantidade de contaminantes que alteram suas características (função de trabalho, força de resistência da superfície) favorecendo a emissão de elétrons, como também pode ser alterada através do uso de gases de plasma compostos por misturas de gases poliatômicos com gases inertes (concentração e tipo de gás adicionado também influem), que contaminam a superfície, alterando suas características originais, além de causar alterações na densidade do gás (força de resistência aerodinâmica), favorecendo a movimentação do arco. A composição do material utilizado no anodo também influi nos resultados de taxa de erosão.

A intensidade do campo magnético é um outro fator que influi na velocidade de movimentação do arco elétrico, pois quanto maior a intensidade do campo magnético, maior será a força exercida no arco elétrico, forçando-o a se movimentar, aumentando a sua velocidade.

Especificamente, neste trabalho, foram obtidos os seguintes resultados:

- As taxas de erosão foram mais baixas para catodos de cobre que continham algum tipo de contaminante em sua composição (alumínio, níquel), conduzidos em experimentos sob atmosfera de argônio ultrapuro.
- Também foram obtidas baixas taxas de erosão em catodos de cobre conduzidos em experimentos sob atmosfera de argônio industrial.
- 3) Os altos valores de taxa de erosão foram obtidos em catodos e anodos de cobre tipo 3 (provindos do Canadá, não possuíam quantidades expressivas de contaminantes) conduzidos em experimentos sob atmosfera de argônio ultrapuro.

Desse modo, o tipo de material utilizado nos eletrodos e o tipo de gás utilizado como gás de plasma controlam principalmente as condições da superfície, conseqüentemente controlando as variações das taxas de erosão.

4) Também foi observado que o aquecimento da superfície causado pelo arco elétrico é muito intenso apenas nas primeiras camadas do catodo, causando alterações na estrutura do material como recristalização e crescimento de grão. As camadas mais abaixo da superfície têm sua estrutura mantida intacta, devido ao cobre ser um excelente condutor de calor. Desse modo, a taxa da erosão também varia com a intensidade do aquecimento da superfície, pois como se pôde observar, os materiais que tiveram maior taxa de erosão apresentaram grãos recristalizados, profundidade e largura da faixa de recristalização grandes (devido ao maior aquecimento) e os que apresentaram taxas de erosão menores apresentaram grãos recristalizados, profundidade e largura da faixa de recristalização menores apresentaram grãos recristalizados, profundidade e largura da faixa de recristalização menores apresentaram grãos recristalizados, profundidade e largura da faixa de recristalização menores (menor aquecimento).

## **REFERËNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

[1] Szente, R.N.; "Cathode Erosion in Magnetically Rotated Arcs"; Tese de Mestrado, McGill University, Montreal, Canadá; 1986.

[2] Szente, R.N.; "Erosion of Plasma Torch Electrodes", Tese de Doutorado, McGill University, Montreal, Canadá; 1989

[3] Reid, K.J; Camacho, S. L.; "Historical Review", Plasma Technology in Metallurgical Processing, A publication of the Iron Stell Society, 1987, pp 5-9, U.S.A.

[4] Pfender, E.; Boulos, M.; Fauchais, P.; "Physical and Thermodynamic Properties of Thermal Plasmas", Plasma Technology in Metallurgical Processing, A publication of the Iron Stell Society, 1987, pp 11-26, U.S.A.

[5] Pfender, E.; Boulos, M.; Fauchais, P.; "Methods and Principles of Plasma Generation", Plasma Technology in Metallurgical Processing, A publication of the Iron Stell Society, 1987, pp 27-47, U.S.A.

[6]Boulos, M. I.; Fauchais, P.; Pfender, E.; Thermal Plasmas, Fundamentals and Applications, Vol 1, Plenum Press – New York and London, 1994, pp 1-49.

[7]Goldston, R. J.; Rutherford, P. H.; Introduction to Plasma Physics, Institute of Physics Publishing Bristol and Philadelphia, 2000, pp 1-17.

[8] Mogensen, P.; Thörnblom, J.; "Electrical and Mechanical Technology of Plasma Generation and Control", Plasma Technology in Metallurgical Processing, A publication of the Iron Stell Society, 1987, pp 65-76, U.S.A.

[9] Casado, E.; Colomer, V.; Serrano, E. M.; "Study of erosion of Binary Cathodes of Plasma Arcs"; Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Symposium on Plasma Chemistry, 2001, pp 1039-1044, Praga, República Tcheca.

[10] Porto, D. R.; Kimblin, C. W.; Tuma, D.T.; "Experimental observations of cathode spot surface phenomena in the transition from a vacuum metal-vapor arc to a nitrogen arc", Journal of Applied Physics. 53 (7), julho, 1982, pp 4740-4749, Menesha.

[11]Meunier, J.L.; Vacquié, S.; Munz, R. J.; "Spectroscopy Study of a Magnetically rotating Arc between Copper Electrodes in Contaminated Argon", Plasma Chemistry and Plasma Processing, Vol 12, n.1, 1992, pp 1-16, New York, USA.

[12]Munz, R.J.; Habelrih, M.; "Cathode Erosion on Copper Electrodes in Steam, Hydrogen and Oxygen Plasmas", Plasma Chemistry and Plasma Processing, vol.12, n.2, 1992, pp 203-218, New York, USA.

[13] Iwata, M.; Shibuya, M.; "Effects of Arc Current and Electrode Size on Electrode Erosion in AC Plasma Torches", Electrical Engineering in Japan, Vol 124, n.4, 1998, pp 10-17, New York, USA.

[14] Solymar, L.; Walsh, D.; Lectures on the Electrical Properties of Materials, Clarendon Press – Oxford, 1970, pp 98-117.

[15] Hummel, R. E.; Electronic Properties of Materials, An Introduction for Engineers, Springer – Verlag, 1985, pp 67-134

[16] Knapp, A. G.; "Surface Potencials and their Measurement by the Diode Method", Surface Science, Vol. 34, 289-316, 1973, Amsterdam.

[17] Fowler, R. H.; Nordheim, L. W.; Proceedings Royal Society London Ser a119, 173-181, 1928, London. [18] Murphy, E. L.; Good Jr., R. H.; "Thermionic Emission, Field Emission and the Transition Region", Physical Review, Vol 102, n.6, junho, 1956, pp1464-1473, Woodburg.

[19] Szente, R. N., Drouet, M. G., Munz, R. J.; "Current distribution of an electric arc at the surface of plasma torch electrodes", J. Appl. Phys. 69 (3), 1 Feb 1991, pp 1263-1268, Menesha.

[20] Prock, J.; "Time Dependent Description of Cathode Crater Formation in Vacuum Arcs", Institute of Electrical and Electronics Engineers Transactions on Plasma Science, Vol PS-14, n.4, 1986, pp 482-496, New York, USA.

[21] Hantzche, E.; "On the heat sources of the arc cathode spot", Plasmaphysick, Vol2, 1979, pp 59-79

[22] Mitterauer, J.; Till, P; "Computer simulations dynamics of plasma surface interact in vacuum arc cathode spots", IEEE Trans. Plasma Science, Vol PS-15, n.5, 1987, pp 488-500, New York, USA.

[23] Hitchcock, A. H.; Guile, A. E.; "The effect of rotating arc velocity on copper cathode erosion", Journal of Physics D: Applied Physics, Vol 7, pp 597-606, 1974, Great-Britain

[24] Hitchcock, A. H.; Guile, A. E.; "Effect of water cooling on the copper cathode of a rotating arc", Proceedings of the Institution of Electrical Engineers, Vol 122, n.5, pp 579-580, May 1975, New York, USA.

[25] Hitchcock, A. H.; Guile, A. E.; "Effect of copper-oxide thickness on the number and size of arc-cathode emitting sites", Proc. IEE, Vol 124, n.5, pp 488-492, May 1977, New York, USA.

[26] Metals Handbook ASM (American Society of Metals), Vol 1, Properties and Selection of Metals, 8<sup>th</sup> edition, January, 1975, Metals Park, Ohio, pp 960

[27]ASTM Especification for High Conductivity Tough-Pitch Copper Refinery Shapes : B 5 – 00 Philadelphia, USA, 2002

[28] ASTM Classification for Coppers: B 224 – 98 Philadelphia, USA, 2002

[29] Netto, Azevedo; "Manual de Hidráulica", ed. Edgar Blücher, 7<sup>a</sup> edição, 1994, Brasil.

[30] Szente, R. N.; Munz, R. J.; Drouet, M. G.; J. Phys. D: Appl. Phys. 23, 1193 – 1200 (1990), London.

[31] Szente, R. N.; Munz, R. J.; Drouet, M. G.; Plasma Chem. Plasma Proc. 12, 327 – 343, (1992), New York, USA.

[32] Szente, R. N.; Munz, R. J.; Drouet, M. G.; Plasma Chem. Plasma Proc. 9, 121-132 (1989), New York, USA.

[33]Heskett, D.; Baddorf, A.; Plummer, E. W.; "Nitrogen induced reconstruction of Cu (110): formation of a surface nitride", Surface Science, Vol 30, n. 6, 3124 – 3130 (1984), Amsterdam.

[34] Guile, A. E.; Jüttner, B.; "Basic erosion process of oxidized and clean metal cathodes by electric arcs"; IEEE Trans. Plasma Science, vol PS-8, n.3, pp 259-269, setembro 1980, New York, USA.

[35] Munz, R. J.; Kwak, J. E.; "The behavior of Titanium, Stainless Steel, and copper-nickel alloys as plasma torch cathodes"; Plasma Chem Plasma Proc 16, n.4, pp 577 – 603, (1996), New York, USA.

[36] http:// www.infomet.com.br/h\_niquel.php - 20/09/2002

[37] Butrymowics, D. B.; Manning, J. R.; Read, M. E.; "Diffusion Rate Data and Mass Transport Phenomena for Copper Systems", INCRA Series on The Metallurgy of Copper, 1977.

[38] Padilha, A. F. ; "Materiais de Engenharia, Microestrura e Propriedades", 1997,São Paulo, Brasil

[39] Brooks, C. R.; "Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys", 1982, American Society for Metals, Metals Park, Ohio

[40] Coutinho, T. A.; "Metalografia de Não-Ferrosos, Análise e Prática", 1980, pp41-79, ed Edgard Blücher, São Paulo, Brasil.

[41] Rigaku Industrial Corporation, Application Laboratory, "Análises químicas por espectrometria de Fluorescencia de raios-X", Osaka, Japan.

[42] Torres, D. M., "Espectrometria por emissão óptica de plasma", Anacom Científica, 2ª edição, agosto de 1995.

[43]

http://hiq.aga.com.br/International/Web/LG/Br/likelgspgbr.nsf/DocByAlias/anal\_abs

[44]

http://hiq.aga.com.br/International/Web/LG/Br/likelgspgbr.nsf/DocByAlias/anal\_icp

ANEXO A

# CÁLCULOS DE PERDA DE CARGA DA CÂMARA E SEUS CONSTITUINTES

• Cálculo da perda de carga na câmara

Utilizou-se as equações A.1 e A.2 de Fair-Whipple-Hsiao, que são válidas para tubulações de pequeno diâmetro [29].

Para tubulações de aço galvanizado e água fria:

$$J = 0.002021 \frac{Q^{1,88}}{D^{4,88}} \quad (A.1)$$

Para tubulações de cobre ou latão e água fria

$$J = 0,000874 \frac{Q^{1,75}}{D^{4,75}} \quad (A.2)$$

Onde:

Q=vazão em l/min; D=diâmetro em m; J= perda de carga em m/m.

1) Perda de carga nas paredes da câmara:

R=136,5mm r=127mm

$$A = \pi (R^2 - r^2) \Longrightarrow A = (136, 5^2 - 127^2) \Longrightarrow A = 7864, 2 mm^2$$
$$A = \frac{\pi D^2}{4} \Longrightarrow \pi D^2 = 7864, 2 \times 4 \Longrightarrow D = 100,06 \ mm \Longrightarrow D = 0,1 \ m$$

$$Q = 10 l / \min \Rightarrow \frac{0.01 m^3}{60 s} \Rightarrow 1.6 * 10^{-4} m^3 / s$$

Onde o valor Q é igual a pressão na água do Laboratório de Plasma do IPT.

As paredes são de aço-inox; supondo aço-galvanizado temos:

$$J = 0,002021 \frac{Q^{1.88}}{D^{4.88}} \Longrightarrow J = 0,002021 \frac{(1.6 \times 10^{-4})^{1.88}}{0.1^{4.88}} \Longrightarrow J = 1,12 \times 10^{-5}$$
$$J = 1,12 \times 10^{-5} \times h \Longrightarrow J = 1,12 \times 10^{-5} \times 0,36 \Longrightarrow$$

$$J = 4,03 * 10^{-6} mca$$

Onde:

R e r =raio em m; A=área em m<sup>2</sup>; h=altura em m;

2) Perda de carga no suporte do catodo:

## R=70mm r=25mm

$$A = \pi (R^2 - r^2) \Longrightarrow A = \pi (70^2 - 25^2) \Longrightarrow A = 13430,3 mm^2$$
$$A = \frac{\pi D^2}{4} \Longrightarrow 13430,3 \times 4 = \pi D^2 \Longrightarrow D = 130,7 mm \Longrightarrow D = 0,13 m$$

O suporte do catodo é de bronze, supondo cobre temos:

$$J = 0,000874 \frac{Q^{1,75}}{D^{4,75}} \Rightarrow J = 0,000874 \frac{(1.6 * 10^{-4})^{1,75}}{0,13^{4,75}} \Rightarrow J = 3,21 * 10^{-6}$$
$$J = 3,21 * 10^{-6} \times h \Rightarrow J = 3,21 * 10^{-6} \times 0,1 \Rightarrow$$

 $J = 3,21 * 10^{-7} mca$ 

3) Perda de carga na parte refrigerada da flange inferior

R=118mm r=53mm

$$A = \pi (R^2 - r^2) \Longrightarrow A = \pi (118^2 - 53^2) \Longrightarrow A = 34918,8 mm^2$$
$$A = \frac{\pi D^2}{4} \Longrightarrow 34918,8 \times 4 = \pi D^2 \Longrightarrow D = 210 mm \Longrightarrow D = 0,21 m$$

A flange inferior é de aço-inox, supondo aço galvanizado temos:

$$J = 0,002021 \frac{Q^{1,88}}{D^{4,88}} \Longrightarrow J = 0,002021 \frac{\left(1,6*10^{-4}\right)^{1,88}}{0,21^{4,88}} \Longrightarrow J = 2,9*10^{-7}$$
$$J = 2,9*10^{-7} \times h \Longrightarrow J = 2,9*10^{-7} \times 0,005 \Longrightarrow$$

 $J = 1,5 * 10^{-9} mca$ 

4) Perda de carga no anodo:

Tubo de cobre de 3/8"

$$J = 0,000874 \frac{Q^{1.75}}{D^{4.75}} \Rightarrow J = 0,8$$
$$J = 0,8 \times h \Rightarrow J = 0,8 \times 0,2 \Rightarrow J = 0,16mca$$

Fora do tubo de 3/8"

R=5/8"=0,016m R=0,009525

$$A = \pi (R^{2} - r^{2}) \Rightarrow A = \pi (0,016^{2} - 0,009525^{2}) \Rightarrow A = 5,2*10^{-4} m^{2}$$

$$A = \frac{\pi D^{2}}{4} \Rightarrow 5,2*10^{-4} \times 4 = \pi D^{2} \Rightarrow D = 2,6*10^{-2} m$$

$$J = 0,000874 \frac{Q^{1,75}}{D^{4,75}} \Rightarrow J = 0,000874 \frac{(1,6*10^{-4})^{1,75}}{(2,6*10^{-2})^{4,75}} \Rightarrow J = 6,7*10^{-3}$$

$$J = 6,7*10^{-3} \times h \Rightarrow J = 6,7*10^{-3} \times 0,2 \Rightarrow$$

$$J = 1,3*10^{-3} mca$$

*Perda Total no anodo* = 0,1613 *mca* 

Os resultados obtidos de perda de carga mostraram-se aceitáveis, pois seus valores ficaram abaixo do valor da pressão na água do laboratório, que é de 40 mca, permitindo assim que a geometria da câmara adotada inicialmente fosse construída.

ANEXO B

### CÁLCULO DA BOBINA

Cálculo da bobina

Tendo-se os valores de campo magnético (B), corrente (I), comprimento (L) e do ângulo formado com o centro da bobina (α), foi possível calcular o número de espiras da bobina através equação 12, baseada na lei de Biot-Savart [1]:

$$B = \frac{\mu o.I.N}{L} \left(\frac{\cos \alpha 1 + \cos \alpha 2}{2}\right) \quad (12)$$

Tendo-se os valores:

B=0,1 Tesla; I=200 Amperes; L=16 cm;  $\mu o=4\pi . 10^{-7}$ ;

Sabendo-se as dimensões iniciais da bobina (que será colocada do lado externo da câmara de testes) é possível determinar os valores de  $\alpha 1 e \alpha 2$ .



Figura B.1 - Cálculo de x através do Teorema de Pitágoras.

Calcula-se x através do Teorema de Pitágoras (figura – B.1), obtendo-se:

$$x^2 = 8^2 + 18^2$$
$$x = 19,7cm$$

Utilizando x, podemos calcular  $\cos \alpha 1$  :

$$\cos \alpha 1 = \frac{CA}{h} \Rightarrow \cos \alpha 1 = \frac{8}{19,7}$$
$$\cos \alpha 1 = 0,4$$
$$\arccos 0,4 = \alpha 1 \Rightarrow \alpha 1 = 66^{\circ}$$

Sendo  $\alpha 1 = \alpha 2$ , podemos calcular o número de espiras através da equação 12:

$$B = \frac{\mu o.I.N}{L} \left( \frac{\cos \alpha 1 + \cos \alpha 2}{2} \right) \Rightarrow$$
  
$$0,1 = \frac{4\pi . 10^{-7} . 200.N}{0.16} (0,4) \Rightarrow$$
  
$$0,1 = 6.28.10^{-4}.N$$
  
$$N = 159 \ espiras$$

Depois de calculado o número de espiras da bobina, é necessário calcular quantas camadas serão colocadas na mesma, pois esse valor varia de acordo com o diâmetro do tubo que será utilizado. Para evitar um curto-circuito entre as camadas, os tubos de cobre foram encapados com um plástico termoretrátil, sendo necessário considerar a espessura dessa camada nos cálculos. O número de camadas para um tubo de cobre de 3/8":

1 polegada – 2,54 cm 3/8" polegada – 0,9525 cm

Considerando o plástico isolante, o diâmetro do tubo alcança 1,1 cm (figuras – II.2 e II.3).



Figura B.2 – Tubo de cobre de 3/8" coberto com plástico isolante.

De acordo com as dimensões da câmara, foi possível determinar os números de camadas sendo 16 na vertical e 10 na horizontal, como mencionado anteriormente.

• Cálculo do comprimento (Eq. B.1):

Raio médio da bobina => 0,18 + 5.0,011 => 0,235 m

$$l = 2\pi RN \Longrightarrow l = 2\pi 0,235.159 \Longrightarrow l = 235m \quad (B.1)$$

Cálculo do peso:

1m de tubo de cobre com 3/8" -0,123 Kg

235m de tubo de cobre com 3/8" – 29 Kg

• Área efetiva do tubo (figura – B.3) (Eq. B.2):

Diâmetro externo => 9,525 mm => 0,009525 m Parede => 0,79 mm => 0,00079 m



Figura B.3 – Área efetiva do tubo de cobre de 3/8".

$$A = \pi R_E^2 - \pi R_I^2 \quad (B.2)$$

$$R_E = 0,0047625m$$

$$R_I = 0,0039725$$

$$A = \pi (0,0047625)^2 - \pi (0,0039725)^2 \Rightarrow$$

$$A = 2,16.10^{-5}m^2$$

• Cálculo da resistência (Eq. B.3):

$$R = \rho \frac{L}{A} \Rightarrow R = 1,69.10^{-8} \cdot \frac{235}{2,16.10^{-5}} \Rightarrow R = 0,18\Omega \quad (B.3)$$

• Cálculo da tensão (Eq. B.4):

$$R = \frac{U}{I} \Longrightarrow 0.18. \frac{U}{200} \Longrightarrow U = 36V \quad (B.4)$$

ANEXO C

#### CÁLCULOS DA PERDA DE CARGA DA BOBINA

• Bobina sem divisões

De acordo com a fórmula de Fair-Whipple-Hsiao [29], que é para tubulações de pequeno diâmetro é possível calcular os valores de perda de carga no sistema.

• Para tubos de cobre ou latão e água fria utiliza-se a equação C.1:

$$J = 0,000874 \frac{Q^{1,75}}{D^{4,75}} \quad (EqC.1)$$

Sendo o diâmetro interno do tubo D= 0,007945 m e a vazão Q=4,5 l/min = 0,000075  $m^3/s$ , tem -se:

$$J = 0,000874 \times \frac{0,000075^{1,75}}{0,007945^{4,75}} \Longrightarrow J = 0,49mca$$

$$J = 0,49 \times l \Longrightarrow J = 0,49 \times 235 \Longrightarrow J = 115mca$$

 $10mca \rightarrow 1kg$  $115mca \rightarrow 11,5kg$ 

Através dos cálculos de perda de carga na bobina, conclui-se que se a bobina fosse construída sem divisões, sua perda de carga seria alta, causando uma deficiência no fluxo de água para refrigeração da mesma.

Sendo assim, dividindo-se a bobina em cinco partes de 32 espiras cada uma, a perda de carga se torna menor, sendo possível a construção da bobina com o tubo de cobre de 3/8" e permitindo uma refrigeração aceitável.



Figura C.1 – Divisão da bobina em cinco partes.

Cada espira possui 1 cm, portanto, cada parte da bobina terá dois centímetros.Com isso, foi possível calcular a perda de carga em cada parte da bobina.

Cada parte terá 32 espiras, pois terá 16 camadas na vertical e 2 na horizontal. Primeiramente, deve-se encontrar o comprimento de cada parte da bobina.

$$l = 2\pi RN \Rightarrow l = 2\pi 0,202.32 \Rightarrow l = 40,61m$$

$$l = 2\pi RN \Rightarrow l = 2\pi 0,224.32 \Rightarrow l = 45,03m$$

$$l = 2\pi RN \Rightarrow l = 2\pi 0,246.32 \Rightarrow l = 49,46m$$

$$l = 2\pi RN \Rightarrow l = 2\pi 0,268.32 \Rightarrow l = 53,88m$$

$$l = 2\pi RN \Rightarrow l = 2\pi 0,290.32 \Rightarrow l = 58,30m$$

onde:

N= n• de espiras; R= raio da parte da bobina; L= comprimento do tubo a ser utilizado. Após obter os comprimentos de cada parte da bobina, é possível calcular a perda de carga em cada uma.

 $J = 0,49.40,61 \Rightarrow J = 19,9mca$  $10mca \rightarrow 1kg$  $19,9mca \rightarrow 1,99kg$ 

 $J = 0,49.45,03 \Longrightarrow J = 22mca$  $10mca \rightarrow 1kg$  $22mca \rightarrow 2,2kg$ 

 $J = 0,49.49,46 \Rightarrow J = 24,2mca$  $10mca \rightarrow 1kg$  $24,2mca \rightarrow 2,42kg$ 

 $J = 0,49.53,88 \Rightarrow J = 26,4mca$  $10mca \rightarrow 1kg$  $26,4mca \rightarrow 2,64kg$ 

 $J = 0,49.58,30 \Rightarrow J = 28,5mca$  $10mca \rightarrow 1kg$  $28,5mca \rightarrow 2,85kg$ 

Conforme os cálculos acima, é possível concluir que a perda de carga em cada parte da bobina é aceitável, pois seus valores foram abaixo do valor da pressão da água do Laboratório de Plasma do IPT, que é de 40 mca.

ANEXO D

## TÉCNICAS DE ANÁLISE QUÍMICA

#### Espectrometria por Fluorescência de raios-x [41].

A espectrometria de fluorescência de raios x é um método instrumental não destrutivo para análises elementares quantitativas e qualitativas baseado na medida dos comprimentos de onda e intensidades das linhas espectrais emitidas pela excitação secundária dos elementos.

Isto é, o raio x primário irradia a amostra. Pela difração dos raios x secundários, chamados de raios x fluorescentes, através do espectrômetro e pela medida das linhas espectrais secundárias (o fóton emitido para dentro do detector) que têm comprimentos de onda característicos para cada elemento e intensidades relativas a sua concentração, as análises quantitativas e qualitativas podem ser realizadas.

Quando os raios x são irradiados em uma substância (figura D.1), são emitidos os raios x fluorescentes característicos dos elementos contidos na substância. Também, são emitidos raios x espalhados Thompson (elásticos) e raios x espalhados Compton (inelásticos), que são a causa do background do espectro dos raios x fluorescentes.



Figura D.1 – Interação dos raios X com a matéria.

São chamados de raios x fluorescentes os raios x que têm comprimentos de onda característicos dos elementos excitados pelos raios x incidentes irradiados em

uma amostra. Nos raios x fluorescentes, existem linhas da série K, série L, série M, etc., e estas séries são classificadas pelo seu mecanismo original. Em cada série há espectros  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  ...

A figura D.2 mostra o modelo atômico que é a unidade de construção dos elementos.



Figura D.2 – Excitação dos raios x característicos.

Quando os raios x incidentes ou o feixe de elétrons colide com um elétron da camada K e retira-o da sua órbita, a posição do elétron na órbita fica vazia. Então outro elétron move-se para a camada K, vindo de uma camada mais externa e origina os raios x característicos correspondentes à diferença de energia entre a camada externa e a camada K.

Os raios x característicos que são gerados quando o elétron move-se da camada L para a camada K são chamados de linha K $\alpha$  (raios x característicos excitados pelos raios x incidentes são chamados de raios x fluorescentes).

A energia de excitação da camada K é a energia mínima dos raios x incidentes necessária para a excitação das linhas das series K (K $\alpha$ , K $\beta$ ). O comprimento de onda limite de absorção é a energia de excitação mínima que é convertida em comprimento de onda.

A espessura ótima para análise é decidida pelo poder de transmissão dos raios x, ou seja, amostra deve ter no mínimo duas vezes o valor do meio valor de espessura da amostra, o qual depende do comprimento de onda que será utilizado, como mostra a tabela abaixo.

# Espectrometria de Emissão por Plasma (ICPS – Inductively Coupled Plasma Spectrometry) [42,43].

A espectrometria de emissão baseia-se na medida dos comprimentos de onda emitidos pelos átomos isolados, quando se encontram no estado gasoso, após excitação por uma fonte externa. E esses átomos podem estar, inicialmente, no estado fundamental ou ionizados.

O ICP é caracterizado por uma "chama física", ou seja, esta chama não é resultante de uma combustão ou reação química, e sim, de um processo físico, onde uma corrente de argônio ionizado sofre a ação de um campo magnético. A temperatura da chama pode chegar a cerca de 10000 K.

A figura D.3 mostra um esquema geral do gerador de chama do ICP.



Figura D.3 – Esquema do gerador da chama do ICPS

A fonte de excitação precisa ter energia suficiente para promover os três processos seguintes: a) volatilização, b) atomização e c) excitação da amostra.

- a) Volatilização: na volatilização, independente do estado inicial, a amostra deve ser convertida ao estado gasoso. Nesta fase a fonte deve fornecer energia suficiente para vencer as forças de atração que mantém os átomos unidos (ligas metálicas) ou moléculas nos estados sólidos ou líquidos, transformando-os ao estado gasoso.
- b) Atomização: para completar esta fase, a fonte deverá fornecer a energia necessária para quebrar as ligações químicas que mantém unidos os átomos entre si. As moléculas deixarão de existir, dando lugar aos átomos isolados em estado fundamental.
- c) Excitação: nesta fase final, a energia da fonte promove a transferência do átomo do estado fundamental para o estado excitado, através da mudança dos seus elétrons para níveis mais externos. Havendo energia suficiente, um ou mais elétrons da camada de valência (ultima camada eletrônica) podem ser eliminados dos átomos, transformando-se em íons. O mecanismo de excitação é do tipo colisicional, no qual a energia cinética das partículas que

colidem (íons – átomos de amostra com elétrons – íons de argônio) se transforma em todo ou em parte em energia de excitação, e haverá passagem de elétrons dos íons – átomos da amostra, do nível fundamental para um nível de maior energia, ficando assim as partículas excitadas. A tendência dos elétrons é de voltarem ao estado fundamental e ao fazerem, devolvem a energia na forma de radiação eletromagnética, gerando o espectro de emissão, onde os comprimentos de onda são característicos de cada elemento e a intensidade da linha do espectro de emissão é proporcional a concentração do elemento em determinação.

Uma vez obtida parte representativa do material (amostra), a mesma deve ser devidamente tratada e transformada em um estado físico adequado para sua análise. A amostra a ser analisada deve estar no estado líquido, desse modo a abertura da amostra é um fator determinante para a análise. Para a análise de metais, na forma de limalhas, um simples ataque ácido coloca a amostra em condições de análise. A quantidade de material para preparar a solução é pequena e proporcional ao volume a ser preparado. O metal de base é dissolvido e evaporado sobrando apenas as impurezas ou contaminantes existentes nele. As impurezas são então diluídas formando a solução que será analisada.

A abertura da amostra pode ser feita sob pressão atmosférica normal, a quente, simplesmente num becker coberto com vidro de relógio, ou ainda, sob refluxo.

O ácido nítrico tem seu ponto de ebulição, quando concentrado, próximo de 121°C. Sua principal característica é de ser um forte oxidante para quase todos os metais nobres, porém, nem todos serão solúveis, como Al, Cr, Ti, Nb e Ta.

Essa técnica de espectrometria de emissão de plasma ICP permite a determinação simultânea de vários elementos e em diferentes taxas de concentração: maiores, menores e traços.

# Espectrometria por Absorção Atômica (AAS – Atomic Absortion Spectrometry) [44].

A absorção da luz por meio de átomos oferece uma ferramenta analítica poderosa para as análises quantitativas e qualitativas. A espectroscopia de absorção atômica (AAS) baseia-se no princípio que estabelece que os átomos livres em estado estável podem absorver a luz a um certo comprimento de onda. A absorção é específica para cada elemento, nenhum outro elemento absorve este comprimento de onda. O AAS é um método de elemento único usado para a análise de traços de metal de amostras biológicas, metalúrgicas, farmacêuticas e atmosféricas. A determinação espectroscópica de espécies pode ser realizada somente em uma amostra gaseificada na qual os átomos individuais tais como Ag, Al, Au, Fe, e Mg, estão bem separados um dos outros.

A figura D.4 mostra um esquema geral do analisador por absorção atômica.

A fonte mais utilizada para as medições de absorção atômica é uma lâmpada de catodo oco. Consiste em um anodo de tungstênio e um catodo cilíndrico apoiado em um tubo de vidro que contém gás inerte, como por exemplo, o argônio. O catodo é feito com o elemento a ser analisado.



Figura D.4 – Esquema do analisador por absorção atômica

É preciso calor para gaseificar a amostra. O calor é gerado a partir de uma chama ou forno de grafita. A AAS por chama pode analisar apenas soluções, ao passo que o AAS com forno pode analisar soluções e amostras sólidas. Um atomizador de chama consiste em um nebulizador que transforma a amostra em um aerosol que alimenta o queimador.

Um atomizador eletrotérmico oferece alta sensibilidade porque atomiza a amostra rapidamente. A atomização ocorre em um forno cilíndrico de grafita aberto de ambos lados e com uma fenda central para introduzir as amostras. São utilizadas duas correntes de gás inerte. O sistema externo evita que o ar entre no forno e a corrente interna assegura que os vapores gerados desde a matriz de amostra sejam retirados rapidamente do forno. O gás mais usado é o argônio. Utiliza-se um monocromador para isolar um feixe estreito de comprimento de onda. Um fotomultiplicador elétricos. converte а luz em sinais