

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**UTILIZAÇÃO DE ALUMINA DEPOSITADA  
POR ASPERSÃO TÉRMICA A PLASMA EM  
ULTRA-ALTO VÁCUO**

**Autor: Marcelo Juni Ferreira**

**Orientador: Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia**

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

# **UTILIZAÇÃO DE ALUMINA DEPOSITADA POR ASPERSÃO TÉRMICA A PLASMA EM ULTRA-ALTO VÁCUO**

**Autor: Marcelo Juni Ferreira**

**Orientador: Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia**

Curso: Engenharia Mecânica

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Dissertação de mestrado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2003

S.P. – Brasil

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

F413u	<p>Ferreira, Marcelo Juni Utilização de alumina depositada por aspersão térmica a plasma em ultra-alto vácuo / Marcelo Juni Ferreira.--Campinas, SP: [s.n.], 2003.</p> <p>Orientador: Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.</p> <p>1. Alumina. 2. Vácuo. 3. Aspersão térmica a plasma I. Zavaglia, Cecília Amélia de Carvalho. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.</p>
-------	---

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**UTILIZAÇÃO DE ALUMINA DEPOSITADA  
POR ASPERSÃO TÉRMICA A PLASMA EM  
ULTRA-ALTO VÁCUO**

Autor: **Marcelo Juni Ferreira**

Orientadora: **Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia**

---

**Prof. Dr. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, Presidente  
UNICAMP /FEM/DEMA**

---

**Prof. Dr. Luíz Otávio Saraiva Ferreira  
UNICAMP /FEM**

---

**Prof. Dr. Sérgio Gama  
UNICAMP /Inst. de Física Gleb Wataghin**

Campinas, 03 de abril de 2003

Dedico este trabalho à minha querida esposa, Betina, ao meu filho Mathias, à minha mãe  
Laila, por toda a força, carinho e amor em todos os momentos.

## **Agradecimentos**

Este trabalho só pode ser executado com a ajuda de diversas pessoas às quais presto meus agradecimentos.

À Prof. Dra. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia pela orientação, o incentivo e pelas vezes que mostrou o caminho a ser seguido.

Ao Pedro Tavares por ter incentivado e cedido o tempo para este trabalho junto ao LNLS.

Aos técnicos do grupo de vácuo, Milton, Reginaldo, e Hélio que auxiliaram no transcorrer deste trabalho. Ao Osmar e à Fernanda do grupo de materiais pelas dicas e ajudas e funcionários e colegas do LNLS, pelo apoio.

A todos os professores e colegas do departamento, que colaboraram na conclusão deste trabalho. Ao colega Carmo Pellicieri pelo treinamento no plasma e dicas de deposição.

A minha esposa que sempre me apoiou, mesmo nos momentos mais difíceis e ao meu filho que deu um motivo a mais, para continuar a aprender.

A minha querida mãe, meu irmão Maurício e à Érica, e meus sobrinhos.

A minha mais nova família Sr. Moacyr, D. Karin, e aos meus cunhados e cunhadas e famílias.

A Deus pela minha vida e a todos que de uma forma ou de outra contribuíram para a realização deste trabalho.

*“Pude ver mais longe,  
pois tive ombros fortes  
para me apoiar”*

Sir Isaac Newton

## Resumo

FERREIRA, Marcelo Juni, *Utilização de alumina depositada por aspersão térmica a plasma em ultra-alto vácuo* ; Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001. 65 p. Dissertação (Mestrado)

O desenvolvimento de aceleradores de partículas depende fortemente da área de materiais, a importância destes está vinculada ao limite de desempenho nas condições exigidas e ao elevado custo de sua construção dentro do orçamento total de um projeto. A evolução de materiais e técnicas de produção das câmaras de ultra-alto vácuo e da instrumentação associada permite atingir parâmetros de desempenho superiores. Este trabalho objetivou a elaboração de um procedimento de revestimento de cobre tipo eletrolítico com alumina ( $Al_2O_3$ ) para a construção de componentes e instrumentação de aceleradores de partículas. Utilizou-se o método de aspersão térmica a plasma para a aplicação de alumina devido às propriedades mecânicas, elétricas e de ultra-alto vácuo obtidas pelo recobrimento, necessárias para a aplicação em questão. As características do recobrimento foram analisadas através de testes específicos para cada uma das propriedades desejadas: mecânica, pela adesão do revestimento através do ensaio de adesão norma ASTM C633; elétrica, pela tensão de ruptura dielétrica (ASTM D3755 e D149) em alto vácuo; e ultra-alto vácuo, pela taxa de desgaseificação em ultra-alto vácuo pelo método de orifício com análise do espectro de gases residuais. Utilizou-se microscopia de varredura e por emissão de campo para caracterizar o pó de alumina usado na deposição, na caracterização da alumina depositada e no substrato usado. A difração de raios X identificou as fases cristalinas do pó de alumina usado e do depositado com e sem tratamento térmico.

*Palavras chaves:* aspersão térmica a plasma, alumina, ultra-alto vácuo.

## **Abstract**

FERREIRA, Marcelo Juni, *Utilization of plasma spray alumina deposition, in ultrahigh vacuum*; Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2000. 65 pages.

The development of particles accelerators is strongly dependent their building materials and their importance is linked to their performance in specific requirements and the high cost relatively to the total budget of the project. The development of materials and production technique of the ultrahigh vacuum chamber and the associated instrumentation allows reach a better performance of the equipment. This work aimed to elaborate a procedure of covering electrolytic copper type with alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) for the components and instrumentation of particle accelerators. The method of thermal plasma spray was used to apply alumina, due the mechanical properties, electrical and ultra-high vacuum compatibility obtained by the coating, necessary for the specific application. The characteristics of the coating were analyzed by some specific tests for each property: mechanical, by bonding strength data from ASTM C633 standard; electrical, by the breakdown tension (ASTM D3755 and D149) in high vacuum and the gas desorption in ultra-high vacuum by the orifice method with analyze of the residual gases. It was used scanning electron microscopy and field emission microscopy of alumina powder used in the deposition, the alumina coating and the substrate. The X-ray diffraction patterns identify the crystallographic structure of the powder and the deposited powder with and without thermal treatment.

Key words: plasma spray, alumina, ultrahigh vacuum

## Índice

Lista de Figuras.....	ii
Lista de Tabelas.....	iv
Nomenclatura.....	v
Capítulo 1 – Introdução.....	1
Capítulo 2 – Revisão bibliográfica.....	3
Capítulo 3 – Material e Método .....	24
Capítulo 4 – Resultados e Discussões .....	33
Capítulo 5 – Conclusões e Sugestões para próximos trabalhos.....	55
Referencias bibliográficas.....	57

## Lista de figuras

Figura 2.1 Esquema da deposição por ATP .....	pag.3
Figura 2.2 Estrutura esquemática de uma deposição por ATP.....	pag.4
Figura 2.3 Espectro de radiação do anel UVX do LNLS.....	pag.12
Figura 2.4 Componentes da fonte de radiação síncrotron de terceira geração do LNLS.....	pag.14
Figura 2.5 Evolução temporal do brilho na faixa de raios-x.....	pag.15
Figura 2.6 Trecho de injeção em baixa energia a. <i>septum</i> fino, b. <i>septum</i> grosso.....	pag.20
Figura 2.7 Corte transversal do <i>septum</i> fino a vácuo a. bobina ativa.....	pag.21
Figura 2.8 Esquema de localização dos <i>septa</i> com injetor de 500MeV.....	pag.22
Figura 3.1 Modos de falha do recobrimento no ensaio de adesão.....	pag.28
Figura 3.2 Montagem do sistema de medida de dessorção térmica a temperatura ambiente (297K), do Grupo de Vácuo do LNLS.....	pag.29
Figura 3.3 Montagem do sistema de teste de ruptura em alto vácuo.....	pag.31
Figura 3.4 Montagem do <i>septum</i> no ar, para teste mecânico do protótipo.....	pag.31
Figura 4.1 Amostra n.1 plana com deposição nas duas faces.....	pag.33
Figura 4.2 Corpos de prova do ensaio de tração.....	pag.34
Figura 4.3 Tubo para teste de protótipo com deposição e tubo sem deposição.....	pag.34
Figura 4.4 MEV da face do cobre após tratamento abrasivo e limpeza com jato de água.....	pag.35
Figura 4.5 MEV da superfície da amostra 1 de chapa após deposição por ATP de alumina.....	pag.35
Figura 4.6 MEV do perfil transversal da amostra 1 sem tratamento térmico.....	pag.36
Figura 4.7 MEV do perfil transversal da amostra 1 sem tratamento térmico.....	pag.36
Figura 4.8 MEV do perfil transversal da amostra 1 sem tratamento térmico.....	pag.37
Figura 4.9 MEV do perfil transversal da amostra 3 com tratamento térmico .....	pag.37
Figura 4.10 MEV do perfil transversal da amostra 3 com tratamento térmico .....	pag.38
Figura 4.11 MEV do perfil transversal da amostra 3 com tratamento térmico .....	pag.38
Figura 4.12 FEG-SEM da amostra 1 com medida de espessura da deposição.....	pag.40
Figura 4.13 FEG-SEM da amostra 2 com medida de espessura da deposição.....	pag.40
Figura 4.14 FEG-SEM da amostra 3 com medida de espessura da deposição.....	pag.41

Figura 4.15 FEG-SEM da amostra 4 com medida de espessura da deposição.....	pag.41
Figura 4.16 Difração do pó (Metco 105FSP) utilizado na deposição.....	pag.42
Figura 4.17 Difração da amostra sem tratamento térmico.....	pag.43
Figura 4.18 Difração da amostra com tratamento térmico.....	pag.43
Figura 4.19 Difração das amostras de chapa com (n. 1 e 2) e sem tratamento térmico (n. 3 e 4).....	pag.44
Figura 4.20 Amostras do ensaio de tração a. com tratamento térmico b. sem.....	pag.46
Figura 4.21 Espectro do analisador de gás após aquecimento, com nitrogênio líquido no sublimador, pressão no sistema $3,6 \times 10^{-8}$ Pa (erro $\pm 10\%$ ).....	pag.47
Figura 4.22 Espectro do analisador de gás, com nitrogênio líquido no sublimador, pressão no sistema $2,1 \times 10^{-8}$ Pa (erro $\pm 10\%$ ).....	pag.49
Fig. 4.23 Pressão na câmara superior do cobre com alumina e a dessorção térmica.....	pag.50
Fig. 4.24 Gás residual após 15 de bombeamento do cobre com alumina.....	pag.50
Fig. 4.25 Pressão na câmara superior do cobre com alumina e a dessorção, após o AP.....	pag.51
Fig. 4.26 Gás residual após 25 de bombeamento do cobre com alumina, após AP.....	pag.51

## **Lista de Tabelas**

Tabela 2.1 Métodos de produção de pó para ATP.....	pag.6
Tabela 2.2 Máquinas síncrotron de terceira geração.....	pag.13
Tabela 4.1 Valores de ruptura do ensaio de adesão das amostras.....	pag.45
Tabela 4.2 Dados da câmara de medida de desorção.....	pag.48
Tabela 4.3 Valores da espessura, tensão e ruptura dielétrica com valores médios e desvio padrão.....	pag.53

## **Nomenclatura**

### *Letras Latinas*

**A** - área seção transversal [ $m^2$ ]

**Af** - área de condutância [ $m^2$ ]

**D** - dessorção térmica do material [ $Pa.m^2.s^{-1}$ ]

**M** - peso molecular [u]

**Psup** - pressão [Pa]

**Pinf** - pressão [Pa]

**Q** - fluxo de massa [ $Pa.m.s^{-1}$ ]

**Ra** - rugosidade superficial média [ $\mu m$ ]

**T** - tensão de ruptura [Pa]

### *Abreviaturas*

**ABNT** - Associação Brasileira de Norma Técnica

**AL** - acelerador linear

**AP** - aquecimento padrão

**ASTM** - American Standard Testing Material

**ATP** - aspersão térmica a plasma

**FEG-SEM** - microscópio de varredura por emissão de campo, do inglês "Field Emission Gun Scanning Electron microscope"

**FEL** - laser de elétrons livres, do inglês "free electron laser"

**LNLS** - Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

**MEV** - Microscópio Eletrônico de Varredura

**RGA** - analisador de gás residual, do inglês "Residual Gas Analyzer"

**SCM** - Microtomografia computadorizada síncrotron, do inglês "Synchrotron Computed Microtomography"

**u** - unidade de massa atômica

**UAV** - ultra-alto vácuo

## Capítulo 1.

### Introdução

Sistemas de ultra-alto vácuo (pressões menores que  $1 \times 10^{-7}$  Pa) são muito difundidos em várias áreas da produção industrial, da alta tecnologia e da pesquisa [WUTZ, 1989]. Na área industrial podemos citar alguns grandes usuários: a indústria de semicondutores para a produção de componentes eletrônicos através de evaporações e deposições de camadas metálicas em substratos de silício, na óptica na preparação de filtros e espelhos, na automotiva no tratamento de superfícies, nos testes de simulação espacial para satélites e na indústria metalúrgica na preparação de ligas especiais. Na área de pesquisa tem-se os aceleradores de partículas, equipamentos de fusão nuclear, estudos em baixas temperaturas, física de superfície, estudo de materiais e microscopia eletrônica (varredura, tunelamento ou transmissão).

No caso específico do projeto e construção de aceleradores de partículas voltados para a produção de radiação síncrotron (radiação eletromagnética emitida por partículas nucleares de carga elétrica não neutra, por uma trajetória curva, com velocidade muito próxima à da luz no vácuo) [MARGARITONDO, 1988], os componentes do sistema de vácuo dependem fortemente da compatibilidade em ultra-alto vácuo (UAV). Isolantes elétricos que tenham boa compatibilidade com a faixa de UAV são em número muito reduzido.

O óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), conhecido como alumina, apresenta módulo de compressão elevado (3,79 GPa), tensão de ruptura elevada em altas temperaturas (220 MPa a 1273 K), baixa condutibilidade térmica ( $28 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}$ ), alta resistividade elétrica ( $1 \times 10^{15} \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^{-1}$ ), tensão de

ruptura elétrica elevada ( $9,45 \text{ kV}\cdot\text{mm}^{-1}$ ), além da fácil obtenção e processamento, que permitem uma larga utilização como material construtivo em áreas bem distintas: na eletrônica, em componentes como válvulas, capacitores, resistências e substratos; na mecânica, em peças de alta resistência ao desgaste mesmo em altas temperaturas; na química, como material resistente à corrosão. A utilização de alumina em UAV é bem conhecida há algum tempo [KOHL, 1967], tanto para componentes eletrônicos (válvulas), como para passantes elétricos (corrente ou tensão) e de líquidos (criogênicos ou não) ou câmaras de vácuo .

Na área de pesquisa de semi-condutores a alumina é muito utilizada em UAV como suporte para isolamento elétrica ou substrato para a fabricação de circuitos para montagem de componentes eletrônicos, mas devido à sua fragilidade mecânica (módulo de elasticidade elevado, 366 GPa), o material fica limitado a uma espessura mínima em torno de 1 mm. Chapas de espessuras menores que 1 mm quebram muito facilmente, o que dificulta a utilização.

O processo de recobrimento de substratos metálicos com alumina por aspersão térmica a plasma (ATP) é muito utilizado [SURYANARAYANAN, 1993] em vários ramos da indústria, como na têxtil, petroquímica, celulose, aeronáutica e mais recentemente na geração de energia [STOVER, 1999]. Sua aplicação na construção de componentes de aceleradores de partículas para uso em UAV foi pouco explorada até o momento [PEI, 1990, 1996, 1997].

O objetivo deste trabalho é superar esta dificuldade usando o processo de ATP de alumina sobre substrato metálico, neste caso específico o cobre. Para isto será elaborado um procedimento para obtenção de um recobrimento de alumina sobre cobre, na faixa de 100 a 300  $\mu\text{m}$  de espessura, compatível com UAV (desgaseificação térmica na faixa de  $10^{10} \text{ Pa}\cdot\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ), com gases residuais de peso molecular inferior a 45 u, isolamento elétrica com tensão mínima de ruptura 40 kV/mm, que possua boa adesão ao substrato, suporte temperaturas na faixa de 90 K até 1200 K, não degrade com a exposição à radiação síncrotron, seja de fácil manipulação e baixo custo.

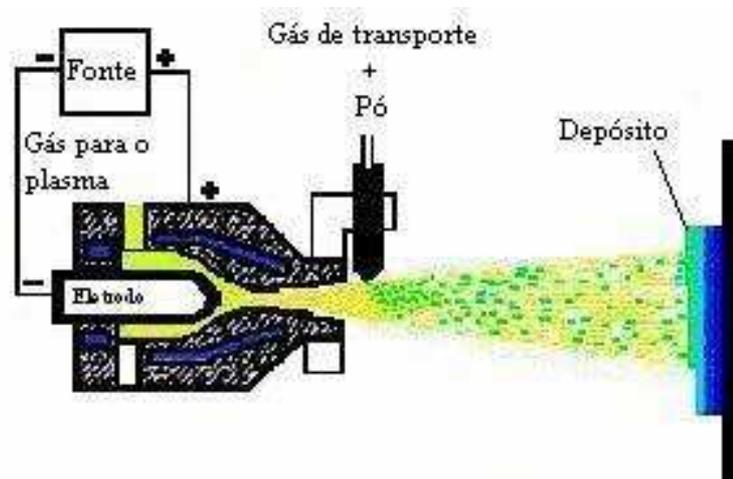
## Capítulo 2.

### Revisão Bibliográfica

#### 2.1 Aspersão térmica a plasma

A ATP consiste num jato de partículas derretidas ou parcialmente derretidas, que são aplicadas por impacto sobre um substrato, partindo do pó do material a ser depositado. A energia térmica é fornecida através do jato de gás na forma de plasma (figura 2.1) que aquece e transporta as partículas, depositando-as no substrato em alta velocidade.

Figura 2.1 Esquema da deposição por ATP.



O equipamento usado compreende um cátodo (eletrodo de tungstênio) e um ânodo (em cobre) ambos refrigerados a água. Os gases típicos do plasma são argônio e hidrogênio, que fluem em torno do cátodo, onde o plasma é iniciado através de uma descarga de tensão entre os pólos, o que causa a ionização do gás [AWS, 1985]. Neste arco, uma corrente contínua é mantida enquanto um fluxo de partículas do material a ser depositado é adicionado à frente do plasma. Pode ser usada uma variedade muito grande de materiais para deposição como: polímeros, ligas metálicas ou metais puros, cerâmicas, combinações destes, além de novas experiências com fases gasosas de nitretos e carbetos, líquidos e suspensões, que permitem a formação de praticamente qualquer composição química [HERMAN, 2000]. Uma característica peculiar a esse tipo de processo é sua estrutura reticular e lamelar dos grãos (figura 2.2), formada devido à rápida solidificação das partículas do pó, achatando-se contra a superfície fria do substrato, em alta velocidade [SURYANARAYANA, 1993].

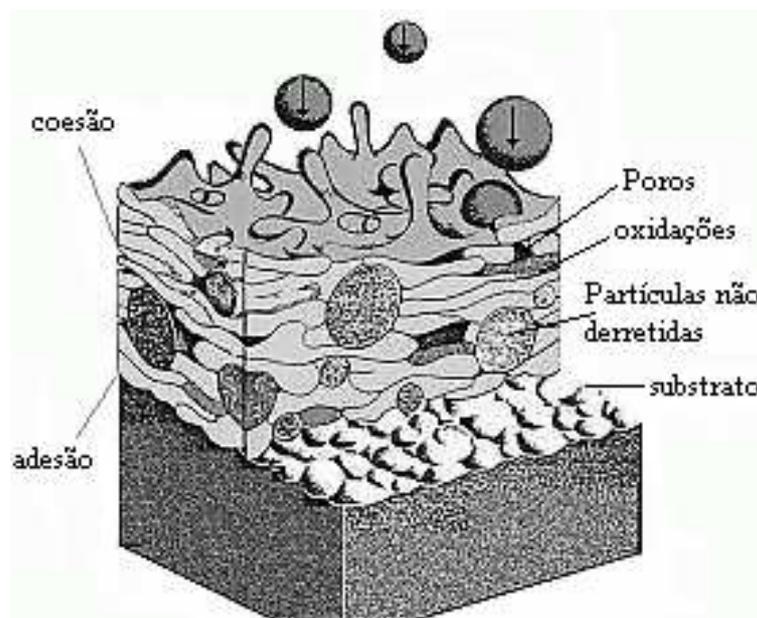


Figura 2.2 Estrutura esquemática de uma deposição por ATP.

Os mecanismos de adesão na interface recobrimento/substrato e coesão entre partículas do recobrimento, são as áreas mais estudadas devido à complexidade dos sistemas formados [BERNDT, 1992]. Podemos citar alguns mecanismos de adesão que ocorrem: adesão por difusão do material, mecânica (engaste), química e força de Van der Waals. Vários fatores influenciam a adesão: o tipo de material do substrato (propriedades químicas e físicas), o tipo de material do

recobrimento (propriedades químicas e físicas), área da superfície a ser depositada, perfil ou topologia da superfície, temperatura do plasma (energia térmica), tempo de deposição (taxas de reações e resfriamento), velocidade das partículas (energia cinética) e temperatura do substrato [AWS, 1985].

A ATP é usada largamente nas mais variadas áreas da indústria como por exemplo: para recobrimento de turbinas de aviões com cerâmica para isolamento térmica e estabilidade dimensional em altas temperaturas, recobrimento de superfícies contra desgaste na indústria têxtil, recobrimentos cerâmicos com resistência à corrosão na indústria química, recobrimentos metálicos para a recuperação de peças desgastadas na indústria mecânica e recobrimento de próteses com biomateriais. A sua principal vantagem está em aliar propriedades específicas do recobrimento depositado na superfície com a do substrato que serve de suporte.

## **2.2 Deposição de cerâmico sobre metais**

Uma das mais comuns aplicações de ATP é a deposição de materiais cerâmicos sobre substratos metálicos [VURAL, 1997]. Sua utilidade está na capacidade de criar superfícies com propriedades cerâmicas em peças metálicas. Exemplos de utilizações bem conhecidas são o de alumina como barreiras térmicas para altas temperaturas, resistência ao desgaste, resistentes a corrosão para a indústria química e petroquímica, indústria têxtil e de papel. Na área médica temos recobrimentos biocompatíveis de hidroxiapatita para implantes ósseos facilitando a osteointegração. Outra cerâmica muito usada é o óxido de zircônio ( $ZrO_2$ ), ou zircônia, que vem sendo usada como proteção nas turbinas da aviação em regiões de maior solicitação térmica, nos pistões, cabeças de cilindros e válvulas, em motores automotivos [SURYANARAYANA, 1993].

Devido ao processo de aquecimento das partículas durante a deposição, as características do pó nem sempre são encontradas integralmente no revestimento. Análises por difração de raios X mostram a formação de fases diferentes do pó e muitas vezes fases amorfas. Isto ocorre devido às elevadas taxas de resfriamento [SURYANARAYANA, 1993]. A adesão e coesão destes revestimentos vem sendo testada e estudada por vários métodos, como disparos rápidos de laser para medida de condutibilidade térmica, interferometria por laser para obtenção do

coeficiente de expansão térmica [NAKAMICHI, 1998], curva de tensão/deformação via teste de indentação [PAJARES, 1996], teste de riscamento com diamante para medida de coesão das partículas [ERICKSON, 1998], a fim de se determinar os limites de utilização mecânicos e/ou térmicos, já que segundo Zaat a adesão metal/cerâmico é puramente de ancoragem mecânica [ZAAT, 1996].

## 2.3 Pó para revestimento

O processo de deposição inclui a preparação do pó e do substrato. A correta adequação das características de cada pó para cada substrato é essencial para uma boa adesão/coesão do revestimento.

Tabela 2.1 Métodos de produção de pó para ATP.

Processos
Aglomeração, sinterização
Aglomeração, aspersão seca
Atomização
Moagem
Densificação e esferoidização (GTE ou HOPS da Metco)
Fusão, arco de três fases
Fusão, resistência de três fases
Fusão por arco a vácuo
Revestimento de partículas (método “Metco” ou “Sherritt-Gordan”)
Redução/Co-redução de óxidos
Sol-gel

A técnica de fabricação do pó influencia algumas propriedades relevantes para a utilização em ATP, como a morfologia, tamanho, distribuição de tamanho dos grãos e homogeneidade química. Os métodos mais comuns de produção são listados na tabela 2.1 [BERNDT, 1992].

Um processo mais econômico de produção de pó é a fusão seguida de moagem, mas que acaba apresentando uma morfologia angular, com larga faixa de distribuição, dificultando a injeção do pó e a qualidade química. O formato ideal são partículas esféricas [FAN, 1998] de tamanho único e grande homogeneidade química. A evolução na produção de pós tem oferecido uma qualidade superior com uma faixa de distribuição mais estreita, de formato esférico, além de sua qualidade química mais apurada. Esta morfologia esférica facilita o transporte via gás, garantindo um melhor fluxo contínuo durante a injeção [BOULOS, 1993], com mais homogeneidade na transferência de calor do plasma, o que permite uma deposição menos porosa, mais resistente à abrasão, com menos trincas internas e tensões residuais. Outra área de estudo mais recente é a produção [ANANTHAPADMANABHAN, 1996] e utilização de pós na escala de nanômetros [KEAR, 1997], [ZENG, 2002] e [ARELLANO-LOPES, 1999]. A influência do tamanho reduzido das partículas com relação às propriedades finais do recobrimento e aplicação ainda estão em estudo [BLAZDELL, 2000]. Os primeiros resultados mostram que as partículas acabam não sendo fundidas inteiramente como nas condições usuais, devido ao seu tamanho, o que acaba tornando mais fácil o controle das propriedades desejadas do recobrimento: densidade mais alta, melhor qualidade cristalina da deposição, maior dureza e deposições de espessuras maiores.

Durante a estocagem é preciso garantir a sua não contaminação e baixa umidade. Antes da deposição, o pó precisa ser seco, para remover por completo a umidade, garantindo o seu fluxo contínuo pelo transporte do gás. [AWS, 1985]. Uma condição pouco estudada é o preaquecimento do pó a algumas centenas de graus antes da injeção; isto facilita a fusão já que o aumento da temperatura de impacto da partícula no substrato é igual ao aumento do seu valor inicial [CZERNICHOWSKI, 1996]. Assim, o preaquecimento pode aumentar significativamente a fração de partículas completamente derretidas, melhorando a adesão e diminuindo a porosidade.

## 2.4 O substrato

A preparação do substrato é uma etapa crítica da ATP, pois a força de adesão entre o revestimento e o substrato vem do engaste mecânico entre os materiais. A adesão do revestimento está diretamente relacionada à limpeza e ao perfil da superfície (rugosidade) do substrato. O material de revestimento e o substrato são os principais fatores na determinação do procedimento de preparação. Inicialmente o substrato deve estar livre de óleos ou graxas ou qualquer sujeira particulada. Na maioria dos casos com metais uma limpeza com solvente ou detergente é suficiente. Posteriormente à limpeza, vários métodos são usados na preparação da superfície a receber o revestimento, a mais usada para metais é o por jateamento com alumina [AWS, 1985].

As recomendações encontradas na literatura [Technical Bulletin 10-095, 2000], estabelecem a unidade de caracterização da superfície como sendo a rugosidade  $R_a$ . Dependendo do substrato, uma série de especificações dos abrasivos como tipo de material, granulometria, formato e dureza podem ser usadas, além de indicar que a superfície deva ter uma aspecto homogêneo [AWS, 1985]. A preparação da superfície deve ser feita de tal forma a não deixar restos do abrasivo ou oxidações, pois afetariam adesão. Alguns trabalhos são encontrados a respeito de jateamento por alumina com a intenção de se maximizar a adesão [GRIFFITHS, 1996], [GAWNE, 1997] e [AMADA, 2000], onde o jateamento feito a  $45^\circ$  e deposição a  $45^\circ$  apresentam o melhor resultado. Cuidados com contaminação após o jateamento devem ser tomadas, principalmente se a deposição não for na sequência [AWS, 1985].

Griffiths e colegas mostraram que existem limitações da unidade sugerida para caracterização da topologia da superfície [GRIFFITHS, 1999]. O que se mostra também importante é a temperatura do substrato e a indicação do espaçamento entre picos do perfil, que tem uma relação fixa com o tamanho médio das partículas do pó a ser depositado, para garantir uma aderência máxima [MELLALI, 1996]. Isto indica que existe um limite quanto a um jateamento excessivo do substrato [ÇELIK, 1999].

## 2.5 A deposição

A interação das partículas com o plasma e das partículas com o substrato são os aspectos mais complexos do processo de aspersão a plasma. A injeção das partículas no plasma é a primeira etapa neste processo, onde a velocidade, tamanho, posição de injeção, inclinação do jato com relação ao substrato e sua potência são as principais variáveis. A revisão de Boulos mostra claramente que o assunto é extenso e ainda não completo [BOULOS, 1993].

A deposição deve ser feita levando em conta a utilização do recobrimento. Vários estudos têm mostrado a influência de alguns parâmetros com relação à microestrutura formada durante o processo e o desempenho do recobrimento quando solicitado em determinada propriedade. Isto é, para um mesmo material de deposição e substrato pode-se obter recobrimentos mais resistentes ao desgaste ou a choques térmicos, modificando alguns dos parâmetros de deposição [SURYANARAYANA, 1993].

A forma de injeção que apresenta a melhor condição é a posição externa perpendicular ao eixo do cátodo, garantindo uma melhor faixa de interação partícula-plasma para os mais variados póis [SURYANARAYANA, 1993]. A transferência de energia entre a partícula do pó e o plasma pode ser modelada teoricamente e medida experimentalmente [JOG, 1996], mostrando que os parâmetros principais são o tamanho da partícula, sua velocidade e temperatura. A influência destas variáveis para a formação do recobrimento foi medida por [VARDELLE, 1994]. Na prática os equipamentos comerciais permitem o controle da pressão e fluxo dos gases usados no transporte e no plasma, além da potência entregue ao plasma [Technical Bulletin 10-095, 2000]. O aumento da energia térmica e cinética facilita uma interação mecânica entre os componentes do recobrimento e do substrato para partículas pequenas ( $\approx 20 \mu\text{m}$ ) [DEVASENAPATHI, 2001]. Uma prática comum é aquecer o substrato para favorecer esse tipo de interação, que acontece em uma região limitada da superfície com uma espessura da ordem de até  $25 \mu\text{m}$  [AWS, 1985]. Em substratos que oxidam facilmente no ar este procedimento deve ser evitado.

A solidificação das partículas derretidas quando atingem o substrato também foi modelada e confirmada experimentalmente por [ZHANG, 1998], [BERTAGNOLLI, 1995], [PASADIDEH-FARD, 1996], [ILYUCHENKO, 1996] e [FUKANUMA, 1996], que demonstram

como a evolução temporal é governada principalmente pelas propriedades térmicas da interface, sendo a troca com o gás ou as propriedades térmicas do material de menor influência, a maior parte da troca de calor da partícula ocorre após o seu espalhamento completo sobre o substrato que quanto mais rugoso, mais rápida é esta troca. O ângulo de deposição também modifica as microestruturas do recobrimento segundo [HAVSKY, 1997] [SOBOLEV, 1998] e [LEIGH, 1996], fazendo com que se torne mais poroso e a adesão das partículas com o substrato diminua à medida que o ângulo decresce partindo da perpendicular à face do substrato.

A taxa de resfriamento de uma partícula pode chegar a  $10^6$  K/s [SURYANARAYANA, 1993] e pode causar a formação de fases amorfas, estruturas microcristalinas e fases metaestáveis normalmente não encontradas nos materiais de origem. Uma grande quantidade de ATP é feita usando ar como condutor, o que pode provocar reações químicas durante o processo, principalmente oxidações [STEEPER, 1993].

A adesão é muito dependente das tensões residuais na formação das camadas, [PINA, 1999] e [KESLER, 1998] usando difração de raios X para medir a tensão residual de recobrimentos de alumina por ATP, apresentaram os maiores valores residuais. Dependendo das condições de deposição, o recobrimento simplesmente trinca e descola a medida que o substrato esfria, por este mesmo fator existe um limite máximo de espessura possível de ser obtida.

## **2.6 Caracterização pós-deposição**

Existem poucos métodos não destrutivos de análise de camadas depositadas por ATP. A maioria deles destroem a amostra testada, limitando-os à utilização de peças que não foram testadas, mas produzidas pelo mesmo método nas mesmas condições. Os principais testes não destrutivos são:

- medidas dimensionais - micrômetros, paquímetros ou régua,
- medidas elétricas - dispositivos que medem correntes parasitas e campos magnéticos,
- medidas de porosidade - líquido penetrante.

Medidas ultra-sônicas para avaliação de porosidade têm se mostrado eficientes [PARTHASARATHI, 1997], mas ainda são pouco comuns. Testes de dureza ou difração de raios X são destrutivos a menos que sejam feitos em áreas que não serão utilizadas na peça pronta. Testes de adesão também são destrutivos e devem seguir a norma específica [ASTM C633-79, 1982]. Uma técnica usando radiação síncrotron chamada SCM (microtomografia computadorizada síncrotron, do inglês "Synchrotron Computed Microtomography) [SPANNE,1993] tem se mostrado útil como ferramenta de análise não destrutiva da estrutura final do recobrimento [KULKARNI, 2000].

As técnicas mais usadas exigem a utilização de amostras especialmente preparadas para a avaliação. As técnicas mais comuns são: microscopia óptica, de varredura e tunelamento, ensaios de adesão por tração, flexão ou riscamento, dureza, teste de corrosão química e abrasão.

## **2.7 Aceleradores de partícula**

O desenvolvimento da física de altas energias sempre esteve vinculada ao desenvolvimento dos aceleradores de partículas [BRYANT, 1994]. No início do século vinte a pesquisa em laboratório consistia em câmaras de vidro com gases, eletrodos e descargas elétricas [MARGARITONDO, 1988]. A evolução ao longo dos anos levou aos atuais equipamentos de grande escala, onde vários ramos da ciência podem fazer uso de seus resultados. Na física de aceleradores, os usuários de radiação síncrotron são os de maior número e os que crescem mais rápido. O nome síncrotron vem de um tipo específico de acelerador, o síncrotron de elétrons, mas que com o uso, acabou sendo aplicado em todos os tipos de aceleradores de partículas (pósitrons, próton, antiprótons e etc). Historicamente o que hoje é utilizado como uma ferramenta poderosa para a pesquisa de física do estado sólido, química, biologia e ciência médica, foi no início, um efeito de pouco interesse e indesejado.

Um dos conceitos básicos da física vem do eletromagnetismo, que explica o que chamamos de luz ou radiação síncrotron, que é radiação eletromagnética emitida por partículas nucleares de carga elétrica não neutra, com velocidade muito próxima à da luz no vácuo, por uma longa trajetória curva [MARGARITONDO, 1988]. Aqui, "longa", quer dizer que os efeitos

quânticos são desprezíveis, um exemplo seria o movimento de elétrons em torno dos átomos. No caso dos atuais aceleradores o raio de curvatura está na faixa de alguns metros (Ex. 2,735 m dipolo do anel UVX do LNSL), até milhares de metros (Ex. 3.096 m do anel LEP200 do CERN). Esta definição deixa claro que a radiação síncrotron não é gerada exclusivamente em aceleradores, um outro exemplo seria em partículas elementares aceleradas no espaço por gravitação.

A primeira observação experimental de radiação síncrotron foi em 1946 nos laboratórios da General Electric [ELDER, 1947] com um acelerador síncrotron de elétrons de 70 MeV. As décadas seguintes foram marcadas pela investigação do espectro emitido e outras propriedades, concordando com as previsões teóricas. As propriedades mais relevantes são o espectro contínuo no caso de ímãs dipolares, da faixa do infravermelho até raios X duro de 10 eV até 100 keV (figura 2.3). Já no período de 1950 e 1960, experimentos pioneiros demonstraram as aplicações práticas desta radiação nos aceleradores chamados de primeira geração [TOMBOULIAN,1956]. No final dos anos 60 e no início dos 70, os grupos pioneiros na utilização da radiação síncrotron começaram a partilhar o tempo de operação das primeiras máquinas com os grupos de física de partículas, como usuários parasitas. Por essa época ficou claro a necessidade de se construir máquinas dedicadas à aplicação, as chamadas máquinas de segunda geração.

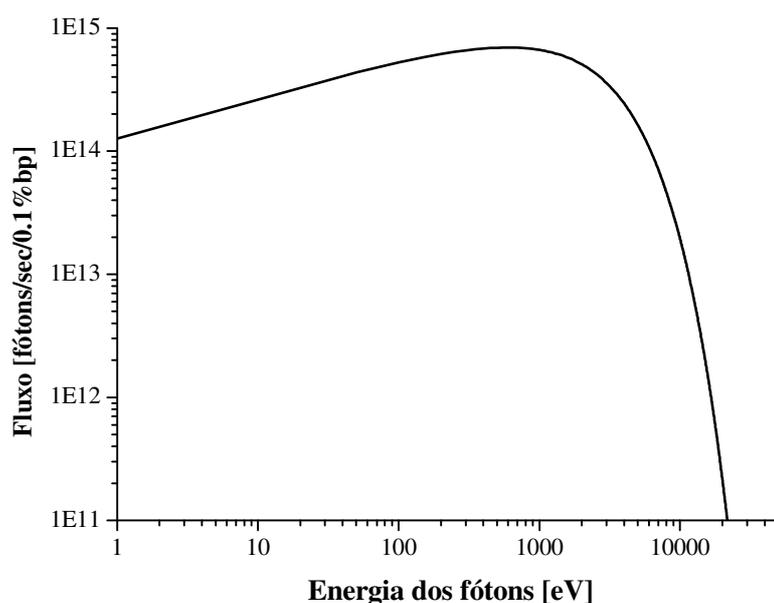


Figura 2.3 Espectro de radiação do anel UVX do LNSL.

Nesta geração a radiação usada essencialmente era a produzida nos ímãs dipolares, que não é a ideal para todos os experimentos. Durante este período, várias outras configurações magnéticas foram usadas como fonte de radiação são os chamados elementos de inserção, onde os onduladores mostraram um crescente aumento de importância devido às suas propriedades únicas [WINICK, 1994]. Com isso uma terceira geração de aceleradores e anéis de armazenamento surgiu na década de 90 [JACKSON,1990], projetadas principalmente para satisfazer às exigências de operação com elementos de inserção. Abaixo, na tabela 2.2, uma lista de algumas destas máquinas:

Tabela 2.2 Máquinas síncrotron de terceira geração

Localização	Máquina	Energia [GeV]
Brasil	LNLS	1,37
França	ESRF	6,0
França	Super-ACO	0,8
Itália	ELETTRA	1,5 – 2,0
EUA	APS	7,0
EUA	ALS	1,0 – 1,9

## 2.8 Síncrotron de terceira geração

Os anéis de armazenamento são desenhados para conter partículas carregadas com velocidade relativística, circulando em vácuo em órbitas fechadas por dezenas de horas. Vamos descrever uma fonte de radiação síncrotron de terceira geração em seus elementos principais e instrumentação, usando como exemplo o anel de armazenamento UVX do LNLS. Podemos indicar os seus principais componentes (figura 2.4):

1. Canhão de elétrons, geração dos elétrons com 80 keV,
2. Acelerador linear (AL), elevação da energia até 120 MeV,
3. Linha de transporte acelerador linear – injetor,
4. Anel injetor, elevação da energia dos elétrons até 500 MeV,
5. Linha de transporte injetor – anel de armazenamento,

6. Anel de armazenamento, estocagem de correntes até 500 mA e elevação de energia até 1,37 GeV,
7. Elemento de inserção "wiggler".

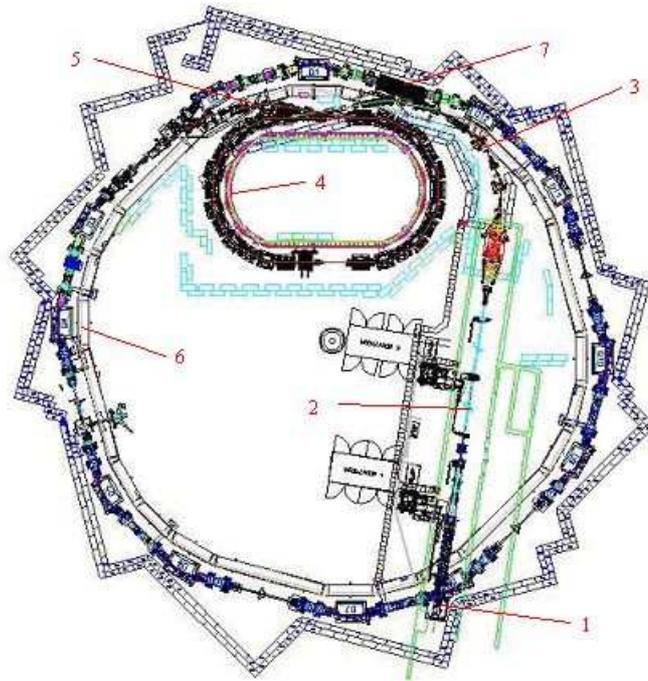


Figura 2.4 Componentes da fonte de radiação síncrotron de terceira geração do LNLS.

Cada um desses componentes apresenta funções, especificações e operações distintas e complementares. Suas operações e controle são feitas através dos sistemas abaixo:

1. Sistema de radiofrequência: responsável pela aceleração e manutenção da energia perdida pelos elétrons na emissão de radiação síncrotron (estruturas aceleradoras do AL, cavidade ressonante de radiofrequência do injetor e do anel de armazenamento),
2. Sistema magnético: eletroímãs responsáveis pela manutenção da órbita dos elétrons e geração da radiação síncrotron,
3. Sistema de vácuo: câmaras de vácuo em cobre do AL ou aço inoxidável (linhas de transporte, injetor e anel de armazenamento), onde os elétrons circulam na ausência de ar (pressão na faixa de UAV,  $10^{-7}$  a  $10^{-9}$ Pa),

4. Sistema de controle: controle da instrumentação de diagnóstico (exemplos: corrente armazenada, posição do feixe e pressão nas câmaras de vácuo), fontes de eletroímãs e sistema de radiofrequência,
5. Sistema de resfriamento: retirada de calor por água nas câmaras de vácuo e eletroímãs, controle térmico da estrutura aceleradora do acelerador linear e das cavidades de radiofrequência,
6. Sistema de proteção pessoal: controle da radiação produzida nos locais de acesso aos usuários e visitantes,
7. Elementos de inserção: eletroímãs projetados para obter radiação com propriedades específicas, onduladores, “wigglers” e laser de elétrons livres (do inglês "free electron laser", FEL).

A evolução técnica dos equipamentos pode ser acompanhada claramente observando a evolução do parâmetro brilho espectral na faixa de raios X [WINICK, 1994] figura 2.5.

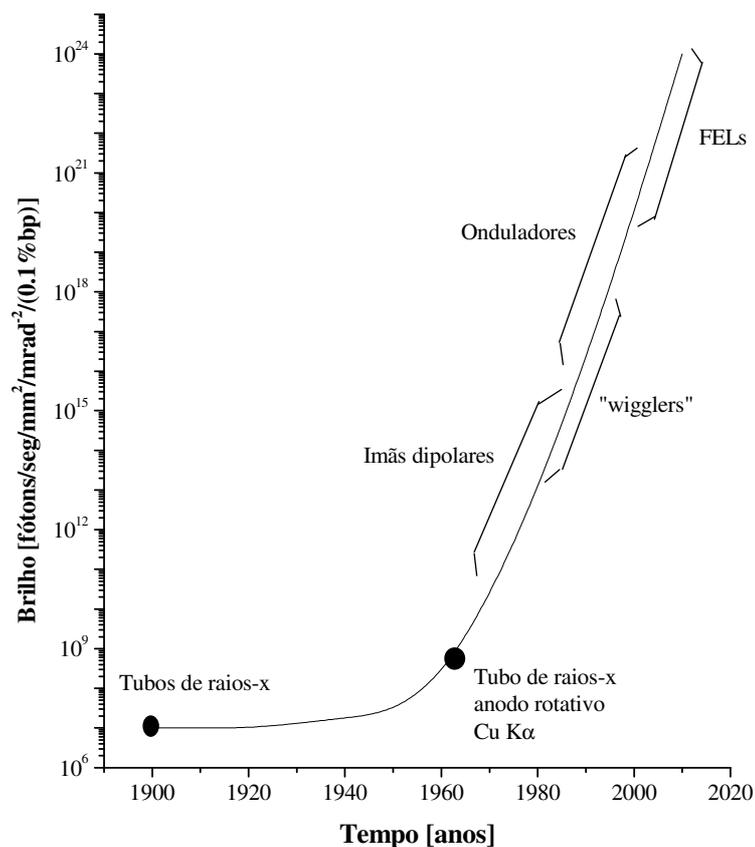


Figura 2.5 Evolução temporal do brilho na faixa de raios X.

Chamamos de brilho espectral a quantidade de fótons emitida por uma área da fonte localizada num ponto, centrado num comprimento de onda sobre uma banda passante de 0,1%, sobre um ângulo sólido, durante um intervalo unitário de tempo.

A evolução das fontes de raios X até o aparecimento dos aceleradores síncrotron foi de forma linear, (os primeiros 60 anos) e passou a exponencial na sequência. Esta evolução está vinculada ao desenvolvimento técnico dos vários sistemas, e em particular o de vácuo.

## **2.9 Sistemas de vácuo para aceleradores de partículas**

No projeto e construção de sistemas de vácuo para aceleradores de partículas, em especial dos anéis de armazenamento, um detalhamento dos aspectos geométricos, eletromagnéticos e térmicos sobre a pressão de operação, deve ser feita para avaliar a influência sobre o tempo de vida e a estabilidade dos pacotes de elétrons estocados. Abaixo a lista dos parâmetros para o sistema de vácuo no projeto do anel UVX do LNLS [GOMES, 1992]:

- Pressão de operação  $1 \times 10^{-7}$  Pa, equivalente nitrogênio a 1,37GeV, 400mA para obter tempo de vida >10 horas,
- gás residual livre de hidrocarbonetos para preservar componentes óticos das linhas de luz,
- curto período de condicionamento inicial e rápida recuperação da pressão após ventilação para atmosfera, permitindo intervenções rápidas,
- perfil suave da câmara para evitar perdas por interação eletromagnética entre o pacote de elétrons e câmara de vácuo, diminuindo a potência disponível para a produção de radiação e o tempo de vida pelo aumento da pressão devido ao aquecimento local,
- o sistema deve permitir a introdução de novos equipamentos e elementos de inserção, sistema flexível.

## 2.10 Materiais para UAV em aceleradores de partículas

A construção de sistemas de UAV para aceleradores implica na especificação de materiais que satisfaçam um grupo de propriedades gerais [WUTZ, 1989] para a área de UAV e a um outro conjunto de propriedades específicas da área de aceleradores de partículas [TURNER, 1999]. Estas propriedades pressupõem que os materiais não possuem falhas de fabricação, contaminantes, trincas ou qualquer outra substância que possa influenciar seu desempenho. A seguir as propriedades do primeiro grupo:

- Baixa permeação. Alguns materiais permitem a passagem de gases que é fortemente dependente da temperatura. Alguns metais como o paládio ou o molibdênio, permeiam hidrogênio em alta taxas quando aquecidos a 700 K, tanto quanto o *viton* à temperatura ambiente. Vidros de quartzo ou pírex também permeiam hidrogênio em altas taxas quando aquecidos. Polímeros como teflon permeiam praticamente todos os gases e vapor de água, sendo o *viton* o menos sensível a este último e por isso largamente usado como material de selagem em sistemas de alto vácuo [WUTZ, 1989],
- Baixa pressão de vapor. É a pressão de equilíbrio dinâmico entre o vapor de um elemento sobre uma superfície líquida ou sólida deste mesmo elemento, onde ambos estão na mesma temperatura. Metais como zinco, magnésio, chumbo e suas ligas apresentam pressão de vapor elevadas [ROTH, 1983], [O'HANLON, 1980] e [WUTZ, 1989] e devem ser evitados,
- Baixa desgaseificação. Este termo significa usualmente dois fenômenos: moléculas que difundem do interior do material das câmaras de vácuo ou contidos nela, vão à superfície e são dessorvidos; moléculas que estavam adsorvidas previamente, ou devido ao procedimento inicial de limpeza ou devido a uma ventilação, são dessorvidas quando se faz vácuo novamente. Em sistemas de UAV este é o principal limitante da pressão mínima atingível, aumentando consideravelmente o tempo necessário para atingi-la se não bem estudada. Vários procedimentos de limpeza foram desenvolvidos para cada tipo de material (metais puros, ligas e cerâmicas) visando obter as menores taxas possíveis [FRANCISCO, 2001]. Um procedimento típico para a desgaseificação é o aquecimento padrão (AP) do sistema de vácuo até a

temperatura de 420 K por 48 h, para garantir a dessorção da água e dos gases da atmosfera da superfície do sistema. Para uma desgaseificação dos gases e água adsorvidos à superfície, temperaturas de até 620 K podem ser usadas. No caso do aço inoxidável ABNT 304 ou 316 e cobre eletrolítico podemos ter uma desgaseificação na faixa de  $10^{-7}$  Pa.l/s.cm<sup>2</sup> após 1 hora de bombeamento e após o AP na faixa de  $10^{-10}$  Pa.l/s.cm<sup>2</sup>. Para uma completa desgaseificação dos aços pode se optar pelo aquecimento a 1300 K por várias horas em um forno a vácuo a uma pressão de  $10^{-3}$  Pa, para diminuir a quantidade de gás absorvida no interior do material, este procedimento é conhecido como queima a vácuo.

- Superfície limpa. Metais de fácil oxidação como o cobre, superfícies rugosas como aço inoxidável laminado a quente ou de superfícies relativamente porosas como alumina sinterizada, tornam o processo de limpeza mais complexo ou necessitam de tratamentos de superfície para remoção das imperfeições. Um procedimento largamente usado é o eletropolimento para aços inoxidáveis da série ABNT 304 e 316, com um pré lixamento da superfície interna da câmara.

As propriedades do segundo grupo são:

- Alta resistência mecânica. Módulo de elasticidade elevado para garantir a rigidez mecânica das câmaras. Do ponto de vista mecânico a parte crítica de uma câmara são as seções transversais não circulares, onde as tensões geradas pela pressão atmosférica podem atingir valores tais, que deformem plasticamente o material, comprometendo sua utilização. Variações de um fator 3 entre módulos de elasticidade (como o do aço inoxidável e o alumínio) podem ser compensados crescendo a espessura das paredes por um fator 1,45 [TURNER, 1999]. Assim, o desenvolvimento do desenho das câmaras tornar-se importante junto com a escolha do material mais apropriado. Programas de elementos finitos são largamente usados ,
- Baixa pressão de vapor para temperaturas entre 420 e 620 K, já que para obter UAV é necessário o procedimento de AP nesta faixa de temperatura,
- Baixa permeação de gases para temperaturas entre 420 e 620 K, idem ao item anterior,
- Materiais preferencialmente usados na indústria, de fácil obtenção,

- Materiais de fácil usinagem, torneamento, conformação, além de fácil união por soldagem ou brasagem,
- Dependendo da aplicação, transparente à radiação como janelas de berílio para linhas de luz na faixa dos raios X duros, ou boa blindagem à radiação, permitindo uma melhor proteção dos usuários da radiação, como o aço para os flanges,
- dentro das opções existentes o critério econômico deve ser satisfeito, garantindo as especificações a um preço mínimo, baixando os custos de construção do sistema.

Os materiais mais usados tanto para construção de câmaras como para componentes são: aço inoxidável (série ABNT 300), cobre (ABNT Cu-ETP, comercialmente chamado cobre eletrolítico tenaz), alumínio (ABNT 6360) e alumina (mínimo de 96% de pureza).

## **2.11 Septa pulsados em UAV**

O LNLS opera um acelerador síncrotron de elétrons com energia de 1,37 GeV e um acelerador linear de 120 MeV [RODRIGUES, 1996]. Desde o início das operações rotineiras para usuários, julho de 1997, as especificações de projeto foram atingidas ou superadas [RODRIGUES, 1997a] e [FARIAS, 1997], uma corrente máxima de 188 mA pode ser acumulada em energia máxima (270 mA em 120MeV), tempo de vida de 14 h em 100 mA e estabilidade de órbita de  $\pm 5 \mu\text{m}$  ao longo de um turno.

O sistema de vácuo construído [FERREIRA, 1996] necessitou de um longo período de condicionamento, devido à baixa velocidade de acumulação de carga, para atingir a condição de operação de projeto (carga acumulada de 100 Ah) [FERREIRA, 1997]. O principal fator que limita a corrente de acumulação para o condicionamento é o fácil espalhamento dos elétrons, nas energias de injeção e final do anel, pelas moléculas do gás residual. Este gás origina-se principalmente da foto-dessorção induzida pela radiação síncrotron, que produz uma quantidade 10 vezes maior que a dessorção térmica dos materiais empregados na construção das câmaras de vácuo (essencialmente aço inoxidável ABNT 316 ou 316L, cobre Cu-ETP e alumina).

Em 1997 foi realizada a instalação de um novo sistema de injeção do anel de armazenamento, com a troca do *septum* fino de injeção [RODRIGUES, 1997b], elemento que permite a passagem do pacote de elétrons da linha de transporte vinda do acelerador linear, para o anel de armazenamento. No projeto original dois ímãs de corrente contínua fazem a deflexão necessária do pacote a 120 MeV, figura 2.6.

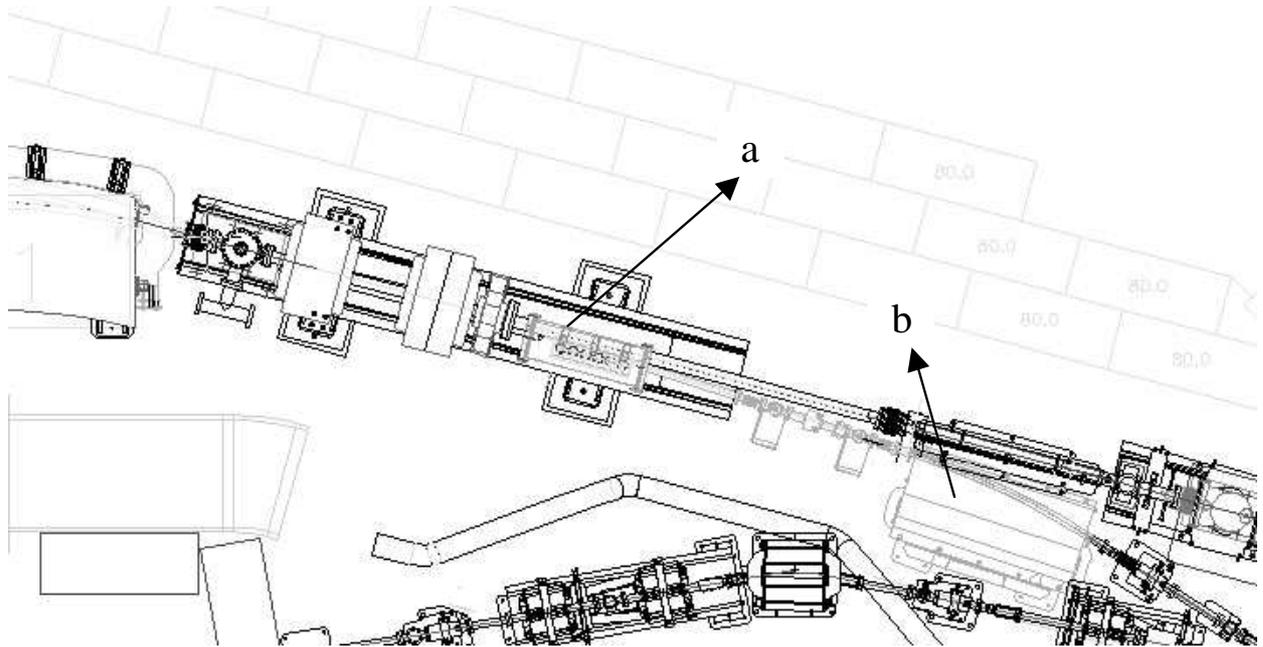


Figura 2.6 Trecho de injeção em baixa energia onde a. *septum* fino, b. *septum* grosso.

O ímã chamado de *septum* fino, possuía um núcleo em "C" laminado, com um septo ativo (condutor de corrente) constituído de uma bobina de 4 voltas resfriada a água. A espessura total das paredes dos tubos da câmara de vácuo do ímã e do anel, além da blindagem eletromagnética (isolação do campo de borda do ímã, dos pacotes de elétrons acumulados no anel) é de 5,5 mm de espessura. Para se poder acumular mais carga foi proposto o aumento da energia do acelerador linear para 170 MeV, o que não seria suportado pela bobina do *septum* fino. Outra solução seria a substituição da bobina e uma outra a troca do ímã de corrente contínua por um pulsado a vácuo. A última opção foi a escolhida, pois permitiria, além do aumento da energia de injeção, a diminuição da espessura do septo, o principal limitante da eficiência de injeção [RODRIGUES, 1997b], figura 2.7.

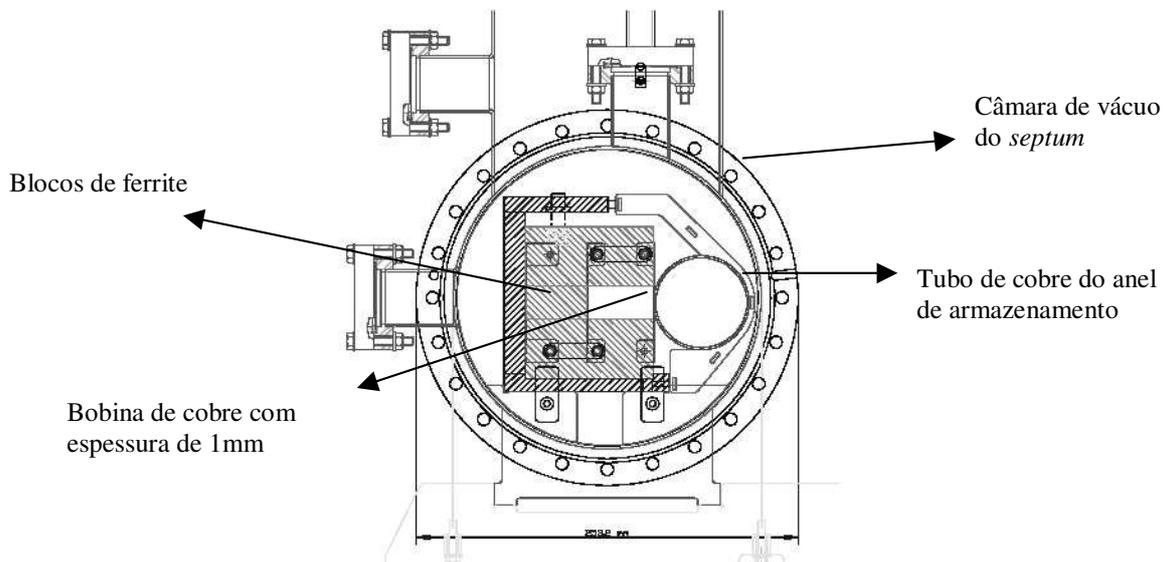


Figura 2.7 Corte transversal do *septum* fino a vácuo com bobina ativa.

A isolação elétrica entre a bobina de cobre e o tubo de cobre foi feita com uma folha de Kapton de 100  $\mu\text{m}$  de espessura. A espessura total ficou na ordem de 1,6 mm, sendo 1 mm da bobina, 0,5 mm do tubo do anel e 0,1 mm do Kapton. Este material apresenta propriedades aceitáveis para a utilização. Sendo uma poliamida pode absorver até 0,25 % do peso em água, degrada suas propriedades mecânicas e elétricas em temperaturas relativamente baixas (440 K) [O'HANLON, 1980] e é sensível à radiação ultravioleta. A diferença de potencial existente entre as duas peças é de 1,2 kV, o que dá 12 kV/mm, a tensão de ruptura do Kapton é de 150 kV/mm. A maior dificuldade foi escolher um procedimento de desgaseificação capaz de tornar o material compatível com UAV.

O procedimento adotado foi fazer um AP com tempo mais prolongado como pré-condicionamento para a utilização do material. O AP consiste em aquecer o material em vácuo (pressão  $< 1 \times 10^{-3}$  Pa), a uma temperatura entre 400 K e 430 K, durante 48 horas e resfriá-lo à temperatura ambiente. No caso o tempo foi estendido para 12 dias a uma temperatura de 400 K. Este procedimento é adotado em todos os sistemas de UAV para a dessorção de água e outros gases da atmosfera dessorvidos na superfície interna das câmaras de vácuo. Após a montagem do sistema e instalação no anel, mesmo com o pré-condicionamento do Kapton a pressão ficou em  $3 \times 10^{-5}$  Pa, acima do permitido (máxima de  $5 \times 10^{-6}$  Pa) e um novo AP foi feito *in situ* por 48 horas a 400 K, para atingir o valor máximo permitido. O principal problema do uso do Kapton é a

recuperação lenta da pressão a cada intervenção de manutenção no sistema de vácuo do anel, o que torna a operação demorada e por tanto de custo elevado.

Com a instalação deste novo elemento [LIRA, 1998], a eficiência de transferência dos pacotes de elétrons vindos do AL para o anel de armazenamento evoluíram ao ponto de tornar desnecessária a elevação da energia do AL de 120 MeV para 170 MeV.

Dentro do programa de instalação dos elementos de inserção no anel, o que implica em câmaras de vácuo com aberturas verticais pequenas ( $< 25$  mm), ficou clara a necessidade de se utilizar um injetor para elevar a energia de injeção para 500 MeV [RODRIGUES, 1998], [FARIAS, 2000]. O projeto conceitual do injetor [TAVARES, 2000] foi feito levando em conta que os 5 *septa* necessários seriam feitos com mesma técnica construtiva: ímãs pulsados em UAV (figura 2.8).

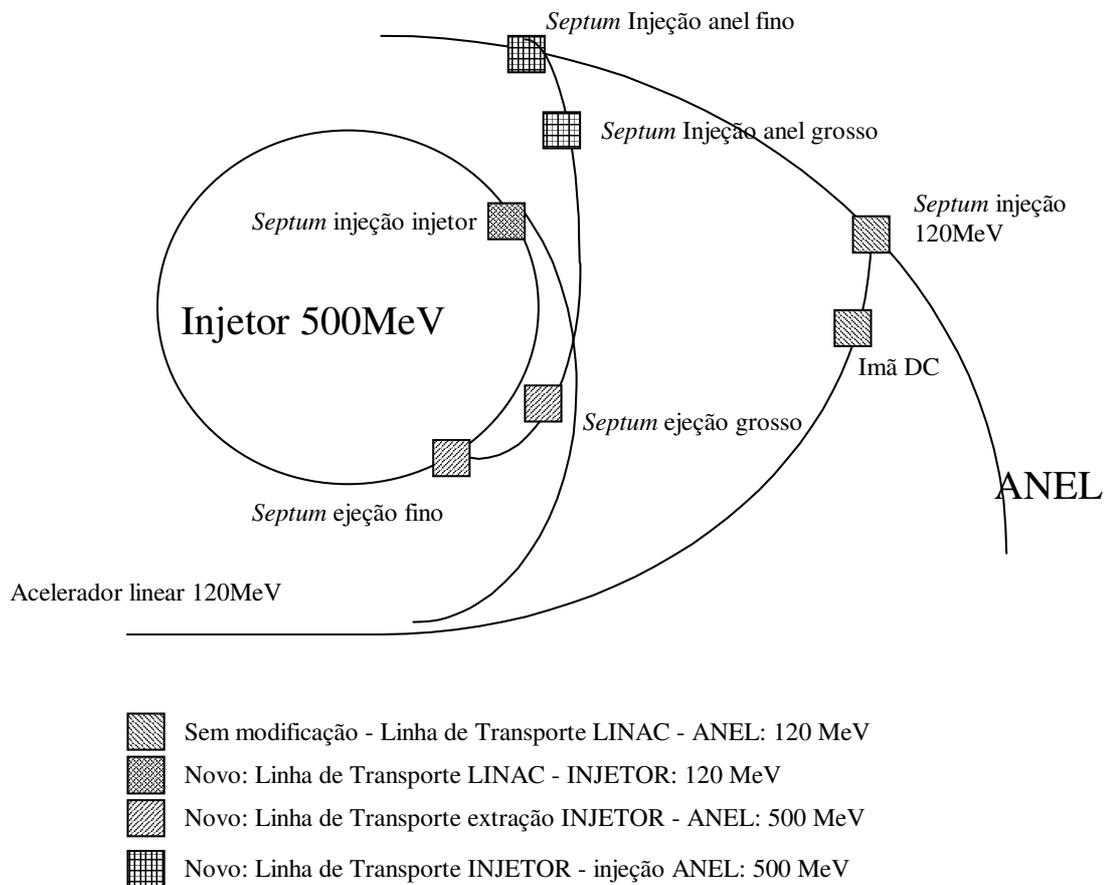


Figura 2.8 Esquema de localização dos *septa* com injetor de 500MeV.

Essa condição ficou mais crítica com a mudança do trecho de injeção, onde os quadropolos não foram projetados para essa operação [LIN, 1999], o que tornou a confiabilidade do septo mais crítica e o principal objetivo. Mesmo com o procedimento de limpeza acima, o imã apresentou uma pressão de  $5 \times 10^{-8}$  Pa por um longo período e sua montagem mecânica muito suscetível à contaminação do Kapton, quando a câmara é ventilada para a atmosfera. Tornou-se necessário a substituição deste isolante elétrico por outro mais adequado.

A proposta deste trabalho foi utilizar a técnica de deposição por aspensão térmica a plasma de alumina em cobre, com espessura de até 300  $\mu\text{m}$ , compatível com UAV (dessorção térmica baixa), boa adesão, fácil obtenção (barata) e ruptura dielétrica superior a 12 kV/mm.

## **Capítulo 3**

### **Materiais e Métodos**

Para a realização deste trabalho foram preparadas amostras por ATP de alumina, depositada sobre três formas de cobre eletrolítico: chapas de 1mm de espessura, tarugos de 25,4 mm de diâmetro e tubos de diâmetro de 63,5 mm externo e 2 mm de espessura.

O pó de alumina utilizado foi o Metco 105SFP, com composição química de 99,5% de  $Al_2O_3$ , tamanho de grão entre 20  $\mu m$  e 5  $\mu m$  e temperatura de fusão de 2311K [Technical Bulletin 10-095, 2000].

O cobre utilizado foi o ABNT Cu-ETP, da Termomecânica (liga C110), norma de composição ABNT P-TB-50 com um mínimo 99,90% de cobre (+prata), com nome comercial de cobre eletrolítico.

### **3.1 Preparação das amostras**

#### **3.1.1 Amostras planas e cilíndricas**

A aplicação do material foi feita no Laboratório de Aspersão Térmica a Plasma do Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica (FEM) da

UNICAMP. O equipamento utilizado foi um sistema da Sulzer-Metco constituído de um revólver tipo MBN 3MBII, um alimentador de pó tipo 4MP, trocador de calor tipo 4ME e unidade de controle MCN. Os parâmetros usados foram os da especificação P105SPF-14 set n.3 [Technical Bulletin 10-095, 2000], com as seguintes modificações: fluxo primário (Ar) 100 unidades, secundário (H<sub>2</sub>) 20 unidades, corrente de arco 450 A e tensão de arco entre 60 V e 70 V. Antes da utilização do pó de alumina foi feita uma secagem em forno elétrico a 390 K por 2 horas.

A chapa de cobre foi cortada em 4 retângulos de 4,0 cm x 14,4 cm e os 10 cilindros com altura de 25,4mm e rosca interna conforme [ASTM C633, 1979]. A superfície das duas faces das chapas e a face superior dos cilindros foram tratadas com um jato abrasivo com material não metálico Metcolite C (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub>), conforme boletim técnico [Technical Bulletin 10-095, 2000]. O ângulo de jateamento foi de 45° com a superfície para uma melhor adesão do recobrimento ao substrato [GRIFFITHS, 1999]. Após isso, foi feita a limpeza das superfícies com um jato de água à pressão de 11 MPa e secagem no ar. Antes da deposição uma limpeza química é feita seguindo a comunicação técnica para procedimento padrão de limpeza para ultra-alto vácuo do LNLS [FRANCISCO, 2001], que consiste na imersão por 60 s do material em ácido cítrico com concentração de 15 g/l, com enxágue em água corrente e secagem no ar. Este procedimento é necessário por dois motivos principais, compatibilidade com a faixa de UAV e limpeza de óxidos que prejudicam a adesão.

A deposição é feita sem preaquecimento das peças, sendo nas chapas nas duas faces e, nos cilindros na face superior. No caso das chapas, após a deposição e resfriamento da primeira face é feita nova limpeza química e nova deposição na outra face das amostras.

Metade das amostras das chapas e dos cilindros passaram por um aquecimento de 1.150 K por 10 min em forno a vácuo (pressão na faixa de 10<sup>-3</sup> Pa). Nas chapas isto foi feito após o teste de dessorção térmica a vácuo, já que este procedimento pode eliminar alguma falha de limpeza ou contaminação e antes do teste de ruptura dielétrica e nos cilindros antes do ensaio de adesão.

### **3.1.2 Amostras para protótipo**

Foi preparada a peça referente ao *septum* fino de injeção do anel, com o objetivo de um teste mecânico, do tubo de cobre de diâmetro externo de 60,5 mm e espessura de 2 mm. A preparação para a deposição foi o tratamento com um jato abrasivo, limpeza por jato de água e limpeza química. O tubo tem a deposição de alumina em metade da face externa.

## **3.2 Caracterização**

### **3.2.1 Análise de rugosidade**

As chapas de cobre e cilindros foram analisados após o uso do jato abrasivo e da lavagem com jato de água por um rugosímetro Mitutoyo modelo Surftest 211, com padrão de aferição código 178-602, número série 002728, para garantir uma rugosidade mínima de 5  $\mu\text{m}$  Ra.

### **3.2.2 Microscopia eletrônica de varredura e por emissão de campo**

Amostras da superfície depositada, do cobre com o tratamento superficial abrasivo e do corte transversal das chapas, foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), no equipamento JSM5900-LV, JEOL e a medida de espessura da camada depositada, no microscópio de varredura com canhão por emissão de campo (FEG-SEM, do inglês "Field Emission Gun Scanning Electron microscope") JSM6330F, JEOL, do Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME) do Laboratório Nacional de Luz síncrotron (LNLS). A preparação das amostras de corte transversal foram feitas manualmente no LME seguindo a ordem: corte na serra Mesoton/Panambra com disco de diamante, lixa 1000 para retirada de rebarbas do cobre, polimento com pasta de alumina de 1  $\mu\text{m}$ , polimento com pasta de 0,3  $\mu\text{m}$  e acabamento final com sílica, cada etapa foi seguida de enxágue em água desmineralizada para retirada de particulado.

### 3.2.3 Difração de raios X

Para a análise das fases encontradas na alumina do revestimento, amostras do material depositado para o ensaio de tração e das chapas, com e sem tratamento térmico, foram usadas para a difração de raios X, feitas no difratômetro PW1700, Philips, que trabalha com radiação  $\text{Cu K}\alpha$  e possui monocromador de feixe difratado de grafite, comandado por computador através do programa APD, do Laboratório de difração de raios X, Instituto de Física, UNICAMP. As informações obtidas foram analisadas por comparação com as seguintes fichas JCPDS-1997:

- $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 31-0026, 26-0031, 10-0173, 43-1484, 37-1462,
- $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ : 46-1212,
- $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ : 04-0877, 47-1770, 46-1131,
- $*\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ : 46-1215,
- $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ : 10-0425, 47-1308, 29-0063,
- $\iota\text{-Al}_2\text{O}_3$ : 12-0539,
- $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ : 35-0121, 11-0517, 23-1009, 47-1771,

### 3.2.4 Ensaio de adesão

O ensaio de adesão é realizado para se testar a qualidade do recobrimento quanto à aderência ao substrato, usando como valor a tensão de ruptura. A norma mais indicada para esse caso é a ASTM C633-79, que indica um número mínimo de 5 amostras, no formato cilíndrico de 25,4 mm de diâmetro e 25,4 mm de comprimento, com um recobrimento de espessura mínima de 0,3mm, para garantir o não contato do adesivo com o substrato através do revestimento. O equipamento de ensaio em modo de tração é o Automated Materials Testing System 1.09 series IX, da Instron Corporation, do Laboratório de ensaios mecânicos, FEM, UNICAMP. O adesivo utilizado no ensaio é o epóxi EC2214 da 3M, com temperatura de cura de 393 K por 1 hora. As amostras são obtidas fazendo a colagem do corpo com deposição e outro sem deposição montado em um dispositivo auto alinhante. O exame dos corpos de prova indica que tipo de falha ocorreu (figura 3.1).

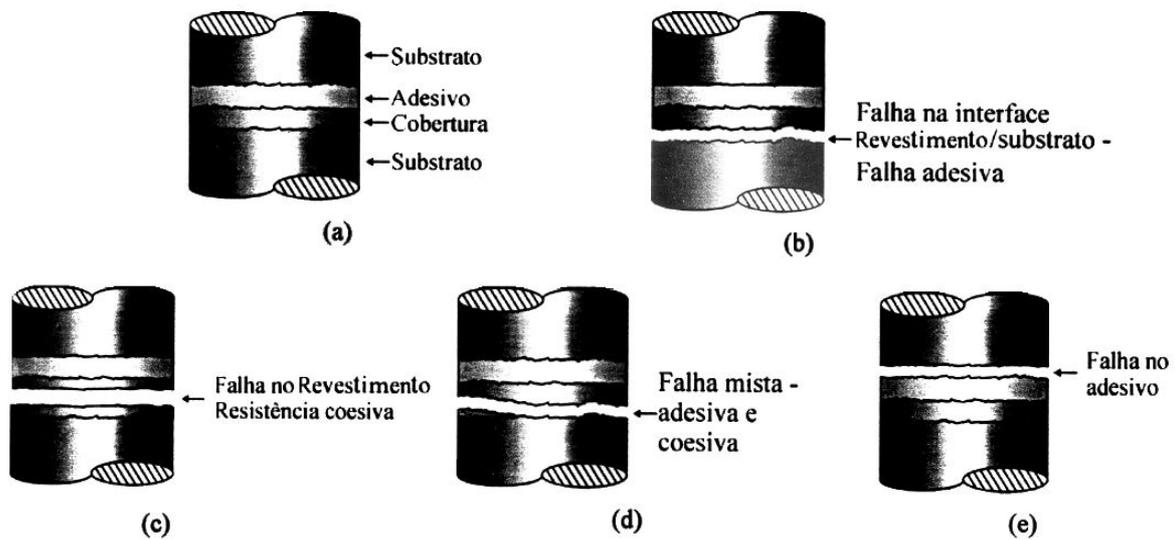


Figura 3.1 Modos de falha do recobrimento no ensaio de adesão [LIMA, 2002].

O corpo de prova antes do ensaio apresenta a montagem da figura 3.1 (a); a falha adesiva acontece quando a ruptura do corpo ocorre na interface revestimento/substrato figura 3.1 (b); a falha coesiva ocorre no interior do revestimento figura 3.1 (c); na falha mista ocorre uma mistura da falha adesiva e coesiva figura 3.1 (d); a falha no adesivo seria na interface com o corpo de prova sem revestimento, indicando que a adesão e coesão ficaram acima do limite do adesivo figura 3.1 (e). Para o cálculo do valor de ruptura usamos a seguinte equação:

$$T = \frac{F}{A} \quad (3.1)$$

onde T é a tensão de ruptura adesiva e/ou coesiva [Pa], F a força máxima do ensaio [N] e A área da secção transversal do corpo de prova [m<sup>2</sup>].

### 3.2.5 Ensaio de dessorção térmica em ultra-alto vácuo

A análise da dessorção térmica é feita numa montagem para teste de desgaseificação em ultra-alto vácuo (pressões < 10<sup>-7</sup>Pa) [HENRIOT, 1992] e [TURNER, 1999], do Grupo de Vácuo, LNLS (figura 3.2).

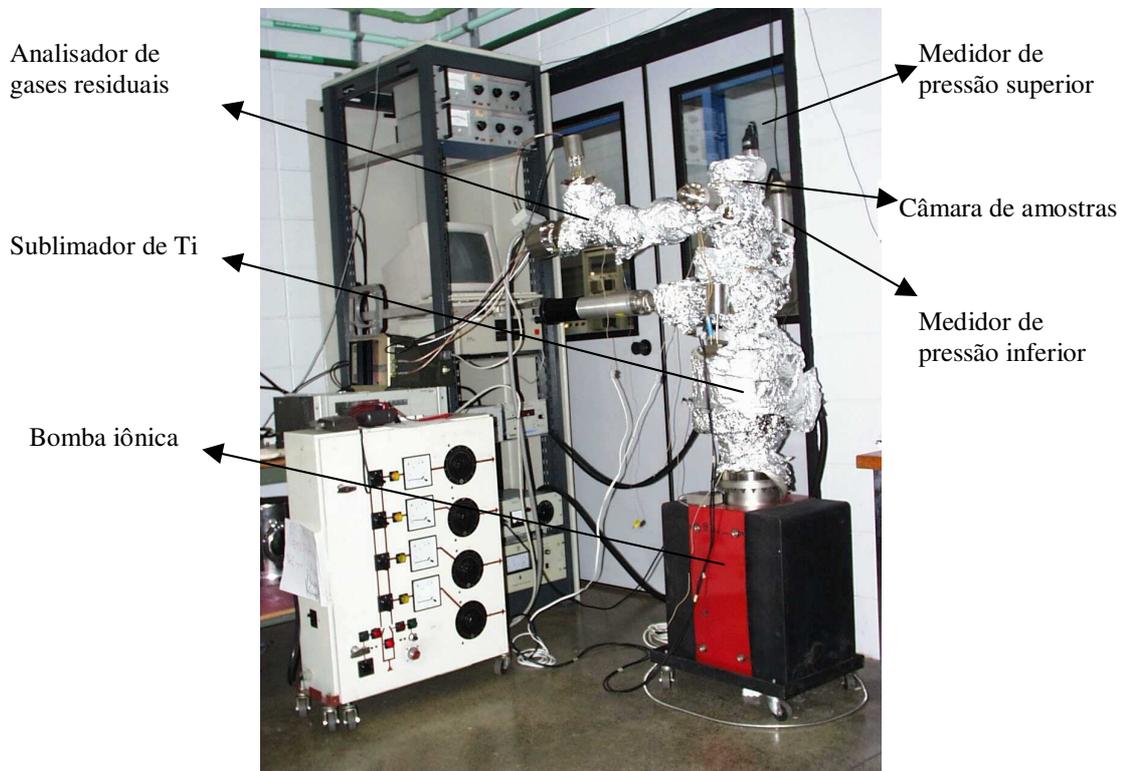


Figura 3.2 Montagem do sistema de medida de dessorção térmica a temperatura ambiente (297 K), do Grupo de Vácuo do LNLS.

O teste permite calcular a dessorção da câmara teste, das chapas de cobre e o comportamento das chapas de cobre com o revestimento de alumina [ELSEY, 1975a] e [ELSEY, 1975b]. Esta montagem é constituída por duas câmaras de aço inoxidável ABNT 316L com uma condutância entre elas (furo de  $1,00 \pm 0,02$  cm de diâmetro) [DELAFOSSÉ, 1961]. Na parte superior colocam-se as amostras e na parte inferior o sistema de bombeamento. As medidas de pressão foram feitas por medidores tipo cátodo quente, modelo Balzers IMG070 com cabeça medidora IMR132, calibrados pelo método comparativo com medidor de transferência de esfera girante, no grupo de vácuo do CERN [LAURENT, 1994]. As pressões parciais dos gases residuais foram dadas por um analisador de gás residual (RGA do inglês "Residual Gas Analyzer") Balzers unidade de controle QMS 420, cabeça analisadora modelo QMA 400 com multiplicador de elétrons a  $90^\circ$  e gerador de RF QMH 400-5, calibrado pelo método comparativo acima. O sistema de bombeamento é constituído por uma bomba iônica Varian Starcell Vacion de 400 l/s modelo 919-0106 e um sublimador de titânio Varian modelo 916-0017 e fonte de

alimentação TSP modelo 922-0043, com câmara de resfriamento desenvolvida no Grupo de Vácuo do LNLS.

A análise faz uso da diferença de pressão entre as duas câmaras para calcular o fluxo de massa da dessorção térmica pela fórmula abaixo [WUTZ, 1989]:

$$Q = 116 \times A_f \times (P_{\text{sup}} - P_{\text{inf}}) \times \sqrt{\frac{29}{M}} \quad (3.2)$$

onde  $Q$  é a fluxo de massa [ $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ],  $A_f$  área do furo [ $\text{m}^2$ ] entre as câmaras,  $M$  é o peso molecular do gás [ $u$ ],  $P_{\text{sup}}$  é a pressão medida na parte superior [ $\text{Pa}$ ] e  $P_{\text{inf}}$  é a pressão na parte inferior [ $\text{Pa}$ ]. Para obter  $D$ , a dessorção térmica do material [ $\text{Pa} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ], dividimos pela área da superfície exposta ao vácuo.

### 3.2.6 Teste de ruptura dielétrica em alto vácuo

Para analisar a tensão de ruptura do material o procedimento usado seguiu as normas ASTM D149-95a e D3755-86 (revisão 1995). A única modificação foi que a montagem estava em alto vácuo (faixa de  $10^{-6}$  Pa). Para isso foi incluído na montagem de dessorção térmica um passante duplo para alta tensão (12 kV), compatível com ultra-alto vácuo, na parte superior, as conexões elétricas do lado do vácuo foram feitas com uma malha de cobre recoberta com prata e garras elétricas também recobertas com prata para melhorar o contato elétrico (figura 3.3). Um eletrodo de cobre seguindo a norma acima também foi construído pela oficina do LNLS, e limpo conforme o procedimento de limpeza padrão [FRANCISCO, 2001]. A fonte de tensão DC usada foi construída pelo Grupo de Bobinagem do LNLS e é capaz de atingir 10 kV com escala de 200 V.



Figura 3.3 Montagem do sistema de teste de ruptura em alto vácuo.

### 3.2.7 Teste de fadiga em protótipo

Para avaliação do recobrimento do ponto de vista mecânico em condições próximas da utilização, foi feita uma montagem teste no ar de um *septum* fino de injeção do anel de armazenamento (figura 3.4).



Figura 3.4 Montagem do *septum* no ar, para teste mecânico do protótipo.

Esta montagem aplicou o mesmo número de pulsos ao longo da vida útil do equipamento, projetado para 10 anos de operação sem manutenção na parte mecânica, o que equivale a  $1 \times 10^6$  pulsos. Cada pulso aplica uma tensão de 12,5 kV à bobina, sendo que a parte aplicada ao recobrimento representa 15% deste valor. O pulso tem um formato de meia senóide com duração de aproximadamente 70  $\mu$ seg e uma corrente máxima de 7,3 kA. Este teste foi executado de forma ininterrupta, com uma frequência de 1 Hz, durante 12 dias.

## Capítulo 4

### Resultados e discussões

São apresentados aqui os dados e imagens dos procedimentos experimentais do trabalho.

#### 4.1 Amostras planas, cilíndricas e do protótipo

O procedimento de preparação por abrasivo foi feito para cada uma das amostras. As deposições foram feitas em um mesmo dia para garantir a homogeneidade dos resultados. Abaixo as imagens das amostras (figuras 4.1, 4.2 e 4.3).



Figura 4.1 Amostra n.1 plana com deposição nas duas faces.



Figura 4.2 Corpos de prova do ensaio de adesão.



Figura 4.3 Tubo para teste de protótipo com deposição e tubo sem deposição.

## 4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A amostra número 1 das chapas foi usada como exemplo para a caracterização por MEV do procedimento de jateamento abrasivo sobre o cobre, após limpeza da superfície com o jato de água, figura 4.4.

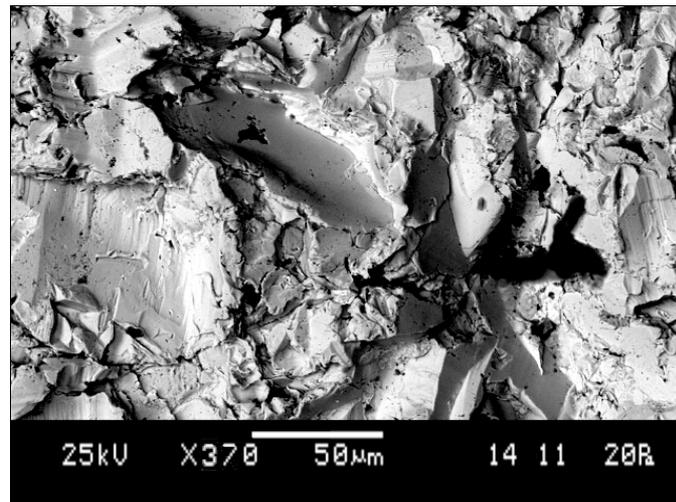


Figura 4.4 MEV da face do cobre após tratamento abrasivo e limpeza com jato de água.

Podemos notar que a superfície não apresenta restos do material abrasivo e o jato de pressão com água não provoca qualquer outro efeito na superfície.

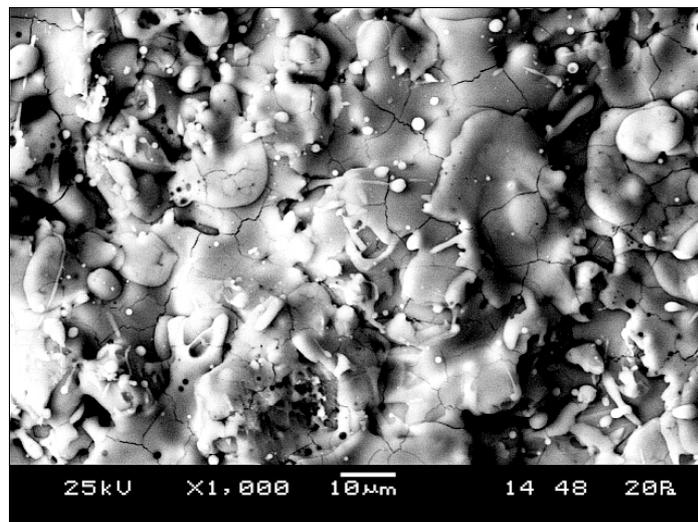


Figura 4.5 MEV da superfície da amostra 1 de chapa após deposição por ATP de alumina.

Após o teste de dessorção térmica e de ruptura dielétrica as amostras de chapa foram preparadas para microscopia de varredura para observação do perfil transversal da deposição. Na figura 4.5 podemos ver a superfície da deposição da amostra 1. Esta imagem é equivalente às encontradas na literatura, mostrando a correta deposição e preparação das amostras [WESTERGÅRD, 1998].

Na seqüência imagens da amostra 1 em chapa sem o tratamento térmico.

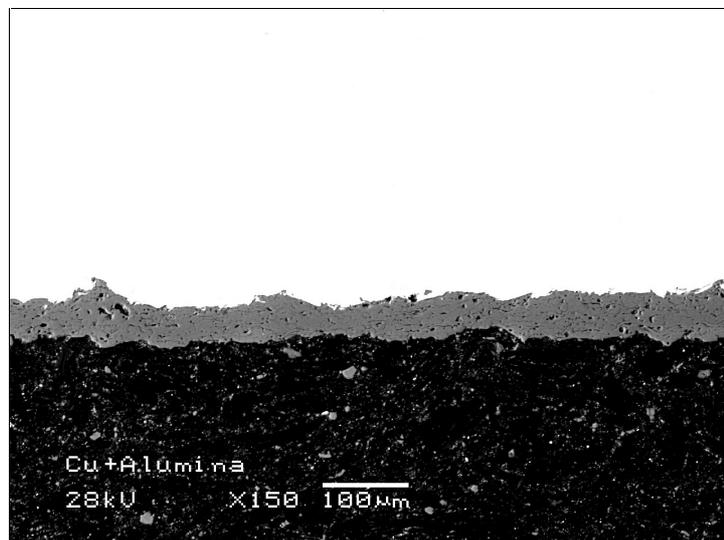


Figura 4.6 MEV do perfil transversal da amostra 1 sem tratamento térmico.

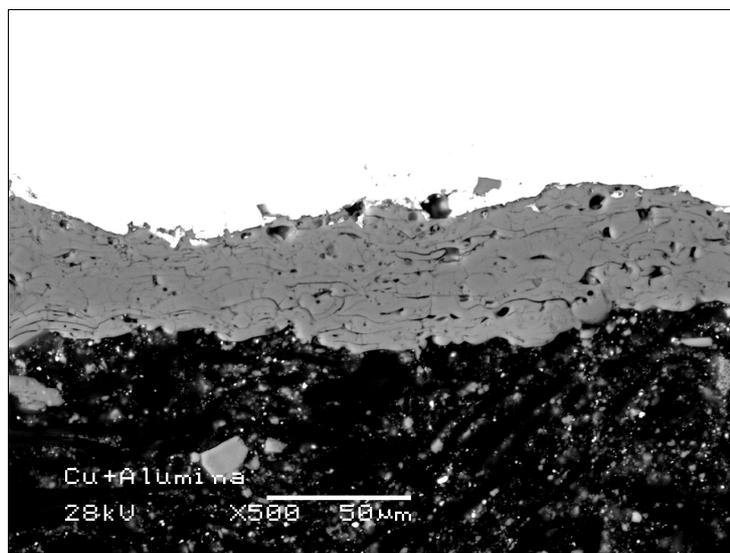


Figura 4.7 MEV do perfil transversal da amostra 1 sem tratamento térmico.

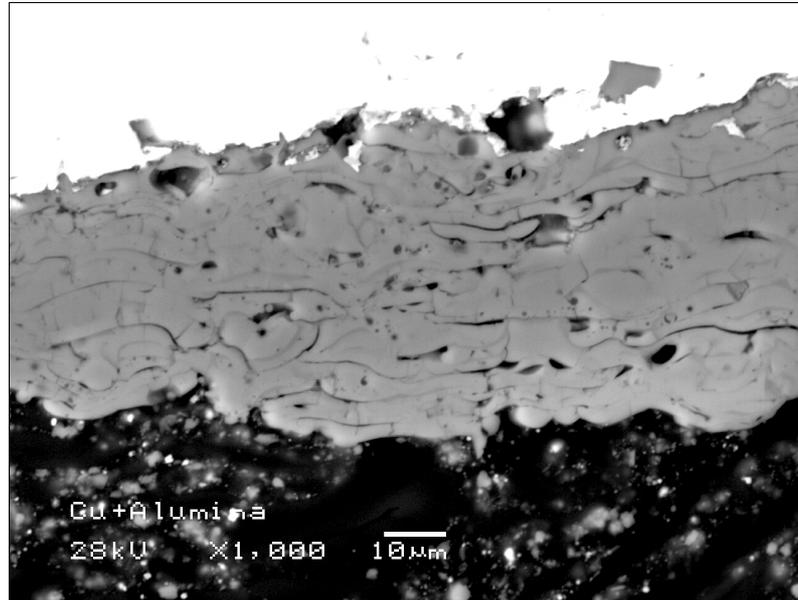


Figura 4.8 MEV do perfil transversal da amostra 1 sem tratamento térmico.

No corte transversal as amostras apresentaram características morfológicas muito próximas, mesmo após o aquecimento (figuras 4.9, 4.10 e 4.11)



Figura 4.9 MEV do perfil transversal da amostra 3 com tratamento térmico.

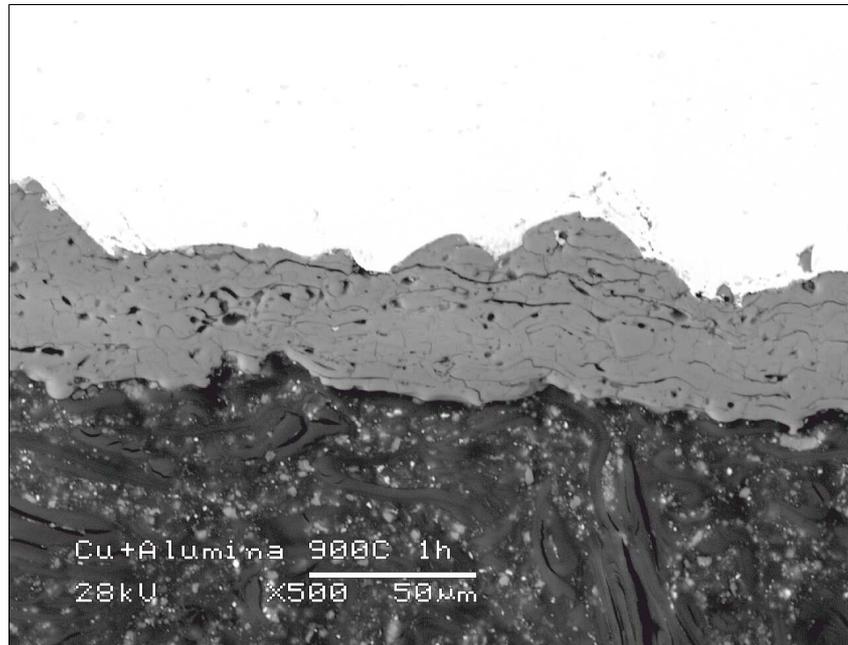


Figura 4.10 MEV do perfil transversal da amostra 3 com tratamento térmico.

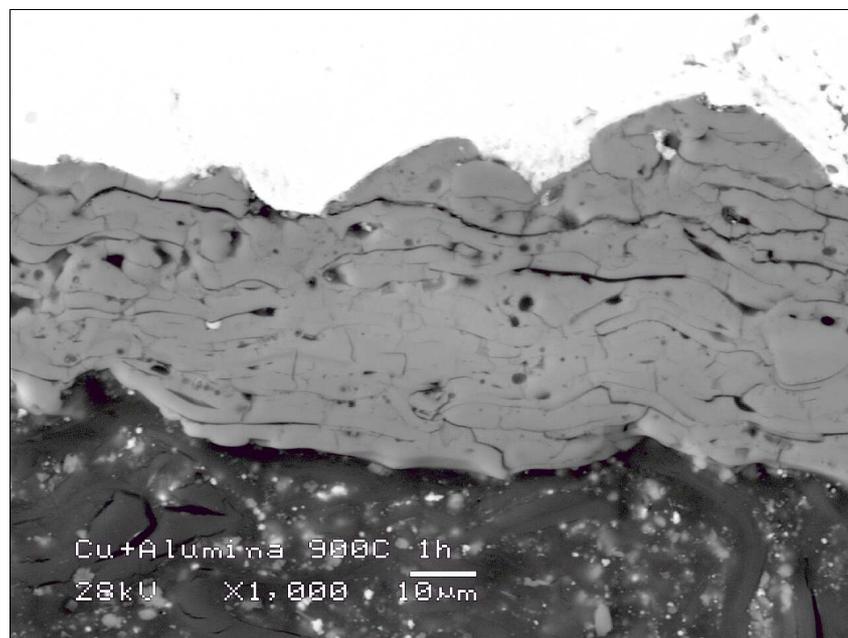


Figura 4.11 MEV do perfil transversal da amostra 3 com tratamento térmico.

As características morfológicas das duas deposições são próximas. Elas apresentam estrutura lamelar com quatro tipos de aberturas: os espaços entre lamelas, as trincas intralamelares, os poros no meio do revestimento e os vazios ao longo do perfil do cobre. Nenhuma imagem apresentou partículas não derretidas; isto indica a utilização de potência

correta no plasma. As lamelas são na realidade um corte transversal em partículas de alumina derretidas e achatadas quando jogadas contra o substrato, sendo que assim tendem a seguir o perfil da superfície de cobre, com suas faces paralelas a ela. As trincas intralamelares são perpendiculares a estas últimas e aparecem devido à tensão gerada na solidificação. Tanto os espaços entre lamelas e intralamelares na amostra sem tratamento térmico aparecem mais na região externa do recobrimento, mostrando que há um acúmulo de tensão no recobrimento à medida que a deposição fica espessa. As partículas da alumina com contato direto com o substrato possuem uma taxa de troca de calor muito elevada, provocando a solidificação rápida e acompanhando o perfil do substrato pela partícula, com isso aparecem tensões residuais no recobrimento após o resfriamento. Na parte interna do recobrimento, a coesão entre as partículas começa a não ser suficiente para suportar as tensões, permitindo somente que pequenas áreas de contato entre partículas possam ocorrer, o que gera uma diminuição da coesão. Já nas amostras que sofreram tratamento térmico houve uma diminuição dos espaços e trincas aumentando o grau de coesão. Os poros no meio do recobrimento são formados por gases que se misturam às partículas derretidas e ajudam a criar recobrimentos com tensões residuais menores. Com o tratamento térmico as tensões entre o recobrimento e a alumina aliviam criando trincas longas, sempre próximas da interface com o cobre, isso é esperado devido à diferença do coeficiente de dilatação térmica entre os dois materiais.

#### **4.4 Microscopia eletrônica de varredura com canhão por emissão de campo (FEG-SEM)**

As imagens dos cortes transversais obtidas com o FEG-SEM foram feitas para cada uma das 4 amostras de chapas que forneceram as espessuras das camadas depositadas, através do programa do microscópio, para o cálculo dos valores de ruptura dielétrica. As amostras 1 e 2 passaram pelo tratamento térmico e a 3 e 4 não passaram.

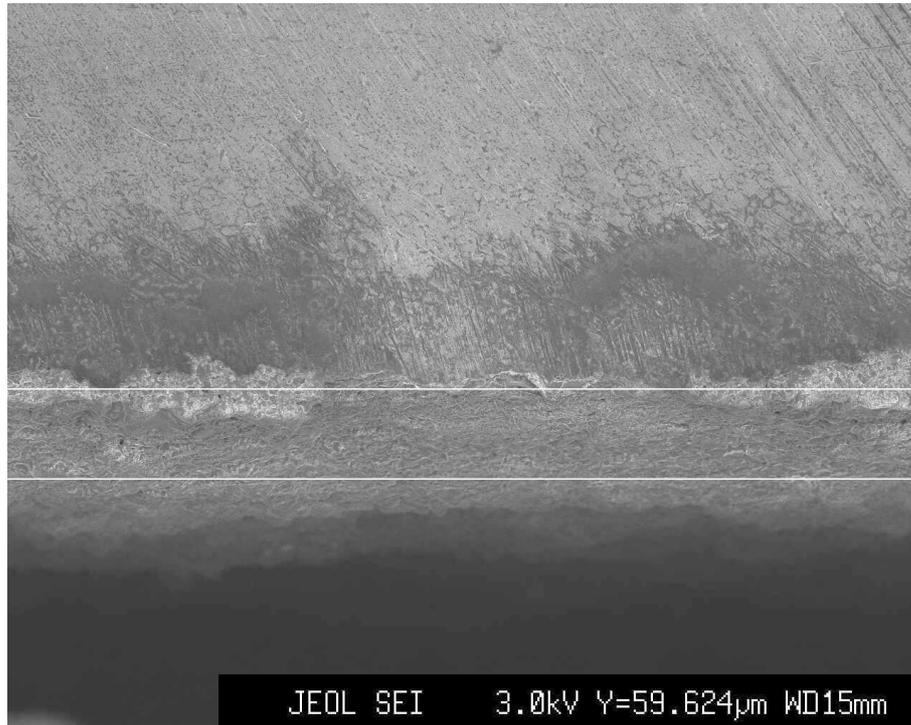


Figura 4.12 FEG-SEM da amostra 1 com medida de espessura da deposição.

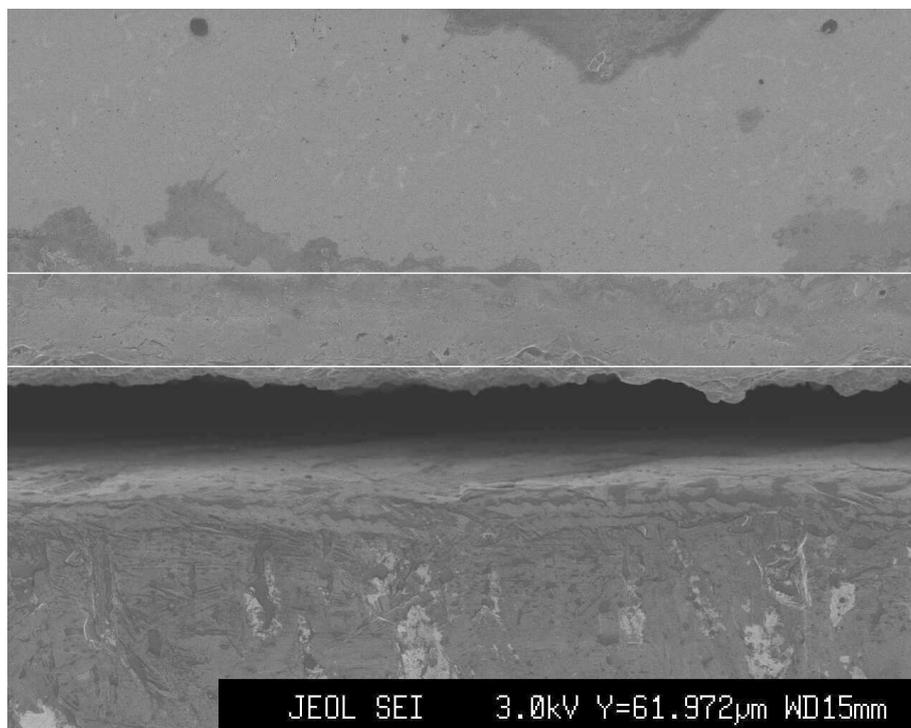


Figura 4.13 FEG-SEM da amostra 2 com medida de espessura da deposição.

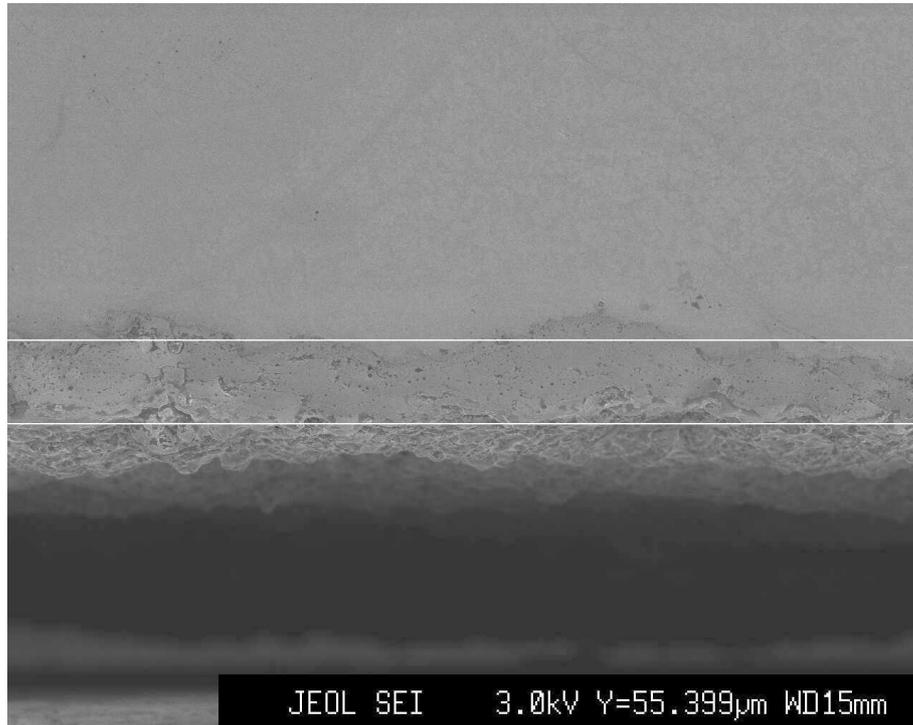


Figura 4.14 FEG-SEM da amostra 3 com medida de espessura da deposição.

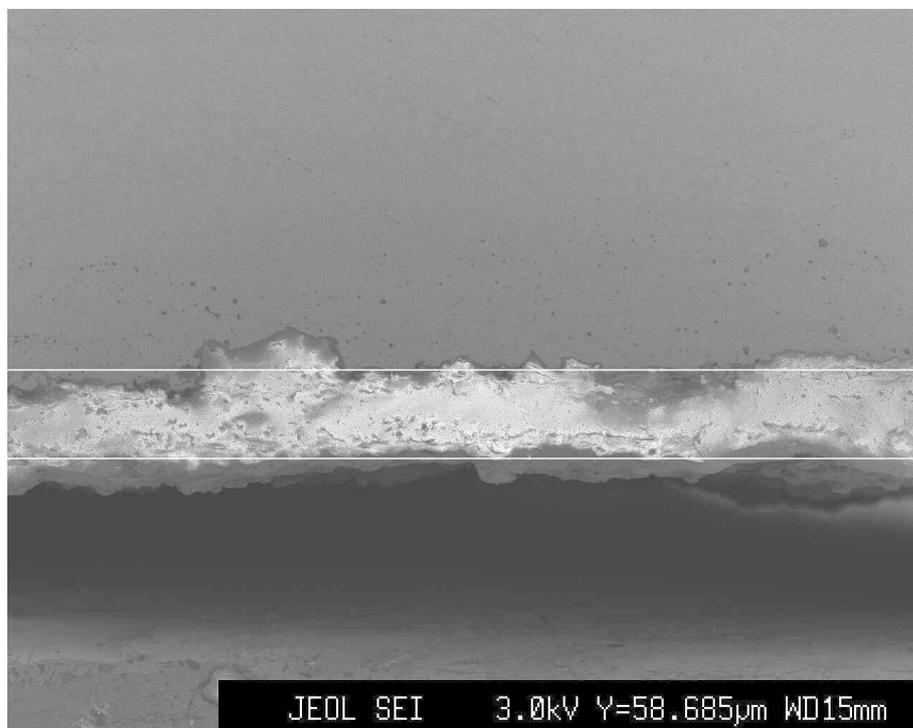


Figura 4.15 FEG-SEM da amostra 4 com medida de espessura da deposição

Mesmo sendo feitas manualmente as deposições, as espessuras ficaram em valores muito próximos. Novamente não houve diferença significativa na morfologia da interface e na estrutura da alumina. Um detalhe pode ser notado, as amostras que passaram pelo tratamento térmico apresentaram uma dificuldade maior na preparação porque o cobre ficou mais dúctil. Nas imagens das amostras isso se traduz nas marcas deixada pelo polimento (figura 4.12), já que há uma diferença muito grande na dureza dos materiais. O cobre usado para todas as amostras é fornecido na condição “meio duro”, com dureza de 73 Brinell, que após o tratamento térmico é reduzido para um valor de 45 Brinell. Isto se reflete no material com uma mudança no limite de resistência de 280 MPa para a condição “meio duro”, para 220 MPa após o tratamento térmico.

#### 4.5 Difração de raios X

Inicialmente um teste do pó 105 SFP e de duas deposições teste sobre as amostras do ensaio de tração, foram usadas para checagem do material (figura 4.16, 4.17 e 4.18).

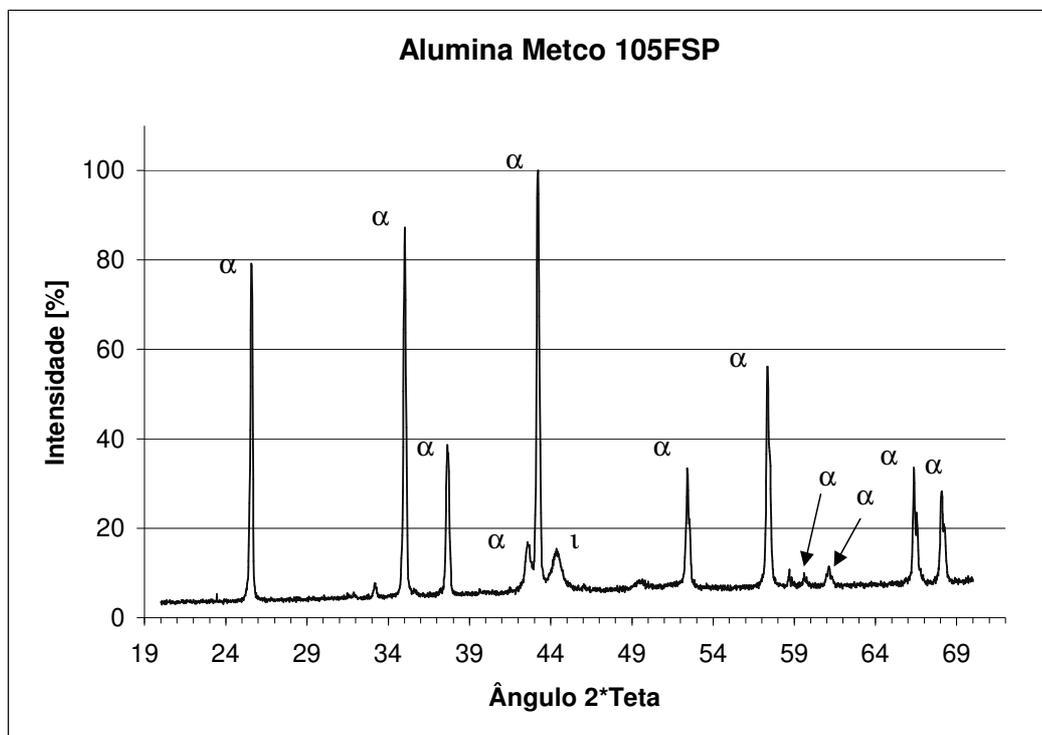


Figura 4.16 Difração do pó (Metco 105FSP) utilizado na deposição.

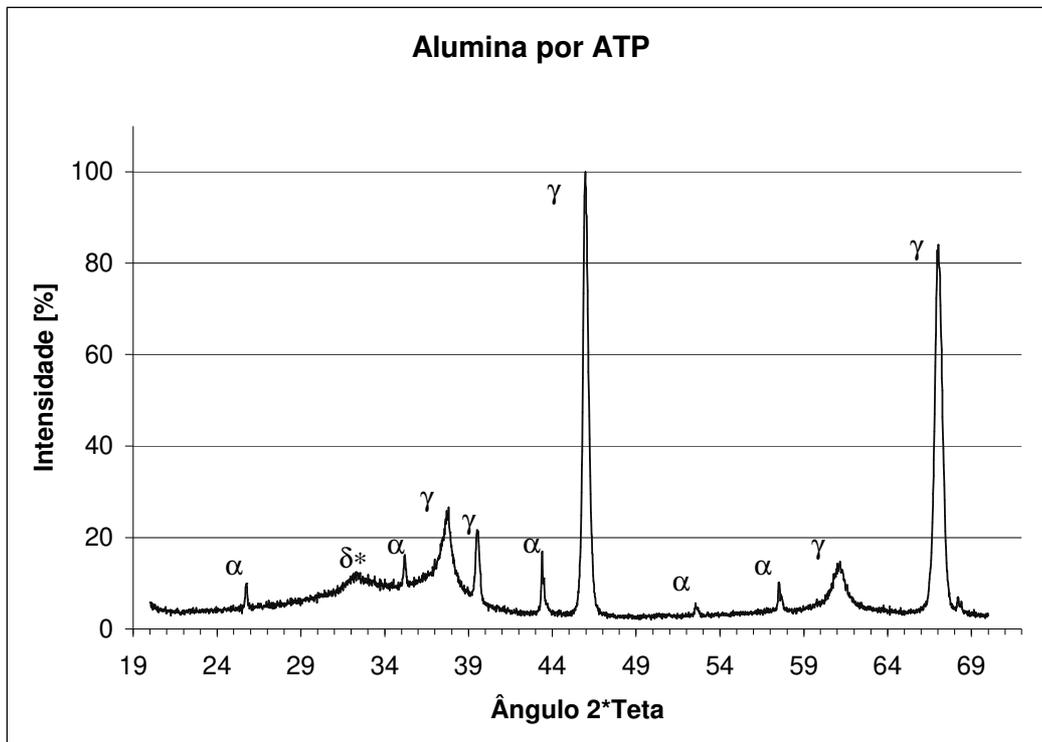


Figura 4.17 Difração da amostra sem tratamento térmico.

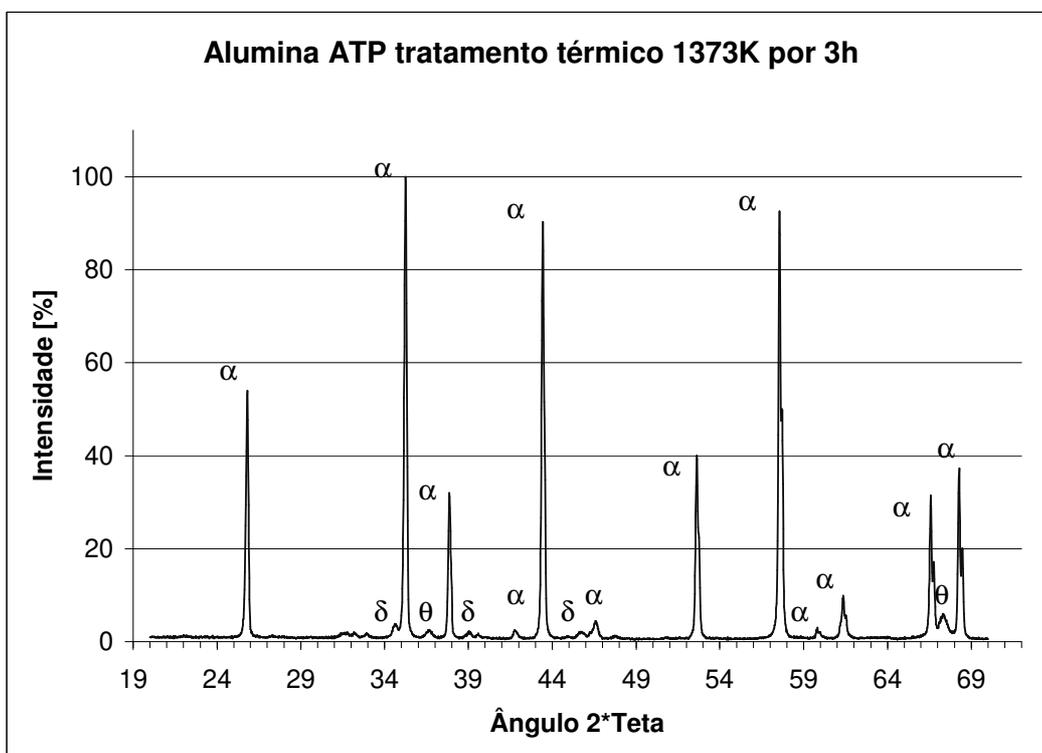


Figura 4.18 Difração da amostra com tratamento térmico.

Como esperado o pó 105 SFP só apresenta a fase alfa na sua constituição, a amostra sem tratamento térmico apresentou a fase gama (figura 4.17) e a amostra que passou no tratamento térmico de 1370 K por 3 horas também apresentou fase alfa (figura 4.18).

O pó 105 SFP apresentou essencialmente a alumina fase  $\alpha$ , com uma difração bem próximo da alumina pura. É possível notar um pico da fase  $\iota$ , esta fase é uma mistura de alumina  $\alpha$  com dióxido de silício, que representa a maior parte da impureza presente no pó [Technical Bulletin 1b, 1977]. A deposição sobre cobre apresentou uma mistura de alumina fase  $\gamma$  e alumina fase  $\alpha$ . Este resultado também é o encontrado na literatura [DAMANI, 2000], onde o dióxido de silício aparece na fase  $\delta^*$ . O tratamento térmico a 1370 K por 3 horas transformou a alumina fase  $\gamma$  em alumina fase  $\alpha$ , esta temperatura e tempo não foram suficientes para a completa troca de fase, o que é visto pela presença de picos da fase  $\gamma$  e  $\theta$  [DAMANI, 2000]. Amostras das chapas também foram analisadas para verificar se um tratamento a temperatura mais baixa (1170 K), limitada pelo cobre (fusão 1356 K), provoca alguma mudança de fase (figura 4.19).

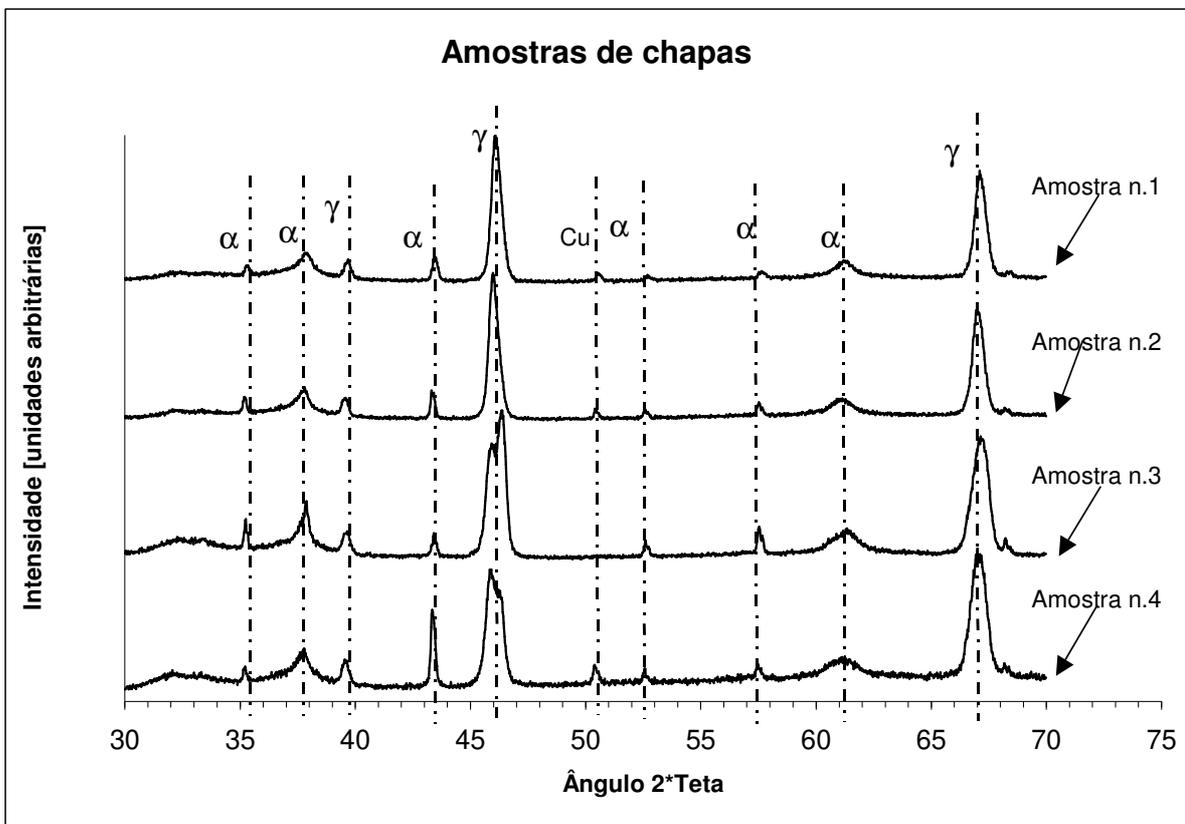


Figura 4.19 Difração das amostras de chapa com (n. 1 e 2) e sem tratamento térmico (n. 3 e 4).

A escolha desta segunda temperatura foi devido ao procedimento de brasagem para a união de cobre com aço inoxidável e Kovar para a construção de componentes de ultra alto vácuo [KOHL, 1967]. As difrações mostram que houve pouca alteração nas fases presentes, mas podemos notar que nas amostras números 3 e 4, as intensidade relativas dos principais picos foi modificada, os picos próximos a posição de  $46^\circ$  foram duplicados indicado a transformação da fase  $\gamma$  para fase  $\theta$ .

Uma linha do cobre ( $50,5^\circ$ ) aparece na difração, o material vem junto com a alumina quando é retirada do substrato, já que a adesão é puramente mecânica devido ao engaste. Uma das principais mudanças devido ao aquecimento nas amostras de sofreram o aquecimento foi a diminuição da dureza do cobre devido ao aquecimento [KOHL, 1967].

#### 4.6 Ensaio de adesão

Neste ensaio usamos 2 corpos de prova sem recobrimento para avaliação do adesivo, 5 corpos de prova com tratamento térmico e 5 sem o tratamento. A tabela 4.1 mostram os resultados.

Tabela 4.1 Valores de ruptura das amostras

Amostra	Média [MPa]	Desvio padrão
Avaliação do adesivo	37	-
sem tratamento térmico	18	2
com tratamento térmico	33	5

Os corpos de prova para avaliação do adesivo tiveram fratura mista, sendo o valor obtido igual ao encontrado na especificação técnica do fabricante [Technical Data Epoxy Adhesives, 1984], citamos para comparação o valor do cobre recozido para o mesmo ensaio, 220 MPa.



Figura 4.20 Amostras do ensaio de tração a. com tratamento térmico b. sem

A falha nos corpos de prova sem tratamento térmico (figura 4.20 b) é do tipo adesiva, com um desvio padrão relativamente pequeno. A superfície de adesão é a mais frágil, devido ao acúmulo de tensões residuais, já que os coeficientes de expansão térmica são muito diferentes ( $18,5 \mu\text{m} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$  até 520 K para o cobre e  $7,4 \mu\text{m} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$  até 520 K para a alumina). A falha nos corpos de prova com tratamento térmico (figura 4.20 a) é do tipo mista com um valor dentro do limite do adesivo, além de um desvio relativamente grande. Este tipo de falha só permite indicar uma melhora na adesão do recobrimento, sem trazer informações sobre a coesão.

#### 4.7 Análise da dessorção térmica em ultra-alto vácuo

As peças do sistema inicialmente são limpas de acordo com a procedimento padrão do grupo de vácuo do LNLS [FRANCISCO, 2001]. Montado o sistema é feito um teste de vazamento, que não acusou qualquer problema. Iniciou-se o aquecimento até 420 K para a eliminação da água e desgaseificação do sistema. O sistema ficou aquecido por 140 horas para a completa dessorção da água. O aquecimento foi feito através de fitas de aquecimento colocadas em torno da câmara de vácuo e cobertas com papel alumínio para evitar a troca de calor excessiva

com o ambiente (figura 3.1). Durante este aquecimento a pressão do sistema subiu até a um pico de  $1,2 \times 10^{-3}$  Pa (erro  $\pm 10\%$ ) e depois diminuiu até  $1,5 \times 10^{-6}$  Pa (erro  $\pm 10\%$ ) permanecendo aí nas 24 horas finais, indicando que todo o gás (principalmente água), adsorvido na superfície da câmara, já havia sido retirado. O gráfico da figura 4.21 mostra a composição do gás residual (pressão total  $3,6 \times 10^{-8}$  Pa), que está de acordo com o esperado, sendo constituído principalmente de hidrogênio ( $\approx 77\%$ ) proveniente do aço inoxidável da câmara de vácuo e uma parte de CO ( $\approx 23\%$ ) tendo como origem, o próprio filamento do analisador de gás residual. A pressão do sistema com o analisador de gás desligado foi de  $1,8 \times 10^{-8}$  Pa.

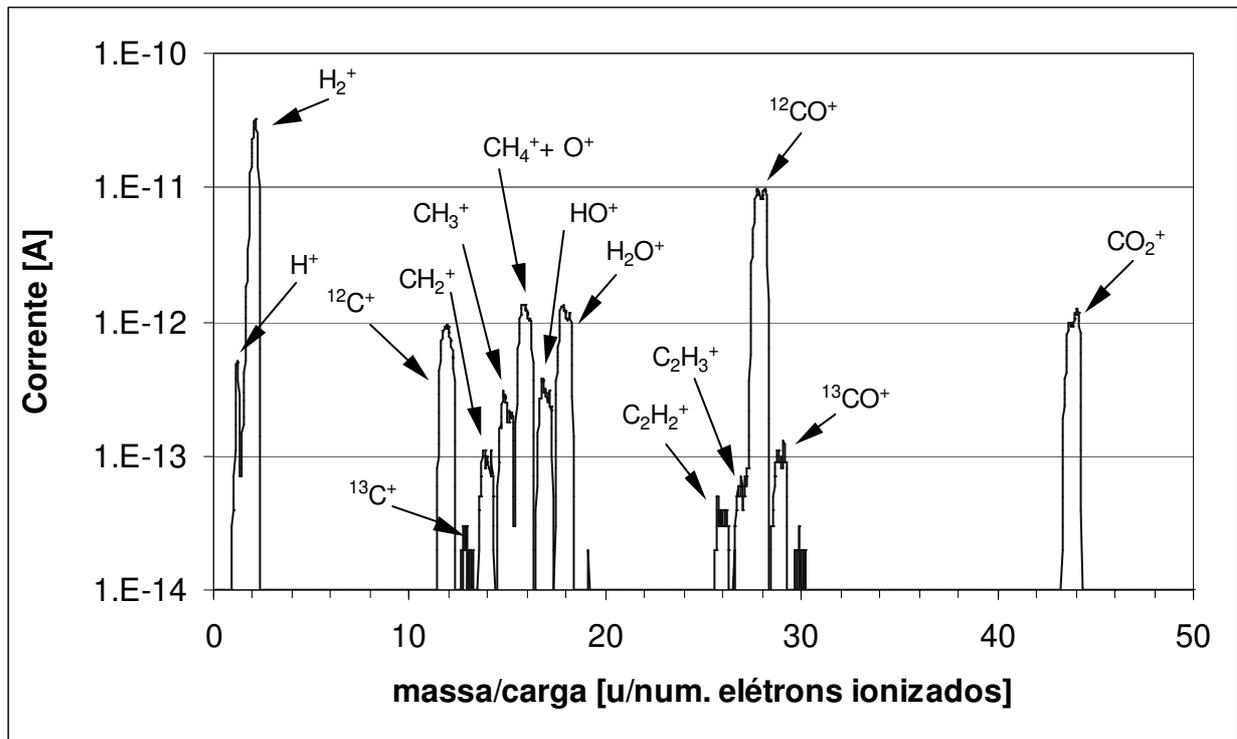


Fig. 4.21 Espectro do analisador de gás após aquecimento, com nitrogênio líquido no sublimador, pressão no sistema  $1,8 \times 10^{-8}$  Pa (erro  $\pm 10\%$ ).

Para avaliarmos o sistema fizemos o cálculo da dessorção térmica da câmara usando os dados da tabela 4.1.

Tabela 4.1 Dados da câmara de medida de dessorção.

Calibração dos medidores			
	medidor superior		medidor inferior
H2	3,02		2,63 <i>aferido</i>
N2	1,2		1,04 <i>aferido</i>
Superfície interna superior			
Diam. Interno do tubo [cm]	Comprimento [cm]		Superfície [cm <sup>2</sup> ]
3,51	41,5		457,6201
6,05	68,0		1292,451
9,86	14,8		458,4463
	Sub total		2208,518
Diam. Tampas [cm]			
3,51	3		29,02855
6,05	3		86,24261
6,05	3		57,21406
9,86	2		152,7122
	Sub total		325,1974
	<b>Total</b>		<b>2533,72</b>
	<b>Nominal</b>		<b>2500 ± 4%</b>

Assim, tendo como pressões finais  $5,0 \times 10^{-9}$  Pa (erro  $\pm 10\%$ ) no medidor inferior e  $1,8 \times 10^{-8}$  Pa (erro  $\pm 10\%$ ) no medidor superior,  $M$  igual a 28 u (supondo equivalente nitrogênio) e  $A_f$  igual a  $7,85 \times 10^{-5} \text{ m}^2$  e usando a fórmula (3.2) podemos calcular a dessorção gasosa total ( $Q_{\text{câmara}}$ ) da parte superior do sistema. A dessorção por unidade de área é obtida dividindo pela área total da tabela acima:

$$Q_{\text{câmara}} = 1,2 \times 10^{-10} \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1} \text{ (erro } \pm 10\%)$$

$$D_{\text{aço}} = 4,8 \times 10^{-10} \text{ Pa.m.s}^{-1} \text{ (erro } \pm 10\%)$$

Este valor está dentro do encontrado na literatura [WUTZ, 1989] e [ROTH, 1982].

As amostras de cobre foram colocadas no sistema e foi feito um novo AP a 420 K por 72 horas. Novamente o gás residual principal foi o hidrogênio (figura 4.22).

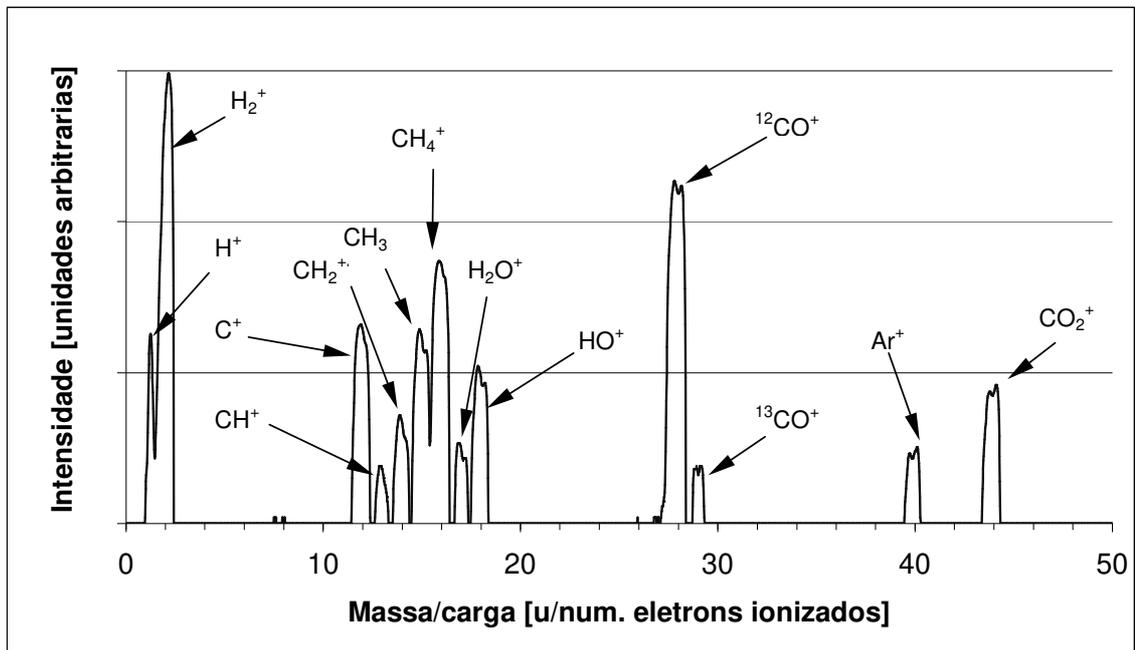


Figura 4.22 Espectro do analisador de gás das chapas de cobre, com nitrogênio liquido no sublimador, pressão no sistema  $2,1 \times 10^{-8}$  Pa (erro  $\pm 10$  %)

Os valores obtidos para este caso foram  $5,0 \times 10^{-9}$  Pa (erro  $\pm 10$  %) no medidor inferior e  $2,1 \times 10^{-8}$  Pa (erro  $\pm 10$  %) no medidor superior, o que leva a um fluxo total:

$$Q_{\text{total}} = 1,5 \times 10^{-10} \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1} \text{ (erro } \pm 10 \text{ \%)}$$

Subtraindo a dessorção da câmara, para obter a do cobre somente:

$$Q_{\text{total}} - Q_{\text{câmara}} = Q_{\text{cobre}} = 3,8 \times 10^{-11} \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1} \text{ (erro } \pm 10 \text{ \%)}$$

As amostras de cobre têm uma superfície total de  $0,04608 \text{ m}^2$ , (erro  $\pm 2$  %), o que leva a uma dessorção total:

$$D_{\text{cobre}} = 6,1 \times 10^{-10} \text{ Pa.m.s}^{-1} \text{ (erro } \pm 10 \text{ \%)}$$

Este valor está dentro do encontrado na literatura [WUTZ, 1989] e [ROTH, 1982].

Para a caracterização do cobre com alumina depositada por ATP, o seguinte procedimento foi adotado: 15 dias de bombeamento com medida de pressão (figura 4.23) e gás residual (figura

4.24), AP a 423 K por 140 h, medidas de pressão (figura 4.25) por 25 dias e gás residual (figura 4.26).

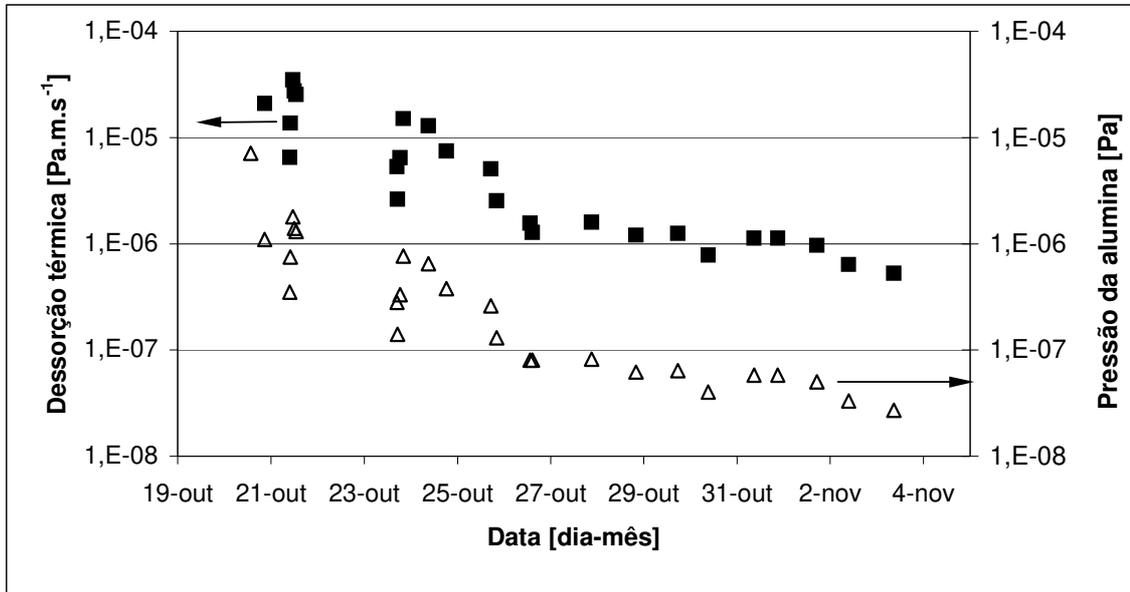


Figura 4.23 Pressão na câmara superior do cobre com alumina e a dessorção térmica.

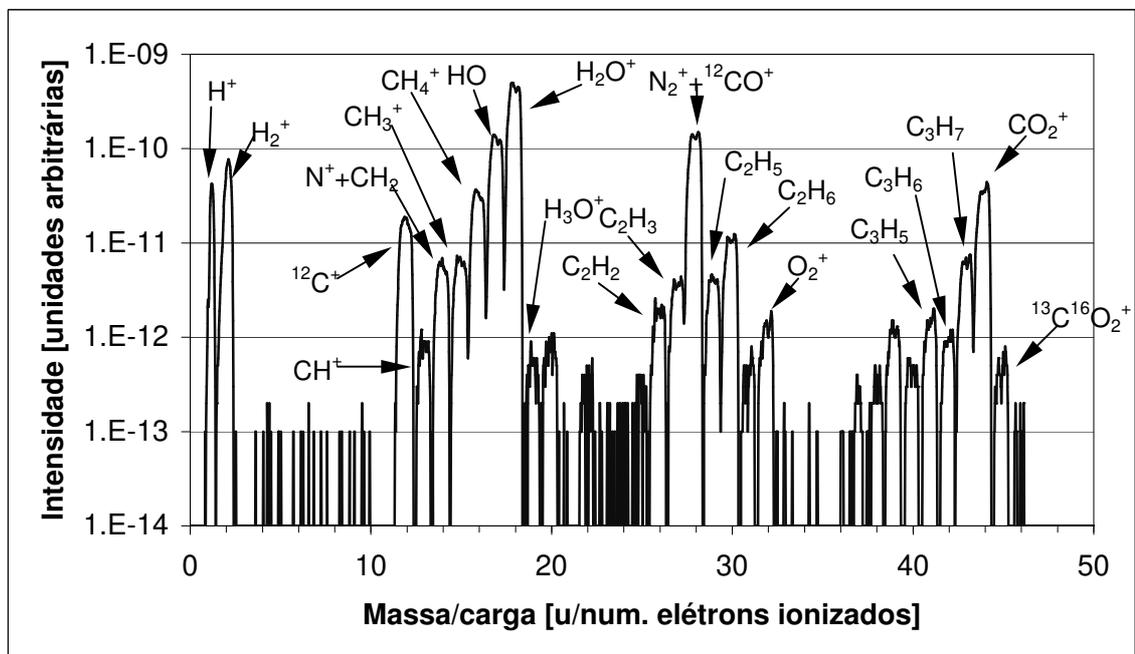


Figura 4.24 Gás residual após 15 dias de bombeamento do cobre com alumina.

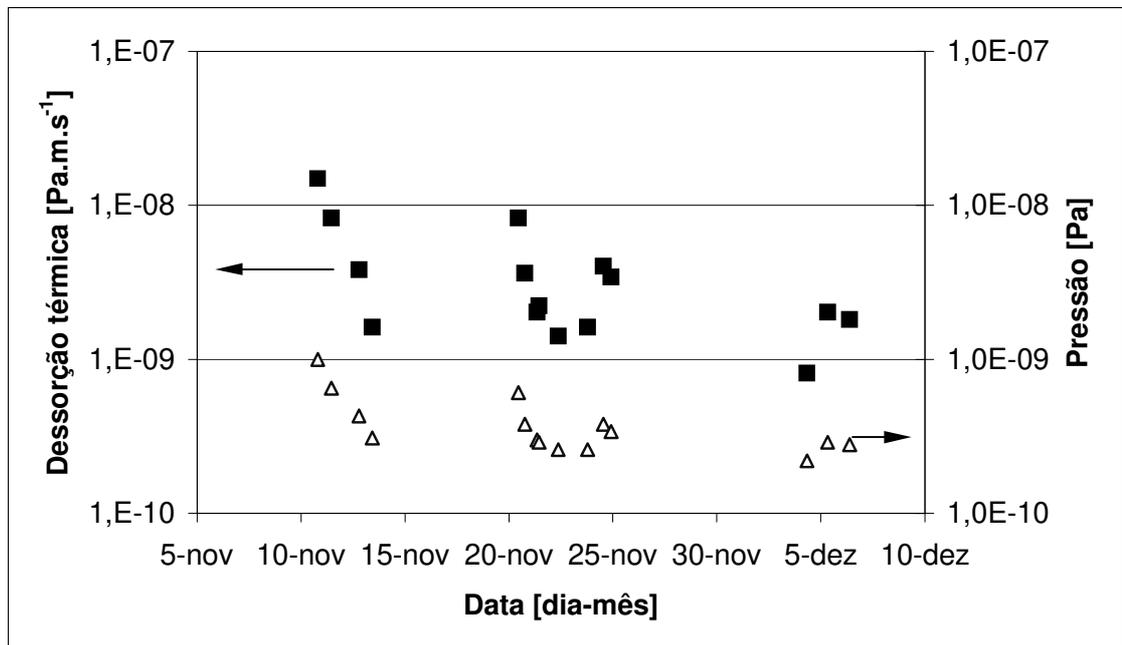


Figura 4.25 Pressão na câmara superior do cobre com alumina e a dessorção, após o AP.

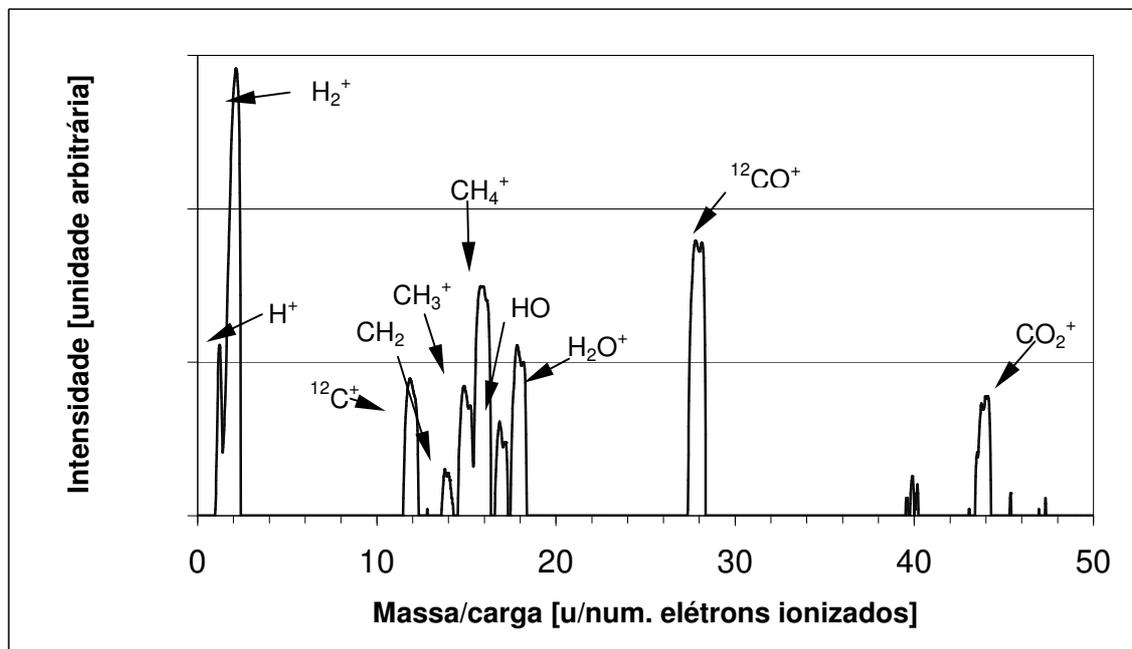


Figura 4.26 Gás residual após 25 dias de bombeamento do cobre com alumina, após AP.

Durante o bombeamento nos primeiros 15 dias a pressão do sistema decresce a uma taxa constante indicando uma capacidade de adsorção de gás pela alumina, isto é devido a presença de

trincas e falhas na deposição, típicas de ATP. O gás residual apresentou uma composição complexa de hidrocarbonetos, água, nitrogênio e oxigênio. Todos os elementos e moléculas tem origem no procedimento de limpeza da alumina, que possui ácido nítrico e enxague em água, além de parte dos compostos serem gerados pelo carácter catalisador do filamento do RGA.

Após o AP, o comportamento da amostra continuou a apresentar valores decrescentes de dessorção, o que confirma a capacidade de reter gases da amostra nos interstícios da estrutura formada pelas ATP. A composição dos gases residuais ao fim do período mostrou ser compatível com a aplicação em UAV, apresentando principalmente hidrogênio.

Os valores obtidos para a alumina depositada por ATP ao fim do período foram  $5,0 \times 10^{-9}$  Pa (erro  $\pm 10$  %) no medidor inferior e  $2,2 \times 10^{-8}$  Pa (erro  $\pm 10$  %) no medidor superior, o que leva a:

$$\begin{aligned}Q_{\text{total}} &= 1,6 \times 10^{-10} \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1} \text{ (erro } \pm 10 \text{ \%)} \\Q_{\text{total}} - Q_{\text{câmara}} &= Q_{\text{alumina}} = 4,0 \times 10^{-11} \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1} \text{ (erro } \pm 10 \text{ \%)} \\D_{\text{alumina}} &= 8,1 \times 10^{-10} \text{ Pa.m.s}^{-1} \text{ (erro } \pm 10 \text{ \%)}\end{aligned}$$

Este valor está dentro do encontrado na literatura [WUTZ, 1989] e [ROTH, 1982].

#### **4.8 Análise do teste de ruptura dielétrica em alto vácuo**

O procedimento adotado neste teste seguiu a norma ASTM D149-95a e D3755-86 (revisão 1995) montando o sistema em uma câmara de alto vácuo (faixa de  $10^{-6}$  Pa).

A cada amostra trocada um intervalo de 24 h era necessário para atingir a pressão necessária. Para cada uma das amostras foram feitas 3 medidas de ruptura. Na seqüência, a tabela 4.2, com os valores de espessura, tensão e ruptura dielétricas.

Tabela 4.2 Valores da espessura, tensão e ruptura dielétrica com valores médios e desvio padrão

Amostra	espessura [micron] ( $\pm 1$ micron)	Posição 1			Posição 2			Posição 3			Média [V/mm]	Desvio Padrão
		tensão de ruptura [V] ( $\pm 100$ V)	Pressão [Pa] ( $\pm 10\%$ )	Tensão de ruptura [V/mm] ( $\pm 10\%$ )	tensão de ruptura [V] ( $\pm 100$ V)	Pressão [Pa] ( $\pm 10\%$ )	Tensão de ruptura [V/mm] ( $\pm 10\%$ )	tensão de ruptura [V] ( $\pm 100$ V)	Pressão [Pa] ( $\pm 10\%$ )	Tensão de ruptura [V/mm] ( $\pm 10\%$ )		
1	60	2600	9,6E-06	43607	3400	9,6E-06	57024	3800	9,4E-06	63733	54788	10248
2	57	4400	7,1E-06	77454	2600	6,7E-06	45768	2600	7,6E-06	45768	56330	18294
3	59	2600	5,6E-06	44304	3400	7,2E-06	57936	4400	5,6E-06	74977	59072	15368
4	59	3200	6,4E-06	54362	3000	9,0E-06	50964	3400	9,6E-06	57759	54362	3398

Os valores obtidos mostram que a alumina produzida por ATP possui valores de ruptura dielétrica bem superiores ao da alumina sinterizada, na faixa de 9 kV/mm. Valores bem superiores a esse são reportados na literatura [PAWLOWSKI, 1988], na faixa de 90 a 180 kV/mm, mas não foi encontrada nenhuma referência com teste em alto vácuo. Um detalhe que torna ainda mais difícil a comparação de resultados é que as espessuras das amostras usadas são de 500 a 1500  $\mu\text{m}$ , isto é, no mínimo um fator 10 mais espessas. Outro fator importante para o comportamento dielétrico é a distribuição de cargas ao longo dos contornos de grão [LIEBAULT, 2001].

#### **4.9 Análise do teste de fadiga em protótipo**

O teste de fadiga foi executado em atmosfera já que o objetivo principal era testar o conceito do ponto de vista mecânico e eletrônico, não havendo necessidade do teste ser em vácuo. O sistema operou de forma contínua durante 14 dias sem interrupção, chegando à marca de 1.200.000 ciclos. Todos os componentes foram desmontados para a observação e nenhuma marca de desgaste foi observada. A cada pulso um campo magnético de aproximadamente 4,6 T era induzido nas ferrites, sendo que este campo provoca um choque no sistema já que as ferrites tendem a se afastar. Foi tomado o cuidado de notar que não houve a presença de pó de um possível atrito do tubo de cobre com alumina e a bobina do ímã. Isto poderia indicar um desgaste que comprometeria as condições de vácuo, elétricas e mecânicas das peças.

## Capítulo 5

### 5.1 Conclusões

O procedimento desenvolvido neste trabalho para a deposição de alumina sobre cobre por ATP é compatível com a utilização de UAV.

As imagens por MEV e FEG-SEM detalharam a microestrutura formada no recobrimento pela deposição por ATP (carácter lamelar, trincas intralamelares, poros e espaços vazios), que explica a capacidade de adesão ao substrato, a capacidade de adsorção gasosa e a alta tensão de ruptura dielétrica.

A difração de raios X detalhou a estrutura cristalina do material de deposição e do recobrimento, mostrando a mudança de fase da alumina devido a ATP e a pouca influência para a alumina de tratamentos térmicos posteriores à deposição.

O ensaio de adesão quantificou a força de adesão para as amostras sem tratamento térmico e um crescimento desta mesma força após o tratamento térmico, indicando que este tratamento pode aliviar as tensões residuais da deposição e melhorar o nível de adesão.

A análise de dessorção térmica em ultra-alto vácuo revelou um comportamento de adsorção gasosa pelo recobrimento, que é facilmente eliminado pelo AP. O espectro de gás residual é completamente compatível com a faixa de UAV.

O teste de ruptura dielétrica quantificou a capacidade superior do recobrimento comparada à alumina sinterizada, sendo essa característica ligada à microestrutura lamelar formada pela deposição.

O teste mecânico com o protótipo mostrou um bom nível de adesão do recobrimento com o substrato, mesmo em solicitações de choque, não apresentando desgaste ou geração de particulado.

Foi gerado um recobrimento compatível com UAV, com propriedade dielétrica superior ao esperado (54 kV/mm), possível de ser usado em temperaturas de até 1170 K, com incremento da adesão com substrato e economicamente viável, propriedades estas que tornam superior aos materiais empregados até o momento.

### **5.1 Sugestões para próximos trabalhos**

- Utilizar o mesmo procedimento deste trabalho para a construção de chapas de bobina para *septa* grosso, diminuindo consideravelmente o tamanho do imã,
- Utilizar o mesmo procedimento deste trabalho para o recobrimento de fios com uma camada fina o suficiente a ponto de ser flexível,
- Avaliar a interface cobre-alumina por microscopia de transmissão, nos casos com e sem tratamento térmico.

## Referências bibliográficas

Amada, S., Hirose, T., Planar characteristics of blasted surfaces and its relation with adhesion strength of coating. *Surface and Coatings Technology*, v.130, p158-163, 2000.

Ananthapadmanabhan, P.V., Sreekumar, K.P., Venkatramani, N., Sinha, P.K., Taylor, P.R., Characterization of plasma-synthesize alumina. *Journal of Alloys and Compounds*, n. 244, p70-74, 1996.

Arellano-Lopes, A. R., Microstrutural Characterization of small-particles plasma spray coating. *Journal of American Ceramic Soc.*, vol. 82, n. 8, p. 2204-2208, 1999.

ASTM C633-79, Standard test method for adhesion or cohesion strength of flame-spray coatings, *The American book of ASTM standards*, American Society for Testing Materials, 1982.

ASTM D149-95a, Standard test method for Dielectric breakdown voltage and dielectric strength of solid, *The American book of ASTM standards*, American Society for Testing Materials, 1995.

ASTM D 3755-86 (reapproved 1995), Standard test for Dielectric breakdown voltage and dielectric strength of solid, electrical insulating materials under direct-voltage stress *The American book of ASTM standards*, American Society for Testing Materials, 1995.

AWS, Thermal Spray: practice, theory, and application. Miami, *American Welding Society*, EUA, 1985, 184 p.

- Bernedt, C. C., Brindley, W., Goland, A. N. , Herman, H. , Houck, D. L. , Jones, K. , Miller, R. A. , Neiser, R. , Riggs, W. Sampath, S. , Smith, M. , Spasse, P. Current Problems in Plasma Spray Processing. *Journal of Thermal Spray Technology*, v.1, n.4, p.341-356, December, 1992.
- Bertagnolli, M., Marchese, M., Jacucci, G., Modeling of particles impacting on a rigid substrate under plasma spraying conditions. *Journal of Thermal Spray Technology*, v.4, n.1, p.41-49, March, 1995.
- Blazdell, P., Kuroda, S. Plasma spraying of submicron ceramic suspensions using a continuous ink jet printer. *Surface and Coating Technology*, v.123, p. 239-246, 2000.
- Boulos, M. I. , Fauchais, P. , Vardelle, A. , Pfender, E. *Plasma spraying: theory and applications*. World Scientific Publishing, 1993. Cap. 1: Fundamentals of plasma particle momentum and heat transfer, p.3-57.
- Bryant, P. J., A brief history and review of accelerators. *Proceedings of CERN Accelerator School (CAS), 5th General Accelerator physics course*, v1, p1-16, 1994.
- Çelik, E., Demirkiran, A.S., Avci, E., Effect of grit blasting of substrate on the corrosion behaviour of plasma-sprayed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coating. *Surface & Coating Technology*, vol.116-119, p 1061-1064, 1999.
- Czernichowski, A., Pawlowski, L., Preheated ceramic particles make thick films. *Advanced Materials & Processes*, v.151, n.11, p. 12-13, 1996.
- Damani, R.J., Makroczy, P., Heat treatment induced phase and microstructural development in bulk plasma sprayed alumina. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 20, p. 867-888, 2000.

- Devasenapathi, A, Ang, C.B., Yu, S.C.M., Ng, H.W., Role of particles injection velocity on coating microstructure of plasma sprayed alumina – validation of process chart. *Surface and Coating Technology*, v. 139, p. 44-54, 2001.
- Delafosse, J. and Mongodin, G. “Les Calculus de la technique du vide”, Société Française des Ingénieurs et techniciens di vide, 1961
- Elder, F. R., Gurewitsch, A. M., Langmuir, R. V., Pollock, H. C., Radiation from electrons in a synchrotron, *Physical Review*, v.71, p. 829, 1947.
- Elsy, R. J., Outgassing of vacuum materials -I. *Vacuum*, vol. 25, n. 7, p. 299-306, 1975a.
- Elsy, R. J., Outgassing of vacuum materials -II. *Vacuum*, vol. 25, n. 8, p. 347-361, 1975b.
- Erickson, L. C., Westegard, R., Wiklund, U., Axén, N., Hawthorne, H. M., Hogmark, S., Cohesion in plasma coating - a comparison between evaluation methods. *Wear*, vol.214, p. 30-37, 1998.
- Fan, X., Gitzhofer, F., Boulos, M. Statistical design of experiments for the spheroidization of powder alumina by induction plasma, processing. *Journal of Thermal Spray Technology*, v.7, n.2 , p.247-253, June, 1998.
- Farias, R. H. A., Jahnel, L., Lin, L., Rodrigues, A. R. D., Tavres, P.T., Ramping efficiency studies in the LNLS synchrotron light source. *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.3740-3742, 1997.
- Farias, R. H. A., Ferreira, M.J., Lin, L., Lira, A.C., Pardine, C., Tavares, P.T., Tosin, G., The LNLS 500 MeV booster synchrotron. *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.705-707, 2000.

- Ferreira, M. J., Bagnato, O.R., Ferraz, R.O., Minuzzi, F.A., Picoli, R., Silva, M.B., LNLS vacuum system. *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.2518-2520, 1996.
- Ferreira, M. J., Ferraz, R.O, Minuzzi, F.A., Silva, M.B., LNLS vacuum system commissioning. *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.3628-3629, 1997.
- Francisco, F. R., Procedimento padrão de limpeza para ultra-alto vácuo, *Comunicação Técnica CT01/2001 LNLS*, 5 p., 2001.
- Fukanuma, H., *Thermal spray: practical solutions for engineering problems*. ASM International, 1996. Cap. Mathematical modeling of flattening process on rough surface in thermal spray, p. 647-656.
- Gawne, D.T., Griffiths, B.J., Dong, G., The influence of pretreatment on the adhesion of ceramic coatings on steel. *Transaction of Interfinish 96*, vol.75, n. 6, p.205-207, 1997.
- Gomes, P.A. P., Castro, R. B. Sistema de vácuo para anel de armazenamento do LNLS. *Revista Brasileira de aplicações de Vácuo* vol. 12, n.1 e 2, p. 35-38, 1992.
- Griffiths, B.J., Gawne, D.T., Dong, G., The erosion of steel surface by grit-blasting as a preparation for plasma spraying. *Wear*, vol.194, p. 95-102, 1996.
- Griffiths, B.J., Gawne, D.T., Dong, G., A definition of the topography of grit-blasted surfaces for plasma sprayed Alumina coatings. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 121, p.49-53, 1999.
- Havsky, J., Allen, A.J., Long, G.G., Krueger, S., Influence of spray angle on the pore and crack microstructure of plasma-sprayed. *Journal of America ceramic Society*, vol.80 ,n. 3, p. 733-742, 1997.
- Henriot, C., Mesure de la desorption. *Le Vide*, n. 264, p. 353-359, Novembre-Décembre, 1992.

- Herman, H., Sampath, S., McCune, R., Thermal spray: Current status and future trends. *MRS Bulletin*, vol. 25, n.7, p.17-25, 2000.
- Ilyuchenko, A., Vityaz, P., Okovity, V., Abrashin, V., Gromyko, G., Veremeinko, T., Zajac, G., *Thermal spray: practical solutions for engineering problems*. ASM International, 1996. Cap. Mathematical model for process thermal spraying coating formation. p. 569-576.
- Jackson, A., The challenges of third-generation synchrotron light sources. *Synchrotron Radiation News*, vol.3, n.3, 1990.
- Jog, M.A., Huang, L., Transient heating and melting of particles in plasma spray coating process, *Journal of heat transfer*, vol. 118, p. 471-477, 1996.
- Kear, B. H., Skandan, G. Thermal spray processing of nanoscale materials, *NanoStructure Materials*, v.8, n.6, p.765-769, 1997.
- Kesler, O., Matejicek, J., Sampath, S., Suresh, S., Gnaeupel-Herold, T., Brand, P.C., Prask, H.J., Measurement of residual stress in plasma-sprayed metallic, ceramic and composite coatings. *Materials Science and Engineering*, vol. A257, p. 215-224, 1998.
- Kohl, W. H. Handbook of materials and techniques for vacuum devices. *American Institute of Physics*, p. 623, 1967.
- Kulkarni, A., Sampath, S., Goland, A., Herman, H., Dowd, B., Computed microtomography studies to characterize microstructure-property correlations in thermal sprayed alumina deposits. *Scripta Materialia*, vol. 43, p. 471-476, 2000.
- Laurent, J. M., Ferreira, M. J. Vacuum pressure standards intercomparison between CERN and LNLS. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, vol. 13, n.1-2, p.61-63, 1994.

- Leigh, S.H., Lin, C.K., Berndt, C.C., Elastic response of thermal spray deposits under indentation tests. *Journal of American Ceramic Society*, vol. 80, n. 8, p. 2093-2099, 1997.
- Liebault, J., Vallayer, J., Goueriot, D., Treheux, D., Thevenot, F., How the trapping of charges can explain the dielectric breakdown performance of alumina ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 21, p. 389-397, 2001.
- Lima, C. R. P., *Caracterização de coberturas obtidas por aspersão térmica a plasma*, Campinas: Engenharia Mecânica, UNICAMP, 2001, 143 p., Tese (doutorado).
- Lin, L., Injeção no anel com quadropolos normais no trecho de injeção TR03, *Comunicação Técnica CT16/1999 LNLS*, 4 p.
- Lira, A. C., Rodrigues, A. R. D., Farias, R.H.A., Ferreira, M.J., Fraguas, G., Franco, G.S., Jahnel, L.C, Lin, L, Lira, A.C., Neuenschwander, R.T., Pardine, C., Rafael, F. S., Rosa, A, Scorzato, C, Gonçalves da Silva, C.E.T., da Silva, A.R., Tavares, P.F., Wisnivesky, D., First year operation of the Brazilian synchrotron light source. *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.626-628, 1998.
- Margaritondo, G., *Introduction to synchrotron radiation*. New York: Oxford University Press, EUA, 1988, 280p.
- Nakamichi, M., Takabatake, T., Kawamura, H., Material design of ceramic coating by plasma spray method. *Fusion engineering and design*, vol. 41, p. 143-147, 1998.
- Mellali, M., Fauchais, P., Grimaud, A., Influence of substrate roughness and temperature on the adhesion/cohesion of alumina coating. *Surface&Coating Technology*, vol.81, p. 275-286, 1996.
- O'Hanlon, J. F., *A user's guide to vacuum technology*: John Wiley & Sons, EUA, 1980, 402p.

- Pajares, A., Wei, L., Lawn, B. R., Padture, N. P., Berndt, C. C., Mechanical characterization of plasma sprayed ceramic coating on metal substrates by contact testing. *Materials science & Engineering A*, vol. 208, n. 2, p. 158-165, 1996.
- Parthasarathi, S., Tittman, B.R., Onesto, E.J., Ultrasonic technique for measuring porosity of plasma-sprayed alumina coating. *Journal of Thermal Spray Technology*, vol.6, n.4, p.486-488, December, 1992.
- Pasandideh-Fard, M., Mostaghimi, J., *Thermal spray: practical solutions for engineering problems*. ASM International, 1996. Cap. Droplet impact and solidification in a thermal spray process: droplet-substrate interactions. p. 637-646.
- Pawlowski, L., The relationship between structure and dielectric properties in plasma-sprayed alumina coating. *Surface and Coating Technology*, vol. 35, p. 285-298, 1988
- Pei, Y. J., Jiang, D. M., Li, W. M., Wang, X. Q., A new magnetic material with low outgassing rate for the electron storage ring of HESYRL, *Vacuum*, v.41, n.7-9, p1870-1872, 1990
- Pei, Y. J., Li, W. M., Jiang, D. M., Wang, X. Q., A pulsed septum magnet with low outgassing rate, *IEEE*, NS-43, p.2023-2025, 1996
- Pei, Y. J., Li, W. M., Jiang, D. M., Wang, X. Q., A pulsed septum magnet with low outgassing rate, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, v.398, p 368-372, 1997
- Pina, J., Dias, A., Lebrun, J.L., Mechanical stiffness of thermally sprayed coatings and elastic constants for stress evaluation by X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering*, vol. A275, p. 130-144, 1999.
- Rodrigues, A. R. D., Farias, R.H.A., Ferreira, M.J., Fraguas, G., Franco, G.S., Jahnel, L.C, Lin, L, Lira, A.C., Neuenschwander, R.T., Pardine, C., Rafael, F, Rosa, A, Scorzato, C, Gonçalves da Silva, C.E.T., da Silva, A.R., Tavares, P.F., Wisnivesky, D., Craievich, A.F.,

- LNLS commissioning and operation. *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.664-666, 1996.
- Rodrigues, A. R. D., Farias, R.H.A., Ferreira, M.J., Fraguas, G., Franco, G.S., Jahnel, L.C, Lin, L, Lira, A.C., Neuenschwander, R.T., Pardine, C., Rafael, F, Rosa, A, Scorzato, Commissioning and operation of the Brazilian synchrotron light source. *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.811-813, 1997a.
- Rodrigues, A. R. D., Farias, R.H.A., Ferreira, M.J., Rafael, F. S., Tosin, G., Pulsed septum for the LNLS injector. *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.3324-3326, 1997b.
- Rodrigues, A. R. D., Jahnel, L., Lin, L., Tavares, P.T., Farias, R.H.A., Design of a booster for the Brazilian synchrotron light source (LNLS). *Proceedings of European Particle Accelerator Congress*, p.602-604, 1998.
- Roth, A., *Vacuum technology*. North-Holland Publishing, Netherlands, 1983, 531 p.
- Sobolev, V. V., Guilemany, J. M., Influence of droplet impact angle on droplet-substrate mechanical interaction in thermal spraying. *Materials Letters*, vol. 33, p. 315-319, 1998.
- Spanne, P., Jones, K.W., Herman, H., Riggs, W.L., Measurement of imperfections in thermal spray coating using synchrotron-computed microtomography. *Journal of Thermal Spray Technology*, vol.2, n.2, p. 121-126, June, 1993.
- Steeper, T. J., Rotolico, A.J., Nerz, J.E., Riggs II, W.L., Varacalle Jr., D.J, Wilson, G.C, Experimental studies of air plasma sprayed alumina coatings. *Proc. 1993 ASME Winter annual meeting*, EUA, vol.63, p. 133-147, 1993
- Stöver, D., Funke, C., Directions of the development of thermal barrier coatings in energy applications. *Journal of Materials Processing Technology*, n 92-93, p 195-202, 1999

Suryanarayanan, R., *Plasma spraying: theory and applications*. World Scientific, 1993, 293 p.

Tavares, P. F., Projeto conceitual de um anel injetor para a fonte de luz síncrotron do LNLS. *LNLS/Departamento de projetos*, versão 1.0, 2000, 42p.

Technical Bulletin 1b, Metco 105SF ceramic powder, Metco, 5 p, 1977.

Technical Bulletin 10-095, Metco 105SFP aluminum oxide powder, Sulzer Metco, 2000, 11p.

Technical Data Epoxy Adhesive, Structural Adhesive 2214 Regular, Scotch-Weld Brand 3M, 1984, 4 p.

Tombouliau, D. H., Hartman, P. L., Spectral and angular distribution of ultraviolet radiation from the 300-MeV Cornell synchrotron. *Physical Review*, n 102, p 1423, 1956.

Turne, S., *Proceedings of CERN Accelerator School, Vacuum technology*, CERN, Geneva, 1999, 326 p.

Vardelle, M., Vardelle, A., Leger, A.C., Fauchais, P., Godin, D., Influence of particle parameters at impact on splat formation and solidification in plasma spraying processes. *Journal of Thermal Spray Technology*, vol.4, n.1, p.50-58, March, 1994.

Vural, M., Zeytin, S., Ucisik, A.H., Plasma-sprayed oxide ceramics on steel substrate, *Surface and Coatings Technology*, n.97, p 347-354, 1997.

Westergård, R., Erickson, L.C., Axén, N., Hawthornes, H.M., Hogmark, S., The erosion and abrasion characteristic of alumina coatings plasma sprayed under different spraying conditions. *Tribology International*, vol. 31, n. 5, p. 271-279, 1998

Winick, H., *Synchrotron radiation Sources*. World Scientific Publishing, Singapura, 507p, 1994

Wutz, M., Adam, H., Walcher, W., *Theory and practice of vacuum technology*. Braunschweig: Vieweg & Sohn, Alemanha, 1989, 667 p.

Zeng, Y., Lee, S.W., Ding, C.X., Plasma spray coating in different nanosize alumina. *Materials Letters*, n. 57, December, p. 495-501, 2002.

Zhang, H., Wang, X.Y., Zheng, L.L., Jiang, X.Y., Studies of splat morphology and rapid solidification during thermal spraying, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 44, p. 4576-4592, 2001.