



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE GRADUAÇÃO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E NATURAIS
BACHARELADO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA

LUCAS OLIVEIRA DE AZEVEDO

**MEDIÇÃO DO VAZAMENTO DE UMA CÂMARA DE VÁCUO
INDEPENDENTEMENTE DO GÁS DE REFERÊNCIA ESCOLHIDO**

MOSSORÓ

2018

LUCAS OLIVEIRA DE AZEVEDO

**MEDIÇÃO DO VAZAMENTO DE UMA CÂMARA DE VÁCUO
INDEPENDENTEMENTE DO GÁS DE REFERÊNCIA ESCOLHIDO**

Monografia apresentada a
Universidade Federal Rural do Semi-
Árido como requisito para obtenção
do título de Bacharel em Ciência e
Tecnologia.

Orientador: Prof. Dr. Júlio
César Pereira Barbosa – UFERSA

MOSSORÓ

2018

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

DA994 De Azevedo, Lucas Oliveira.
m Medição do Vazamento de uma Câmara de Vácuo
Independentemente do Gás de Referência Escolhido
/ Lucas Oliveira De Azevedo. - 2018.
50 f. : il.

Orientador: Júlio Cesar Pereira Barbosa.
Monografia (graduação) - Universidade Federal
Rural do Semi-árido, Curso de Ciência e
Tecnologia, 2018.

1. Câmara de Vácuo. 2. Fluxo de Gás Ar. 3.
Vazamento. I. Pereira Barbosa, Júlio Cesar ,
orient. II. Título.

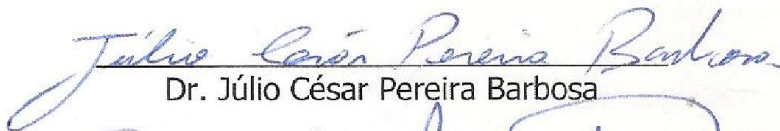
O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

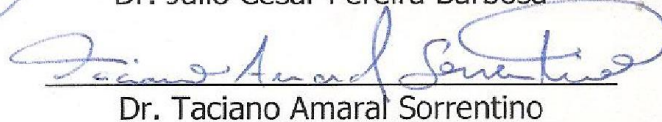
**MEDIÇÃO DO VAZAMENTO DE UMA CÂMARA DE VÁCUO
INDEPENDENTEMENTE DO GÁS DE REFERÊNCIA ESCOLHIDO**

Monografia apresentada a
Universidade Federal Rural do Semi-
Árido como requisito para obtenção
do título de Bacharel em Ciência e
Tecnologia.

Defendida em: 02/04/2018.

Assinatura dos membros da Banca Examinadora.


Dr. Júlio César Pereira Barbosa


Dr. Taciano Amaral Sorrentino


Msc. Ana Kátia Gurgel

Dedico este trabalho aos meus familiares, em especial ao meu pai José Wilson Melo de Azevedo, minha mãe Maria da Salete Oliveira de Azevedo e meu irmão Thiago Oliveira de Azevedo.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente aos meus pais Maria da Salete Oliveira de Azevedo e José Wilson Melo de Azevedo por sempre me apoiarem em todos os momentos dessa caminhada e acreditarem na minha capacidade mesmo nos momentos e períodos mais difíceis.

Ao meu irmão Thiago Oliveira de Azevedo pela sua amizade e pelos conhecimentos que me passou em todo o meu desenvolvimento como pessoa e estudante, além do companheirismo e disposição a me auxiliar sempre que necessário.

Agradeço ao meu orientador e amigo Júlio César Pereira Barbosa por aceitar me orientar, pelo auxílio, lições e conhecimentos passados além de sua paciência e persistência na aprimoramento constante deste trabalho.

Agradeço a minha companheira e amiga Brenda Fernandes Ribeiro pela sua amizade que me rendeu ótimos momentos e boas risadas nos últimos dois semestres, além da sua companhia e auxílio durante os momentos de dificuldade.

Agradeço ao meu amigo José Iraldo da Silva Júnior por me incentivar a ser uma pessoa questionadora e com sede de conhecimento.

Agradeço aos meus amigos José Eugenio Fernandes Maia e Maria Aliny Souza Silva pela companhia nos bons e maus momentos que passamos em meio a essa caminhada.

A todos os demais colegas e amigos que fiz e que estiveram juntos comigo na minha formação, que não foram citados, mas que sabem que sempre os guardarei em minhas lembranças.

Agradeço a UFERSA e a todos os professores que fizeram parte da minha formação, me auxiliando e passando seus conhecimentos.

Agradeço aos membros da banca pela disponibilidade em avaliar este trabalho.

“Não deve haver limites para o esforço humano. Por pior que a vida possa parecer, sempre há algo que podemos fazer e obtermos sucesso. Enquanto houver vida, haverá esperança.”

Stephen Hawking

RESUMO

A capacidade de vedação em uma câmara de vácuo foi avaliada tendo como base um modelo teórico com suporte experimental que inicialmente consiste na medição da pressão em função do tempo. Primeiramente são coletados dados referentes à apenas a atmosfera pelo vazamento e depois são inseridos também fluxos de 20, 40, 60, 80 e 100 SCCM de gás de referência, onde para este trabalho foram utilizados dois gases com propriedades distintas: o hidrogênio e o argônio, afim de comprovar a validade do método aplicado. Através dos experimentos foi possível concluir que a variação da pressão dentro da câmara com o tempo é linear para a faixa de pressão de médio vácuo e a partir dos coeficientes angulares dos gráficos obtidos pela regressão linear, constatou-se que o método utilizado é válido, dada a coerência dos valores obtidos para os vazamentos em diferentes pressões residuais para ambos os gases de referência.

Palavras-chave: Câmara de Vácuo, Fluxo de gás Ar, Vazamento.

ABSTRACT

The sealing capacity in a vacuum chamber was evaluated based on a theoretical model with experimental support that initially consists on the measurement of the pressure as a function of time. Firstly, data are collected to atmosphere only by the leakage and then 20, 40, 60, 80 and 100 SCCM flows of reference gasses are also inserted, where for this work were used two gases with different properties: hydrogen and argium, in order to prove the validity of the applied method. Through the experiments it was possible to conclude that the variation of the pressure inside the chamber with time is linear for the medium vacuum pressure range and from the angular coefficients of the graphs obtained by linear regression, it was verified that the method used is valid, given the coherence of the values obtained for the leaks at different residual pressures for both reference gases.

Keywords: Vacuum Chamber, Ar Gas Flow, Leakage.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	11
2.1 Um Breve Histórico da Tecnologia de Vácuo	11
2.2 Vácuo e Faixas de Pressão.....	15
2.2.1 Definição de Vácuo	15
2.2.2 Baixo Vácuo	17
2.2.3 Médio Vácuo	17
2.2.4 Alto Vácuo	18
2.2.5 Ultra-Alto Vácuo	18
2.3 Bombas de Vácuo	19
2.3.1 Bombas Mecânicas de Palhetas Rotativas	21
2.3.2 Bomba Booster Mecânica (Roots).....	22
2.3.3 Bomba de Difusão	24
2.3.4 Bomba Turbomolecular	25
2.3.5 Bombas Iônicas.....	26
2.3.6 Bombas Criogênicas	27
2.4 Reatores de Plasma em baixa pressão.....	28
3 MATERIAIS E MÉTODOS	29
3.1 Materiais.....	29
3.1.1 Aparato Experimental	29
3.2 Análise do Vazamento	31
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
5 CONCLUSÕES	53
REFERÊNCIAS.....	54

1 INTRODUÇÃO

Com o desenvolvimento científico acentuado das últimas décadas, fez-se necessário o surgimento de novas tecnologias que permitissem acompanhar o ritmo do progresso que se estabeleceu. Nesse ambiente de constante aperfeiçoamento a tecnologia de vácuo faz seu papel trazendo novas possibilidades, sendo indispensável para muitos processos e aplicações nas mais variadas escalas, como poderá ser visto no presente trabalho.

Na natureza não é possível atingir um grau de total ausência de partículas. Assim, o vácuo é definido como baixíssima quantidade de matéria em um determinado volume (MOUTINHO *et al*, 1980). A possibilidade de se estabelecer vácuo na natureza vem sido estudada e discutida desde a antiguidade, onde filósofos como Parmênides, Demócrito, Aristóteles e outros estabeleceram suas ideias. Essa condição se tornou muito estudada e perseguida desde 1654 com os trabalhos de Otto Von Guericke, o idealizador da primeira bomba de vácuo (PEREIRA, 2017).

Atualmente a tecnologia de vácuo é extremamente ampla e permeia os mais diversos ramos da ciência, tecnologia e até mesmo atividades do cotidiano. Ela está presente em aplicações na física, biologia, medicina, indústria de alimentos, metalurgia, engenharia e infindáveis outros exemplos, sendo a mesma de suma importância em processos que possuem limitações ligadas a oxidação. Tal impureza pode ser crítica em processos como a nitretação por plasma em que o oxigênio da atmosfera reagindo com a superfície do material metálico dificulta fortemente a difusão dos átomos de nitrogênio na rede cristalina desse metal (BARBOSA, 2011). Em outras palavras, num processo por plasma de baixa pressão, é extremamente necessário o controle do fluxo de vazamento, garantindo a menor invasão possível de espécies químicas contaminantes como o oxigênio ao interior da câmara de vácuo.

O trabalho a ser desenvolvido pretende abordar uma forma de medição do fluxo de vazamento atmosférico para o interior do sistema de baixa pressão utilizando dois gases de referência o argônio e o hidrogênio tendo como objeto de estudo um reator de nitretação por plasma. De uma maneira mais específica será adotado um modelo teórico conhecido que determina quantitativamente o fluxo de vazamento numa câmara de vácuo utilizando H_2 (hidrogênio) como gás

de referência, a fim de se determinar experimentalmente a capacidade de vedação de um reator de plasma e posteriormente será verificado o modelo teórico adotado aplicando as mesmas condições, porém, utilizando como gás de referência o Ar (argônio) que, diferentemente do hidrogênio, é um gás inerte.

No segundo capítulo desse trabalho será abordada a história da tecnologia de vácuo, vindo desde seus primórdios, na Grécia antiga onde o vácuo estava apenas atrelado a filosofia até os dias atuais onde o mesmo é de grande importância para a ciência, trazendo vários dos grandes nomes e personagens e suas contribuições para o avanço dessa promissora tecnologia.

No terceiro capítulo serão abordados os equipamentos que possibilitaram a execução dos experimentos que tornaram possível o desenvolvimento do presente trabalho, além da metodologia que foi utilizada para a realização do procedimento experimental e para a interpretação dos resultados obtidos, descrevendo o modelo matemático adotado para o cálculo da variação de pressão e do vazamento no reator.

O quarto capítulo caracteriza a parte principal do presente trabalho, onde os dados obtidos experimentalmente com relação ao vazamento no reator para os gases hidrogênio e argônio são analisados, comparados e discutidos tanto textualmente quanto matematicamente, apresentando gráficos e tabelas para a melhor visualização dos resultados.

No quinto e último capítulo serão tomadas as conclusões referentes aos resultados obtidos no presente trabalho como valores obtidos para os vazamentos no reator para ambos os gases e a validade do modelo teórico adotado.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Um Breve Histórico da Tecnologia de Vácuo

A palavra vácuo vem do latim “*vacua*”, palavra que significa vazio, sendo definido atualmente como qualquer ambiente na qual a pressão se encontra abaixo da pressão atmosférica (MARQUARDT,1999).

Para Parmênides de Eléia no século V (a.C.) o universo era preenchido pelo “ser” na qual o mesmo chamava de *eon*. Essa substância/conceito permitia o sentido da existência das coisas materiais sendo que a ausência da mesma em alguma parte do universo seria uma contradição lógica ou o “não ser”, logo o vácuo não poderia existir (STEMPNIAK, 2002). Anos depois por volta de 420 a.C. outros gregos vieram a discutir sobre o assunto, entre eles Leucipo e seu aluno Demócrito que deram uma explicação completamente diferenciada a matéria através da criação do conceito de átomo, que consistiriam em pequenas partes elementares da matéria na qual não poderiam ser divididas e se rearranjavam aleatoriamente para formar universo, sendo que entre os mesmos existiria completo vazio ou o vácuo (STEMPNIAK, 2002).

Tempos depois, Aristóteles (384-322 a.C.) que não concordava com a teoria atômica de Demócrito postulou que a natureza tem “horror ao vácuo”, sendo que a base que sustentava sua ideia era a resistência dos meios materiais ao movimento, na qual para o filósofo fazia com que no universo existisse uma velocidade limite (LONGUINI; NARDI, 2000). Sendo assim, a ideia de vácuo seria um absurdo, pois permitiria a existência de uma velocidade infinita (MARQUARDT, 1999). As ideias de Aristóteles foram bem aceitas por cerca de 1900 anos, influenciando o pensamento científico e afastando o conceito de vácuo até a época do renascimento onde somente a teoria filosófica de Aristóteles foi derrubada (RYANS & ROPER, 1986).

Durante o século XVII por volta de 1600 Galileu fez uma observação interessante com relação a bombas elevadoras de sua época, ao notar que as mesmas não conseguiam elevar a água acima de 10,3 m de altitude (LONGUINI; NARDI, 2000). Sendo assim o mesmo realizou um experimento que consistia em pesar dois balões, um contendo ar a pressão atmosférica e outro contendo ar em uma pressão menor, obtendo assim um resultado de grande importância: ambos pesavam diferente, o ar tem peso. Galileu posteriormente concluiu que a água acabava por romper-se por seu próprio peso, não desenvolvendo uma pesquisa mais detalhada sobre o assunto (STEMPNIAK, 2002).

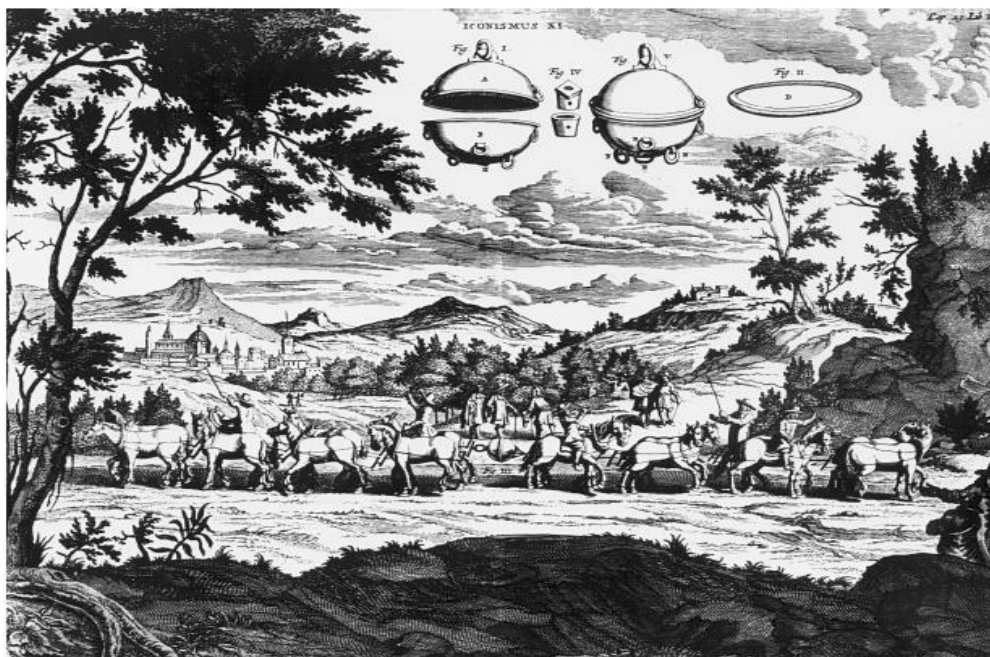
Em 1643 através do experimento de Evangelista Torricelli, foi dado um dos maiores passos com relação a existência do vácuo, através do seu famoso experimento a coluna de mercúrio na qual encheu um recipiente de mercúrio e revirou um tubo (também preenchido com mercúrio) tampado em uma das

extremidades sobre o recipiente, observando assim que o metal mantinha uma coluna de 760 mm dentro do tubo, realizando a primeira medição da pressão atmosférica e também uma das demonstrações da existência do vácuo ao observar o espaço vazio entre o topo da coluna de mercúrio e a extremidade fechada do tubo (LONGUINI; NARDI, 2000).

Após o experimento de Torricelli, houve grande comoção por parte dos defensores do postulado do “*horror vacui*” que ainda tinha grande influência na época, assim, o experimento de Torricelli foi fortemente atacado e necessitava de apoio por parte de outros cientistas (MARQUARDT, 1999). Dessa forma, através do barômetro inventado pelo próprio Torricelli, o cientista e filósofo francês Blaise Pascal (1623-1662) em companhia de Pierre Petit (1598-1677), confirmaram o experimento de Torricelli através da medição da pressão atmosférica no topo da montanha Puy-de-Dôme, derrubando assim a antiga ideia de Aristóteles (LONGUINI; NARDI, 2000).

Durante esse mesmo período experimentos estavam sendo realizados pelo prefeito da cidade de Magdeburgo, Otto von Guericke (1602-1686), sendo ele considerado o idealizador da primeira bomba de vácuo (STEMPNIAK, 2002). Um dos experimentos mais famosos realizados por Otto von Guericke é o conhecido experimento dos hemisférios de Magdeburgo. O experimento consistia em retirar parcialmente o ar de dentro de dois hemisférios selados com tiras de couro utilizando uma bomba de vácuo (PEREIRA, 2017). Após a retirada do ar de dentro dos hemisférios, tentou-se separá-los, sendo necessários oito cavalos para realizar tal feito, devido à diferença de pressão do ar dentro dos hemisférios e fora dos mesmos. A ilustração do experimento de Otto von Guericke pode ser vista na figura 1.

Figura 1: Experimento dos hemisférios de Magdeburgo



Fonte: Marquardt (1999)

Alguns tipos de bombas de vácuo com princípios de funcionamento diferentes ao de Guericke foram desenvolvidos por Jean Bastine Dumas em 1825 utilizando a substituição do ar existente de um recipiente por vapor de água condensado através do resfriamento do recipiente. Em seguida Robert Wilhelm Buszen introduziu o conceito de jato de líquido a alta velocidade no bombeamento de gás, que é utilizado atualmente pelas bombas de vapor com ejetores a vácuo (PAIVA, 2010).

Com o desenvolver da física através dos estudos com gases ionizados e tubos de descargas elétricas, que deram origem a física atômica é que a tecnologia do vácuo teve um desenvolvimento acentuado (DEGASPERI, 2002). Houve um maior desenvolvimento dos sistemas de vácuo, no sentido de entender as novas aplicações que exigiam maiores pressões de vácuo. Por exemplo, na produção das primeiras lâmpadas que exigiam um ambiente com vácuo para que o filamento incandescido pela alta temperatura não oxidasse na presença de oxigênio dentro do bulbo. Com o mesmo princípio de construção das lâmpadas, surgiram as válvulas termiônicas, que tiveram a capacidade de

controlar níveis e formas de condução da corrente elétrica no vácuo dentro do bulbo (STEMPNIAK, 2002).

Para obtenção de maiores pressões de vácuo, foi observado que havia mais dificuldades e que elas seriam relacionadas com outras variáveis que não eram observadas nos sistemas anteriores. Com estudos na área de cinética dos gases e o desenvolvimento das teorias atômicas e quânticas começou-se a entender os mecanismos e a dinâmica dos gases em baixa pressão, levando a criar sistemas de vácuo mais complexos e adequados a faixa de alto vácuo (DEGASPERI, 2002). Isto possibilitou a atualização desta tecnologia para aplicações mais sofisticadas, nas mais variadas áreas, onde surgiram às bombas de rações químicas por absorção, iônicas e criogênicas (PAIVA, 2010), havendo em paralelo também o aprimoramento dos equipamentos de medição de vácuo, da eficácia na vedação e das câmaras de vácuo como um todo (O'HANLON, 2003).

Atualmente a tecnologia do vácuo não está apenas empregada na física e engenharia, mas nas mais distintas áreas como, medicina, química, alimentos, odontologia, biologia e agropecuária, expandindo-se aos poucos para outras áreas, sendo que atualmente a mesma é de grande importância para o desenvolvimento da microeletrônica e nanotecnologia, ramos indispensáveis no mundo moderno (PAIVA, 2010).

2.2 Vácuo e Faixas de Pressão

2.2.1 Definição de Vácuo

Em um determinado volume é considerado que existe vácuo se no mesmo a densidade de partículas é inferior à que se encontra na atmosfera em condições normais de temperatura e pressão (MOUTINHO *et al*, 1980), ou em outras palavras, é qualquer ambiente na qual a pressão se encontre abaixo da atmosférica, sendo a unidade no SI (Sistema Internacional de Unidades) para a medição de pressão o Pascal [Pa] em homenagem ao cientista e filósofo francês Blaise Pascal. Esta unidade é definida também como Newton por metro quadrado [N/m^2] (MARQUARDT, 1999). Há também outras unidades de pressão que são utilizadas no cotidiano para aplicações diversas. A relação entre as unidades de pressão pode ser vistas na tabela 1.

Tabela 1:Relações Entre as Unidades de Pressão

Unidade	Psi	Bar	Kgf/cm ²	kPa	Atm	Torr
Psi	1	0,06894	0,0703	6,894	0,06804	51,714
Bar	14,5	1	1,019	100	0,9869	750,10
kgf/cm ²	14,223	0,9806	1	98,0665	0,9678	735,55
kPa	0,1450	0,01	0,0101	1	0,00986	7,5006
Atm	14,69	1,101325	1,033	101,325	1	760,00
Torr	0,0193	0,001333	0,00135	0,1333	0,00131	1

Fonte: Autor

O vácuo, diferente do que se fala no meio popular, não se caracteriza como a ausência completa de matéria mas sim uma condição de menor presença da mesma, sendo que até hoje, mesmo com tecnologia de ponta, a possibilidade de um ambiente ser completamente desprovido de matéria é encarada como uma impossibilidade física, dado o fato de que até mesmo espaço interestelar não é completamente vazio, possuindo em média uma partícula para cada metro cubico (MARQUARDT, 1999). Se tratando de sistemas de vácuo a incapacidade de se produzir o vácuo perfeito se deve principalmente ao vazamento da atmosfera para o interior da câmara de trabalho, além do fenômeno da desgaseificação, que consiste no desprendimento de gases e vapores da câmara de vácuo em baixas pressões (BARBOSA, 2007; HARA *et al*, 2014).

Ao se trabalhar com vácuo é necessário se estabelecer uma pressão de trabalho. Existem diferentes faixas de pressão de acordo com a densidade de partículas no ambiente de trabalho, sendo cada uma mais apropriada para determinadas aplicações, onde geralmente, aplicações mais complexas exigem pressões de vácuo mais elevadas (O'HANLON, 2003). As faixas de pressão de vácuo podem ser encontradas na tabela 2.

Tabela 2: Faixas de Pressão de Vácuo

Faixa de Pressão	Nomenclatura
100.000 Pa - 100 Pa	Baixo vácuo/ Low vacuum
100 Pa – 1 Pa	Médio vácuo/ Medium vacuum
1 Pa – 10^{-4} Pa	Alto vácuo/ High vacuum
Abaixo de 10^{-4} Pa	Ultra-alto vácuo/ Ultra-high vacuum

Fonte: Autor

2.2.2 Baixo Vácuo

A faixa de pressão de baixo vácuo é uma fração significativa da pressão Atmosférica (100.000 Pa), contribuindo assim para que a tecnologia do vácuo utilize equipamentos e dispositivos menos complexos, uma vez que apenas uma bomba rotatória em um único estágio pode atender a esta situação (CHAMBERS *et al*, 1998). Geralmente é utilizada em aplicações menos rigorosas, no sentido de que as características do fluxo de gás não são tão importantes. Entre as principais aplicações se encontram as de transporte e fixação de dispositivos, remoção de partículas sólidas em suspensão, conformação, fundição, secagem, metalurgia, deposição de filmes semicondutores por crescimento epitaxial e a gravação a laser (O'HANLON, 2003; PAIVA *et al*, 2010).

2.2.3 Médio Vácuo

Após a primeira fase de baixa pressão obtida com o baixo vácuo, os sistemas de médio vácuo bombeiam mais gases para obter pressões ainda mais baixas, podendo chegar à ordem de seis potências de dez abaixo da pressão atmosférica (PAIVA, 2010). Na faixa do médio vácuo o volume de gás dentro do sistema é evacuado em um tempo relativamente curto, tendo como foco a menor quantidade de moléculas dentro da câmara, geralmente sendo utilizadas bombas primárias para o estabelecimento da pressão de vácuo (HOFFMAN *et al*, 1998).

Alguns exemplos de aplicações que geralmente utilizam a faixa de médio vácuo são a deposição por plasma e a deposição química em baixa pressão (O' HANLON, 2003). Outras aplicações mais ligadas ao cotidiano são a desgaseificação de óleos, desidratação de alimentos, as lâmpadas fluorescentes, também se aplicando na esterilização de embalagens de

alimentos e experiências biológicas na qual se pretende, por exemplo, evitar oxidação e contaminação por bactérias (MOUTINHO *et al*, 1980).

2.2.4 Alto Vácuo

A faixa de alto vácuo é caracterizada pelo estágio na qual as moléculas de gás se localizam em sua grande maioria na superfície do sistema de vácuo e o livre caminho médio é maior do que as dimensões da câmara de trabalho. As partículas nessa faixa de pressão não colidem umas com as outras, sendo que as moléculas deixam a superfície do sistema individualmente e se movem até alcançar a bomba quando a mesma está ativa (HOFFMAN *et al*, 1998).

Na faixa de alto vácuo o procedimento para se fazer vácuo é mais rigoroso, exigindo, por exemplo, procedimentos como a desgaseificação da superfície do sistema a temperaturas entre 250 e 350°C, a utilização de espectrômetro de massa para detectar as fugas (por ser um método de detecção mais sensível) e maior cuidado com o revestimento das ligações elétricas (MOUTINHO *et al*, 1980).

O alto vácuo é utilizado para processos em fornos de fusão, deposição de filmes finos, impregnação de componentes eletrônicos, em aparelhos de raios X, simulações espaciais, equipamentos de micro ondas e outras diversas aplicações (O'HANLON, 2003).

2.2.5 Ultra-Alto Vácuo

A faixa de ultra-alto vácuo (UHV) é conhecida como a tecnologia essencial para a ciência experimental. Foi a partir dela que, em 1950, a ciência moderna deu início aos estudos de controles de partículas em superfície, que nos dias atuais, é um dos setores mais ativos da pesquisa em física e química. Suas baixíssimas pressões, que atingem vinte dezenas de pressões ou mais abaixo da atmosfera, atende as mais variadas aplicações da alta tecnologia, sendo amplamente utilizado da indústria e laboratórios (LAFFERTY, 1998).

Na faixa de ultra-alto vácuo as características do sistema são de mais difícil modelagem e exigem equipamentos mais sofisticados além de arranjos mais complexos. Primeiramente pelas bombas que são ordenadas em múltiplos estágios, já que uma bomba não consegue sozinha bombear desde a pressão atmosférica até o UHV. Dessa forma, uma bomba rotatória é ativada como

estágio primário para obter a faixa de pressão de médio vácuo, e na sequência, as outras bombas iniciam o processo para a obtenção de pressões mais baixas (PAIVA *et al*, 2010), sendo os cuidados com relação ao arranjo do sistema similares aos que devem ser tomados para sistemas de alto vácuo (MOUTINHO *et al*, 1980).

As aplicações relacionadas a faixa de ultra-alto vácuo são diversas, entre elas pode-se citar o desenvolvimento de equipamentos semicondutores, processos de aceleração de partículas, sistemas de litografia UV, fabricação de produtos de alta pureza e soldaduras especiais (HOFFMAN *et al*, 1998; MOUTINHO *et al*, 1980).

2.3 Bombas de Vácuo

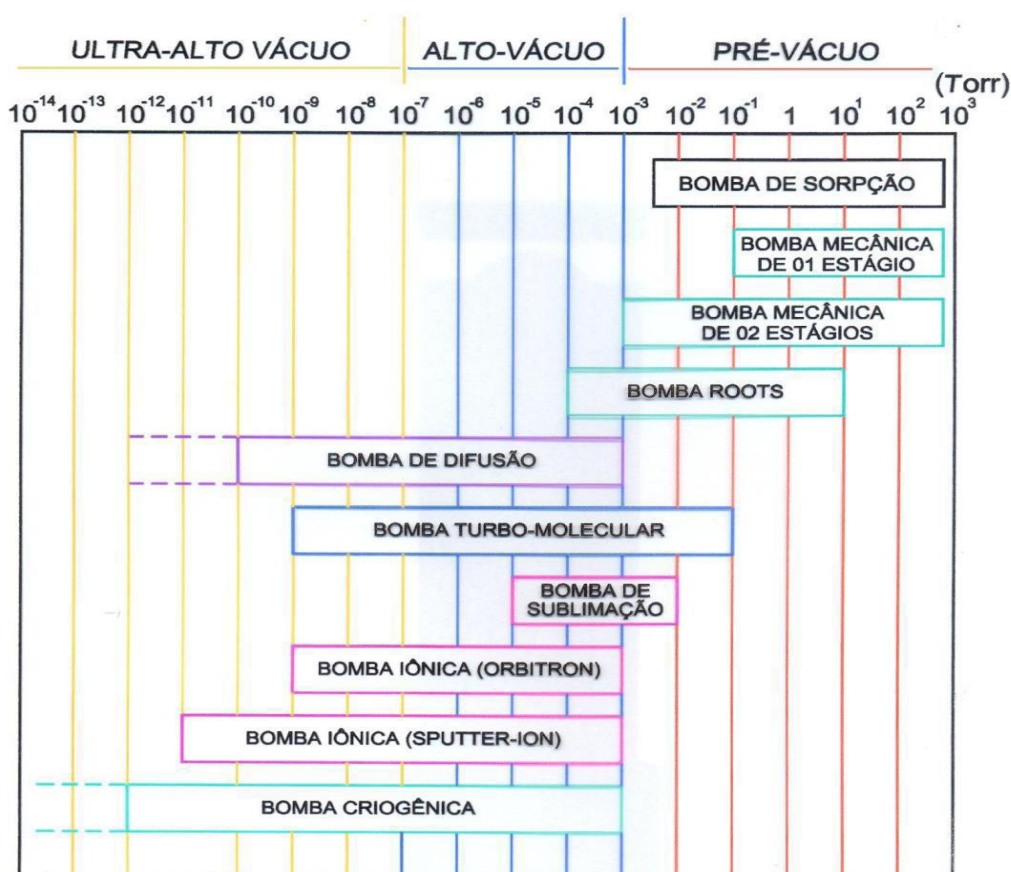
As bombas de vácuo têm importância vital para a tecnologia de vácuo, sendo elas as responsáveis pela geração do vácuo na câmara de trabalho. Elas podem ser classificadas em duas categorias: as bombas de deslocamento gasoso (ou de transferência), que agem retirando o gás do sistema e o lançando para a atmosfera e as bombas de fixação (ou de aprisionamento) que retiram o gás do sistema e os retém na própria bomba (GAMA, 2002; MOUTINHO *et al*, 1980).

As bombas de transferência podem ser divididas em três grupos: aquelas que operam variando o seu volume interno que periodicamente crescem e decrescem. Aquelas cujo volume interno é fixo e que de algum modo transferem o gás da região de baixa pressão para a de alta pressão (como por compressão ou arraste molecular) e as em que o bombeamento se dá por arraste por viscosidade ou difusão (GAMA, 2002). No caso dos sistemas de aprisionamento tem-se dois grupos: bombas que aprisionam o gás permanentemente por um processo físico ou químico; e bombas que aprisionam o gás enquanto uma certa condição física é mantida que, na maioria das vezes, é a temperatura baixa (PASPARDELLI, 2011).

Os sistemas de bombeamento são variados e cada tipo possui características intrínsecas que são mais favoráveis para determinado fim. Os principais fatores que influenciam na escolha da bomba (ou do conjunto de bombas) são a pressão mais baixa que alcançam, o intervalo de pressões em

que podem ser usadas, a velocidade de bombeamento e a pressão de exaustão. No caso de aplicações em ultra-alto vácuo, exige-se também a consideração de dois outros fatores que são a seletividade da bomba para gases e a composição do gás residual (GAMA, 2002). A figura 2 mostra o diagrama para as faixas de atuação de algumas bombas de vácuo.

Figura 2: Faixa de atuação de algumas bombas de vácuo



Fonte: Pereira (2017)

No caso do parâmetro da velocidade de bombeamento, que é um fator de extrema importância no dimensionamento do sistema de vácuo, tem-se que em geral o mesmo não é constante em todo o intervalo de pressão de trabalho. Todavia, vários tipos de bombas apresentam velocidades de bombeamento praticamente constantes em alguns intervalos de pressão, fazendo com que muitas modelagens matemáticas de sistemas de vácuo utilizem a consideração

$S = cte$, onde S é a velocidade de bombeamento (GAMA, 2002; MOUTINHO *et al*, 1980).

Agora que foram apresentados os tipos de bombas e os fatores que influenciam na escolha da mesma para um determinado sistema, segue-se alguns exemplos de bombas de vácuo, com a respectiva explanação referente as suas características.

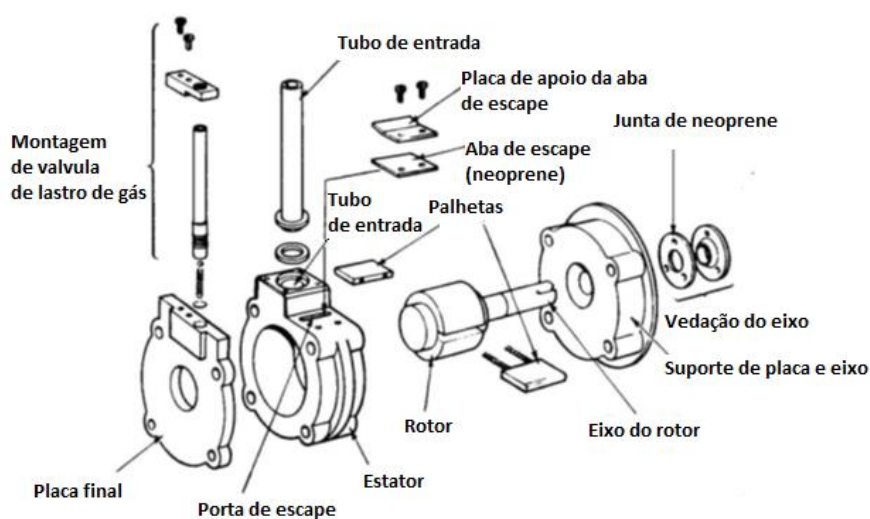
2.3.1 Bombas Mecânicas de Palhetas Rotativas

Esta bomba é constituída de um estator cilíndrico que recebe um rotor excêntrico. Este rotor possui duas fendas diametraais, nas quais correm duas palhetas que são forçadas contra a parede do estator por molas e/ou pela força "centrífuga" do movimento de rotação do rotor. O estator também contém orifícios que são a entrada e a saída do gás. A entrada de gás é ligada ao sistema que se quer bombear por conexões e tubulações apropriadas, em geral contendo um filtro de pó, enquanto a saída é ligada a algum sistema conveniente de exaustão para a atmosfera. Esta saída é fechada por uma válvula que usualmente é uma lâmina de metal ou de borracha que se dobra em uma lateral (GAMA, 2002).

As palhetas são placas retangulares que se encaixam com folga muito pequena nas fendas do rotor e que podem deslizar livremente nestas fendas, tendo a extremidade que toca a superfície do estator arredondadas. Em geral, elas são mantidas separadas e em contato com o estator por molas. Todo o conjunto estator-rotor-placas é imerso em óleo, que fornece lubrificação, selagem e resfriamento a este conjunto (GAMA, 2002).

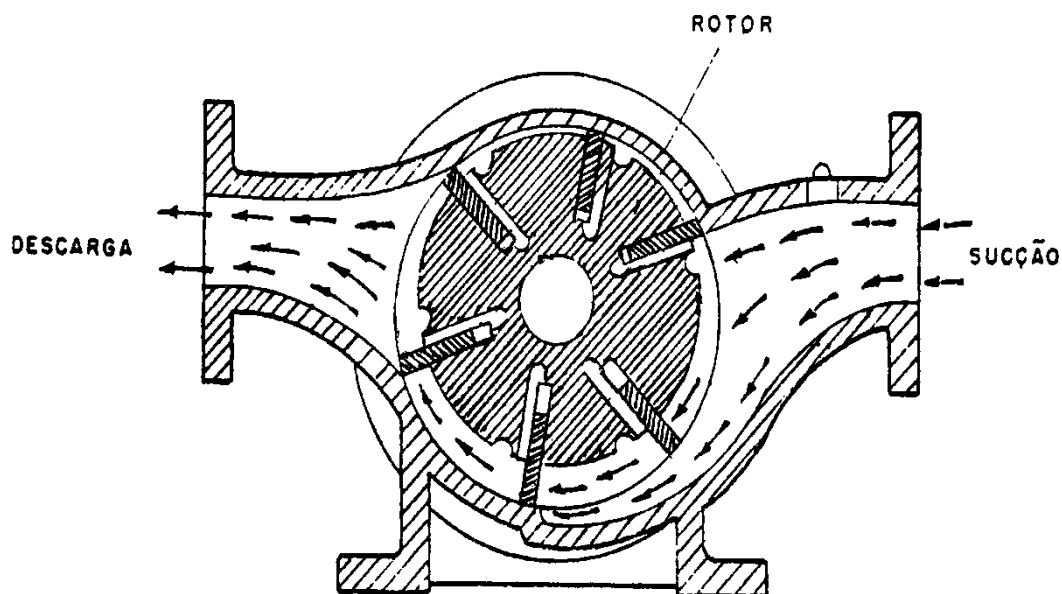
Ilustrações referentes a bombas mecânicas de palhetas rotativas podem ser vistas na figura 3 e na figura 4.

Figura 3: Vista explodida de uma bomba de palhetas rotativas



Fonte: Roth (2012)

Figura 4: Ilustração da visão interna de uma bomba de palhetas rotativas em operação



Fonte: Ebah (2018)

2.3.2 Bomba Booster Mecânica (Roots)

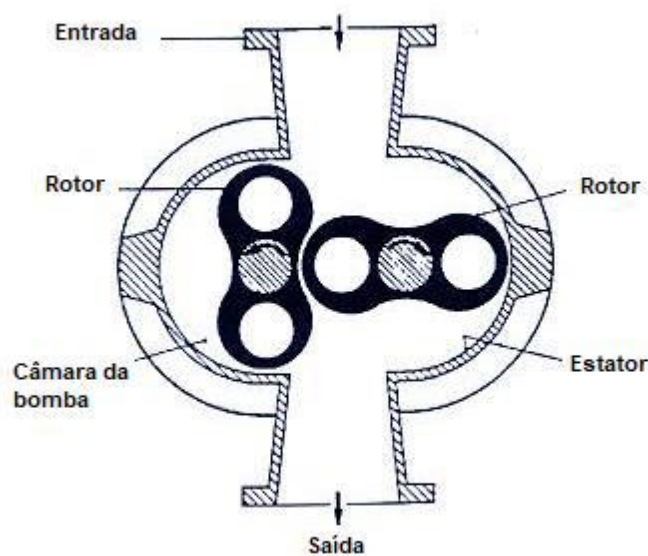
As bombas Roots (também chamadas de booster mecânicas) são formadas por dois rotores em forma de oito que rodam em eixos paralelos e em

sentidos contrários. Durante o ciclo do aparato os rotores entram um no outro e se ajustam sem se tocar (MOUTINHO *et al*, 1980). Os rotores são usinados como uma engrenagem de dois dentes, e por isso guardam sempre a mesma separação entre si, qualquer que seja a sua posição angular, e guardam também uma distância constante em relação ao estator, podendo assim serem acionadas sem lubrificação (GAMA, 2002).

Este tipo de bombas, também conhecido como sopradores Roots, têm ampla utilização na tecnologia de vácuo tendo grande importância histórica para o desenvolvimento desta tecnologia. Elas são usadas em combinação com bombas de apoio e, quando de um estágio, estendem o intervalo de trabalho até a região de médio vácuo. Usando-se bombas Roots de dois estágios, elas podem atingir o intervalo de alto vácuo (GAMA, 2002).

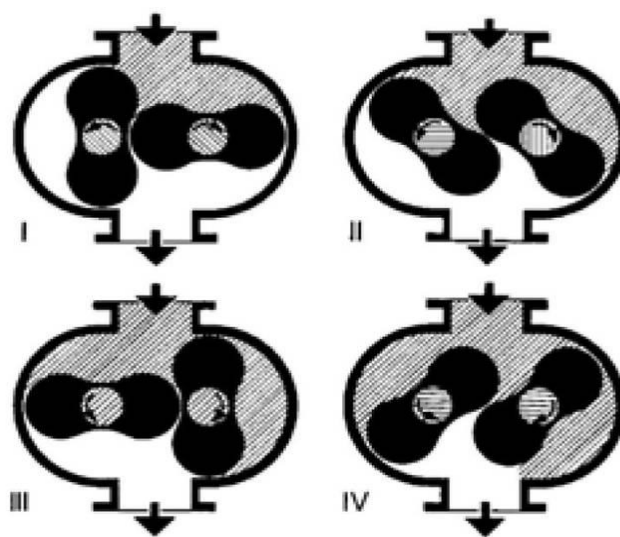
Ilustrações referentes a bombas Roots podem ser vistas nas figuras 5 e 6.

Figura 5: Corte transversal de uma bomba Roots



Fonte: Pereira (2017)

Figura 6: Ilustração do funcionamento de uma bomba Roots



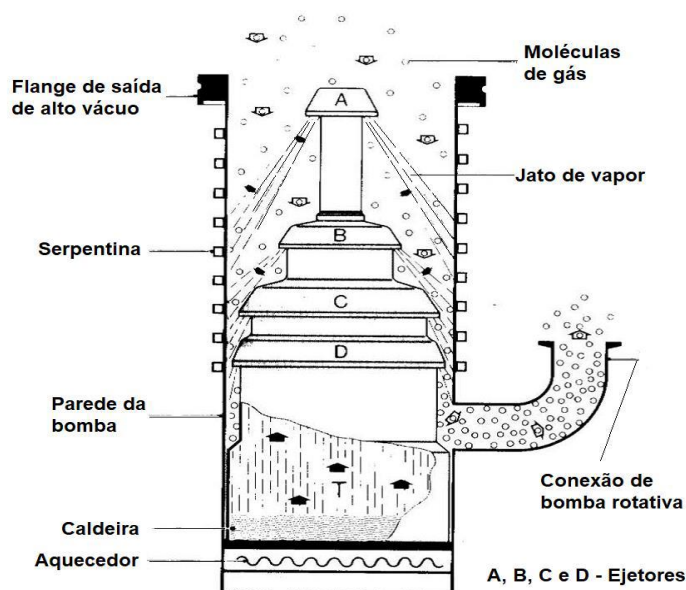
Fonte: Diener Electronic (2016)

2.3.3 Bomba de Difusão

Uma bomba de difusão é constituída de um invólucro cilíndrico, dentro do qual existe um vaporizador para o líquido presente na mesma, e sobre este uma chaminé que conduz o vapor aos vários andares de ejetores. As moléculas do vapor do fluido ao saírem dos ejetores transferem momento para as moléculas do gás existentes dentro da bomba os arrastando para baixo de encontro às paredes da mesma que está mais fria do que o vapor, o fazendo condensar e retornar ao vaporizador. O gás arrastado é comprimido na parte inferior de onde é retirado pela bomba rotatória associada à uma outra de difusão (HOFFMAN, 1998; MOUTINHO *et al*, 1980).

O número de estágios de bombeamento para sistemas de difusão depende bastante das condições de trabalho desejadas. Um sistema de apenas um estágio terá conflito entre a velocidade de bombeamento e a taxa de compressão, sendo que geralmente tem-se na primeira etapa (a entrada) uma baixa taxa de compressão e uma alta velocidade de bombeamento, enquanto o inverso é encontrado na descarga (estágio final), dessa forma, bombas pequenas geralmente possuem de três a seis estágios (HOFFMAN, 1998). Segue a ilustração do funcionamento de uma bomba de difusão.

Figura 7: Ilustração do funcionamento de uma bomba de difusão



Fonte: Roth (2012)

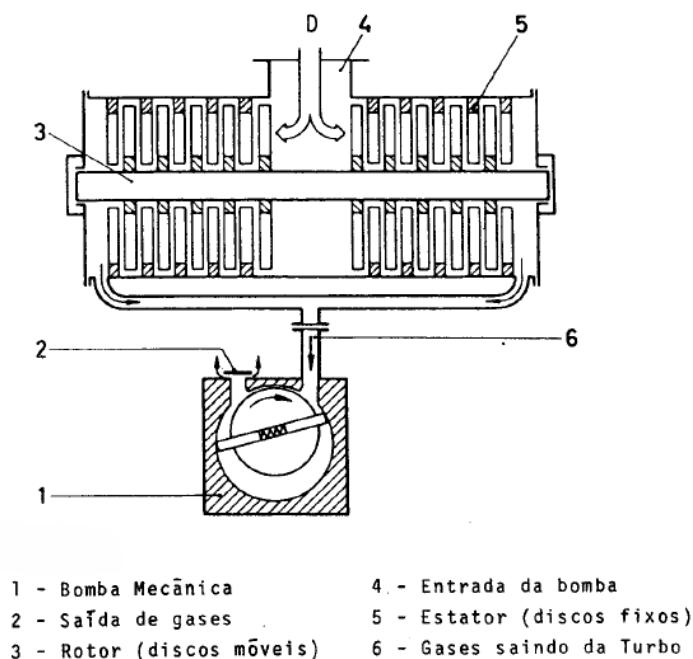
2.3.4 Bomba Turbomolecular

As bombas turbomoleculares (BTM) foram inventadas por W. Becker em 1956 e tornadas disponíveis comercialmente em 1957. A diferença para com as bombas moleculares que a antecederam foi o novo conceito do rotor com pás à semelhança de turbinas, o que permitiu altas velocidades de bombeamento com espaçamentos entre as partes de 1 mm ou mais, o que eliminou os grandes problemas de tolerâncias encontrados nas moleculares (GAMA, 2002).

As bombas turbomoleculares, como o nome já sugere, funcionam em regime molecular, conseqüentemente, as mesmas necessitam estar em associação com uma bomba rotativa de pré-vácuo. O funcionamento consiste em uma superfície metálica que está girando rapidamente em relação a outra adjacente fixa, havendo um espaço pequeno entre as duas superfícies, dessa forma as moléculas de gás adquirem momento na direção do movimento da superfície móvel por meio do contato com a mesma, sendo assim arrastadas até outra bomba que retira as moléculas do sistema (HABLANIAN, 1979).

O esquema de uma bomba turbomolecular é mostrado na figura 8.

Figura 8: Corte transversal de uma bomba turbomolecular



Fonte: Hablanian (1979)

2.3.5 Bombas Iônicas

Um tipo de bomba de adsorção são as iônicas, sendo o diferencial das mesmas a utilização de campos eletromagnéticos para retenção das moléculas. Neste tipo de bombas as moléculas do gás a bombear são ionizadas e depois aceleradas para superfícies de titânio onde são adsorvidas facilmente (MOUTINHO *et al*, 1980).

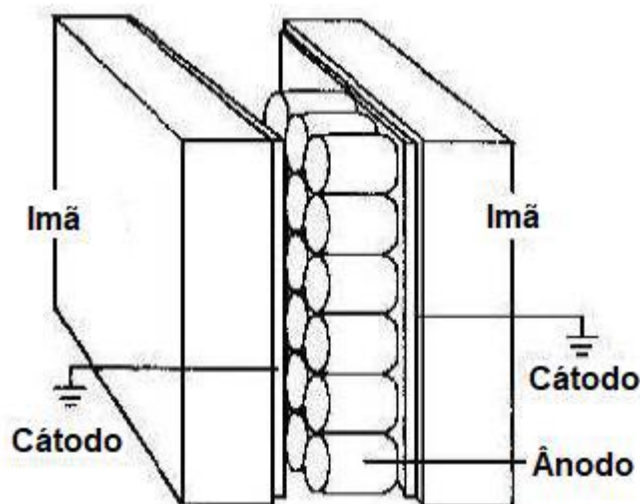
O sistema de bombeamento consiste num ânodo formado por um conjunto de tubos para proporcionar maior superfície, duas placas de material adsorvente (formando os cátodos) e um ímã que cria um campo magnético na direção dos eixos dos tubos do ânodo, sendo a tensão no anodo (na maioria das bombas) da ordem de +5 kV e o campo magnético da ordem de 0,1T (MOUTINHO *et al*, 1980).

Com relação ao funcionamento das mesmas, o bombeamento ocorre quando um gás é ionizado e os ions positivos resultantes são acelerados para uma placa polarizada negativamente (o cátodo), de modo que estes ions são efetivamente retirados do ambiente em que estavam, sendo a ionização

resultante de colisões com elétrons emitidos por um filamento quente ou elétrons em uma descarga gerada por catodo frio (GAMA, 2002).

Abaixo na figura 9 é apresentada a ilustração de uma bomba iônica.

Figura 9: Ilustração de uma bomba iônica



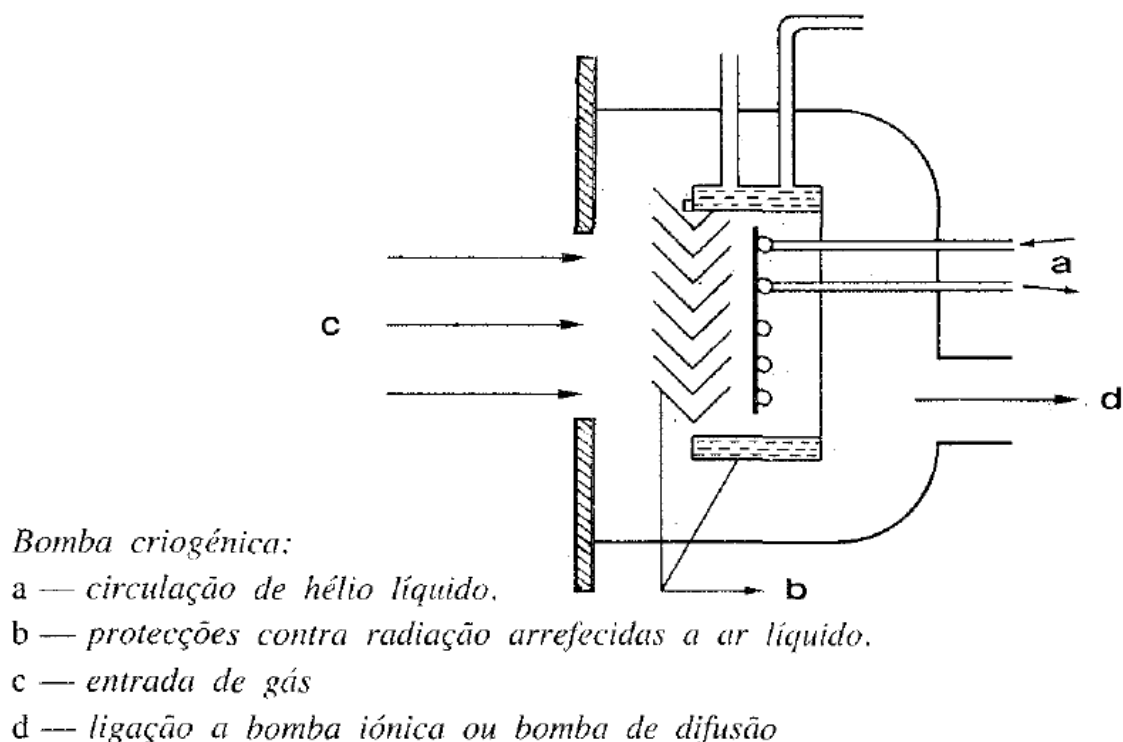
Fonte: Pereira (2017)

2.3.6 Bombas Criogênicas

As bombas criogênicas assim como as iônicas funcionam através do processo de retenção das moléculas no próprio sistema de bombeamento, no caso dessas, através da retirada de energia das moléculas do gás a se bombear, não permitindo assim que as mesmas retornem ao sistema, sendo esse mecanismo sugerido pela primeira vez por Grassmann em 1950 com o objetivo de produzir alto vácuo (HABLANIAN, 1979).

O processo de retirada da energia das moléculas ocorre através do processo de arrefecimento por meio de uma superfície em baixas temperaturas que ao entrar em contato com as moléculas do gás, as faz doar energia térmica e as retém, diminuindo a pressão do sistema. A faixa de atuação de uma bomba criogênica se estende de 10^{-3} torr até abaixo de 10^{-10} torr, necessitando dessa forma da atuação anterior de uma bomba de pré-vácuo antes de ser ativada (HABLANIAN, 1979; MOUTINHO *et al*, 1980). Na figura abaixo tem-se a ilustração de uma bomba criogênica.

Figura 10: Esquema de uma bomba criogênica



Fonte: Moutinho et al (1980)

2.4 Reatores de Plasma em baixa pressão

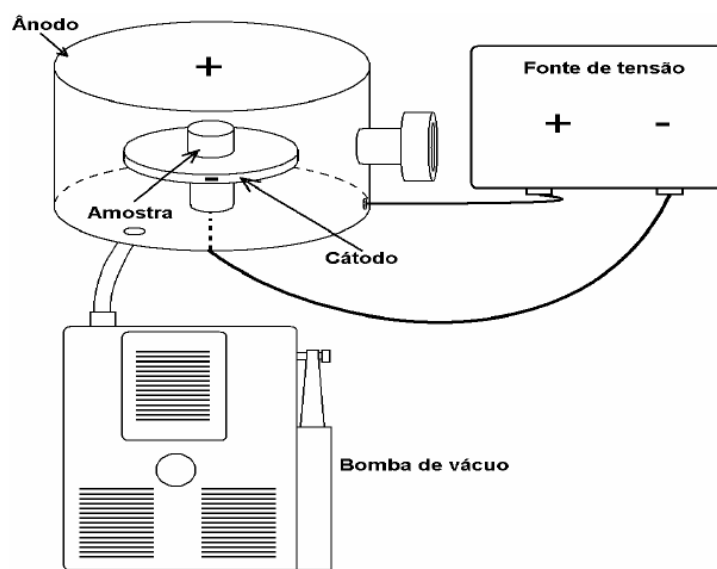
Dado o fato deste trabalho se tratar do vazamento na câmara de um reator de nitretação por plasma faz-se indispensável uma introdução a tal aparato.

Como já foi visto anteriormente, a tecnologia de vácuo é extremamente ampla e permeia os mais diversos campos da ciência, tecnologia e até mesmo atividades ligadas ao cotidiano. Uma das aplicações mais promissoras com que se relaciona a tecnologia de vácuo é a nitretação por plasma, processo que exige uma atmosfera interna de baixa pressão, assim também como vários outros processos envolvendo plasma.

No caso da nitretação, a presença de uma atmosfera de baixa pressão é indispensável, pois a mesma permite que o processo seja realizado com a menor presença do oxigênio que se depositado em uma amostra é considerado como uma impureza e reagindo com a mesma dificulta fortemente a difusão dos átomos de nitrogênio na rede cristalina do metal (BARBOSA, 2011).

Um sistema de nitretação por plasma, de uma maneira simplificada, é constituído basicamente de um sistema de vácuo, uma fonte de potência e um reator (ALVES JÚNIOR, 2001). O esquema de um sistema como esse pode ser visualizado na figura 11.

Figura 11: Esquema de um reator de nitretação por plasma



Fonte: Barbosa (2007)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

3.1.1 Aparato Experimental

Para realização dos experimentos referentes à medição do vazamento foi utilizado um sistema de vácuo composto por uma bomba rotativa Edwards (modelo E2M5) para se alcançar a pressão de trabalho, tendo uma capacidade mínima em torno de $1,2 \cdot 10^{-1}$ mbar de pressão para o reator utilizado; um sensor de membrana capacitiva Edwards (modelo barocel W6003281) para a realização da medição da pressão dentro do reator utilizado; um controlador de fluxo volumétrico MKS (modelo 247) para o estabelecimento de uma vazão de gás de trabalho no reator e fluxímetros 1179A para a inserção dos gases na câmara.

Abaixo nas figuras 12, 13 e 14 podem ser vistas as imagens referentes ao aparato experimental.

Figura 12: Reator de plasma



Fonte: Autor

Figura 13: Leitor de Pressão



Fonte: Autor

Figura 14: Bomba rotativa Edwards (modelo E2M5)



Fonte: Autor

3.2 Análise do Vazamento

Inerente a todo sistema de vácuo, do mais simples ao mais moderno existe a ocorrência de vazamento de gás atmosférico para dentro do reator, levando ao aumento de impurezas nos processos a serem realizados. Através do conhecimento do nível do vazamento e de como o mesmo se estabelece no sistema pode-se assim obter leituras mais precisas e eficientes além de possíveis ajustes mais precisos no sistema.

Inicialmente, antes da coleta dos dados experimentais foi feita a retirada das espécies adsorvidas no reator através de vários ciclos de inserção e retirada de gás atmosférico através da bomba do sistema, com o objetivo de diminuir os erros na medição da pressão a ser realizada posteriormente.

Após a pressão residual se estabilizar foram efetuadas as medições referentes à variação da pressão dentro do reator devido a fluxo do gás atmosférico em intervalos de 5 segundos, até se obter 20 repetições. Após isso o mesmo processo foi repetido com a adição também de fluxos de respectivamente 20, 40, 60, 80 e 100 SCCM (onde SCCM significa Standard Cubic Centimeters per minute ou Centímetros Cúbicos Padrão por Minuto: cm^3/min) inicialmente de gás hidrogênio e posteriormente de gás argônio (a fim

de se verificar a solidez dos dados obtidos) com suas respectivas pressões residuais. Mais adiante nas tabelas 3, 4, 5, 6, 7 e 8 podem ser vistos os valores obtidos experimentalmente.

Tabela 3: Dados experimentais da relação pressão x tempo para fluxos de ar atmosférico e de Hidrogênio (Vazamento: 5,86 SCCM)

	ATM	ATM+ 20 H ₂	ATM+ 40 H ₂	ATM+ 60 H ₂	ATM+ 80 H ₂	ATM+ 100 H ₂
Tempo (s)	Pressão (10 ⁻¹ mbar)					
0	1,284	1,417	1,532	1,635	1,725	1,818
5	1,293	1,450	1,630	1,710	1,830	1,950
10	1,310	1,494	1,670	1,820	1,980	2,120
15	1,314	1,540	1,750	1,930	2,120	2,300
20	1,323	1,580	1,820	2,050	2,270	2,470
25	1,331	1,630	1,900	2,160	2,400	2,650
30	1,340	1,680	1,980	2,260	2,550	2,830
35	1,344	1,720	2,060	2,370	2,690	2,990
40	1,352	1,770	2,130	2,480	2,830	3,160
45	1,358	1,810	2,210	2,590	2,970	3,350
50	1,365	1,860	2,290	2,700	3,110	3,520
55	1,378	1,900	2,360	2,810	3,250	3,690
60	1,383	1,940	2,440	2,920	3,400	3,870
65	1,396	1,990	2,520	3,030	3,540	4,040
70	1,400	2,030	2,600	3,140	3,670	4,210
75	1,408	2,070	2,670	3,250	3,810	4,380
80	1,413	2,120	2,750	3,350	3,960	4,570
85	1,413	2,160	2,830	3,470	4,080	4,740
90	1,429	2,200	2,900	3,570	4,230	4,910
95	1,434	2,240	2,980	3,670	4,370	5,080
100	1,447	2,290	3,060	3,790	4,510	5,250

Fonte: Autor

Tabela 4: Dados experimentais da relação pressão x tempo para fluxos de ar atmosférico e de Hidrogênio (Vazamento: 7,10 SCCM)

	ATM	ATM+ 20 H ₂	ATM+ 40 H ₂	ATM+ 60 H ₂	ATM+ 80 H ₂	ATM+ 100 H ₂
Tempo (s)	Pressão (10 ⁻¹ mbar)					
0	1,334	1,484	1,595	1,667	1,758	1,840
5	1,354	1,526	1,653	1,761	1,890	2,000
10	1,358	1,578	1,740	1,871	2,049	2,170
15	1,360	1,616	1,817	1,990	2,180	2,340
20	1,389	1,659	1,894	2,100	2,310	2,520
25	1,397	1,702	1,978	2,250	2,450	2,690
30	1,400	1,749	2,048	2,340	2,600	2,860
35	1,419	1,800	2,129	2,430	2,730	3,040
40	1,423	1,834	2,200	2,510	2,890	3,220
45	1,439	1,885	2,270	2,643	3,030	3,390
50	1,449	1,928	2,348	2,749	3,150	3,570
55	1,467	1,972	2,423	2,856	3,290	3,720
60	1,473	2,014	2,500	2,967	3,450	3,900
65	1,482	2,065	2,578	3,078	3,580	4,070
70	1,487	2,100	2,660	3,172	3,720	4,240
75	1,500	2,146	2,734	3,280	3,850	4,400
80	1,509	2,189	2,818	3,400	4,000	4,570
85	1,517	2,235	2,895	3,500	4,140	4,740
90	1,530	2,274	2,967	3,610	4,280	4,920
95	1,540	2,317	3,049	3,718	4,420	5,090
100	1,556	2,360	3,117	3,820	4,560	5,260

Fonte: Autor

Tabela 5: Dados experimentais da relação pressão x tempo para fluxos de ar atmosférico e de Argônio (Vazamento: 4,86 SCCM)

	ATM	ATM+ 20 Ar	ATM+ 40 Ar	ATM+ 60 Ar	ATM+ 80 Ar	ATM+ 100 Ar
Tempo (s)	Pressão (10^{-1} mbar)					
0	1,243	1,572	1,845	2,084	2,276	2,439
5	1,256	1,606	1,910	2,150	2,380	2,560
10	1,265	1,648	1,980	2,260	2,520	2,720
15	1,273	1,691	2,050	2,360	2,650	2,900
20	1,286	1,720	2,110	2,460	2,790	3,060
25	1,299	1,760	2,190	2,560	2,920	3,220
30	1,307	1,810	2,260	2,660	3,050	3,400
35	1,316	1,841	2,330	2,760	3,180	3,560
40	1,320	1,879	2,400	2,860	3,320	3,720
45	1,324	1,913	2,460	2,970	3,420	3,880
50	1,333	1,957	2,530	3,070	3,590	4,040
55	1,341	1,994	2,610	3,170	3,720	4,200
60	1,350	2,036	2,670	3,270	3,840	4,370
65	1,358	2,072	2,740	3,370	3,980	4,620
70	1,371	2,106	2,820	3,480	4,110	4,760
75	1,380	2,148	2,880	3,580	4,250	4,880
80	1,388	2,187	2,950	3,670	4,370	5,030
85	1,392	2,220	3,020	3,770	4,510	5,200
90	1,402	2,260	3,090	3,870	4,650	5,330
95	1,405	2,300	3,160	3,970	4,770	5,510
100	1,418	2,330	3,230	4,070	4,900	5,670

Fonte: Autor

Tabela 6: Dados experimentais da relação pressão x tempo para fluxos de ar atmosférico e de Argônio (Vazamento: 4,83 SCCM) (Duplicata)

	ATM	ATM+ 20 Ar	ATM+ 40 Ar	ATM+ 60 Ar	ATM+ 80 Ar	ATM+ 100 Ar
Tempo (s)	Pressão (10^{-1} mbar)					
0	1,255	1,576	1,845	2,084	2,276	2,439
5	1,262	1,606	1,900	2,160	2,370	2,580
10	1,276	1,648	1,970	2,270	2,510	2,740
15	1,289	1,687	2,040	2,360	2,640	2,900
20	1,299	1,721	2,110	2,460	2,780	3,070
25	1,307	1,767	2,180	2,570	2,920	3,230
30	1,311	1,802	2,250	2,670	3,050	3,400
35	1,315	1,837	2,320	2,770	3,180	3,570
40	1,325	1,883	2,390	2,880	3,320	3,730
45	1,333	1,918	2,460	2,980	3,460	3,880
50	1,341	1,956	2,530	3,080	3,580	4,050
55	1,350	1,990	2,610	3,180	3,710	4,210
60	1,362	2,030	2,670	3,280	3,840	4,370
65	1,371	2,070	2,740	3,390	3,980	4,530
70	1,380	2,100	2,810	3,490	4,110	4,690
75	1,381	2,140	2,880	3,580	4,230	4,860
80	1,392	2,170	2,950	3,690	4,370	5,040
85	1,397	2,210	3,020	3,790	4,500	5,180
90	1,405	2,250	3,090	3,880	4,640	5,350
95	1,413	2,290	3,160	3,990	4,770	5,530
100	1,422	2,320	3,230	4,090	4,900	5,670

Fonte: Autor

Tabela 7: Dados experimentais da relação pressão x tempo para fluxos de ar atmosférico e de Argônio (Vazamento: 21,81 SCCM)

	ATM	ATM+ 20 Ar	ATM+ 40 Ar	ATM+ 60 Ar	ATM+ 80 Ar	ATM+ 100 Ar
Tempo (s)	Pressão (10^{-1} mbar)					
0	1,540	1,814	2,027	2,232	2,412	2,578
5	1,573	1,856	2,120	2,350	2,550	2,750
10	1,620	1,923	2,220	2,480	2,710	2,950
15	1,640	2,000	2,310	2,610	2,870	3,130
20	1,676	2,048	2,410	2,730	3,030	3,320
25	1,715	2,120	2,500	2,860	3,190	3,500
30	1,753	2,180	2,600	2,980	3,340	3,680
35	1,779	2,250	2,700	3,110	3,500	3,870
40	1,817	2,318	2,790	3,240	3,650	4,050
45	1,843	2,370	2,890	3,360	3,810	4,250
50	1,882	2,438	2,980	3,490	3,970	4,430
55	1,920	2,500	3,070	3,620	4,140	4,620
60	1,955	2,570	3,160	3,730	4,280	4,820
65	1,984	2,634	3,270	3,860	4,430	5,000
70	2,018	2,700	3,360	3,990	4,590	5,190
75	2,049	2,754	3,450	4,110	4,740	5,360
80	2,083	2,820	3,550	4,240	4,900	5,560
85	2,126	2,895	3,640	4,360	5,050	5,740
90	2,150	2,954	3,730	4,480	5,220	5,930
95	2,185	3,015	3,830	4,610	5,370	6,110
100	2,224	3,078	3,920	4,730	5,530	6,300

Fonte: Autor

Tabela 8: Dados experimentais da relação pressão x tempo para fluxos de ar atmosférico e de Argônio (Vazamento: 21,56 SCCM) (Duplicata)

	ATM	ATM+ 20 Ar	ATM+ 40 Ar	ATM+ 60 Ar	ATM+ 80 Ar	ATM+ 100 Ar
Tempo (s)	Pressão (10^{-1} mbar)					
0	1,540	1,814	2,027	2,232	2,412	2,578
5	1,570	1,860	2,130	2,350	2,550	2,780
10	1,612	1,940	2,220	2,490	2,710	2,970
15	1,642	2,000	2,310	2,620	2,870	3,150
20	1,672	2,065	2,400	2,740	3,030	3,340
25	1,706	2,130	2,500	2,870	3,190	3,530
30	1,745	2,190	2,600	2,990	3,340	3,730
35	1,775	2,260	2,690	3,120	3,490	3,910
40	1,813	2,322	2,800	3,250	3,650	4,060
45	1,840	2,380	2,890	3,370	3,810	4,260
50	1,872	2,451	2,980	3,490	3,960	4,460
55	1,920	2,510	3,070	3,630	4,130	4,650
60	1,950	2,570	3,160	3,750	4,280	4,840
65	1,984	2,638	3,270	3,870	4,430	5,010
70	2,018	2,700	3,360	3,990	4,590	5,210
75	2,035	2,775	3,460	4,120	4,740	5,400
80	2,078	2,830	3,550	4,240	4,900	5,590
85	2,121	2,890	3,650	4,360	5,050	5,760
90	2,146	2,955	3,730	4,490	5,210	5,950
95	2,177	3,018	3,830	4,620	5,370	6,140
100	2,215	3,090	3,920	4,750	5,530	6,330

Fonte: Autor

Para a realização dos cálculos objetivando medir o valor do vazamento se considerará a seguinte afirmação: a diferença entre a pressão dentro do reator e fora do mesmo é alta, de forma que a variação da pressão no reator por vazamento é linear para baixas pressões.

Para a realização dos cálculos será considerada uma constante “ φ ” que representa a variação da pressão (P) com o tempo (t'), dessa forma:

$$\varphi = \frac{dP}{dt'} \quad (1)$$

Separando as variáveis obtém-se:

$$dP = \varphi dt' \quad (2)$$

Integrando ambos os lados, no tempo de 0 (Referência) a t e a pressão de um valor inicial “ P_i ” até um valor final “ P_f ”, obtém-se:

$$\int_{P_i}^{P_f} dP = \int_0^t \varphi dt' \quad (3)$$

$$P_f - P_i = \varphi t \quad (4)$$

$$P_f = \varphi t + P_i \quad (5)$$

A variação da pressão dentro do reator com relação ao volume de gás “ V_g ” é linear e a relação de proporcionalidade é dada por uma constante “ j ”, dessa forma:

$$\frac{dP}{dV_g} = j \quad (6)$$

$$dP = j dV_g \quad (7)$$

Substituindo a equação (2) na equação (7), obtém-se:

$$\varphi dt' = j dV_g \quad (8)$$

$$\frac{\varphi}{j} = \frac{dV_g}{dt'} \quad (9)$$

Como a variação do volume com o tempo é o fluxo volumétrico, obtém-se uma equação para o fluxo de gás que invade o reator.

$$\phi = \frac{\varphi}{j} \quad (10)$$

Sabendo que o fluxo total que invade o reator é dado pela soma do vazamento do reator “ ϕ_a ” com o fluxo de gás de referência “ ϕ_r ” (hidrogênio ou argônio) inserido durante o experimento obtém-se que:

$$\phi_a + \phi_r = \frac{\varphi}{j} \quad (11)$$

E por fim pode-se obter o vazamento no reator através da seguinte equação:

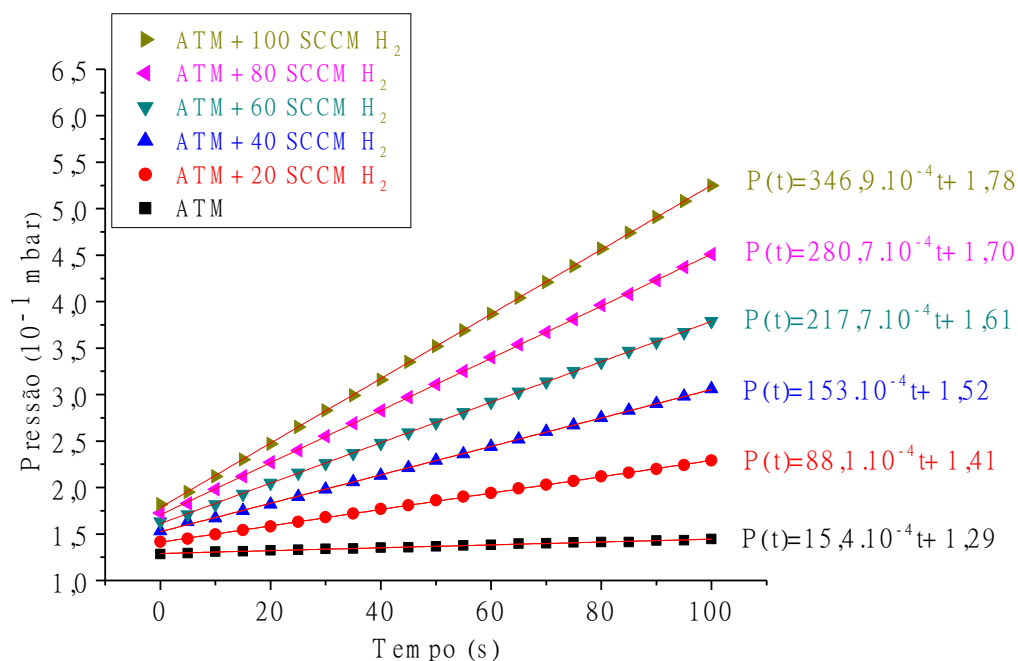
$$\phi_r = \frac{\varphi}{j} - \phi_a \quad (12)$$

Os valores para o vazamento no reator tanto com a inserção de gás hidrogênio quanto com a inserção de argônio serão obtidos através da regressão linear da curva referente aos valores obtidos experimentalmente e as equações acima deduzidas.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

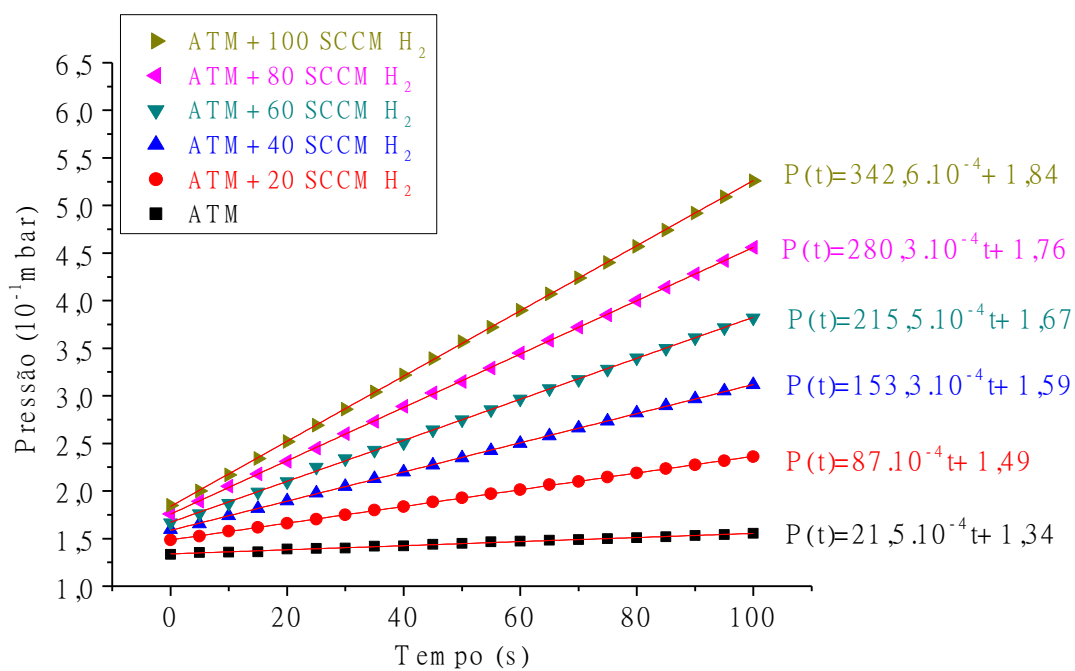
Através dos valores obtidos experimentalmente para a variação da pressão interna da câmara com o tempo sendo introduzidos fluxos atmosféricos somados a fluxos de hidrogênio (dados referentes às tabelas 3 e 4) foi possível gerar os gráficos a seguir.

Gráfico 1: Variação da pressão interna com o tempo para fluxos atmosféricos somados a fluxos de H_2 quando alcançada uma pressão residual de $1,284 \cdot 10^{-1}$ mbar



Fonte: Autor

Gráfico 2: Variação da pressão interna com o tempo para fluxos atmosféricos somados a fluxos de H_2 quando alcançada uma pressão residual de $1,334 \cdot 10^{-1}$ mbar



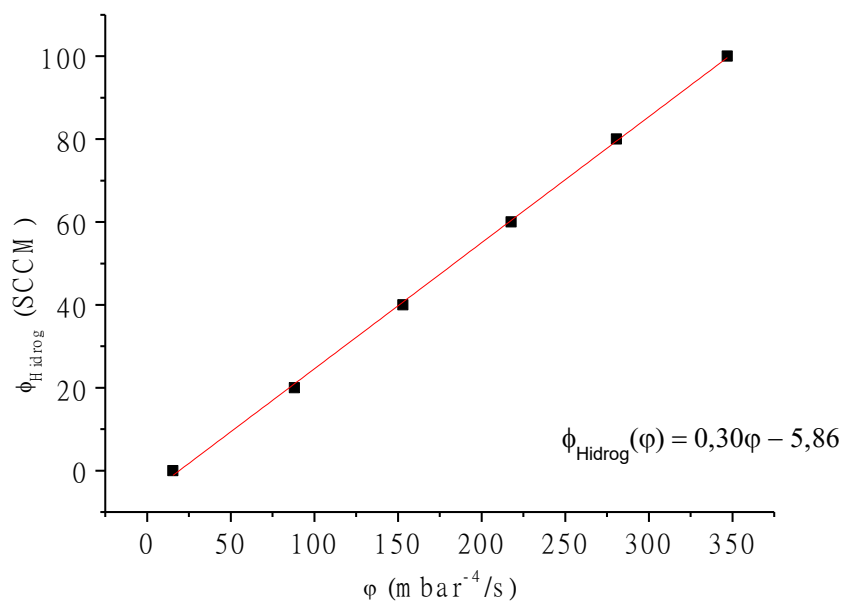
Fonte: Autor

Como comentado no capítulo anterior os dados foram obtidos através de 20 repetições realizadas em intervalos de 5 segundos, inicialmente para fluxos puramente de gás atmosférico (que corresponde ao gráfico de pontos pretos) e posteriormente com a adição de fluxos de 20, 40, 60, 80 e 100 SCCM de gás de referência, que se somam ao fluxo atmosférico (que correspondem aos gráficos de pontos vermelhos, azuis, verdes, cor de rosa e dourados respectivamente).

Através dos gráficos acima, pode-se notar claramente a relação linear entre a variação de pressão e a passagem do tempo, mostrando que o modelo matemático adotado para a relação pressão-tempo (ou seja: $P_f = \phi t + P_i$) é coerente com a experimentação. Além disso, fica claro que o aumento do fluxo de gás para dentro da câmara corresponde a um maior coeficiente angular “ ϕ ” das retas obtidas. Isso mostra que a pressão dentro da câmara está se elevando mais rapidamente devido a maior aumento do número de moléculas que se chocam com as paredes internas do reator.

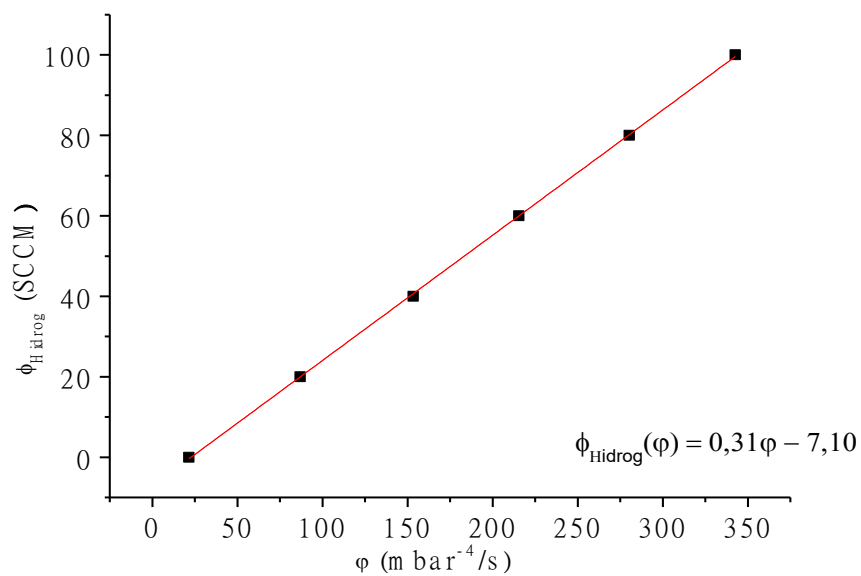
Tomando os coeficientes angulares “ ϕ ” das retas obtidas para a variação da pressão com o tempo e os valores dos fluxos de gás de referência que invadem o reator (em SCCM), pôde-se gerar os gráficos que relacionam o fluxo de gás com a variação da pressão e através do modelo adotado descobrir o vazamento no reator para as pressões residuais alcançadas, como mostram os gráficos 3 e 4.

Gráfico 3: Relação entre o fluxo de H₂ e os coeficientes de variação da pressão com o tempo para uma pressão residual de $1,284 \cdot 10^{-1}$ mbar



Fonte: Autor

Gráfico 4: Relação entre o fluxo de H₂ e os coeficientes de variação da pressão com o tempo para uma pressão residual de $1,334 \cdot 10^{-1}$ mbar



Fonte: Autor

Baseado no modelo visto no capítulo 3 a função que descreve a relação entre o fluxo de gás inserido no reator e os coeficientes de variação da pressão é a equação (12):

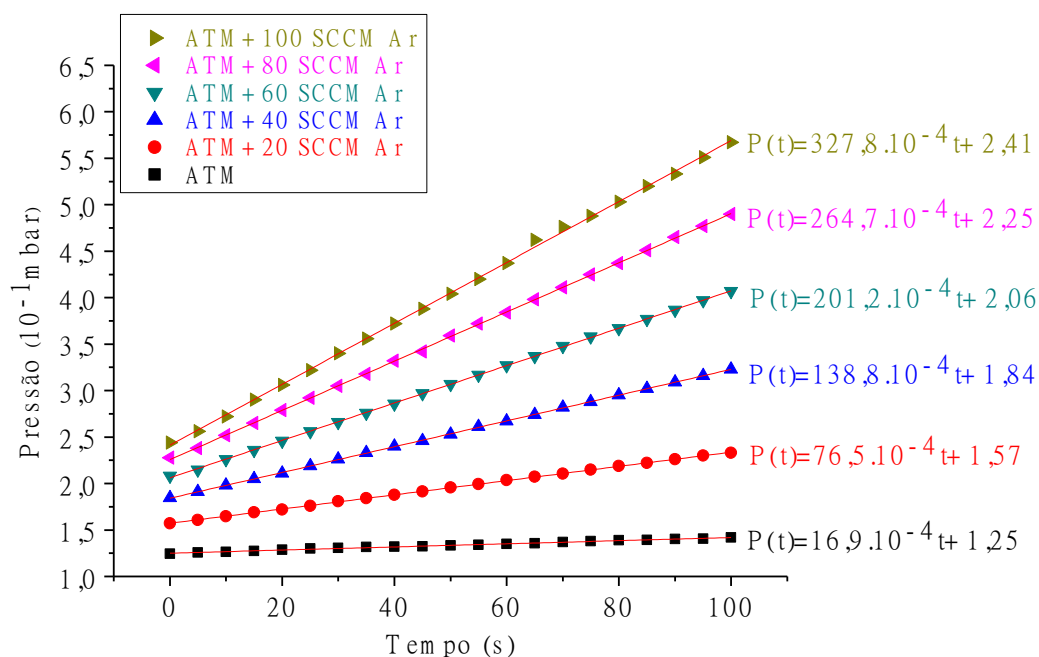
$$\phi_r = \frac{\varphi}{j} - \phi_a$$

Então temos que os valores de “ ϕ_a ”, ou seja, do vazamento do reator para as funções dos gráficos 3 e 4 que corresponde ao coeficiente linear da reta representada na equação 12 são respectivamente 5,86 SCCM para uma pressão residual de $1,284.10^{-1}$ mbar e 7,10 SCCM para uma pressão residual de $1,334.10^{-1}$ mbar, valores coerentes, dado que o aumento na pressão residual é resultado do aumento do vazamento no reator. Estes resultados também são coerentes com as observações experimentais feitas num trabalho anterior com relação ao vazamento no mesmo reator utilizando gás hidrogênio como gás de referência, tendo em vista que através de seus experimentos obteve um valor de vazamento no reator de 9,01 SCCM para uma pressão residual de $1,49.10^{-1}$ mbar (PEREIRA, 2017).

Tendo como objetivo verificar a validade do método utilizado para a medição do vazamento é importante verificar se o mesmo método funciona para outros gases de referência, visto que o vazamento no reator é característica do próprio equipamento e o resultado não deve ser válido apenas quando utilizando um gás específico. Dessa forma, experimentos utilizando a mesma metodologia, porém tendo outro gás como referência: o argônio, foram realizados para a verificação da solidez do método.

Através dos valores experimentais obtidos para a variação da pressão interna no reator com o tempo utilizando fluxos de argônio somados a fluxos de gás atmosférico, (que podem ser visualizados nas tabelas 5, 6, 7 e 8), foi possível gerar os gráficos 5, 6, 7 e 8.

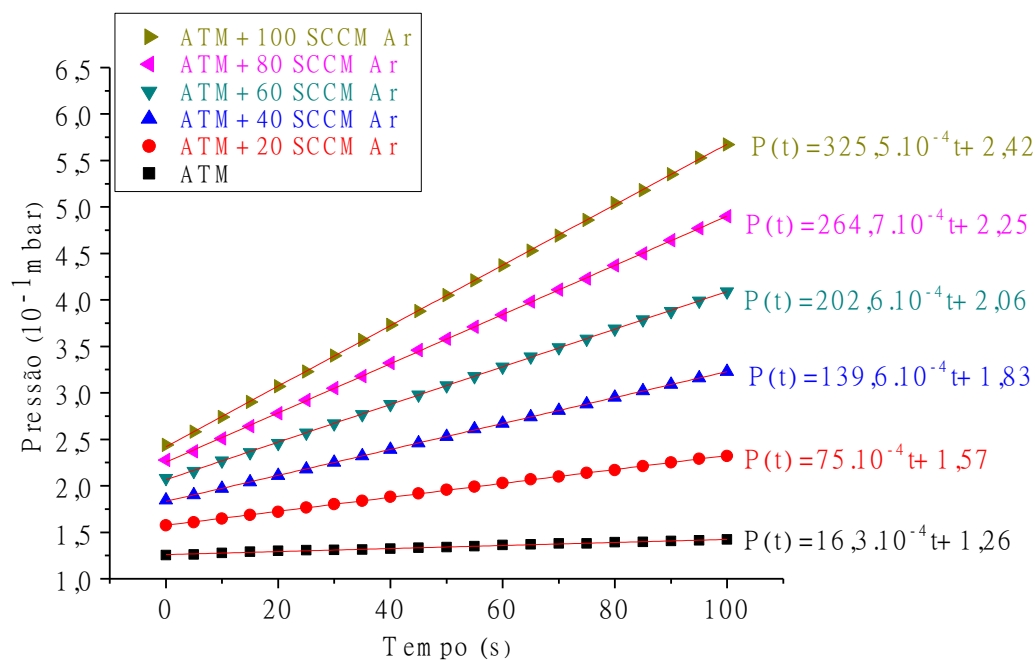
Gráfico 5: Variação da pressão interna com o tempo para fluxos atmosféricos somados a fluxos de Ar quando alcançada uma pressão residual de $1,243 \cdot 10^{-1}$ mbar



Fonte: Autor

O gráfico 5 corresponde a variação da pressão interna no reator com o tempo utilizando o Argônio como gás de referência para um pressão residual de $1,242 \cdot 10^{-1}$ mbar, nota-se que o padrão da variação da pressão com o tempo é linear como esperado pelo modelo matemático adotado e como também foi visto utilizando o gás hidrogênio.

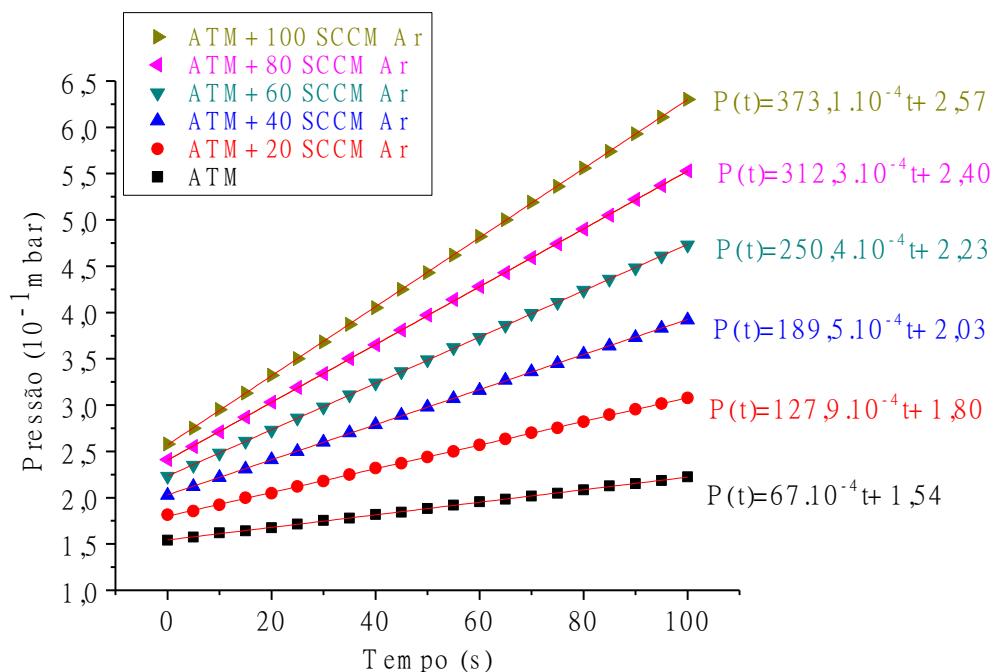
Gráfico 6: Variação da pressão interna com o tempo para fluxos atmosféricos somados a fluxos de Ar quando alcançada uma pressão residual de $1,243 \cdot 10^{-1}$ mbar (Duplicata)



Fonte: Autor

O gráfico 6 representa a duplicata das medições realizadas que foram utilizadas para gerar o gráfico 5. Percebe-se que os valores são similares e igualmente as funções que representam os gráficos gerados para as medições, confirmando assim a veracidade dos valores obtidos.

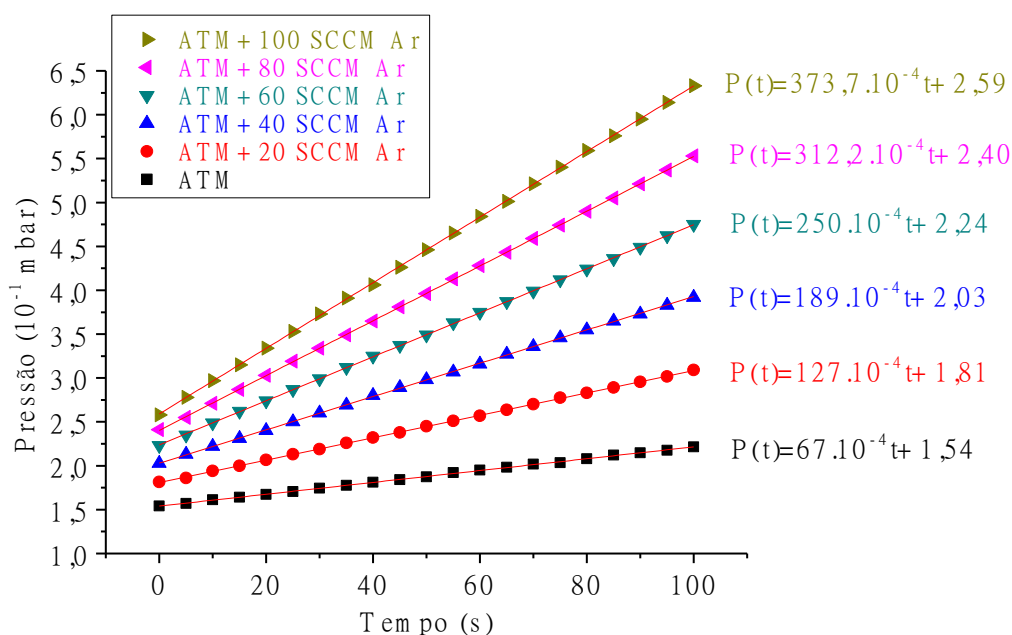
Gráfico 7: Variação da pressão interna com o tempo para fluxos atmosféricos somados a fluxos de Ar quando alcançada uma pressão residual de $1,54 \cdot 10^{-1}$ mbar



Fonte: Autor

O gráfico 7 representa os dados coletados para a variação da pressão interna no reator com o tempo utilizando o argônio como gás de referência para uma pressão residual de $1,54 \cdot 10^{-1}$ mbar. Nota-se que os valores de “ P_i ” (o valor inicial da pressão, que corresponde ao coeficiente linear) para as retas se elevam mais rapidamente com o aumento do fluxo de argônio quando comparado ao aumento dos fluxos de hidrogênio. Este resultado não era esperado, uma vez que o peso atômico do argônio é cerca de 40 vezes maior que o do hidrogênio, o que a rigor resultaria em um aumento maior da pressão inicial para o hidrogênio com o aumento do fluxo. Entretanto estes valores não influem na determinação do vazamento no reator, dado o fato que pelo modelo adotado o vazamento no reator é independente do valor da pressão inicial.

Gráfico 8: Variação da pressão interna com o tempo para fluxos atmosféricos somados a fluxos de Ar quando alcançada uma pressão residual de $1,54 \cdot 10^{-1}$ mbar (Duplicata)

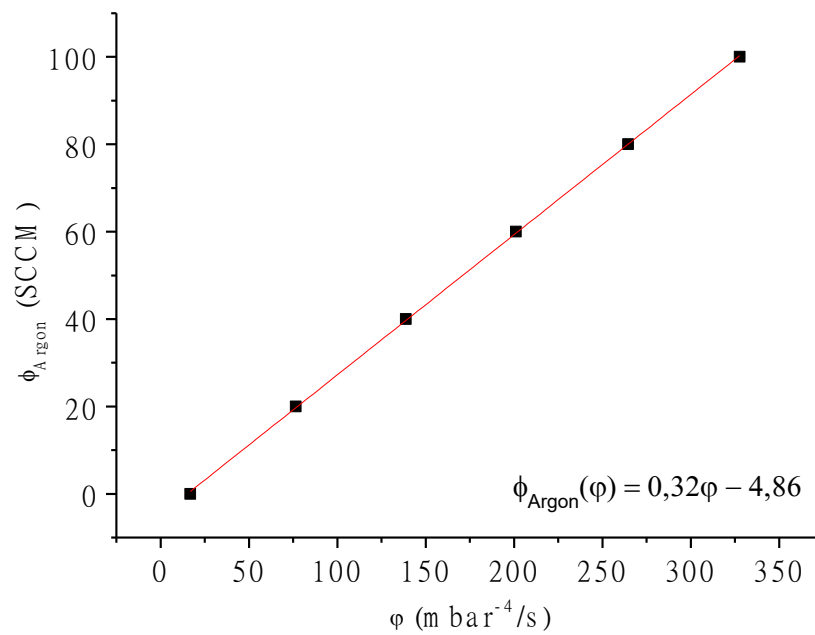


Fonte: Autor

O gráfico 8 representa a duplicata dos valores que foram utilizados para gerar o gráfico 7, comprovando igualmente, a veracidade dos dados obtidos, dado o fato de que os valores são muito similares.

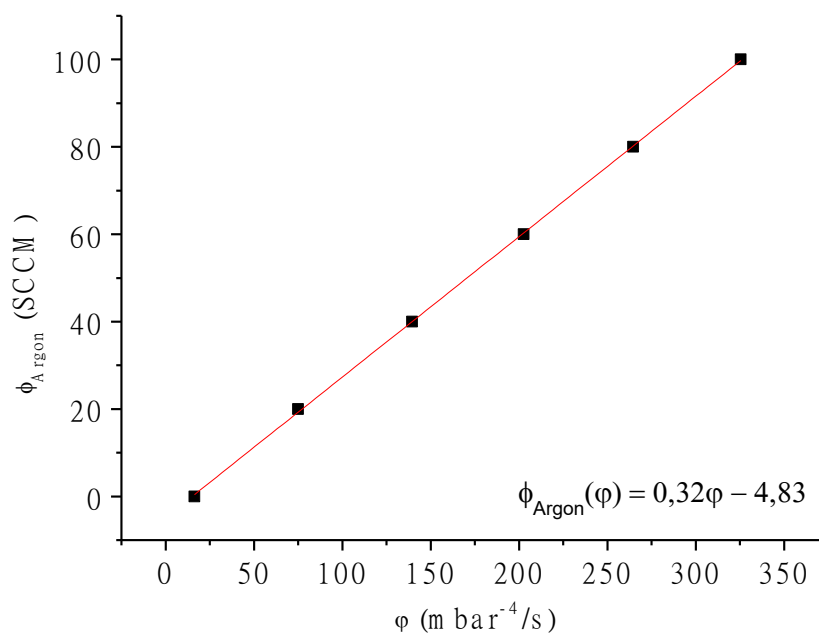
Utilizando a mesma metodologia para medir o vazamento no reator, foram tomados os coeficientes “ φ ” obtidos através da regressão linear dos dados experimentais apurados e foram gerados gráficos relacionando os coeficientes “ φ ” e o fluxo de argônio “ Φ_{Argon} ” em SCCM que invade o reator. Os gráficos gerados podem ser visualizados a seguir.

Gráfico 9: Relação entre o fluxo de Ar e os coeficientes de variação da pressão com o tempo para uma pressão residual de $1,242 \cdot 10^{-1}$ mbar



Fonte: Autor

Gráfico 10: Relação entre o fluxo de Ar e os coeficientes de variação da pressão com o tempo para uma pressão residual de $1,242 \cdot 10^{-1}$ mbar (Duplicata)

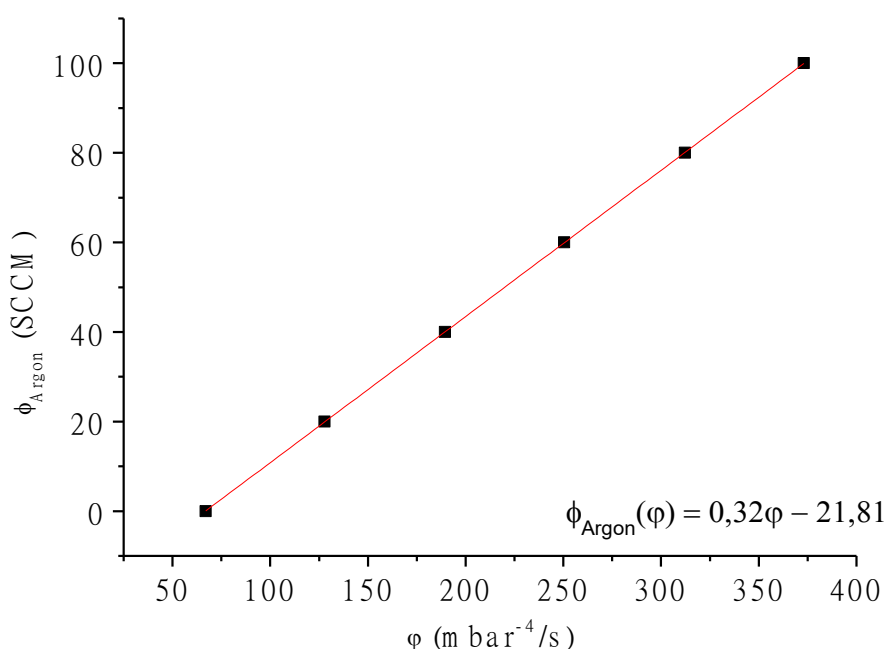


Fonte: Autor

Pela função que representa no gráfico 9, a partir do coeficiente linear da reta conclui-se que o valor do vazamento no reator quando alcançada uma pressão residual de $1,242 \cdot 10^{-1}$ mbar utilizando o gás argônio como referência é de 4,86 SCCM.

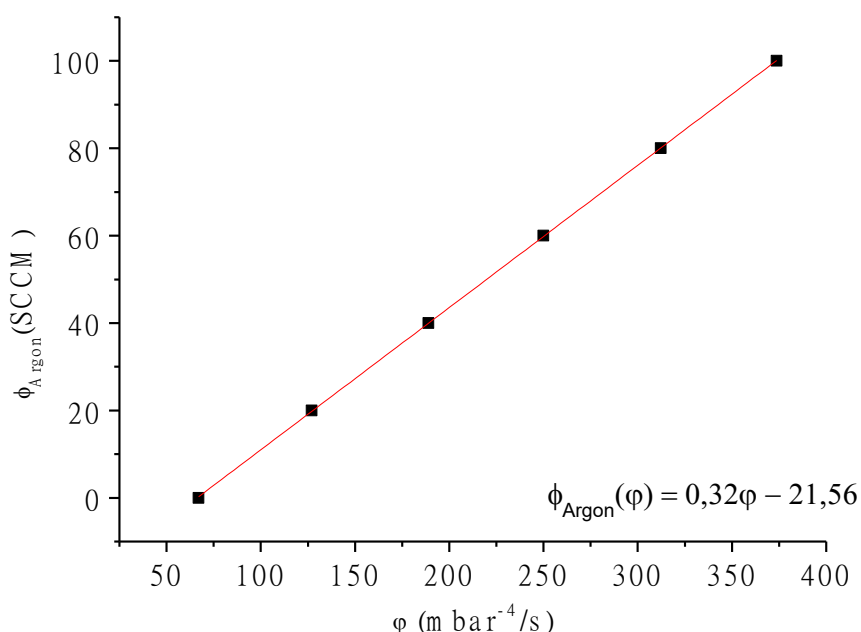
O gráfico 10 representa a duplicata dos valores que geraram o gráfico 9. Através do coeficiente linear da função que o representa foi obtido um valor de vazamento de 4,83 SCCM, valor bastante próximo ao primeiro obtido, com uma diferença de 0,03 SCCM, o que mostra a veracidade dos valores coletados.

Gráfico 11: Relação entre o fluxo de Ar e os coeficientes de variação da pressão com o tempo para uma pressão residual de $1,54 \cdot 10^{-1}$ mbar



Fonte: Autor

Gráfico 12: Relação entre o fluxo de Ar e os coeficientes de variação da pressão com o tempo para uma pressão residual de $1,54 \cdot 10^{-1}$ mbar (Duplicata)



Fonte: Autor

Pela função que representa o gráfico 11, quando alcançada uma pressão residual de $1,54 \cdot 10^{-1}$ mbar obteve-se um vazamento de 21,81 SCCM, valor coerente, dado o fato de que um vazamento maior implica em uma pressão residual maior devido ao maior número de moléculas dentro do reator. O gráfico 12 representam a duplicata dos valores que geraram o gráfico 11 sendo que foi obtido um vazamento de 21,56 SCCM, valor bastante próximo do primeiro que foi obtido, mostrando dessa forma, a veracidade dos dados experimentais e a consistência do método utilizado.

Abaixo na tabela 9 pode-se visualizar a comparação entre os valores de vazamento obtidos e a pressão residual alcançada, onde os valores em vermelho correspondem aos valores obtidos na pesquisa de Pereira (2017).

Tabela 9: Correspondência entre pressão residual e o fluxo de vazamento calculado

Gás de Referência	Pressão Residual (10^{-1} mbar)	Vazamento (SCCM)
Ar	1,243	4,86
H ₂	1,284	5,86
H ₂	1,334	7,10
H ₂	1,490	9,01
Ar	1,540	21,81

Fonte: Autor

5 CONCLUSÕES

Através da experimentação e baseando-se em um modelo teórico consistente foi possível analisar e tirar as conclusões devidas com relação ao vazamento no reator de plasma (a câmara de vácuo em questão) em várias pressões residuais e utilizando dois gases de referência. Segue abaixo as conclusões para o trabalho realizado:

- Para a faixa de pressão utilizada neste estudo (médio vácuo) a relação pressão x tempo é linear para quaisquer fluxos de hidrogênio e argônio.
- Utilizando o hidrogênio como gás de referência obteve-se vazamentos de 5,86 SCCM e 7,10 SCCM para pressões residuais de $1,284 \cdot 10^{-1}$ mbar e $1,334 \cdot 10^{-1}$ mbar, respectivamente.
- Utilizando argônio como gás de referência obteve-se vazamentos de 4,86 SCCM e 21,81 SCCM para pressões residuais de $1,243 \cdot 10^{-1}$ mbar e $1,54 \cdot 10^{-1}$ mbar, respectivamente.
- O método adotado para a medição do vazamento é válido e independe do gás de referência utilizado.

REFERÊNCIAS

ALVES Jr., C.; RODRIGUES, J.A. **Nitretação de aços assistida por plasma: variabilidade de uso para as indústrias nacionais**. Metalurgia-ABM, v.47, n 398, p.354-5, 1991.

ALVES JÚNIOR, Clodomiro. **Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações**. 2001.

BARBOSA, J. C. P., MEDEIROS, E. S. OLIVEIRA, J. A. B., CARDOSO, M. O., MIRANDA, A. K. H., ALVES JR., C. **Estudo através de Espectroscopia de Emissão Óptica do efeito de espécies contaminantes num tratamento por plasma**. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo. 30 (2011) 14–17.

BARBOSA, Júlio César Pereira. **Análise por meio de Espectroscopia de Emissão Óptica das espécies ativas em nitretação iônica e gaiola catódica**. 2007. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

CHAMBERS, Austin. **Basic vacuum technology**. CRC Press, 1998.

DEGASPERI, Francisco Tadeu et al. **Modelagem e análise detalhadas de sistemas de vácuo**. 2002.

DIENER ELECTRONIC. **Bobas de vacío**. Disponível em: <<https://www.plasma.com/es/productos/bombas-de-vacio/>> Acesso em: 20 de Abril de 2018.

EBAH. **Bombas centrífugas**. Disponível em: <<http://www.ebah.com.br/content/ABAAAA7-MAJ/bombas-centrifugas?part=2>> Acesso em 20 de Abril de 2018.

EDENHOFER, B. **Physical and metallurgical aspects of ionnitriding**. Heat Treatment of Metals, v.1, part. 1, p.23-8, 1974.

GAMA, Sergio. **Introdução a ciência e tecnologia de vácuo**. IFGW, 2002.

HABLANIAN et al. **Methods of experimental physics: vacuum physics and technology**. New York: Academic Press, 1979. 577 p.

HARA, Débora Harumi Suzuki et al. **Cálculo e determinação experimental da taxa de desgaseificação de materiais poliméricos em vácuo**. FATEC-SP, 2014.

HOFFMAN, Dorothy; SINGH, Bawa; THOMAS III, John H. **Handbook of vacuum science and technology**. Academic Press, 1997.

JINDAL, P. C. **Ion nitriding of steels**. 1978. Tese de Doutorado. AVS. JONES, C. K. et al. **Ion-nitriding. Heat Treatment '73, Metals Society, London. 1975, 29 p**, 1975.

LAFFERTY, James M. **Foundations of Vacuum Science and Technology**, 1998.

LONGUINI, Marcos Daniel; NARDI, Roberto. **Origens históricas e considerações acerca do conceito de pressão atmosférica**. Faculdade de Ciências, Universidade Estadual Paulista, Bauru-SP, 2000.

MARQUARDT, Niels. **Introduction to the principles of vacuum physics**. Institute for Accelerator Physics and Synchrotron Radiation, University of Dortmund, Germany, 1999.

MOUTINHO, A. M. C. et al. **Tecnologia de vácuo**. 1 ed. Lisboa: Universidade Nova de Lisboa, 1980.

O'HANLON, J.F., 2003, "**A User's Guide to Vacuum Technology**", 3.ed, Ed. Wiley-Interscience, 516 p.

PAIVA, Jadilson Alves de et al. **Aplicação da tecnologia do vácuo em projeto de engenharia de precisão**. 2010.

PAIVA, Jadilson Alves de; DE AQUINO SILVA, João Bosco; DE LIMA JÚNIOR, José Carlos. **Aplicações da Tecnologia do Vácuo em Engenharia Mecânica**. 2010.

PEREIRA, I. L. **Determinação experimental do fluxo de gás atmosférico por vazamento numa câmara de vácuo**. Mossoró, 2017. Trabalho de Conclusão de Curso. Centro de Ciências Exatas e Naturais, Bacharelado em Ciência e Tecnologia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido.

ROTH, Alexander. **Vacuum technology**. Elsevier, 2012.

RYANS, James L.; ROPER, Daniel L. **Process vacuum system design and operation**. McGraw-Hill Companies, 1986.

STEMPNIAK, R. A. **A ciência e a tecnologia do vácuo**. Sociedade Brasileira de Vácuo–FACAP/CDT–Faculdade de Ciência Aplicação de São José dos Campos-SP, 2002.