



TRATAMENTO PÓS-SOLDAGEM DE NIÓBIO VIA IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA EM ALTA TEMPERATURA.

RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA (PIBIC/CNPq/INPE)

Maria Dercua

Maria Fernanda Gonçalves de Oliveira (UNIFESP- SJC- Universidade Federal de São Paulo, Bolsista PIBIC/CNPq).

mfgoli@gmail.com

Dr. Rogério de Moraes Oliveira (LAP/INPE, Orientador). rogerio@plasma.inpe.br

Dra. Aline Capella de Oliveira (LAP/INPE, Coorientadora). aline.capella@unifesp.br

> INPE São José dos Campos/ SP 2014





ÍNDICE

| CONTEÚDO | |
|----------------------------|----|
| 1. RESUMO | 03 |
| 2. INTRODUÇÃO | |
| 3. MATERIAIS E MÉTODOS | 04 |
| 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES | 07 |
| 5. CONCLUSÕES | |
| 6. REFERÊNCIAS | |





1. RESUMO

Este trabalho teve como objetivo estudar a viabilidade da realização do tratamento térmico em chapas de nióbio soldadas via implantação iônica por imersão em plasma (3IP) de nitrogênio, para formação de camadas de nitretos sobre superfície do material base e do cordão de solda. As características do processo e os resultados obtidos são discutidos levando-se em consideração a influência do tratamento nas alterações apresentadas pelo material tratado durante o período do projeto.

Resultados mostram uma significativa alteração na superfície do material, em termos de composição química, evidenciando a formação de nitretos de nióbio sobre esta superfície. Em geral, os nitretos de materiais refratários apresentam propriedades desejáveis para aplicações que envolvem temperatura elevadas de trabalho como: estabilidade térmica, elevado ponto de fusão, boa resistência à oxidação; além de apresentarem elevada dureza e baixas taxas de desgaste e corrosão.

Em virtude do aquecimento do substrato, durante o processo de implantação iônica, observam-se mudanças microestruturais no material soldado. Tais alterações microestruturais, nas diferentes regiões analisadas, mostram-se benéficas na homogeneidade dos valores de dureza apresentados, especialmente na região do cordão de solda e material de base. A redução da dispersão dos valores de dureza entre o cordão de solda, a zona termicamente afetada (ZAC) e o material de base podem minimizar a presença de regiões com concentrações de tensões, melhorando a resistência mecânica do material quando submetidos a esforços mecânicos, como tração uniaxial.

2. INTRODUÇÃO

Atualmente, o Brasil é o maior produtor de nióbio (Nb) puro, onde cerca de 98% do metal é extraído de jazidas localizadas no estado de Minas Gerais [1]. Devido à grande disponibilidade do material e suas notáveis propriedades como: elevada condutividade elétrica, boa resistência à corrosão e boa maleabilidade [2], estudos têm sido conduzidos visando o aperfeiçoamento de suas características e sua utilização em diferentes áreas [3].

No setor aeroespacial, o nióbio vem despertando um grande interesse, especialmente devido à sua temperatura de fusão elevada, 2468°C, que possibilita seu emprego em aplicações envolvendo componentes de motores-foguetes [4]. O Laboratório de Combustão e Propulsão do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LCP-INPE), por exemplo, tem utilizado o nióbio puro para fabricação de tubeiras de motores-foguetes de múltiplos estágios, no estudo do desempenho e análises térmicas de propulsores bipropolentes [5]. A utilização do nióbio puro, entretanto, ainda é pouco explorada pelo setor aeroespacial nacional.

Um dos aspectos relevantes no processamento de metais refratários é sua acentuada reação ao oxigênio, especialmente em temperaturas elevadas – aspecto intrínseco ao fenômeno de combustão presente em motores-foguetes. Tal aspecto pode degradar suas propriedades mecânicas, comprometendo seu desempenho nestas aplicações. Em geral, para minimizar o efeito da oxidação, camadas protetivas são empregadas nas superfícies destes metais refratários [6], de forma a inibir a oxidação superficial em determinadas aplicações. Em particular, nitretos de metais refratários apresentam propriedades desejáveis como: estabilidade térmica, elevado ponto de fusão, elevada dureza e baixas taxas de desgaste e





corrosão. Em contato com o ar, os nitretos de nióbio só oxidam-se em temperaturas acima de 800°C [7].

Uma das tecnologias disponíveis para formação de camadas protetivas, como nitretos em superfícies metálicas, é a implantação iônica por imersão em plasma (3IP). A técnica consiste no bombardeamento de um material sólido com átomos ionizados de média e alta energia. Essa técnica oferece a possibilidade de se implantar, ou ligar, qualquer tipo de elemento nas regiões próximas da superfície do material [8], modificando as características mecânicas, físicas ou químicas na região superficial do material [9]. O processo de 3IP é gerado em uma descarga, normalmente do tipo luminescente, onde átomos e/ou moléculas são ionizados, acelerados em um campo elétrico e implantados em determinado substrato. A alteração nas propriedades do substrato se deve à transferência de energia dos íons para sua superfície e à diversidade de espécies químicas presentes no plasma [10]. Tais modificações são fortemente dependentes do substrato e de parâmetros da descarga em plasma. No 3IP, o material a ser tratado é imerso no plasma, sendo submetido a pulsos negativos de média a alta tensão (tipicamente 5 kV a 50 kV), duração de 10 µs a 100 µs e taxa de repetição variando entre 10 Hz a 5 kHz [11].

Pesquisas envolvendo o processo de implantação iônica por imersão em plasma (3IP) em chapas de nióbio puro vêm sendo realizadas no Laboratório Associado de Plasma (LAP-INPE) [12], para modificação e melhorias das propriedades superficiais do metal [13]. De fato, resultados promissores foram obtidos, em termos de formação de nitretos de nióbio nas camadas mais superficiais do metal, promovendo melhorias em suas propriedades mecânicas e tribológicas.

No presente trabalho, o processo de 3IP é realizado com aquecimento controlado do substrato. Neste processo elétrons termionicamente emitidos por um catodo de óxido são direcionados para realizar aquecimento de substratos metálicos simultaneamente à implantação dos íons [14]. A principal modificação em relação ao processo convencional diz respeito ao uso de um catodo de óxido, que provê elétrons para aquecimento do substrato. O aumento da temperatura do substrato exerce forte influência no coeficiente de difusão dos íons de nitrogênio durante o processo 3IP, afetando os perfis de implantação e levando à formação de camadas implantadas mais espessas.

Neste sentido, o objetivo do presente estudo é avaliar o comportamento do tratamento de 3IP na formação de nitretos sobre chapas de nióbio soldadas via tecnologia laser, de modo a criar uma barreira protetora, inibindo a oxidação da superfície em aplicações que envolvam temperaturas elevadas. Trata-se de um projeto exploratório voltado à utilização do processo 3IP como tratamento pós-soldagem em cordões de solda de nióbio, para aplicações futuras envolvendo componentes de motores-foguetes.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Chapas de nióbio puro (Nb), com 3,0 mm de espessura e dimensões de 20 mm x 100mm, foram utilizadas no estudo. A Tabela 1 apresenta os dados obtidos por espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS) da amostra considerada. Embora o metal seja considerado puro, a presença de contaminantes, Si e Cu, foi identificada pela análise.

Primeiramente, as chapas foram submetidas ao processo de soldagem a laser, em geometria *bead-on-plate*, no Laboratório de Desenvolvimento e Aplicações de Lasers e Óptica (DedALO) do Instituto de Estudos Avançados (IEAv-DCTA). Para isso, a amostra foi





fixada sobre uma mesa XYZ CNC de processo. Ensaios foram conduzidos utilizando um laser contínuo de Yb:fibra com 2 kW de potência média máxima. Parâmetros do processo foram fixados, como: potência média do laser e velocidade de processo, 1500 W e 6 m/min respectivamente. Utilizando uma lente com distância focal de 160 mm, o feixe foi focalizado em uma área de 100 μ m de diâmetro sobre a superfície da chapa. A cabeça de processamento do laser em um ângulo 3° em relação à superfície da amostra. Hélio, com fluxo de 45 l/min, foi utilizado como gás de proteção no processo.

| Elemento | % Peso | | |
|--------------|--------|--|--|
| Nióbio (Nb) | 91,9 | | |
| Silício (Si) | 4,48 | | |
| Cobre (Cu) | 3,63 | | |

| Fabela 1: EDS de amostra | padrão | do | nióbio. | |
|---------------------------------|--------|----|---------|--|
|---------------------------------|--------|----|---------|--|

Na primeira etapa do projeto, após os ensaios de soldagem a laser, amostras foram cortadas em dimensões de 20 mm x 25 mm e limpas em álcool etílico. O tratamento de implantação iônica por imersão em plasma (3IP) foi realizado no LAP-INPE. No ensaio, a amostra foi inserida em uma câmara de vácuo. A fim de assegurar a limpeza superficial do metal, um bombardeamento prévio sobre a amostra com íons de argônio (Ar), utilizando uma tensão de 5kV durante 10 minutos, foi realizado. Ensaios de 3IP de nitrogênio foram conduzidos em pressão de trabalho entre 3,0 mbar e 4,0 mbar. As condições experimentais estão descritas na Tabela 2. Devido ao aquecimento do substrato, o porta-amostra foi polarizado positivamente (50 a 100 V), durante o intervalo de tempo em que o pulso de alta tensão permanece desligado, como o objetivo de atrair elétrons, termionicamente emitidos por um catodo óxido, em direção à amostra para seu respectivo aquecimento (Figura 1).



Figura 1- Esquema do aparato experimental utilizado para tratamento 3IP em temperatura controlada.

| Amostra | Dados do pulso negativo | | | Temperatura | Tempo de |
|---------|-------------------------|---------|--------|--------------|------------|
| | Frequência | Largura | Tensão | do substrato | tratamento |
| 1T | 400 Hz | 30 µs | 9 kV | 1000° C | 1 hora |
| 2T | 500 Hz | 30 µs | 8 kV | 1200° C | 1 hora |

Tabela 2: Condições experimentais consideradas no processo 3IP





Para o levantamento das fases e da composição química da superfície em amostras não tratadas e tratadas por 3IP, caracterizações superficiais foram realizadas por meio de difratometria de raios X (*DRX Panalytical – modelo x' Pert Powder*), considerando uma varredura entre ângulos (20) de 20° a 120°. Após a obtenção do espectro, análises dos picos foram feitas por meio do *software* PANalytical, a partir da comparação entre cartas espectrais padrões.

Para a análise microestrutural da seção transversal, as seções transversais das amostras soldadas, com e sem tratamento 3IP, foram embutidas em baquelite e lixadas com material de SiC de granulação de 240, 400, 600 e 1200, respectivamente. Em seguida foram polidas em solução de alumina de 1 μ m. Para revelação da microestrutura do material, as amostras foram submetidas a ataque eletrolítico, com solução de 60 mL de ácido fluorídrico e 20 mL de ácido nítrico, aplicando uma tensão de 4 V por aproximadamente 5 segundos. Análises metalográficas das regiões: zona de fusão (ZF), zona termicamente afetada pelo calor (ZAC) e material de base, foram feitas utilizando um microscópio óptico (Zeiss, modelo AxioImager A2m).

Ensaios de microdureza Vickers foram realizados nas amostras soldadas com e sem tratamento de 3IP, considerando as regiões de fusão (ZF), zona afetada pelo calor (ZAC) e material de base, utilizando um Microdurômetro (Shimadzu, modelo HMV-2), disponibilizado pelo Instituto de Estudos Avançados (IEAv/DCTA). Toda análise realizada considerou uma carga constante 25 gf.

Já na segunda etapa do projeto, a fim de analisar a influência de tratamentos térmicos sobre as chapas de nióbio foram utilizados dois procedimentos experimentais. No primeiro deles, amostras de Nb foram tratadas termicamente utilizando um forno tubular (EDG, modelo F-1800) em atmosfera inerte de nitrogênio, com rampa de aquecimento de 5° C/min entre a temperatura ambiente até 900° C. A partir daí, as amostras foram mantidas em temperatura constante durante 60 minutos e resfriadas até a temperatura ambiente, com taxa de resfriamento de 5° C/min. No segundo tratamento, amostras foram imersas em plasma de argônio utilizando uma câmara de vácuo. Ensaios foram conduzidos em pressão de trabalho entre 4,0 mbar e 5,0 mbar, onde as amostras foram aquecidas pela atração de elétrons emitidos por um catodo óxido, elevando sua temperatura até 1200° C durante 60 min. Em seguida, foram resfriadas dentro da câmara de vácuo até temperatura ambiente. Após os tratamentos térmicos, as amostras foram submetidas ao processo de soldagem a laser, em condições análogas às descritas acima, mantendo-se fixos os parâmetros de potência média do laser e velocidade de soldagem, 1500 W e 50 mm/s, respectivamente.

A partir daí, amostras soldadas foram submetidas ao processo 3IP com o objetivo de gerar camada de nitreto sobre a superfície do material. As condições de implantação, realizadas com pressão de trabalho de 3,0 mbar estão descritas na Tabela 3.

| Tabela 5. Condições experimentais do processo 511 para amostras tratadas termicamen | | | | | |
|--|-------------------------|---------|--------|--------------|------------|
| | Dados do pulso negativo | | | Temperatura | Tempo de |
| | Frequência | Largura | Tensão | do substrato | tratamento |
| | | | | | |
| | 400 Hz | 30 µs | 7,5kV | 1200° C | 1 hora |

Tabela 3: Condições experimentais do processo 3IP para amostras tratadas termicamente.





As regiões tratadas foram novamente caracterizadas via microscopias óptica e eletrônica (JOEL, modelo *JSM-5310*), difratometria de raios X e ensaios de microdureza, de acordo com o especificado anteriormente. Os resultados foram comparados aos obtidos de amostras sem tratamento térmico prévio.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O trabalho foi dividido em duas etapas, sendo assim, sobre as primeiras analises pôdese tirar as seguintes informações. A Figura 2 compara o espectro obtido da superfície de amostra soldada sem tratamento (padrão), com os espectros obtidos das superfícies do Nb soldado e submetido posteriormente ao tratamento de 3IP em diferentes temperaturas, 1000° C e 1200° C, respectivamente. É possível observar, após o tratamento 3IP, a formação de nitretos de nióbio na superfície do material. Observa-se uma maior incidência de nitretos do tipo Nb₂N, embora nitretos do tipo Nb₄N₅ também estejam presentes. A variação de intensidade dos picos de nitretos pode ser atribuída a variação das condições experimentais no processo 3IP. O aumento da temperatura do substrato proporciona o aumento da espessura da camada tratada na implantação. Além disso, o aumento da tensão durante o ensaio pode aumentar o número de íons implantados na superfície do material, levando assim a uma formação mais intensa de nitretos nesta região.



Figura 2 (a)- Espectro de DRX da superfície de uma amostra de nióbio soldada.



Figura 2 (b)- Espectro de DRX da superfície da amostra soldada e submetida posteriormente ao 3IP a 1000° C.







Figura 2(c)- Espectro de DRX da superfície da amostra soldada e submetida posteriormente ao 3IP a 1200° C.

As imagens da seção transversal do cordão de solda, obtidas por meio de microscopia óptica, são mostradas na Figura 3, considerando uma amostra sem tratamento e outra submetida ao tratamento de 3IP, nas diferentes condições experimentais. Observam-se na região do material de base (Figura 3-a), linhas características da laminação a frio do material, no qual o metal foi submetido em seu processo de fabricação, dando origem ao encruamento do material. Tal aspecto, entretanto, é minimizado após o processo 3IP na qual a amostra foi submetida, Figura 3-b. Nestes casos, grãos finos equiaxiais estão presentes na região do material de base, dificultanto inclusive a identificação das diferentes regiões presentes: ZF, ZAC e base. Este comportamento está diretamente relacionado ao aquecimento alcançaram entre 1000° e 1200° C, muito próximas à temperatura de recristalização do nióbio, da ordem de 1050°C [15]. É importante ressaltar que se o substrato não fosse aquecido durante o tratamento de 3IP (3IP convencional), a recristalização do material de base não seria observada.



Figura 3- Microestrutura da seção transversal de uma amostra soldada (a) sem tratamento e (b) submetida ao processo 3IP em alta temperatura.

A Figura 4 compara os valores de dureza Vickers entre a amostra soldada sem tratamento com os resultados obtidos de amostras posteriormente tratadas via 3IP. Comparado com a amostra soldada sem tratamento, amostras tratadas via 3IP apresentaram valores de dureza mais homogêneos nas diferentes regiões: ZF, ZAC e material de base (entre 100 e 150





HV). É possível observar ainda, a diminuição da dureza na região de base em amostras submetidas ao tratamento de 3IP, comparado ao material de base sem o tratamento. Isso ocorre devido à recristalização do material nesta região, que se mostrou encruado em seu estado original. Em geral, variações de dureza mais homogêneas podem ser benéficos na resistência mecânica do conjunto soldado quando este é submetido a esforços de tração uniaxial, por exemplo. Neste aspecto, ensaios posteriores serão realizados na segunda etapa do projeto, de modo a avaliar tal comportamento.



Figura 4- Microdureza Vickers de amostras soldadas com e sem tratamento térmico de 3IP.

O material de base tratado termicamente, antecedendo aos processos de soldagem e 3IP, também foi considerado no presente projeto. O objetivo do tratamento prévio é minimizar o efeito do encruamento observado no material laminado a frio durante sua fabricação. As Figuras 5 a-b apresentam o espectro obtido via DRX das amostras submetidas aos diferentes tratamentos térmicos, em forno convencional e por imersão em plasma, conforme descrito anteriormente (seção 3). É possível observar o aumento de picos de óxido de nióbio (cartas 01-084-0455, 00-035-0789, 00-019-0859 e 00-008-0215 e 00-007-0061) após ambos os tratamentos, se comparado à amostra padrão (Figura 2-a). Tal aspecto pode estar associado à presença de oxigênio, tanto no forno convencional quanto na câmera de vácuo. O oxigênio presente reage com o metal base, dando origem ao NbO, especialmente devido a sua acentuada oxidação em temperatura elevada.



Figura 5 (a)- Espectro de DRX de uma amostra tratada previamente em forno convencional a 900°C.







Figura 5 (b)- Espectro de DRX de uma amostra tratada previamente por imersão em plasma a 1200°C.

Em relação à variação microestrutural da amostra, resultados mais significativos foram observados após o tratamento térmico prévio feito por imersão em plasma. A Figura 6 compara a seção transversal, obtida via MEV, de uma amostra sem tratamento (Figura 6-a) com outra tratada termicamente via imersão em plasma (Figura 6-b). É possível observar a variação da micrografia antes e pós-tratamento térmico, com a redução das linhas de encruamento do metal sem tratamento e o aparecimento de grãos pós-tratamento.



Figura 6: Micrografia da seção transversal de nióbio (a) com e (b) sem tratamento térmico por imersão em plasma.

Após as amostras previamente tratadas serem soldadas via laser e submetidas ao processo 3IP para geração da camada de nitreto de nióbio, ensaios de microdureza Vickers foram realizados. As Figuras 7 a-b apresentam os resultados de dureza considerando as regiões de fusão (ZF), zona afetada pelo calor (ZAC) e material de base. De uma maneira geral, não é possível observar variação significativa de dureza nas diferentes regiões analisadas das amostras ao comparar os resultados de amostras tratadas em forno convencional (Figura 7-a) e com os obtidos em amostras não previamente tratadas (Figura 4). Alguma variação nos resultados de dureza em amostras tratadas por imersão em plasma (Figura 7-b) pode ser observada, com diminuição e homogeneização desses valores entre o material de base e a ZAC. Tal aspecto pode ser atribuído ao fato que amostras tratadas por imersão em plasma, por serem aquecidas próximo à temperatura de cristalização do material (~1250° C [1]), apresentam recristalização desta região. Tais regiões obtiveram uma considerável





homogeneidade, tornando-se praticamente constantes. Sendo assim, comprova-se a efetividade do aquecimento do substrato via imersão em plasma na modificação microestrutural das amostras, corroborando com os resultados obtidos e discutidos anteriormente. Mais uma vez, se ressalta que tal homogeneidade pode ser benéfica na resistência mecânica do material soldado.



Figura 7 (a): Dureza HV em relação a posição relativa de Nb submetido a tratamento térmico em forno convencional.



Figura 7 (b): Dureza HV em relação a posição relativa de Nb submetido a tratamento térmico por imersão em plasma.

5. CONCLUSÕES

De modo geral, pode-se comprovar a eficácia do tratamento 3IP na formação de nitretos de nióbio superficiais. Outro aspecto relevante foi a influência do aquecimento do substrato no processo por imersão em plasma, na recristalização do material, causando homogeneização das diferentes regiões: zona de fusão, zona afetada pelo calor e material de base. Além disso, nota-se a eficácia do processo 3IP na homogeneidade dos valores de dureza, especialmente nas regiões de zona afetada pelo calor e material de base, devido a minimização dos efeitos do encruamento obtido durante a laminação do metal em seu processo de fabricação. Tal comportamento pode influenciar na melhoria das propriedades de resistência mecânica do conjunto soldado, quando este é submetido a esforços mecânicos.

Como conclusões específicas podem-se destacar:





- A formação de nitretos, através da análise feita por meio de difração de raios X, com maior concentração de nitretos do tipo Nb₂N, na superfície das amostras soldadas de nióbio, submetidas ao tratamento de 3IP.
- Observa-se que após o tratamento do substrato, em temperatura elevada, as regiões do cordão de solda, ZF e ZAC, e o material de base apresentam uma microestrutura mais homogênea, com a formação de grãos finos equiaxiais.
- Alterações nos valores de dureza são observadas, especialmente na região do material de base e zona termicamente afetada, em virtude da recristalização e homogeneização do material após o tratamento por imersão em plasma.

6. REFERÊNCIAS

[1] P. M. Branco, O Nióbio Brasileiro.
Disponível em: <u>http://www.cprm.gov.br/publique/cgi/cgilua.exe/sys/start.htm?infoid=2616&sid=129</u>.
Acessado em 22 de janeiro de 2014.

[2] L.R. Santos, Nióbio. Disponível em: <<u>http://www.infoescola.com/elementos-quimicos/niobio/</u>>Acessado em 22 de janeiro de 2014

[3]V. Dias, Superliga de nióbio tem eficiência energética e econômica. Disponível em: < http://www.usp.br/agen/?p=127517 > Acessado em 30 de janeiro de 2014

[4] R.M. Oliveiraa, A.C. Oliveira, F.C. Carreri, G.F. Gomesa, M. Uedaa, M.M.N.F. Silvaa, L. Pichonb, A. Tóthca, Detailed surface analyses and improved mechanical and tribological properties of niobium treated by high temperature nitrogen plasmabased ion implantation..

[5] Salles, C.E.R.; et al. Desempenho e análise térmica de um propulsor bipropelente de 200 N de empuxo. CONEM, V, 2008, Salvador.

Disponível em: http://mtc-m18.sid.inpe.br/col/sid.inpe.br/mtc-m18%4080/2008/12.19.13.10/doc/medidas.pdf>. Acesso em 31 ago.2012

[6] M.H Scott, P.M Knowlson, The welding and brazing of the refractory metals niobium, tantalum, molybdenum and tungsten

[7]C. Borcz, Estudo do Processo de Nitretação por Plasma de Nióbio. Disponível em: <<u>http://www.pgmec.ufpr.br/dissertacoes/dissertacao_113_claudio_borcz.pdf</u>> Acessado em 2 de fevereiro de 2014.

[8] André Anders: Lawrence Berkeley National Laboratory, University of California, Berkeley, CA 94720, Usa From Plasma Immersion Ion Implantation to Deposition: A Historical Perspective on Principles and Trends, Surface and Coatings Technology 156 (2002) 3–12.





[9] Ataíde R. da Silva Junior^{1,2}, Mario Ueda¹, Graziela da Silva³. 1,2- INPE-LAS, São José dos Campos- SP, 3- LPP-ITA, São José dos Campos- SP, Melhoramentos em Processamento 3IP com Pulsos de Baixa Energia Para Ligas de Alumínio e Aço Inox.

[10] A.E.A. Pinto, M.H. Tabacniks, "Implantação Iônica", Relatório Técnico – Instituto de Física da USP – Laboratório de Materiais e Feixes Iônicos (2002)

[11] John R. Conrad, Handbook of Plasma Immersion Ion Implantation and Deposition.

[12] http://www.plasma.inpe.br/

[13] Ataíde R. da Silva Junior^{1,2}, Mario Ueda¹, Graziela da Silva³. 1,2- INPE-LAS, São José dos Campos- SP, 3- LPP-ITA, São José dos Campos- SP, Melhoramentos em Processamento 3IP com Pulsos de Baixa Energia Para Ligas de Alumínio e Aço Inox.

[14] Oliveira, R.M.; Gonçalves, J.A.N.; Ueda, M.; Rossi, J.O.; Rizzo, P.N; "A New High-temperature Plasma Immersion Ion Implantation System With Electron Heating". Surface & Coatings Technology, p. 3009-3012, 2010.

[15] H.M. Tamura; H.R.Z. Sandim; G.S. Leite; S. Vurobi Jr; O.M. Cintho, Estudo Preliminar da Sintetização de Nióbio Metálico Processado por Moagem de Alta Energia.

Disponível em:

http://www.iaea.org/inis/collection/NCLCollectionStore/_Public/42/056/42056354.pdf Acessado em 4 de fevereiro de 2014.