



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional de Propriedade Industrial

(21) PI 1101897-6 A2



* B R P I 1 1 0 1 8 9 7 A 2 *

(22) Data de Depósito: 29/04/2011

(43) Data da Publicação: 11/08/2015
(RPI 2327)

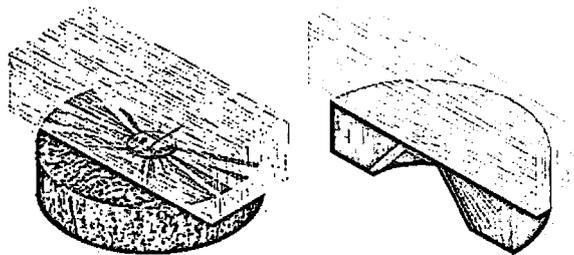
(54) **Título:** DISPOSITIVO E MÉTODO DE MEDIÇÃO DE TENSÃO NORMAL ENTRE FILMES E SUBSTRATOS

(51) **Int.CI.:** G01N19/04; G01L1/00

(73) **Titular(es):** FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL UCS, Fundação Universidade de Caxias do Sul, Fundação Universidade de Caxias do Sul, Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS

(72) **Inventor(es):** Alexandre Luís Gasparin, ISRAEL JACOB RABIN BAUMVOL, Regina Célia Reis Nunes, Ricardo Vinicius Bof de Oliveira

(57) **Resumo:** DISPOSITIVO E MÉTODO DE MEDIÇÃO DE TENSÃO NORMAL ENTRE FILMES E SUBSTRATOS. A presente invenção descreve um dispositivo mecânico de medição de tensão normal e processo de produção do mesmo. Mais especificamente, a invenção descreve um dispositivo mecânico de medição de tensão normal de adesão de filme metálico em substrato de polímero, capaz de medir a força necessária para descolamento de uma determinada área de filme de uma superfície polimérica.



Relatório Descritivo de Patente de Invenção

DISPOSITIVO E MÉTODO DE MEDIÇÃO DE TENSÃO NORMAL ENTRE FILMES E SUBSTRATOS

5 Campo da Invenção

A presente invenção descreve um dispositivo mecânico e método de medição de tensão normal entre filmes e substratos. Mais especificamente, a invenção descreve um dispositivo mecânico e método de medição de tensão normal de adesão de filme metálico em substrato de polímero, capaz de medir a força necessária para descolamento de uma determinada área de filme de superfície polimérica. A presente invenção se situa no campo da Resistência dos Materiais.

Antecedentes da Invenção

Os polímeros são materiais de baixa densidade, isolantes elétricos e térmicos e ainda, alguns são auto-lubrificantes e possuem boa resistência mecânica. Tais características se contrapõem com a maioria dos materiais metálicos, o que certamente torna a composição metal-polímero ainda mais interessante na construção de materiais compósitos. A combinação de um substrato polimérico permite que haja condutividade elétrica no composto através de uma fina camada metálica na superfície do polímero, por exemplo.

A metalização de polímeros é aplicada em diversas áreas, tanto na indústria eletrônica através de placas de circuito impresso, quanto na indústria de alimentos através de embalagens metalizadas e até mesmo na biomecânica para melhorar as condições de desgaste superficial de próteses com componentes poliméricos. Para um emprego de sucesso de polímeros metalizados dentre suas diversas aplicações, se torna necessário um controle de qualidade da adesão do filme metálico no substrato polimérico. Sabe-se que a temperatura afeta significativamente as dimensões e a resistência mecânica dos polímeros, portanto, o controle desta variável é de suma importância no

processo de deposição do filme metálico. Os polímeros estão entre os materiais com os maiores valores de coeficiente de dilatação térmica.

O papel da interface no controle da adesão entre materiais é garantir, através de aspectos físico-químicos, que não ocorra problemas de ancoramento, como *peeling*, formação de micro trincas ou mesmo descascamento e desgaste do filme fino.

Os mecanismos de adesão devem também assegurar a função do material composto, e o par de materiais metal-polímero mais adequado, através da análise de custo versus benefício ou gasto de energia versus propriedade. Existem diversas maneiras de se determinar a adesão de forma qualitativa ou quantitativa. Quantitativamente os dados se referem ao cálculo da tensão normal ou tangencial, a resistência ou a energia crítica onde ocorra a falha e deste modo delimitam-se os valores para as aplicações na seleção de materiais compostos.

Os diversos trabalhos que estudam a adesão de polímeros metalizados focam nas condições de interface e possíveis alterações como forma de avaliar a sua influência na resistência da junta. Determinadas mudanças superficiais na morfologia dos polímeros melhoram a adesão do composto. Técnicas, como flambagem, ataque ácido, imersão em plasma e jato de sílica ativam a superfície dos polímeros, aumentando a sua energia livre superficial. A aplicação destes procedimentos em poliolefinas, como o polipropileno, aumenta a interação química na interface filme-substrato.

Por este lado, a medição da adesão tem a finalidade de identificar os processos que melhoram ou não a adesividade entre as partes da junta. Dentre os diversos ensaios existentes destacam-se o de riscamento (*scratch test*), o de descolamento com fita adesiva (*tape test*), o de descascamento (*peeling test*) e os de tração normal e de cisalhamento. Muitos são qualitativos, onde a comparação dos resultados leva a caracterização boa ou má da adesão, como o de riscamento e o da fita adesiva. No entanto, outros métodos permitem obter dados numéricos capazes de relacionar o esforço externo que a junta sofre através de dados de tração normal e cisalhante com critérios de falha

específicos como o de Tresca, von Mises, Coulomb-Mohr ou até mesmo de Rankine usado em juntas frágeis. Assim se torna possível projetar efetivamente uma junta, obtendo-se um perfil de tensões ou esforços que definam a resistência máxima para a aplicação desejada. Uma abordagem mecânica pode ser feita utilizando-se os critérios de falha deste fenômeno. Porém esta abordagem, não é vista usualmente na literatura e mesmo na indústria, uma vez que o que se tem interesse majoritário é se o filme suporta ou não um determinado esforço e não se o mesmo poderia ser mais ou menos espesso ou mais ou menos aderente a um substrato.

A pergunta chave num sistema filme-substrato é: Como garantir que o filme fino tenha determinada durabilidade sem o controle de um parâmetro de resistência? A presente invenção trata da medição da adesão filme metálico em substrato de polímero. Para tanto, foram desenvolvidos dispositivos de medição da adesão, assim como a correlação com as propriedades físico-químicas da interface: filme metálico e substrato polimérico.

O processo convencional segundo a norma ASTM D5179 – 2002 utiliza para tracionar ou “puxar” o filme aderido ao substrato um pino que é colado sobre o filme. Esta cola deveria ficar somente entre o pino e o filme, porém ao posicionar o pino no filme a cola escorre ao redor do pino, dificultando a medição da área descolada.

O problema de se medir adesão conforme a norma ASTM D5179 – 2002 é que a força de coesão do filme influencia a adesão do filme no substrato, ou seja, para arrancar o filme do substrato deve-se “quebrar” o filme e depois descolá-lo, mas não há garantias que o filme saia inteiro. O dispositivo criado propicia que todo o filme seja arrancado do substrato, não ficando fragmentos de filme que comprometam a medição da adesão.

No âmbito patentário, foram localizados alguns documentos relevantes que serão descritos a seguir.

O documento US 6918305 descreve um processo para a medição da adesão de um filme sobre um substrato através da emissão de ondas ultra-

sônicas e medição dos ecos resultantes das mesmas na interface. A presente invenção difere deste documento por se tratar de um teste de tração direta.

5 O documento US 6,918,305 revela um método para medição da adesão de um ligante de emulsão de polímero a um substrato aquecido compreendendo as etapas de contatar a referida emulsão ao substrato aquecido sobre uma placa de metal, esperar um período de tempo, e medir a força requerida para remover o substrato da superfície de metal. A presente invenção difere deste documento por tratar da medição da adesão entre um filme metálico e uma superfície polimérica.

10 O documento US 4,606,225 revela um método para se testar a adesão de um filme a um substrato por tração compreendendo etapas de se unir o filme a um suporte com um furo centralizado axialmente com força de adesão superior à força entre o filme e o substrato, e pressionar uma estaca sobre o filme através do furo por um pistão, até que se crie a tensão requerida entre o substrato e o filme. A presente invenção difere deste documento por não requerer uma
15 pressão sobre o substrato na região central, e, pelo contrário, criar uma tensão na região central entre o filme e o substrato.

Do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da presente invenção,
20 de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica.

Sumário da Invenção

Em um aspecto, a presente invenção descreve um dispositivo mecânico
25 e método de medição de tensão normal entre filmes e substratos. Mais especificamente, a invenção descreve um dispositivo mecânico e método de medição de tensão normal de adesão de filme metálico em substrato de polímero. A vantagem da presente invenção em relação ao estado da técnica é a capacidade de proporcionar um contato uniforme, não deixando fragmentos
30 do filme sobre o substrato, eliminando as forças de coesão na medição da adesão.

É, portanto, um objeto da presente invenção o método de medição de tensão normal entre filmes e substratos compreendendo as etapas de:

- a) colocar uma máscara de deposição de filme compreendendo um furo centralizado com face significativamente cônica ou côncava sobre o substrato;
- b) depositar o filme sobre a máscara;
- c) depositar meios para unir a máscara sobre o filme;
- d) exercer tração para a remoção da máscara do substrato; e
- e) medir as variáveis envolvidas.

Em uma realização preferencial, o substrato é polimérico, mais preferencialmente selecionado do grupo que compreende polipropileno, poliamida 6, poliestireno, politereftalato de etileno, e combinações dos mesmos.

Em uma realização preferencial, um meio para unir a máscara sobre o filme é através do uso de cola.

Em uma realização preferencial, o filme depositado é metálico, mais preferencialmente de cobre.

Em uma realização preferencial, os materiais são tracionados através de um pino de tração.

É um objeto adicional da presente invenção o dispositivo de medição de tensão normal entre filmes e substratos compreendendo:

- a) máscara de deposição de filme compreendendo um furo centralizado com face significativamente cônica ou côncava;
- b) meios para se acoplar um substrato; e
- c) meios para se exercer tração para a remoção da máscara de deposição de filme do substrato.

Em uma realização preferencial, o meio para se exercer tração para a remoção da máscara de deposição de filme do substrato é um pistão de tração.

Estes e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte e pelas empresas com interesses no segmento, e serão descritos em detalhes suficientes para sua reprodução na descrição a seguir.

Breve Descrição das Figuras

A Figura 1 (a) contempla uma possível concretização do invento em perspectiva, enquanto a Figura 1 (b) revela uma vista em corte.

5 A Figura 2 ilustra o filme de cobre utilizando cola após a deposição sobre a máscara e o substrato: (a) antes do ensaio de tração (b) após o ensaio de tração.

A Figura 3 ilustra a máscara após o descolamento do filme (a) e o descolamento total do filme do substrato polimérico (b).

10 A Figura 4 revela uma amostra pronta para descolamento do substrato do filme através de pino de tração.

A Figura 5 revela diferentes vistas do pino de tração (a, b, c) e polímero descolado da máscara com filme de cobre de diâmetro 2 mm (d).

15 A Figura 6 ilustra gráficos do ensaio conforme ASTM D5179 (a) e ensaio conforme a presente invenção (b).

Descrição Detalhada da Invenção

Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo, sem limitar o escopo da mesma.

Método de Medição de Tensão Normal Entre Filmes e Substratos

O método de medição de tensão normal entre filmes e substratos da presente invenção compreende as etapas de:

- 25 a) colocar uma máscara de deposição de filme compreendendo um furo centralizado com face significativamente cônica ou côncava sobre o substrato;
- b) depositar o filme sobre a máscara de deposição de filme;
- c) depositar cola sobre o filme;
- d) exercer tração para a remoção da máscara do substrato; e
- 30 e) medir as variáveis envolvidas.

Em uma realização preferencial, o substrato é polimérico, mais preferencialmente selecionado do grupo que compreende polipropileno, poliamida 6, poliestireno, politereftalato de etileno, e combinações dos mesmos.

5 Em uma realização preferencial, o filme depositado é metálico, mais preferencialmente de cobre.

Em uma realização preferencial, os materiais são tracionados através de um pino de tração.

Máscara de Deposição de Filme

10 De acordo com a presente invenção, entende-se por máscara de deposição de filme qualquer material com furo centralizado com face significativamente cônica ou côncava, capaz de receber o filme a ser depositado, permitindo apenas que uma área central do filme entre em contato com o substrato, tornando a descolagem uniforme e menos propensa a erros de medição.

Dispositivo de Medição de Tensão Normal Entre Filmes e Substratos

O dispositivo de medição de tensão normal entre filmes e substratos da presente invenção compreende:

- 20 a) máscara de deposição de filme compreendendo um furo centralizado com face significativamente cônica ou côncava;
- b) meios para se acoplar um substrato; e
- c) meios para se exercer tração para a remoção da máscara de deposição de filme do substrato.

25 Em uma realização preferencial, o meio para se exercer tração para a remoção da máscara de deposição de filme do substrato é um pistão de tração.

Exemplo 1. Realização Preferencial

30 A seguir será descrito uma realização preferencial de construção do invento. Considerando um substrato polimérico de volume similar de um paralelepípedo (aprox. 3 x 6 x 12 milímetros), se o filme de cobre for depositado na superfície (6 x 12 mm), haveria um filme com área retangular de

6 x 12 mm, depositado nesta superfície. Colocando uma máscara com furo cônico com diâmetro menor de 2 mm, é possível depositar no polímero um filme de cobre circular de diâmetro de 2 mm, conforme mostra a Figura 1 (b).

5 Ao se depositar o filme de cobre sobre a máscara é formada uma camada de filme com superfície cônica na máscara e no fundo uma superfície plana circular depositada no substrato de polímero, similar a uma taça de cabeça para baixo, ver Figura 2 (a). Após o filme de cobre ser depositado é aplicado sobre o filme de cobre uma cola acrílica, com a finalidade de sustentação do filme no manuseio da peça. Preenchendo deste modo a taça e dando sustentação do filme para posterior descolamento da máscara no substrato, ficando apenas a máscara com a área circular (A1) descolada do substrato, conforme mostra a Figura 2 (b).

10 O invento abrange desde a utilização da máscara para aplicar o filme de cobre sobre o polímero até o dispositivo e método de ensaio para descolamento do filme no substrato. A Figura 3 mostra a máscara com furo cônico e o filme que ficou totalmente aderido na máscara, assim como o polímero onde foi arrancado o filme. Ao comparar a Figura 3 (b) com o método convencional se observa que na primeira o filme ficou totalmente aderido na máscara, enquanto que, no método convencional, parte do filme fica no pino de tração e parte fica no substrato.

20 O método de ensaio se baseia em puxar o substrato polimérico do filme, através de um pino de tração colado na superfície oposta à superfície onde o filme de cobre foi depositado sobre a máscara. O contrário do procedimento da ASTM D5179, onde o pino de tração é colado diretamente no filme a ser descolado, gerando forças de coesão e escorrimento da cola ao redor do pino no contato com o filme. A Figura 4 mostra o dispositivo inventado para nova metodologia de medição de força de adesão.

25 Ao se deslocar o pino de tração, o filme de cobre é descolado do polímero e fica aderido à máscara, conforme mostra a Figura 5. O pino de tração é colado na superfície oposta do polímero, onde não há filme, Figura 5 (a). No furo da máscara foi aplicada cola para sustentação do filme no

dispositivo, Figura 5 (b). O pino é tracionado, levando junto consigo o polímero, pois a área do pino (diâmetro 6 mm) é muito maior que a área do filme de cobre aderido (diâmetro 2 mm), portanto, a falha ocorrerá no diâmetro de 2 mm, propositalmente no descolamento do filme do polímero, ver Figura 5 (c). O filme de cobre descolado do polímero fica totalmente aderido à máscara, portanto, a medição ocorre sem a influência de forças de coesão ou de excesso de cola no pino de tração, pois o pino é colado no lado do substrato sem o filme, ver Figura 5 (d).

Os resultados de ensaios de adesão de filme de cobre sob diferentes polímeros obtidos para aos materiais de substrato: polipropileno (PP), poliamida 6 (PA), poliestireno de alto impacto (HIPS) e politereftalato de etileno (PET) são apresentados na Tabela 01. A coluna do meio desta tabela traz os ensaios segundo a norma ASTM D5179; enquanto que, os resultados dos ensaios de tração para os mesmos materiais substrato, utilizando o invento está apresentada na última coluna.

Tabela 1: Resultados comparativos entre ASTM D5179 e invento

Substrato	Método ASTM D5179 (MPa)	Método novo – invento (MPa)
Polipropileno	0,98	0,39
Poliamida 6	5,64	3,67
Poliestireno de alto impacto	1,65	0,89
Politereftalato de etileno	1,37	0,74

O gráfico de tensão de adesão pelo método ASTM apresenta, após o pino máximo, outros picos que indicam que houveram outros fenômenos além da adesão filme polímero, mas coesão do filme e também a influência da resistência da cola do pino de tração ao filme, conforme mostra a Figura 14 (a). No entanto, o gráfico obtido através do invento apresenta após o pico de tensão, uma queda brusca vertical, indicando descolamento total do filme, ver Figura 6 (b). O descolamento do filme feito pelo método do invento possibilita

um descolamento total do filme, sem que haja interferência da força de coesão, influência na tensão de adesão devido ao excesso de cola no pino e ruptura parcial do filme de cobre, ficando parte aderida ao polímero e outra parte ao pino de tração, conforme acontece com o ensaio utilizando a ASTM D5179.

- 5 Os versados na arte valorizarão os conhecimentos aqui apresentados e poderão reproduzir a invenção nas modalidades apresentadas e em outras variantes, abrangidos no escopo das reivindicações anexas.

Reivindicações

DISPOSITIVO E MÉTODO DE MEDIÇÃO DE TENSÃO NORMAL ENTRE FILMES E SUBSTRATOS

- 5 1. Dispositivo de medição de tensão normal entre filmes e substratos
caracterizado por compreender:
- a) máscara de deposição de filme compreendendo um furo
centralizado com face significativamente cônica ou côncava;
 - b) meios para se acoplar um substrato; e
 - 10 c) meios para se exercer tração para a remoção da máscara de
deposição de filme do substrato.
2. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo meio
para se exercer tração para a remoção da máscara de deposição de filme do
substrato é um pistão de tração.
- 15 3. Método de medição de tensão normal entre filmes e substratos
caracterizado por compreender as etapas de:
- a) colocar uma máscara de deposição de filme compreendendo
um furo centralizado com face significativamente cônica ou côncava
sobre o substrato;
 - 20 b) depositar o filme sobre a máscara;
 - c) depositar meios para unir a máscara sobre o filme;
 - d) exercer tração para a remoção da máscara do substrato; e
 - e) medir as variáveis envolvidas.
4. Método, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo
25 substrato ser polimérico.
5. Método, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo
substrato polimérico compreender polipropileno, poliamida 6, poliestireno,
politereftalato de etileno, e combinações dos mesmos.
6. Método, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo meio
30 para unir a máscara sobre o filme ser através do uso de cola.

7. Método, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo filme depositado ser metálico.

8. Método, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo filme depositado ser cobre.

5 9. Método, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelos materiais serem tracionados através de um pino de tração.

Figuras

Figura 1 (a)

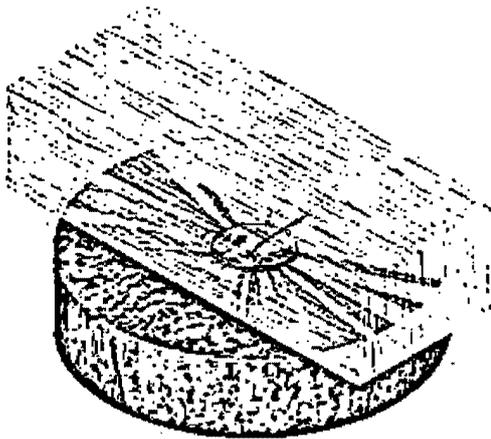


Figura 1 (b)

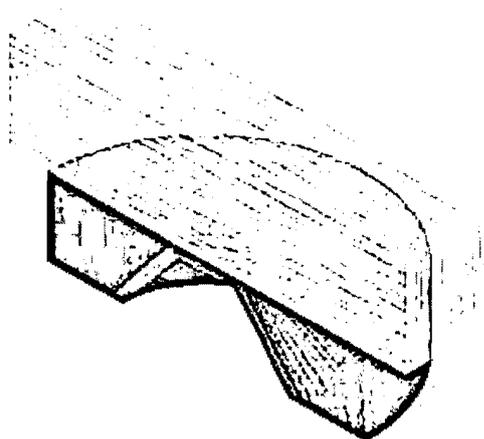


Figura 2 (a)

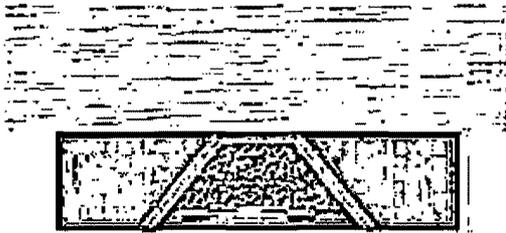


Figura 2 (b)

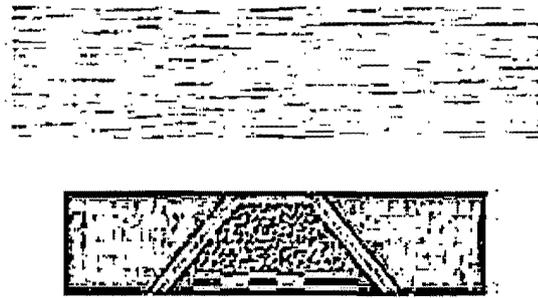


Figura 3 (a)



Figura 3 (b)



Figura 4

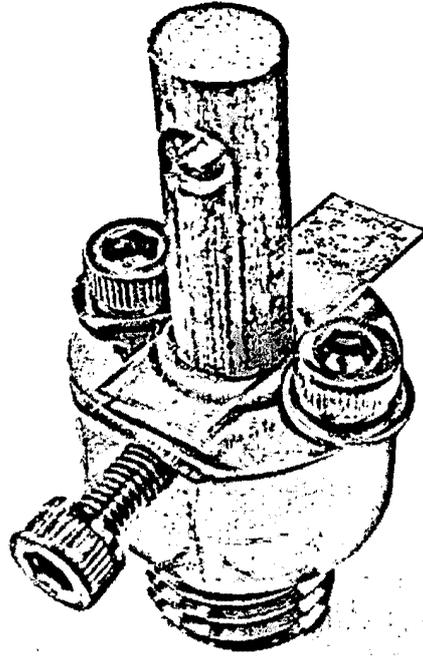


Figura 5 (a)



Figura 5 (b)

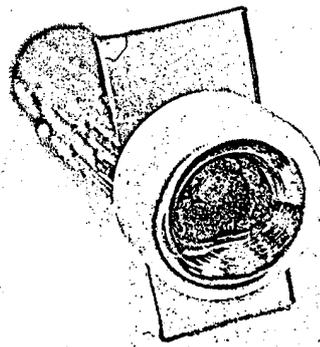


Figura 5 (c)



Figura 5 (d)

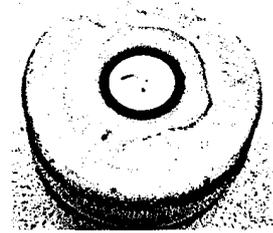


Figura 6 (a)

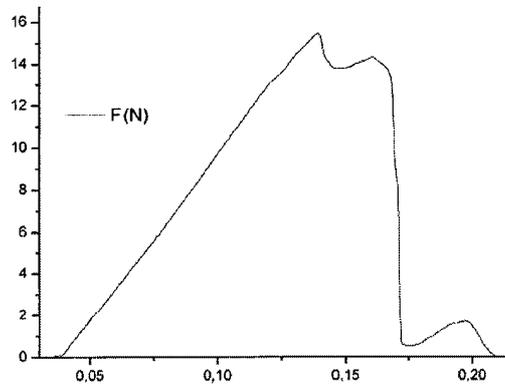
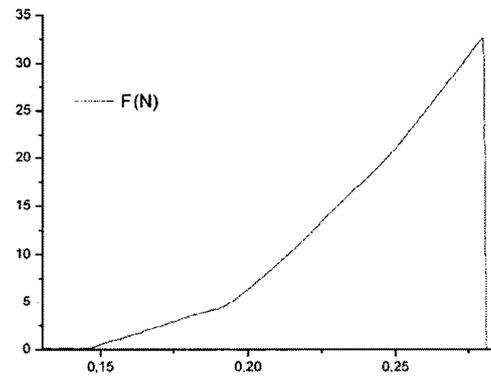


Figura 6 (b)



Resumo**DISPOSITIVO E MÉTODO DE MEDIÇÃO DE TENSÃO NORMAL ENTRE FILMES
E SUBSTRATOS**

5

A presente invenção descreve um dispositivo mecânico de medição de tensão normal e processo de produção do mesmo. Mais especificamente, a invenção descreve um dispositivo mecânico de medição de tensão normal de adesão de filme metálico em substrato de polímero, capaz de medir a força necessária para descolamento de uma determinada área de filme de uma superfície polimérica.

10