

(11) Número de Publicação: **PT 1540326 E**

(51) Classificação Internacional:

G01N 27/60 (2006.01) **G01N 19/00** (2006.01)
G01N 19/04 (2006.01)

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

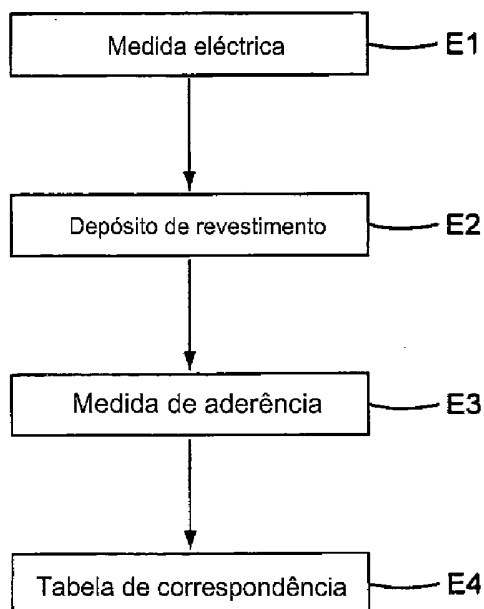
(22) Data de pedido: 2003.05.20	(73) Titular(es): NGL CLEANING TECHNOLOGY SA 7, CHEMIN DE LA VUARPILLIÈRE 1260 NYON CH
(30) Prioridade(s): 2002.09.19 CH 158602	
(43) Data de publicação do pedido: 2005.06.15	
(45) Data e BPI da concessão: 2008.11.19 032/2009	(72) Inventor(es): GEORGES LETELLIER CH
	(74) Mandatário: ANTÓNIO JOÃO COIMBRA DA CUNHA FERREIRA RUA DAS FLORES, Nº 74, 4º AND 1249-235 LISBOA PT

(54) Epígrafe: **CONTROLO DA LIMPEZA DE SUPERFÍCIES**

(57) Resumo:

RESUMO**"Controlo da limpeza de superfícies"**

O invento prevê um processo de construção de uma tabela de correspondência para o controlo da limpeza de primeiras superfícies, feitas num mesmo material electricamente condutor e que têm estados mecânicos de superfície sensivelmente semelhantes, processo no qual, para cada superfície de uma pluralidade de segundas superfícies feitas no mesmo material do que as primeiras superfícies e que têm estados mecânicos de superfície sensivelmente semelhantes aos das primeiras superfícies e graus de limpeza diferentes uns dos outros, é determinado um primeiro valor eléctrico, representativo do grau de limpeza da superfície, é feito o depósito de um revestimento sobre a superfície, revestimento o qual é do mesmo tipo para todas as segundas superfícies, é medido um segundo valor, representativo do grau de aderência do revestimento na superfície, e são incluídos na tabela de correspondência os primeiro e segundo valores.



DESCRIÇÃO

"Controlo da limpeza de superfícies"

O presente invento refere-se ao controlo da limpeza de superfícies electricamente condutoras e destinadas a receber um revestimento.

As superfícies das peças electricamente condutoras e, nomeadamente, as metálicas, estão muito frequentemente contaminadas por poluentes, tais como óxidos ou corpos gordurosos e isto mesmo após terem sido limpas.

Quando se deseja fazer o depósito de um revestimento, por exemplo, uma camada de protecção ou de cola, sobre uma superfície de um substrato, é importante poder previamente controlar o estado da limpeza ou o nível de contaminação da dita superfície. Deste estado da limpeza dependerá efectivamente a qualidade da ligação entre o substrato e o revestimento.

Actualmente, existem diversas técnicas para controlar o estado de limpeza de uma superfície electricamente condutora. A mais convencional de entre as mesmas é a chamada técnica de "molhabilidade", que consiste em verificar se a superfície, quando a mesma é posta na presença de água, deixa formar uma película de água contínua. Esta técnica essencialmente qualitativa não permite quantificar o grau de limpeza da superfície. Uma outra técnica é descrita na patente americana US 4 188 824. A mesma consiste em aplicar e pressionar firmemente uma tira adesiva sobre a superfície a controlar, em descolar a tira com um movimento franco e rápido, e em caracterizar a contaminação da tira por comparação com padrões aceitáveis.

Foram propostos outros métodos, os quais são capazes de fornecer valores eléctricos dependentes do grau de limpeza. O mais fiável destes métodos parece ser o descrito no pedido de patente francesa FR-A-2 606 512 e que consiste em fazer o depósito numa zona determinada da superfície de uma quantidade definida de cargas eléctricas positivas, em elevar o potencial da superfície no centro da dita zona, após o

depósito das cargas, em determinar o valor derivado em função do tempo deste potencial, pelo menos, em instantes definidos e em comparar este valor derivado com o obtido sobre uma superfície de referência. Estes métodos sobressaem certamente de uma abordagem mais quantitativa do que a técnica da molhabilidade, mas apresentam todos o inconveniente de produzirem resultados difíceis de interpretar e os quais apenas têm um sentido quando os mesmos são comparados com os obtidos com as superfícies de referência.

O presente invento tem por objectivo remediar os inconvenientes atrás citados.

Para este fim, está previsto, de acordo com o invento, um processo de construção de uma tabela de correspondência para o controlo da limpeza de primeiras superfícies, feitas num mesmo material electricamente condutor e que têm estados mecânicos de superfície sensivelmente semelhantes, processo no qual, para cada superfície de uma pluralidade de segundas superfícies feitas no mesmo material do que as primeiras superfícies e que têm estados mecânicos de superfície sensivelmente semelhantes aos das primeiras superfícies e graus de limpeza diferentes uns dos outros, é determinado um primeiro valor eléctrico, representativo do grau de limpeza da superfície, é feito o depósito de um revestimento sobre a superfície, revestimento o qual é do mesmo tipo para todas as segundas superfícies, é medido um segundo valor, representativo do grau de aderência do revestimento na superfície, e são incluídos na tabela de correspondência os primeiro e segundo valores. Por "estado mecânico de superfície" é entendido o carácter mais ou menos polido ou rugoso da superfície.

O presente invento prevê igualmente a utilização de uma tabela de correspondência de acordo com a reivindicação 7.

O presente invento é baseado na constatação de que, se qualquer processo de controlo da limpeza existente actualmente não pode realmente quantificar o estado de limpeza de uma superfície, os processos de medida da aderência são os mesmos capazes de fornecer valores característicos do grau de aderência de um revestimento sobre

um substrato e imediatamente interpretáveis por um especialista na matéria.

Ora o grau de aderência de um revestimento sobre uma superfície de um substrato é proporcional ao grau de limpeza da dita superfície. Pela tabela de correspondência de acordo com o invento, é portanto possível, após uma medida eléctrica do estado da limpeza de uma superfície electricamente condutora, destinada a receber um dado revestimento, de saber previamente o grau de aderência, valor directamente interpretável, o qual será obtido após o depósito do revestimento sobre a superfície.

É importante notar que os processos actuais de medida da aderência são relativamente complicados de executar e, sobretudo, são destrutivos, quer dizer que os mesmos danificam de maneira irreversível as peças que os mesmos analisam. O emprego de tais processos nas cadeias de produção parece pois excluído. Pelo contrário, os processos eléctricos de controlo da limpeza são, em geral, de utilização simples e não têm qualquer carácter destrutivo. O presente invento permite portanto verificar de maneira fiável, num processo de fabrico e antes de se proceder ao depósito do revestimento, se a superfície correspondente do substrato está suficientemente limpa de modo a garantir o sucesso da operação posterior de depósito do revestimento. Se for determinado que a peça não está suficientemente limpa, sendo o valor eléctrico obtido inferior a um limiar determinado, correspondente a um limiar mínimo de aderência desejado, esta peça poderá ser separada ou ser sujeita a uma limpeza suplementar.

As outras características e vantagens do presente invento serão salientadas pela leitura da descrição pormenorizada que se segue, feita com referência aos desenhos anexos, nos quais:

- a Fig. 1 mostra uma sucessão de passos executada pelo processo de acordo com o invento;

- as Figs. 2A e 2B mostram esquematicamente um dispositivo de controlo da limpeza de superfície, utilizado no invento; e
- as Figs. 3A a 3D representam curvas de potencial em função do tempo, obtidas com o dispositivo das Figs. 2A e 2B.

Com referência à Fig. 1, um processo de construção de uma tabela de correspondência para o controlo da limpeza de superfície, de acordo com o invento, compreende, para cada peça de um conjunto de peças semelhantes e electricamente condutoras, por exemplo, metálicas, mas que têm níveis de contaminação diferentes:

- um primeiro passo E1, no decurso do qual é determinado um valor eléctrico característico do estado da limpeza de uma superfície da peça,
- um segundo passo E2, no decurso do qual é depositado um revestimento sobre a dita superfície,
- um terceiro passo E3, no decurso do qual o grau de aderência do revestimento sobre a dita superfície é medido,
- um quarto passo E4, no decurso do qual os valores de limpeza e de aderência, obtidos nos passos E1 e E3, são incluídos na tabela de correspondência.

O passo E1 é executado, de preferência, com a ajuda de um dispositivo de controlo da limpeza de superfície do tipo do descrito no documento FR-A-2 606 512 e comercializado com o nome "CORONASURF" (marca registada).

Este dispositivo inclui, como ilustrado na Fig. 2A, uma fonte de cargas positivas 1, que compreende um corpo tubular isolante 10, fechado na sua parte superior por um isolador 11. O isolador 11 é atravessado por um eléctrodo filiforme 12 que termina numa ponta afilada. Na extremidade inferior do corpo tubular 10 está disposta uma grelha condutora 13. O eléctrodo 12 e a grelha condutora 13 estão respectivamente

ligados a uma fonte de elevado potencial 14 (de cerca de 6000 V) e a uma fonte de potencial moderado 15 (de cerca de 100 V). A origem dos potenciais é tomada na massa da peça condutora analisada. Esta peça, indicada pela referência 2, está colocada em frente da grelha 13 e recebe assim sobre uma das suas superfícies 20 cargas eléctricas positivas, as quais são produzidas ao nível da extremidade do eléctrodo 12 por efeito de coroa. A fim de evitar qualquer processo de implantação ou de pulverização, a diferença de potencial e a distância entre a grelha 13 e a superfície 20 da peça 2 são escolhidas para que a energia cinética das cargas positivas, tendo em conta a travagem das cargas pelas colisões da atmosfera, seja inferior a um electrão-volt. O depósito das cargas é, por outro lado, realizado em quantidade limitada, por exemplo, $1 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ em 5 segundo, de modo a não modificar sensivelmente as propriedades da superfície 20.

Após esta operação de depósito de cargas positivas, a sonda de um voltímetro electrostático 3 é colocada sobre a zona da superfície 20 anteriormente em frente da grelha 13, de tal maneira que o eixo da sonda fique perpendicular à superfície 20, passando pelo centro da zona atrás citada (Fig. 2B). O dispositivo de controlo da limpeza de superfície compreende para este efeito um órgão de translação (não representado), o qual desloca conjunto da fonte de depósito de cargas 1 e do voltímetro 3 em relação à peça 2. O potencial de superfície indicado pelo voltímetro electrostático 3 é registado numa unidade de tratamento 4 ligada ao voltímetro 3.

A Fig. 3A mostra a curva do potencial da superfície em função do tempo, $V(t)$, a qual é obtida no caso de uma peça 2, cuja superfície 20 está contaminada. Esta curva é decrescente e parte de um potencial de início de medida $V_{\text{início}}$ positivo, elevado imediatamente após o depósito das cargas, para tender para o potencial inicial V_{inicial} , o mesmo é dizer o potencial antes do depósito de cargas.

A Fig. 3B mostra a curva do potencial de superfície em função do tempo, $V(t)$, a qual é obtida no caso de uma peça 2, cuja superfície 20 está muito limpa. Esta curva é crescente e parte de um potencial de início de medida $V_{\text{início}}$ negativo,

elevado imediatamente após do depósito de cargas, para tender para o potencial inicial $V_{inicial}$.

As Figs. 3C e 3D mostram dois casos da figura, respectivamente, para uma peça contaminada e uma peça muito limpa, na qual o potencial decresce/cresce para além do potencial inicial $V_{inicial}$. Estes casos são produzidos, quando a quantidade de cargas depositadas é demasiado importante e originou uma degradação química da camada de contaminação presente sobre a superfície 20. Para se obterem curvas exploráveis, do tipo das ilustradas nas figuras 3A e 3B, convém reduzir esta quantidade de cargas, por exemplo, diminuindo o tempo de exposição da superfície 20.

A partir destas curvas de potencial, a unidade de tratamento 4 calcula um valor eléctrico, representativo da variação do potencial em função do tempo. Este valor eléctrico é, por exemplo, um valor derivado dV/dt tomado num ou em diversos instantes predeterminados após o depósito das cargas, como propõe o documento FR-A-2 605 512, ou um valor ΔV igual à diferença entre um potencial dito "assimptótico" V_{fim} , tomado após um tempo t_0 suficiente para que o decréscimo/crescimento da curva se tenha tornado muito fraco, e o potencial de início $V_{início}$.

Infere-se daqui que as condições de execução do passo E1 descrito atrás, em particular, a quantidade de cargas depositadas e o tempo de aquisição t_0 , são semelhantes para todas as peças do conjunto.

O passo E2 é um passo clássico de depósito sob vácuo. O tipo de revestimento depositado é o mesmo para todas as peças do conjunto. É entendido por isso que o material, que constitui o revestimento é o mesmo para todas estas peças, podendo a espessura do revestimento pelo contrário variar. O revestimento depositado no passo E2 é, por exemplo, uma camada de protecção ou de cola.

O passo E3 é executado, de preferência, com a ajuda de um dispositivo comercializado pela sociedade Suíça CSEM Instruments com o nome de "NANO-SCRATCH TESTER" (marca registada). Este dispositivo mede a aderência de um

revestimento, efectuando um arranhão sobre o mesmo por meio de uma ponta diamantada, à qual é aplicada uma força normal crescente. O valor da aderência do revestimento corresponde à intensidade da força aplicada à ponta diamantada no instante de ruptura deste revestimento, no caso de revestimentos metálicos, ou no instante de fissura do revestimento, no caso de revestimentos de plástico. Este valor da aderência é, em geral, expresso em mN.

O passo E4 consiste na inclusão numa base de dados do valor eléctrico dV/dt ou ΔV , representativo do grau de limpeza da superfície 20 e o valor correspondente da aderência do revestimento sobre esta superfície.

Assim, após a execução dos passos E1 a E4 para cada peça do conjunto, é construída uma tabela de correspondência que compreende valores eléctricos representativos de diferentes graus de limpeza de superfícies semelhantes electricamente condutoras e valores correspondentes da aderência, associados a um tipo de revestimento dado, susceptível de ser depositado sobre estas superfícies.

Esta tabela poderá ser utilizada durante a produção de peças semelhantes às que tendo servido para a construção da tabela e destinadas a receber um revestimento do mesmo tipo que o que serviu para a construção da tabela. A mesma permitirá com efeito para o seu utilizador saber o grau de aderência do revestimento sobre uma dada peça, ou a ter mais ou menos uma ideia relativamente precisa, antes do depósito deste revestimento, por uma medida eléctrica não destrutiva parecida com o passo E1 descrito atrás e, portanto, sem recorrer a um processo destrutivo de medida directa da aderência.

Vão ser agora descritos, a título indicativo, alguns exemplos numéricos de execução do processo de acordo com o invento.

Exemplo 1

São preparadas quatro peças em cobre semelhantes A, B, C, D.

A peça A não está limpa.

A peça B é sujeita a um tratamento de desgorduramento por tricloroetileno com ultra-sons.

A peça C é sujeita a um tratamento de desgorduramento com ultra-sons, utilizando uma lixívia comercializada pela requerente com a referência "NGL 17.40P".

A peça D é clareada.

Em seguida é feito, para cada uma destas peças, o depósito de cargas eléctricas positivas de $1 \mu\text{C}$ em 5 segundo sobre uma zona de 1 cm^2 da superfície da peça. Imediatamente após este depósito, é elevado o potencial no centro da zona atrás citada e é determinada a diferença ΔV entre o potencial V_{fim} tomado 30 segundo após o início da medida e o potencial $V_{\text{início}}$ do início da medida. Depois é feito o depósito de uma camada de níquel e é medido o grau de aderência deste revestimento com a ajuda do "NANO-SCRATCH TESTER".

Os resultados são registados no quadro abaixo, o qual constitui uma tabela de correspondência entre os valores eléctricos de limpeza ΔV e os valores de aderência.

	ΔV	Aderência
A	-97 mV	8 magnético
B	+21 mV	39 magnético
C	+32 mV	67 magnético
D	+75 mV	89 magnético

Exemplo 2

São preparadas quatro peças em aço semelhantes A, B, C, D.

A peça A não está limpa.

A peça B é sujeita a um tratamento de desgorduramento com ultra-sons, utilizando uma lixívia comercializada pela requerente com a referência "Rodaclean Supra".

A peça C é sujeita a dois tratamentos de desgorduramento com ultra-sons sucessivos, utilizando, respectivamente, as lixívia comercializadas pela requerente com os nomes de "Rodaclean Supra" e de "NGL 17.40P".

A peça D é clareada.

Em seguida, para cada uma destas peças, é feito o depósito de cargas eléctricas positivas de $1 \mu\text{C}$ em 5 segundos sobre uma zona de 1 cm^2 da superfície da peça. Imediatamente após este depósito, é elevado o potencial no centro da zona atrás citada e é determinada a diferença ΔV entre o potencial V_{fim} tomado 30 segundo após o início da medida e o potencial $V_{\text{início}}$ de início de medida. Depois é feito o depósito de uma camada de ouro e é medido o grau de aderência deste revestimento com a ajuda do "NANO-SCRATCH TESTER".

Os resultados são registados no quadro abaixo, o qual constitui uma tabela de correspondência entre os valores eléctricos de limpeza ΔV e os valores de aderência.

	ΔV	Aderência
A	-64 mV	12 magnético
B	+48 mV	67 magnético
C	+55 mV	87 magnético
D	+134 mV	101 magnético

Pode ser constatado, à luz dos exemplos atrás, que o presente invento oferece a possibilidade de determinar para um dado tipo de peça, qual é, entre diversos processos de limpeza anteriormente seleccionados, o processo o mais eficaz. Assim, deriva do exemplo 1 que, no caso de peças em cobre, a lixívia "NGL 17.40P" dá melhores resultados do que o tricloroetileno. Do exemplo 2, pode ser deduzido que, no caso de peças em aço, é preferível sujeitar as peças, para além do tratamento de desgorduramento com a lixívia "Rodaclean Supra", a um tratamento de desgorduramento suplementar utilizando a lixívia "NGL 17.40P".

Parece portanto que uma aplicação suplementar da tabela de correspondência, de acordo com o invento, quando as peças

que serviram para a construção da tabela tenham sido previamente limpas por processos diferentes, reside no facto de escolher, em função valores armazenados na tabela, o processo de limpeza a aplicar durante a produção das peças.

O invento foi descrito atrás a título de unicamente exemplo. O especialista na matéria dará facilmente conta que podem ser feitas modificações sem sair do âmbito do invento reivindicado. É claro, em particular, que as peças que servem para construir a tabela de correspondência não têm necessariamente a necessidade de serem semelhantes. Estas peças podem, com efeito, ter geometrias diferentes, sendo o importante que estas peças sejam feitas num mesmo material e que as mesmas tenham o mesmo estado mecânico de superfície, o mesmo é dizer o mesmo grau de rugosidade, de modo que o grau de aderência seja essencialmente dependente do grau de limpeza da superfície que recebe o revestimento.

Lisboa, 2009-02-09

REIVINDICAÇÕES

1 - Processo de construção de uma tabela de correspondência para o controlo da limpeza de primeiras superfícies, feitas num mesmo material electricamente condutor e que têm estados mecânicos de superfície sensivelmente semelhantes, processo no qual, para cada superfície de uma pluralidade de segundas superfícies feitas no mesmo material do que as primeiras superfícies e que têm estados mecânicos de superfície sensivelmente semelhantes aos das primeiras superfícies e graus de limpeza diferentes uns dos outros, é determinado um primeiro valor eléctrico, representativo do grau de limpeza da superfície, é feito o depósito de um revestimento sobre a superfície, revestimento o qual é do mesmo tipo para todas as segundas superfícies, é medido um segundo valor, representativo do grau de aderência do revestimento na superfície, e são incluídos na tabela de correspondência os primeiro e segundo valores.

2 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o primeiro valor ser obtido fazendo o depósito numa zona determinada da superfície de uma quantidade definida de cargas eléctricas positivas, medindo o potencial eléctrico da superfície no centro da zona determinada e determinando um valor representativo da variação em função do tempo deste potencial eléctrico, constituindo este valor o dito primeiro valor.

3 - Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado por as segundas superfícies serem superfícies metálicas.

4 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado por as segundas superfícies serem superfícies de peças electricamente condutoras sensivelmente semelhantes entre si.

5 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado por, pelo menos, duas superfícies entre as segundas superfícies terem sido anteriormente limpas por processos diferentes.

6 - Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por, em função dos primeiro e segundo valores, ser escolhido, entre os ditos processos diferentes, um processo de limpeza a aplicar às primeiras superfícies.

7 - Utilização de uma tabela de correspondência que compreende valores eléctricos representativos de diferentes graus de limpeza de superfícies, feitas num mesmo material electricamente condutor e tendo estados mecânicos de superfície sensivelmente semelhantes e correspondentes valores de aderência, associados a um dado tipo de revestimento, destinado a ser depositado sobre estas superfícies, para controlar o estado da limpeza destas superfícies antes do depósito do revestimento.

Lisboa, 2009-02-09

Fig.1

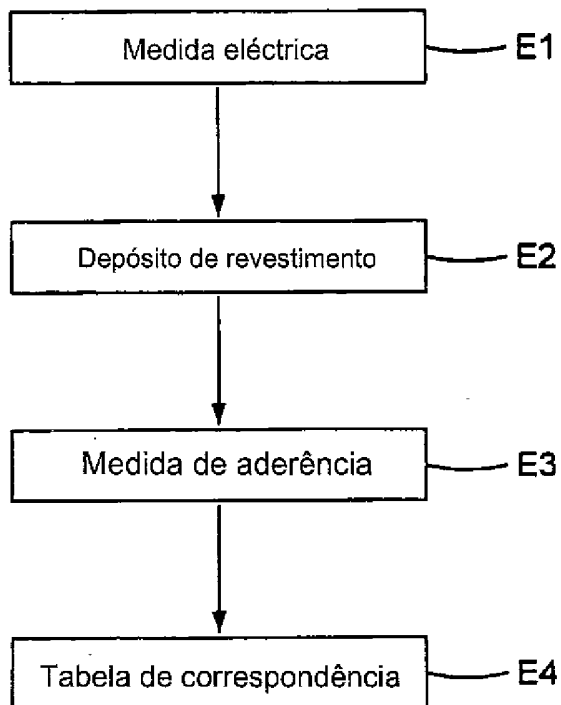


Fig.2A

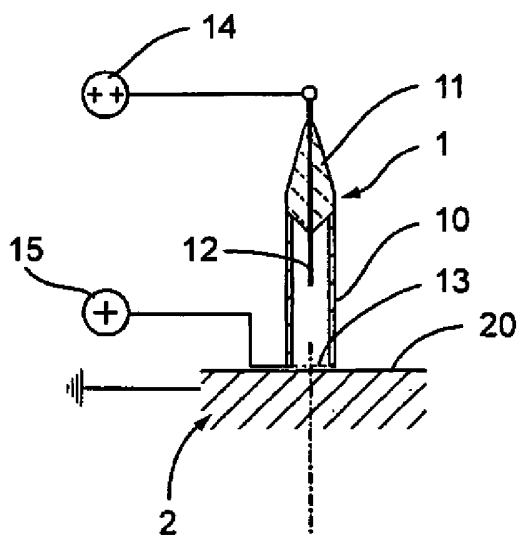


Fig.2B

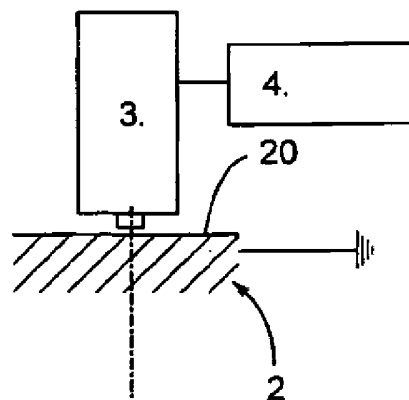


Fig.3A

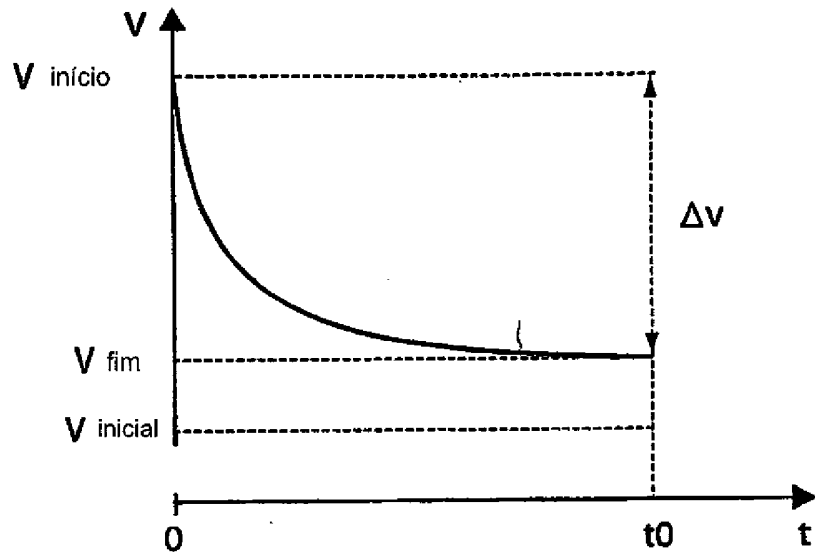


Fig.3B

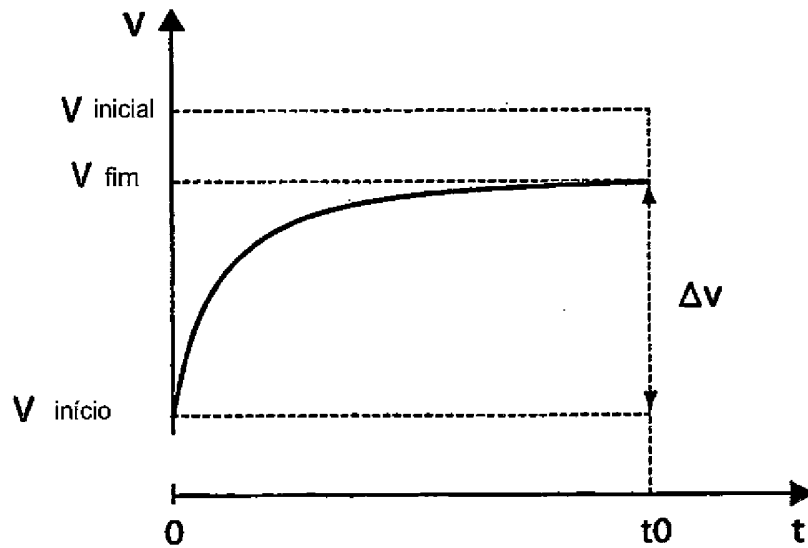


Fig.3C

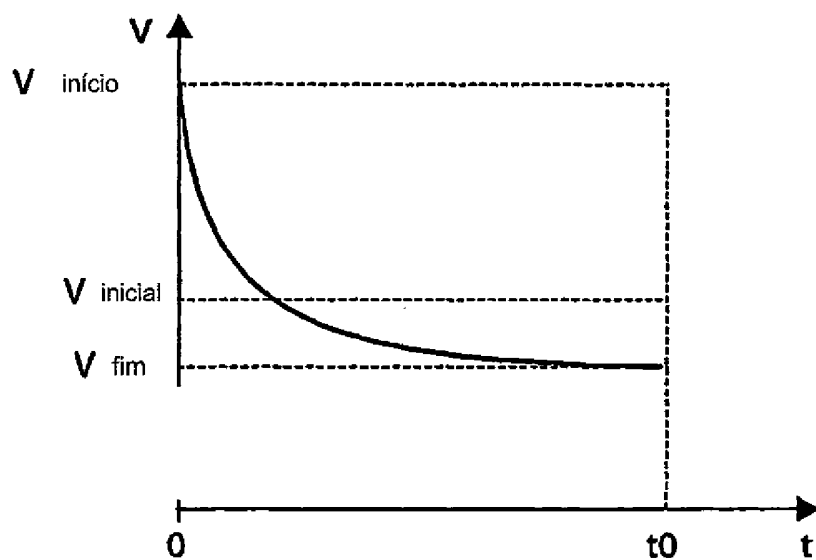


Fig.3D

