

# REVESTIMENTOS PVD EM MICROCAVIDADES PARA MOLDAÇÃO POR INJEÇÃO

## PVD COATINGS ON MICROCAVITIES FOR INJECTION MOLDING

**B. Mestre, V. F. S. Neto**

Centro de Tecnologia Mecânica e Automação, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Aveiro



### RESUMO

*A razão de aspeto das cavidades, a geração de calor devido a elevadas tensões de corte, o atrito e desgaste das superfícies moldantes são fatores que têm uma influência importante na funcionalidade e qualidade de microcomponentes produzidos através de moldação por injeção, assim como na durabilidade e performance do molde. Uma solução possível será a aplicação de filmes finos cerâmicos e metálicos. São filmes que apresentam elevadas durezas e resistência ao desgaste e à fissuração e baixo coeficiente de atrito. Neste artigo foram produzidas várias amostras com o intuito de caracterizar as ferramentas moldantes presentes na indústria. Estas amostras foram posteriormente revestidas através do método de deposição física a partir do estado de vapor (PVD) com filmes de TiN, CrN e o AlTiN e caracterizadas quanto à sua constituição por DRX e EDS; morfologia por microscopia ótica e eletrónica; e rugosidade, dureza.*

### ABSTRACT

*The aspect ratio of the cavities, heat generation due to high shear stresses, friction and wear of molding surfaces are factors that have an important influence on the functionality and quality of the microcomponents produce by injection molding, as well as the durability and performance mold tool. One possible solution is the application of ceramic and metallic thin films. These films have high hardness, wear and cracking resistance and low friction coefficient. In this paper, several samples were produced in order to characterize different molding geometries. These samples were then coated by physical vapor deposition (PVD) with TiN, CrN and AlTiN films and characterized by means of XRD, EDS for their constituents, their morphology by optical and electronic microscopy and their roughness and hardness.*

## 1. INTRODUÇÃO

As técnicas de deposição de filmes cerâmicos e metálicos têm sofrido uma constante evolução para dar resposta aos desafios tecnológicos de diversos sectores industriais que necessitam de trabalhar em condições que requerem durezas elevadas, elevada resistência ao desgaste e à fissuração e baixo coeficiente de atrito, para além de outras propriedades extremas adequadas à funcionalidade. O *design* dos produtos e os crescentes requisitos de complexidade dos mesmos, obrigam a uma evolução e inovação neste tipo de técnicas de deposição de revestimentos.

Um dos sectores industriais onde os fatores supra referidos assumem uma elevada importância, é o sector de produção de ferramentas moldantes, particularmente a produção de moldes para a injeção de microcomponentes. A produção de microcomponentes poliméricos através da moldação por injeção reveste-se ainda de desafios tecnológicos que são necessários ultrapassar para tornar este processo aplicável a larga escala. A razão de aspeto das cavidades a preencher, a geração de calor devido a elevadas tensões de corte, o atrito e desgaste das superfícies moldantes são

fatores que têm uma influência importante na funcionalidade e qualidade dos componentes a produzir e na durabilidade e performance do molde.

No processo de microinjeção, a maior percentagem do custo está aplicada à ferramenta. A produção dos componentes é feita à escala micro, o que faz com que, mesmo para materiais caros, o custo relativo à percentagem do material será bastante inferior em comparação à percentagem da ferramenta.

A microinjeção não é apenas uma moldação convencional a escala reduzida. Existem fatores que, por serem à escala micro ou nano, na moldação convencional não lhes é dada muita importância, algumas vezes até são desprezados, e na microinjeção têm um papel fundamental (fatores como desgaste, atrito, rugosidade, entre outros).

A redução de tamanho dos componentes é um passo necessário no progresso, onde cada vez há mais necessidade de colocar um maior número de componentes, num menor espaço. A utilização de microcomponentes é cada vez maior, principalmente nos ramos das tecnologias, e a microinjeção apresenta-se como o processo mais eficiente para a sua obtenção

O principal objetivo do presente trabalho prende-se com a caracterização de revestimentos PVD (Nitreto de Titânio, Nitreto de Crómio e Nitreto de Alumínio e Titânio) depositados por evaporação por arco e avaliar a sua aplicabilidade a microcavidades para moldação por injeção de termoplásticos.

Esta avaliação será feita através da análise de amostras representativas desse tipo de ferramentas moldantes, onde serão aplicados esses mesmos revestimentos.

Será feita uma caracterização das amostras, antes e após o revestimento, para se saber as alterações a nível de dureza, resistência ao desgaste, rugosidades e estrutura e em que termos estas poderão influenciar o processo de moldação por injeção.

Espera-se, através desta caracterização, observar a influência deste tipo de revestimentos no processo de microinjeção de termoplásticos e perceber se a mesma é ou não benéfica para o processo em si.

## 2. ESTADO DA ARTE

### 2.1. Microinjeção

A produção de microcomponentes, através do processo de moldação por injeção, é conhecida por microinjeção.

Na microinjeção, o custo do produto final é proporcional à sua complexidade de *design*. Para componentes produzidos por microinjeção, os custos associados à quantidade de material são baixos, devido ao seu pequeno volume, já os custos da ferramenta tornam-se elevados, devido a todas as agravantes que uma redução de tamanho implica, mantendo o processo funcional (Heckele & Schomburg, 2004).

No processo de microinjeção é muitas vezes necessário ter em conta parâmetros que na moldação convencional são descuidados, ou até ignorados, por acontecerem à escala micro ou nano. São exemplos disto fatores como a rugosidade, o desgaste, etc (Zhang, Ong, & Lam, 2007).

Os problemas tribológicos mais comuns de encontrar nas ferramentas de moldação por injeção são (Bienk & Mikkelsen, 1997):

- Desgaste Adesivo – Aparenta rasgos ou escoriações. Associada à falta de lubrificação.
- Desgaste Abrasivo – Alteração dos extremos em contacto com o fluxo de plástico.
- Desgaste Corrosivo – Buracos de pequena dimensão na superfície e deposição de produtos da corrosão na ferramenta.
- Desgaste severo devido ao uso de materiais macios na superfície – Combinação dos três anteriores, ampliada devido ao uso de materiais macios no fabrico do molde.
- Problemas de extração – Dificuldade na extração do produto final. – Mau *design*

da ferramenta, grande afinidade entre peça e ferramenta.

- Problemas de acumulação – Acumulação e deposição de produtos da decomposição do plástico na ferramenta.
- Problemas de enchimento – O material fundido não enche a cavidade por completo.

Para se obter o melhoramento da resistência ao desgaste nas ferramentas moldantes têm-se utilizado diversas técnicas. Destas técnicas as que apresentam maior representatividade na indústria são os revestimentos metálicos, os revestimentos obtidos por projeção térmica, os tratamentos térmicos, a nitruração e a deposição de filmes de carbonetos e nitretos depositados por processos químicos (CVD) ou físicos (PVD) (Bull, Davidson, Fisher, McCabe, & Jones, 2000; Rossi, Massiani, Bertassi, Torregrosa, & Fedrizzi, 2002).

Os revestimentos têm assumido uma importância fundamental no processo de moldação por injeção, pois têm sido aplicados mais frequentemente. A seleção adequada do revestimento correto para determinada ferramenta moldante depende do conhecimento do projetista sobre o molde em si e a sua interação com o material a injetar. Essa interação tem em conta parâmetros como a rugosidade superficial da ferramenta, os parâmetros do processo e as características do material plástico a injetar, como módulo de elasticidade, energia de superfície, estrutura, polaridade, entre outras (Van Stappen, Vandierendonck, Mol, Beeckman, & De Clercq, 2001).

## 2.2. Deposição física a partir da fase de vapor

Como este trabalho se debruça sobre revestimentos aplicados por PVD na indústria da moldação por injeção e, tendo em conta o quão vasto é o tema de revestimentos e métodos de aplicação, optou-se por abordar com mais detalhe apenas os revestimentos PVD, materiais, características e processos de aplicação.

A aplicação de revestimentos pelas técnicas PVD permitem um aumento significativo da resistência da ferramenta moldante ao desgaste e, por consequência, do tempo de vida da mesma. A resposta das ferramentas aos problemas tribológicos, apresentados no ponto 2.1, melhora significativamente com a aplicação deste tipo de revestimentos.

Os revestimentos PVD ajudam a reduzir o atrito da superfície que revestem, reduzindo, ou mesmo eliminando, a necessidade do uso de lubrificantes, o que pode ser visto como uma mais-valia a nível ambiental (Navinšek, Panjan, & Milošev, 1999). A redução de lubrificação vai facilitar também o processo de limpeza da ferramenta, visto que existem menos depósitos acumulados após o processo de injeção, tornando mais fácil a sua remoção.

A redução do atrito acarreta outras vantagens relacionadas com o processo em si. Ao existir menos atrito, o plástico fundido faz o seu percurso pelo sistema de alimentação de forma mais fluida, ajudando assim a um melhor enchimento das cavidades. Com isto, a probabilidade de se obter um produto final com defeito é menor, logo o número de produtos rejeitados também será reduzido.

Existem várias formas de aplicar os revestimentos PVD, mas todas têm três etapas em comum. Todos começam com a passagem do material a depositar para o estado gasoso, na maioria das vezes é realizado numa câmara de vácuo. No estado gasoso, o material é transportado até à superfície a depositar, conhecida como substrato, sendo de seguida condensado em camadas consecutivas até se obter a espessura pretendida para o filme fino.

Para a aplicação deste tipo de revestimentos existem 5 métodos com valor industrial reconhecido. Estes variam apenas entre eles na forma como é feita a passagem do material do cátodo, da fase em que se encontra, para a fase de vapor.

A deposição por arco catódico consiste na evaporação do material que se pretende usar como revestimento, que está presente nos cátodos, através de um arco elétrico de alta

potência. No *Sputtering*, um gás raro, normalmente Argon, bombardeia os cátodos e o impacto dos seus iões faz com que os átomos da sua superfície sejam ejetados. Na deposição evaporativa esse material é aquecido em vácuo até acontecer a evaporação. O processo EBPVD, *Electron Beam Physical Vapour Deposition*, a evaporação acontece devido à incidência de um feixe de eletrões no cátodo, enquanto no PLD, *pulsed laser deposition*, acontece devido à incidência de um laser.

Neste estudo as amostras foram revestidas pelo processo de arco catódico.

### 2.3. PVD por arco catódico

O processo de deposição física na fase de vapor por arco catódico é um dos processos mais comuns na aplicação de revestimentos do tipo PVD neste momento. O processo tem vindo a ter um papel importante na indústria, principalmente no que diz respeito ao aumento do tempo de vida das ferramentas que reveste, assim como em novas aplicações ainda em desenvolvimento (P.J.Martin, 1996).

O processo começa com a incidência de um arco, formado por uma descarga de alta corrente e baixa tensão através de um gás altamente ionizado sobre os cátodos com o material a depositar (Mattox, 2010).

Durante o processo de evaporação pode ser introduzido um gás reativo que provoca assim a condensação e formação de um revestimento composto.

Uma unidade de trabalho para realizar um revestimento de um substrato recorrendo ao método PVD por arco deve ter os seguintes componentes essenciais:

- Cátodos onde se encontra o material utilizado para o revestimento.
- Sistemas para controlar e monitorizar os parâmetros do processo, como a pressão e temperatura.
- Câmara de vácuo onde tudo é montado;
- Alimentador de gases, na maioria das vezes utilizados no processo.

- Fixador de substratos, normalmente associado a um sistema rotativo.

Para além de todas as vantagens do processo PVD referidas no subcapítulo anterior, o processo de aplicação de PVD por arco tem algumas vantagens específicas em relação aos outros processos. Entre essas vantagens é possível salientar algumas que assumem um papel importante na escolha de Arco (Mattox, 2010; Vetter & Perry, 1996):

- É apresentado como um processo de simples manuseio.
- A pesquisa desenvolvida sobre o processo e a experiência acumulada ao longo dos anos em que o processo já foi aplicado, permitiu que qualquer material que não se tornasse gasoso à temperatura a que o revestimento é feito, pudesse ser revestido.
- É o processo com a maior taxa de deposição.
- Baixas temperaturas de deposição, abaixo dos 200°C
- A baixa tensão torna o processo mais atrativo do ponto de vista da segurança.

As desvantagens apresentadas pelo processo, reconhecidas pela indústria, são:

- A comum libertação de partículas pelo cátodo que vão acabar por se depositar junto com o revestimento. São conhecidos por *droplets* e podem estar presentes em toda a extensão do revestimento (Mattox, 2010).
- O aumento da rugosidade, característico deste processo, também é uma desvantagem. Para processos que necessitem de rugosidades mais baixas e tolerâncias mais apertadas, a aplicação deste tipo de revestimentos pode tornar o processo inviável. Este aumento de rugosidade está muitas vezes ligado à presença de *droplets* ao longo de toda a superfície (Polini, Mantini, Barletta, Valle, & Casadei, 2006).

O processo de moldação de plásticos é extremamente agressivo para as superfícies de trabalho, principalmente as que se

encontram em contacto com o material fundido. Temperaturas elevadas, ataques químicos e elevada abrasão relacionada com plásticos reforçados com fibras, são algumas das características que tornam o ambiente da moldação extremamente duro para os moldes (Cunha, Andritschky, Pischow, & Wang, 1999). O caminho para melhorar o processo e aumentar o tempo de vida das ferramentas passa pela melhoria da resistência ao desgaste e à corrosão, tendo os nitretos já mostrado serem resistentes tanto ao desgaste, como à corrosão de ambientes quimicamente agressivos (Cunha et al., 1999).

Por todas as razões acima referidas é possível olhar para os revestimentos PVD como uma solução bastante válida para os problemas mais comuns da moldação por injeção. Este tipo de revestimentos combina a resistência à corrosão e ao desgaste necessários para proteger as superfícies da ferramenta moldante durante a injeção de plásticos (Cunha et al., 2002). Ao resolver estes problemas está-se a introduzir uma melhoria na performance do processo. Isto vai-se traduzir numa produção mais eficiente, com menores tempos de paragem para manutenção, assim como menores probabilidades de obtenção de peças com defeito.

### 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

#### 3.1. Preparação das amostras

Para compreender o comportamento dos revestimentos, tentou-se preparar uma gama de amostras que permitisse ilustrar todas as formas mais comuns observadas nas ferramentas moldantes presentes na indústria. Para isso procurou-se ilustrar as superfícies planas, curvadas e cantos que caracterizam a maioria dos moldes.

Considerando tudo o que foi referido, projetou-se e modelou-se três tipos de amostras representadas na Fig. 1. Amostras planas representadas pelo número 1, amostras em degrau representadas pelo número 2 e as amostras curvas representadas pelo número 3.

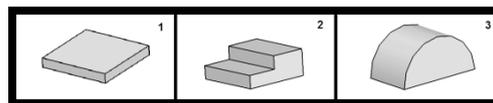


Fig. 1 – Amostras modeladas em CATIA V5R19

A escolha do material para a produção das amostras recaiu sobre o aço de nome comercial PM 300 IMPAX SUPREME, da empresa FRAMADA (Ovar, Portugal). É um aço muito comum no fabrico de cavidades moldantes, está presente no grupo dos aços e ligas não ferrosas para moldes e está identificado pelo número 1,2738 e pelas cores laranja-amarelo-laranja. Este aço é fornecido temperado e revenido, apresenta uma dureza que pode variar entre os valores de 300 HV e 350 HV.

A Fig. 2 apresenta as amostras obtidas no final do processo, após a maquinação e retificação. Estas estão já na sua forma final e prontas a revestir.

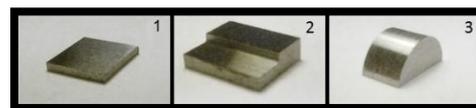


Fig. 2 – Amostras maquinadas, prontas a revestir

#### 3.2. Aplicação de revestimentos

Para revestimentos funcionais o processo de aplicação de revestimento é semelhante para todo o tipo de peças a revestir, independentemente da aplicação que terão no futuro.

O processo utilizado na empresa PRIREV (Vagos, Aveiro) para a deposição dos revestimentos funcionais, que são objeto de estudo nesta dissertação, é a deposição física a partir da fase de vapor (PVD) por arco.

A empresa tem um processo de preparação das amostras para revestir diferente consoante o brilho, peças de alto brilho ou peças regulares.

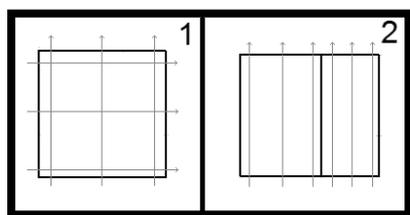
As peças em estudo estavam inseridas no grupo das regulares. As peças começam por passar por uma limpeza com o cloreto de metileno. Depois passam por uma fase de “pre-coat”, onde são submetidas a decapagem, impacto de pequenas esferas de

vidro com 5 µm de diâmetro através de ar comprimido. Este processo vai ajudar a remover alguns depósitos que tenham passado despercebidos. De seguida a peça passa pelos ultra-sons e voltam ao “pre-coat”, para garantir assim que esta está preparada para revestir.

Após este tratamento, as peças estão prontas a seguir para a câmara do equipamento utilizado para revestir, neste caso foi utilizada uma Microcoat MA1000 que já não se encontra no mercado.

### 3.3. Caracterização dos revestimentos

A primeira análise que se fez foi a medição das rugosidades das amostras. Esta medição foi feita num HOMMEL TESTER T1000 com um apalpador T1E. Com o objetivo de caracterizar a superfície de forma mais completa foram utilizadas as orientações da Fig. 3. Os valores apresentados foram os valores médios de cada direção e o erro foi o desvio máximo medido, de forma a garantir que toda a população das amostras estava inserida nesse intervalo. Este método de apresentação de resultados é usado ao longo de todo o trabalho.



**Fig. 3** - Orientações de medição das rugosidades (1- Amostras Planas, 2 – Amostras de Degrau)

A medição das durezas foi feita num SHIMADZU HMV-2000. O equipamento utiliza o método da dureza de Vickers para obter o valor da dureza. Este método consiste na medição da marca deixada na peça por um indentador de diamante com a forma de uma pirâmide quadrangular após a aplicação de uma carga. Este indentador vai ser pressionado contra a peça com as cargas supra referidas, sendo a marca tanto maior quanto menor for a dureza da peça a testar.

A dureza de Vickers é definida pela relação entre a carga aplicada e as dimensões da marca

deixada e traduz-se na Eq. (2). Aqui “F” é a força aplicada e “d” é a medida da diagonal da marca deixada pelo indentador.

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2} \quad (2)$$

Foi realizada também XRD (X-Ray Diffraction) a todas as amostras num sistema Siemens D5000. Este sistema utiliza a lei de Bragg como forma de caracterizar os elementos presentes em cada amostra. Esta caracterização passada para a forma gráfica traduz-se num espectro de onde os picos podem ser comparados com a base de dados do ICDD (*International Center of Diffraction Data*), que está em constante atualização, e isto permite identificar os elementos presentes em cada amostra.

A microscopia ótica foi feita num microscópio *Nikon Eclipse LV140* coadjuvado por uma câmara *Kappa DX20 L-FW* para aquisição de imagem. Este processo foi utilizado para a preparação das amostras de secção transversal, utilizadas na microscopia eletrónica, e para ter uma primeira visão sobre a condição da superfície.

A microscopia eletrónica de varrimento de elétrões (SEM) foi feita num HITACHI S4100, com o objetivo de obter imagens de maior aplicação da superfície, assim como identificar alguns corpos através de EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy), e de medir a espessura dos revestimentos nas amostras de secção transversal.

## 4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS E SUA DISCUSSÃO

### 4.1. Amostras em estudo

Para o estudo realizado, foram utilizados cinco conjuntos compostos por cinco amostras cada. Cada conjunto apresentava:

- Três amostras planas;
- Uma amostra de degrau;
- Uma amostra curva;

Nesses conjuntos estavam presentes:

- Um conjunto de amostras sem revestimento, substrato;

- Um conjunto de amostras revestidas com nitreto de cromo;
- Um conjunto de amostras revestidas com nitreto de alumínio e titânio;
- Dois conjuntos de amostras revestidas com nitreto de titânio;

No caso específico dos conjuntos revestidos com nitreto de titânio, está-se a falar de dois conjuntos de amostras revestidas em dois ciclos de deposição diferentes, feitos em dias diferentes. Ao ter dois conjuntos de amostras, revestidas com o mesmo tipo de revestimento, é possível observar se a repetibilidade das características se mantém ao longo dos diferentes ciclos de deposição do mesmo revestimento. Estes dois conjuntos são identificados ao longo da dissertação por TiN(1) e TiN(2).

#### 4.2. Medição das rugosidades

As rugosidades foram medidas antes e após a aplicação dos revestimentos com o intuito de perceber as alterações que os revestimentos provocam na rugosidade das superfícies revestidas. O comportamento das rugosidades para cada filme está representado na Fig. 4 e Fig. 5.

No caso das amostras planas, o símbolo “↑” significa medição no sentido da retificação e “→” no sentido perpendicular à retificação. No caso das amostras de degrau “↑” significa a medição da rugosidade no degrau superior e “↓” no degrau inferior.

É possível notar que em todos os casos existe um aumento de rugosidade em relação ao substrato, sendo o AlTiN o revestimento que traduz o maior incremento a nível da rugosidade e CrN o menor.

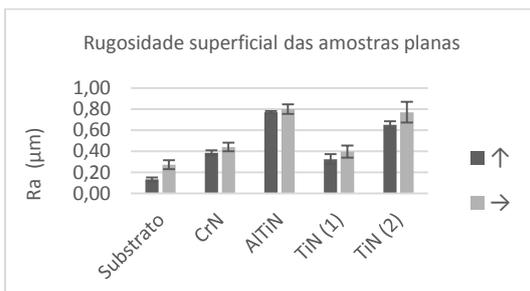


Fig. 4 - Rugosidade das amostras planas

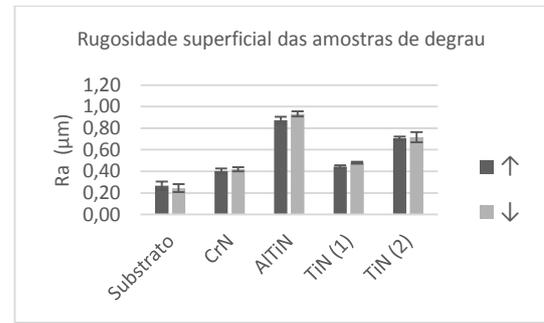


Fig. 5 - Rugosidade das amostras de degrau

Todos os revestimentos apresentam uma uniformização das rugosidades, independentemente do sentido das medições. A diferença entre os dois sentidos de medição, nas amostras planas antes de revestir, é reduzida após a aplicação dos revestimentos PVD. Continua presente, mas torna-se mais ténue após a aplicação dos mesmos.

De notar também a diferença de rugosidade entre os dois ciclos do mesmo revestimento, TiN. Nas amostras planas, a diferença foi na ordem dos 0,33 μm e 0,37 μm para a direção de polimento e perpendicular, respetivamente. Nas amostras de degrau, a diferença entre os degraus inferiores foi de 0,27 μm e de 0,24 μm no degrau superior. Os valores das rugosidades de TiN (2) apresentam-se sempre superiores aos de TiN (1), sendo o TiN (2) aproximadamente 97% superior ao TiN (1) nas amostras planas e 55% superior nas amostras de degrau.

#### 4.3. Caracterização dos revestimentos

A caracterização dos revestimentos começou por ser feita macroscopicamente, onde se observou se o comportamento do revestimento era regular ao longo de toda a superfície. A Tabela 1, Tabela 2 e Tabela 3 apresentam as amostras curvas, amostras de degrau e amostras planas depois de revestidas, respetivamente.

Aqui verificou-se que todas as amostras apresentaram um comportamento regular, não mostrando qualquer imperfeição a nível macroscópico. As únicas zonas mais irregulares foram as zonas junto da base, o que já seria de esperar devido à ausência de um porta-substratos próprio na sua deposição.

**Tabela 1** - Amostras curvas revestidas

Revestimento	Vista 1	Vista 2
AlTiN		
TiN		
CrN		

**Tabela 2** - Amostras de degrau revestidas

Revestimento	Vista 1	Vista 2
AlTiN		
TiN		
CrN		

**Tabela 3** - Amostras planas revestidas

Revestimento	Vista 1	Vista 2
AlTiN		
TiN		
CrN		

A Tabela 4 mostra a alteração da superfície após a aplicação dos revestimentos em estudo, vistos em duas ampliações diferentes.

Nas imagens de menor ampliação, ampliação 1, é notória a alteração da superfície após o revestimento da mesma. No substrato é perfeitamente notório a direção de retificação e após a aplicação dos revestimentos essa direção é quase imperceptível. Isto veio a provar o que já tinha sido observado na medição das rugosidades, apesar de um aumento de rugosidade, existe uma uniformização do estado da superfície após a aplicação dos revestimentos.

**Tabela 4** - Microscopia ótica da superfície das amostras

Amostras	Ampliação 1	Ampliação 2
-		
Substrato		
AlTiN		
CrN		
TiN (1)		
TiN (2)		

Na maior ampliação é possível notar a relação entre o estado da superfície e a rugosidade medida anteriormente. A superfície das amostras revestidas com CrN é a menos acidentada e é a que apresentava menor rugosidade, a de AlTiN aparece no sentido oposto, sendo a que apresentava maior rugosidade e agora mostra a superfície mais acidentada.

Em todas as amostras é possível observar partículas embutidas no revestimento, que através da análise por SEM, acompanhado por EDS, se veio a verificar que seriam os *droplets* característicos deste tipo de processo de deposição.

O SEM aplicado à secção transversal, com o apoio do EDS, foi utilizado para a medição da espessura dos filmes depositados.

A Fig. 6 mostra a imagem da secção transversal e de como se diferenciou o substrato do revestimento nas amostras de AlTiN.

A diferença entre o substrato e o revestimento é visível, mas achou-se que a confirmação por EDS seria uma mais-valia. Sendo assim o ponto 1 e 2 aparecem no

domínio do substrato, 3 é o ponto de contacto entre ambos e o ponto 4 está apenas no domínio do revestimento.

Este método foi utilizado em todas as amostras, sendo de seguida utilizado um medidor de pixéis para medir a espessura do filme. Considerando o tamanho da régua fornecida pelo SEM e fazendo uma proporção, foi possível obter os seguintes resultados, apresentados na Fig. 7.

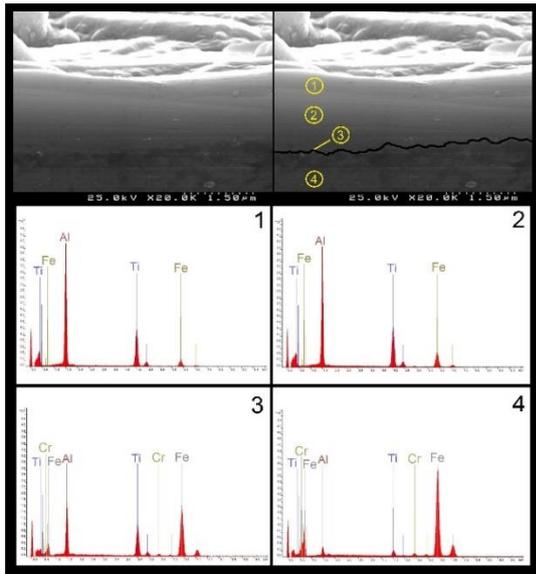


Fig. 6 - Secção transversal do AlTiN e respetivo EDS

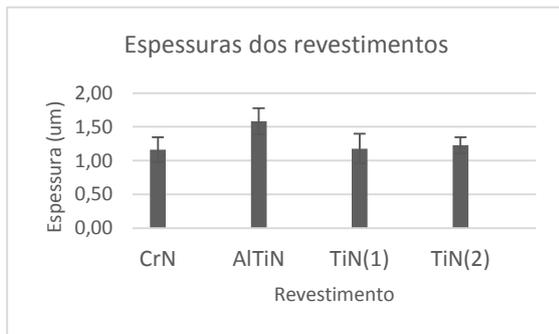


Fig. 7 - Espessuras dos revestimentos

Todos os revestimentos apresentaram uma espessura inferior aos 2 µm apresentados pela PRIREV como mínimo de espessura. Esta situação pode estar relacionada também com a falta de porta-substratos próprio, o que fez com que estas possam ter ficado colocadas numa zona onde receberam menor quantidade de revestimento.

As amostras de degrau foram feitas com o objetivo de estudar o comportamento do

revestimento na esquina do degrau. Visto que se verificou que o comportamento neste é coerente com o da restante superfície, achou-se que a apresentação das imagens, e respetiva caracterização, não trariam qualquer valor acrescentado para o trabalho. Optou-se assim por não as apresentar.

Foi também feita uma análise por difração de raio-X, com o objetivo de verificar a presença de todos os elementos esperados em cada uma das amostras. A Fig. 8 mostra uma compilação dos espectros de todas as amostras e a respetiva identificação. Todas as amostras apresentaram um espectro característicos dos materiais que tinham sido depositados, com o acréscimo da influência do substrato. A amostra que mais dificuldade trouxe foi o AlTiN, o que também era de esperar, pois neste processo quanto maior for o número de elementos presentes maior será a dificuldade de identificação, e esta amostra era a que possuía mais elementos para identificar.

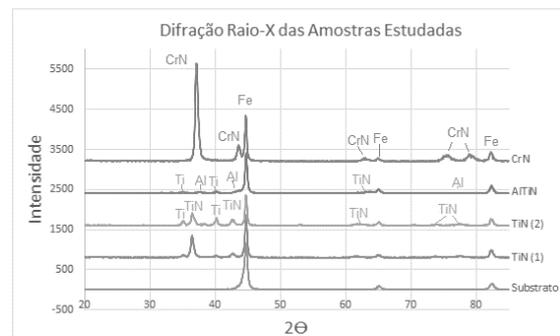


Fig. 8 - Compilação dos espectros das amostras analisadas por XRD

#### 4.4. Medição de durezas

O primeiro passo desta etapa foi a medição da dureza do substrato, para verificar se este estaria dentro dos valores apresentados pela marca fornecedora. Os valores esperados eram entre os 300 HV e os 350 HV e isso verificou-se pelo valor médio obtido para as várias cargas testadas, que foi de 305 HV, logo dentro do intervalo.

Sabia-se que o comportamento da dureza seria diferente consoante a profundidade a que se estivesse a medir. Isto aconteceria devido à influência do revestimento e do substrato. Seria de esperar que o revestimento estabilizaria para cargas mais altas, no valor da dureza do substrato, e para cargas mais baixas, no valor da dureza do revestimento. Para as cargas altas isto

verificou-se, para as cargas baixas isto não aconteceu, como é possível observar na Fig. 9, Fig. 10, Fig. 11 e Fig. 12, para as diversas amostras em estudo.

É notório que a carga não estabiliza para valores de cargas inferiores, fazendo com que apenas se possa afirmar que a dureza do revestimento será igual ou superior à apresentada. Aqui o revestimento com maior dureza é o AlTiN com  $3253 \pm 324$  HV e o CrN o de menor dureza com  $2037 \pm 356$  HV.

Tentou-se aplicar a nanoindentação com o intuito de isolar a dureza do revestimento, mas devido à rugosidade superficial das amostras tal não foi possível.

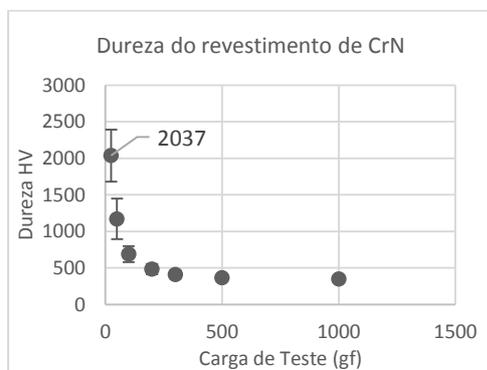


Fig. 9 - Evolução da dureza do revestimento CrN em relação à carga aplicada

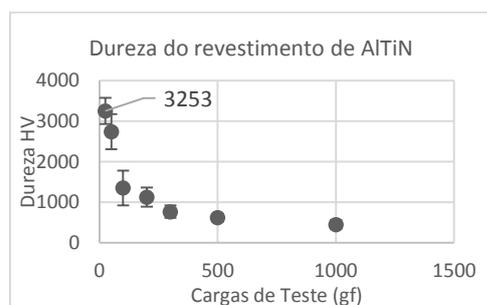


Fig. 10 - Evolução da dureza do revestimento AlTiN em relação à carga aplicada

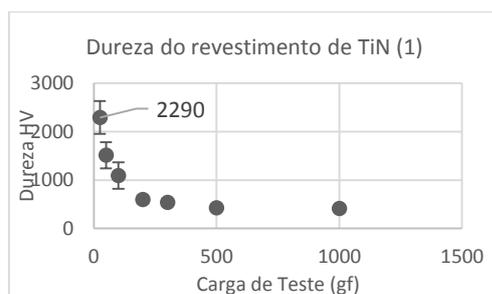


Fig. 11- Evolução da dureza do revestimento TiN (1) em relação à carga aplicada

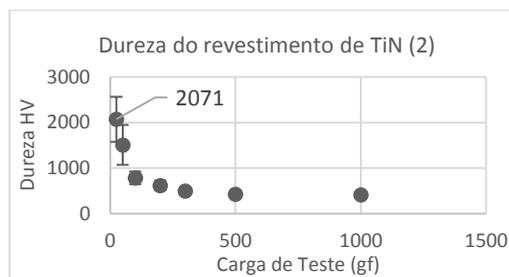


Fig. 12- Evolução da dureza do revestimento TiN (2) em relação à carga aplicada

## 5. CONCLUSÕES

### 5.1. Revestimentos PVD aplicados à moldação por injeção

A aplicação de revestimentos PVD para moldação por injeção pode trazer inúmeras vantagens para o processo e para as ferramentas utilizadas. No caso específico da microinjeção, a aplicação de revestimentos PVD é muito proveitosa, pois melhora as características da ferramenta, faz com que esta tenha um maior tempo de vida e um melhor desempenho. Considerando que o maior gasto neste processo é tido com a ferramenta, conclui-se que, a aplicação deste tipo de revestimentos é bastante vantajosa.

O nitreto de crômio apresentou um aumento médio de rugosidade de aproximadamente  $0,22 \mu\text{m}$ , nas amostras planas, e de  $0,16 \mu\text{m}$  nas amostras de degrau. O revestimento apresenta, em média,  $1,16 \mu\text{m}$  de espessura e uma dureza igual ou superior a  $2037 \pm 356$  HV.

No caso do revestimento de nitreto de alumínio e titânio, este tem uma espessura de  $1,58 \mu\text{m}$  e  $3253 \pm 324$  HV de dureza. Em termos de acréscimo de rugosidade, este revestimento apresentou um aumento médio de  $0,65 \mu\text{m}$  nas amostras planas e de  $0,59 \mu\text{m}$  nas amostras de degrau.

Os revestimentos de nitreto de titânio apresentaram  $1,18 \mu\text{m}$  e  $1,23 \mu\text{m}$  de espessura, para TiN(1) e TiN(2), respetivamente. No que diz respeito às durezas, os valores para estes revestimentos foram de  $2290 \pm 338$  HV para o TiN (1) e  $2071 \pm 490$  HV para o TiN(2). Os valores de acréscimo de rugosidade não se mostram tão semelhantes como os valores dos parâmetros anteriores. Aqui TiN(1) mostra um

aumento médio de 0,16  $\mu\text{m}$  para as amostras planas e de 0,21  $\mu\text{m}$  nas amostras de degrau. Para as amostras planas, para o TiN (2), o aumento de rugosidade foi de 0,51  $\mu\text{m}$  e para as amostras de degrau de 0,46  $\mu\text{m}$ .

Dependendo das solicitações necessárias para cada processo, é possível fazer uma associação dos revestimentos estudados de forma mais adequada.

Processos de microinjeção que possuam vários movimentos entre ferramentas, ou que utilizem um polímero mais agressivo para a ferramenta devem utilizar o revestimento de maior dureza. Dos casos estudados, o mais indicado seria o AlTiN.

No processo de microinjeção provou-se a elevada importância da rugosidade. Para processos com toleranciamento dimensional mais apertado, o CrN apresentou menor aumento de rugosidade e portanto seria o mais indicado.

No caso de se querer garantir mais do que uma característica, deve-se utilizar o revestimento que tenha a melhor resposta para a característica mais importante. Outra solução é utilizar um revestimento com valores intermédios, dos estudados o TiN seria o mais indicado, pois apresenta valores entre o CrN e o AlTiN nos dados estudados.

Ao comparar dois ciclos do mesmo material foi possível observar que podem existir variações. Conclui-se assim que é importante uma análise antes de enviar os produtos revestidos para o cliente, de forma a garantir que as características pretendidas são cumpridas.

## 6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio do projeto SUDOE (SOE4/P1/E793) e da FCT através do projeto PEst-C/EME/UI0481/2013. Agradecem também à empresa PRIREV, Lda. (Vagos, Portugal) pela deposição dos filmes.

## 7. REFERÊNCIAS

- Bienk, E. ., & Mikkelsen, N. . (1997). Application of advanced surface treatment technologies in the modern plastics moulding industry. *Wear*, 207(1-2), 6–9. doi:10.1016/S0043-1648(96)07503-5
- Bull, S., Davidson, R., Fisher, E., McCabe, A., & Jones, A. . (2000). A simulation test for the selection of coatings and surface treatments for plastics injection moulding machines. *Surface and Coatings Technology*, 130(2-3), 257–265. doi:10.1016/S0257-8972(00)00697-6
- Cunha, L., Andritschky, M., Pischow, K., & Wang, Z. (1999). Microstructure of CrN coatings produced by PVD techniques. *Thin Solid Films*, 355-356, 465–471. doi:10.1016/S0040-6090(99)00552-0
- Cunha, L., Andritschky, M., Pischow, K., Wang, Z., Zarychta, A., Miranda, A. ., & Cunha, A. . (2002). Performance of chromium nitride and titanium nitride coatings during plastic injection moulding. *Surface and Coatings Technology*, 153(2-3), 160–165. doi:10.1016/S0257-8972(01)01690-5
- Heckele, M., & Schomburg, W. K. (2004). Review on micro molding of thermoplastic polymers. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 14(3), R1. Retrieved from <http://stacks.iop.org/0960-1317/14/i=3/a=R01>
- Mattox, D. M. (2010). *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing. Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing* (pp. 287–300). Elsevier. doi:10.1016/B978-0-8155-2037-5.00008-3
- Navinšek, B., Panjan, P., & Milošev, I. (1999). PVD coatings as an environmentally clean alternative to electroplating and electroless processes. *Surface and Coatings Technology*, 116-119, 476–487. doi:10.1016/S0257-8972(99)00145-0
- P.J.Martin. (1996). *Handbook of Vacuum Arc Science and Technology. Handbook of Vacuum Arc Science and Technology* (pp. 367–396). Elsevier. doi:10.1016/B978-081551375-9.50012-6
- Polini, R., Mantini, F. P., Barletta, M., Valle, R., & Casadei, F. (2006). Hot filament chemical vapour deposition and wear resistance of diamond films on WC-Co substrates coated using PVD-arc deposition technique. *Diamond and Related Materials*, 15(9), 1284–1291. doi:10.1016/j.diamond.2005.09.045
- Rossi, S., Massiani, Y., Bertassi, E., Torregrosa, F., & Fedrizzi, L. (2002). Low temperature plasma immersion ion implantation of

- nitrogen on a mould steel. *Thin Solid Films*, 416(1-2), 160–168. doi:10.1016/S0040-6090(02)00728-9
- Van Stappen, M., Vandierendonck, K., Mol, C., Beeckman, E., & De Clercq, E. (2001). Practice vs. laboratory tests for plastic injection moulding. *Surface and Coatings Technology*, 142-144, 143–145. doi:10.1016/S0257-8972(01)01062-3
- Vetter, J., & Perry, A. J. (1996). *Handbook of Vacuum Arc Science and Technology. Handbook of Vacuum Arc Science and Technology* (pp. 493–519). Elsevier. doi:10.1016/B978-081551375-9.50019-9
- Zhang, H. L., Ong, N. S., & Lam, Y. C. (2007). Effects of surface roughness on microinjection molding. *Polymer Engineering & Science*, 47(12), 2012–2019.