



# CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS REVESTIDOS POR MEIO DE ONDAS MECÂNICAS GERADAS POR PULSO LASER<sup>1</sup>

Julio Felix de Miranda Coelho Pinto<sup>2</sup>  
Flávio Sandro Lays Cassino<sup>3</sup>  
Adilson Rodrigues da Costa<sup>4</sup>

## Resumo

A caracterização de materiais utilizando ondas mecânicas (ondas longitudinais, de cisalhamento e ondas superficiais) geradas por meio de choques de pulso laser já vem sendo utilizada há muitos anos em materiais sólidos. Essa técnica pode ser aplicada em várias situações, como na avaliação de porosidade em materiais cerâmicos, na determinação da direção de laminação e do tamanho de grão de materiais metálicos, no levantamento de constantes elásticas de materiais, na avaliação de tensões etc. Utilizando do mecanismo de fonte de plasma confinado para gerar ondas mecânicas, por meios de ensaios de pulso laser Nd:YAG, quatro amostras foram analisadas nesse estudo: amostras de vidro, vidro com uma camada polimérica fina, alumínio e uma amostra de alumínio/silicone/alumínio. A atenuação da energia mecânica propagante e informações como velocidades das ondas e energia total envolvida foram analisadas. Quase todas as amostras mostraram em seus espectros o decaimento exponencial da energia, o que evidencia a sensibilidade do aparato desenvolvido para caracterizar as amostras. O método mostrou ser eficiente tanto em materiais cristalinos, quanto em materiais poliméricos amorfos.

**Palavras-chave:** Laser Nd:YAG; Ondas mecânicas; Propriedades elásticas.

## CHARACTERIZATION OF COATED MATERIA BY MEANS OF MECHANICAL WAVES

### Abstract

The characterization of materials using mechanical waves (longitudinal waves, shear and surface waves) generated by shock pulsed laser has been used for many years in solids. This technique can be applied in various situations, such as assessment of porosity in ceramic materials, in determining the rolling direction and the grain size of metallic materials, surveying elastic constants, evaluating stress residual, etc. Using the mechanism of confined plasma source for generating mechanical waves, provided by Nd: YAG pulsed laser. Four samples were analyzed in this study: samples of glass, glass with a thin polymer coating, aluminum and sandwich aluminum/silicone/aluminum. The attenuation of mechanical energy transient and information such as speed of the waves and the total energy involved were analyzed. Almost all samples showed in their spectra the exponential decay of energy. The proposed method seems to be efficient both in crystalline materials as in polymeric materials.

**Key words:** Laser Nd: YAG; Mechanical waves; Elastic properties.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Mestrando, Universidade Federal de Ouro Preto - Redemat – Rede Temática em Enga. de Materiais 35400-000 Ouro Preto, MG, Brasil;

<sup>3</sup> Professor D.Sc, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto - Redemat – Rede Temática em Enga. de Materiais 35400-000 Ouro Preto, MG, Brasil;

<sup>4</sup> Professor D.Sc, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto - Redemat – Rede Temática em Enga. de Materiais 35400-000 Ouro Preto, MG, Brasil.



## 1 INTRODUÇÃO

A caracterização de materiais utilizando ondas mecânicas (ondas longitudinais, de cisalhamento e ondas superficiais) geradas por meio de choques de pulso laser já vem sendo utilizada há muitos anos em materiais sólidos.<sup>(1)</sup> Essa técnica pode ser aplicada em várias situações, como na avaliação de porosidade em materiais cerâmicos, na determinação da direção de laminação e do tamanho de grão de materiais metálicos, no levantamento de constantes elásticas de materiais, na avaliação de tensões residuais etc.<sup>(2)</sup> Além da área de ciências dos materiais, essa técnica ainda pode ser empregada em limpeza a laser de superfícies contaminadas, ablação de tecidos etc.<sup>(3)</sup>

O conceito de elasticidade é uma aproximação do comportamento de pequenas deformações de materiais. Um material elástico ideal deforma na medida em que lhe é aplicada uma força e retorna às suas dimensões originais assim que esta é cessada (lei de Hooke). Então, uma onda elástica é um distúrbio mecânico que se propaga através do material causando oscilações nas partículas desse material em torno de suas posições de equilíbrio, sem causar nenhum outro tipo de mudança. Materiais reais diferem de materiais ideais de muitas formas. Uma dessas formas diz respeito aos mecanismos de dissipação da energia, que causa a atenuação das ondas elásticas com a distância percorrida. Os lasers pulsados podem ser utilizados para gerar ondas mecânicas em sólidos.<sup>(4)</sup> Vários processos físicos ocorrem quando um material sólido é iluminado com um feixe de pulso laser. Com baixas potências, o material sólido é aquecido localmente por causa da radiação eletromagnética absorvida pelo material, enquanto no material iluminado com laser de alta potência, este pode ser vaporizado (retirado na forma de plasma). Fisicamente, há dois mecanismos baseados em laser para geração de ondas mecânicas: a fonte termo-elástica e a fonte de plasma. A fonte termo-elástica resulta de um rápido aquecimento local, no ponto da superfície em que o laser incidiu, sofrendo uma expansão rápida (devido ao efeito termo-elástico) seguido por um ritmo muito mais lento de resfriamento e contração. Já a fonte de plasma é a fonte termo-elástica complementada pela vaporização (ablação) de uma camada do material na região em que o laser incidiu. A vaporização ocorre quando a energia do laser é alta. O material evaporado na forma de plasma imediatamente expande localmente a partir da superfície do substrato. O momento resultante (pulso/choque) da formação do plasma é transmitido de volta para o sólido, aumentando assim a geração de ondas de compressão. As propriedades do sistema substrato/filme podem ser determinadas utilizando-se do tempo de percurso das ondas longitudinais dentro desse sistema. Esses dois mecanismos fazem uso de luz laser na região do infravermelho próximo e visível do espectro eletromagnético, mas cada um faz uso de densidades de energia diferentes. Fontes de laser pulsado são normalmente utilizados. Movimento de superfície, devido à propagação de ondas mecânicas e vibrações em sólidos podem ser detectados por transdutores piezoelétricos e técnicas de interferometria, sendo que a maior limitação da técnica de pulso laser está na detecção dessas ondas mecânicas.<sup>(5)</sup>

Muitas propriedades ou mudanças de propriedades podem ser inferidas de medidas de velocidades de fases ou atenuação de propagação de ondas elásticas dentro de um filme ou substrato massivo. Através das reflexões da onda, entre as superfícies que delimitam o material, pode-se determinar o atraso ou a amplitude de uma onda mecânica longitudinal dentro de sólidos volumosos. Assim, pode-se relacionar velocidade de fase a propriedades do material.<sup>(6,7)</sup> A adesão ao substrato é uma das propriedades mais importantes de uma camada depositada. Uma boa adesão de filmes em substratos pode ser obtida através de modernas técnicas,



como deposição física na fase vapor (PVD) e deposição química na fase vapor (QVD). Essas técnicas usam câmaras de ultra alto vácuo e atmosfera controlada, onde ocorrem as reações e os filmes são depositados no substrato na forma de vapor.<sup>(8)</sup> Por isso, há uma necessidade urgente de desenvolver e melhorar as técnicas já existentes para a avaliação da adesão. Um bom teste para camadas tribológicas duras deve ser realizado rapidamente e os resultados devem ser de fácil interpretação. Assim, além de conhecer bem os parâmetros de deposição, que influenciam na porosidade dos filmes e conseqüentemente na sua performance mecânica, é preciso conhecer bem a adesão do filme ao substrato, pois ela é um fator determinante na segurança e eficiência de suas aplicações.

Foram realizados ensaios de pulso choque com um laser Nd: YAG (1064 nm, 200 mJ a 400 mJ de energia por pulso), no intuito de observar o comportamento da onda propagante em uma camada de um material polimérico e uma camada de um material amorfo (silicone) depositado sobre substratos de vidro e alumínio. Grandezas relacionadas à propagação da onda (velocidade, amplitude, frequência, comprimento de onda e efeitos de atenuação) foram associadas a essas propriedades, analisando os diferentes aspectos da interação entre o pulso laser e a amostra.

Dentre os vários fatores que contribuem para a configuração típica dos espectros (provenientes da propagação de ondas mecânicas em sólidos) o mais importante é a cristalinidade do material. Por outro lado, a fronteira entre os diferentes grãos, atua como pequenas interfaces refletoras, contribuindo para atenuar a energia global, o que acarreta o surgimento de picos de pequenas intensidades entre aqueles correspondentes a grande reflexões.<sup>(9)</sup>

## 2 METODOLOGIA

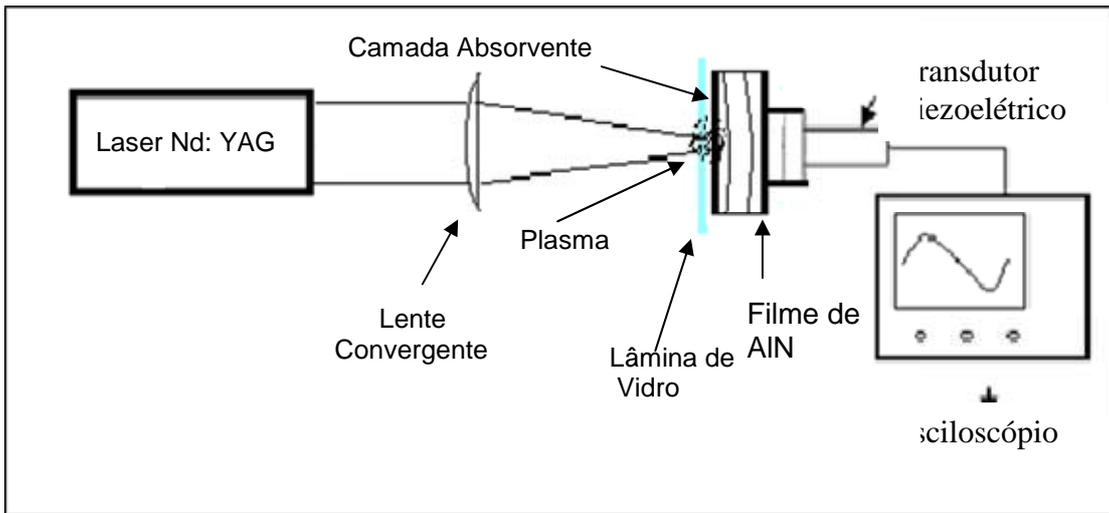
### 2.1 Preparação das Amostras

Foram realizados cinco ensaios com o pulso laser em cinco amostras diferentes. A primeira amostra é um substrato amorfo, de vidro, com 2 mm de espessura. A segunda amostra é o mesmo substrato amorfo (vidro) com uma pequena camada polimérica com menos de 1 mm de espessura. A terceira amostra é um substrato de alumínio puro, com 9,0 mm de espessura e a quarta amostra foi preparada com uma camada de silicone (que também é um material polimérico amorfo) de 2 mm de espessura, que estava entre dois as amostras de alumínio puro de 9,0 mm de espessura, ou seja, a onda propagante percorreu o alumínio, passou pelo silicone e novamente percorreu a outra camada de alumínio. Analisou-se então a propagação da onda com o substrato puro e a propagação da onda com o substrato recoberto.

### 2.2 Geração das Ondas Mecânicas

Um arranjo experimental típico com um pulso laser Nd:YAG e o sistema substrato/filme é mostrado na Figura 1.

Os fótons provenientes do laser passam por uma lente convergente. A amostra encontra-se exatamente à distância focal dessa lente e está em contato com um material intensificador da absorção laser. As ondas longitudinais são geradas pelo confinamento do plasma que é resultado da interação dos fótons com a superfície do substrato (superfície oposta à camada depositada). Essa superfície está coberta por uma fina camada de carbono, para melhorar a absorção dos fótons.

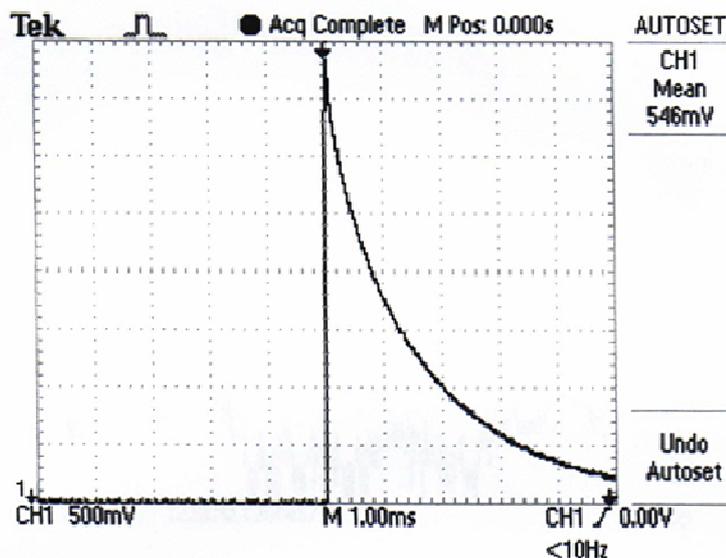


**Figura 1** – Aparato experimental utilizado para a geração e aquisição de sinais de ondas mecânicas.

Após o choque, produzido pela expansão do plasma, uma onda mecânica longitudinal propaga-se dentro do sistema substrato/camada e rapidamente sofre efeitos de atenuação. Um transdutor piezoelétrico é responsável pela captura dos sinais mecânicos gerados e conversão destes para tratamento em osciloscópio. A análise desse fenômeno fornece dados para a avaliação de propriedades mecânicas dos componentes do sistema substrato/camada. Outras interpretações podem levar a avaliar a qualidade da aderência. Este ensaio também pode ser feito com o laser incidindo diretamente sobre a camada ou filme analisado. Mas em alguns casos a potência elevada do laser pode causar a ablação dessa camada, o que muitas vezes não é desejável em um experimento de caracterização. Os sinais que chegam ao osciloscópio formam o espectro característico que é feito com um único pulso dos fótons provenientes do laser.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta parte, os espectros das ondas propagantes no interior das amostras são apresentados e analisados:

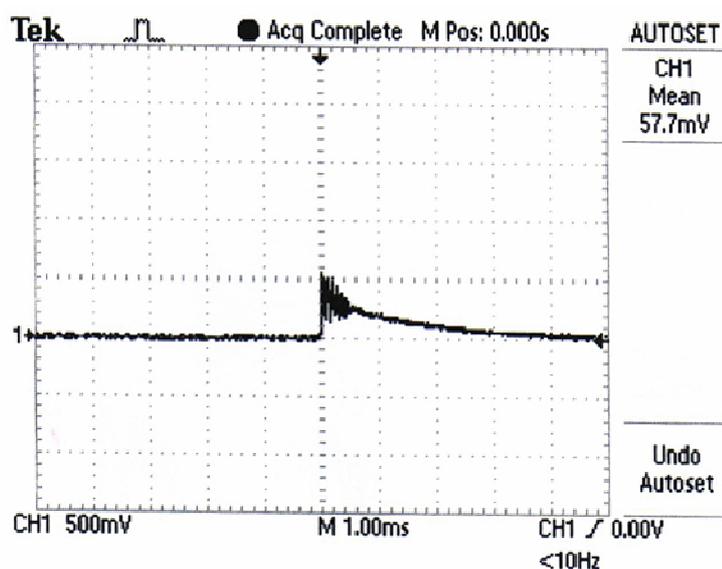


**Figura 2:** Transmissão de energia através do substrato de vidro puro.

Os espectros das ondas propagantes, apresentados nas Figuras 2 e 3, foram feitos com o propósito de se obter informações sobre comportamento da propagação de ondas mecânicas em sólidos que não apresentam uma estrutura cristalina organizada, como é o caso do vidro, da camada polimérica e do silicone.

Na Figura 2, o espectro da onda propagante de um substrato de vidro sem filme é apresentado. Observa-se que o decaimento da energia é uniforme.

Já na Figura 3, pode se perceber que a camada polimérica sobre o substrato de vidro modificou o espectro, pois uma certa quantidade de energia foi perdida e o espectro também apresenta vários ecos, característicos das reflexões das ondas que se propagam no sistema substrato/camada polimérica. Esses ecos do começo do espectro estão diretamente ligados aos mecanismos de desprendimentos da camada do substrato. Para este caso, o pulso laser incidiu diretamente na camada.



**Figura 3:** Transmissão de energia através do sistema substrato/filme.

Analisando os espectros das Figuras 2 e 3, percebe-se que o aparato experimental desenvolvido tem uma sensibilidade para detectar as mudanças na propagação da onda no substrato coberto com a camada polimérica. A transmissão de energia é afetada pelas condições microestruturais reinantes no par camada/substrato. Enquanto a onda percorre a camada, ela produz vários ecos, que ajudam a dissipar a energia. Uma característica importante do decaimento de energia de uma onda se propagando dentro de um sólido, é que ele não se processa na mesma velocidade para diferentes elementos ou compostos. Ajustes na curva permitem a determinação do coeficiente de amortecimento da onda mecânica:  $E = E_0 e^{-\lambda t}$ , onde  $E$  é a energia depois de transcorrido um intervalo de tempo,  $E_0$  é a energia inicial,  $\lambda$  é o coeficiente de amortecimento da onda e  $t$  é o tempo transcorrido. Mas conforme os ecos ou reflexões da onda propagante, esse cálculo tende a ser mais complexo, pois fica difícil calcular a energia total envolvida e o decaimento exponencial da energia não é tão evidente; é preciso analisar as variações relativas das amplitudes das reflexões sucessivas ao longo do espectro. A energia total pode ser considerada a soma das energias: absorvida pela camada, transmitida ao substrato e energia dos ecos ou reflexões, conforme mostrado na Figura 5. A energia absorvida está relacionada com os efeitos térmicos e de dispersão da energia pelos constituintes das microestruturas (contornos de grão, defeitos internos, precipitados, inclusões etc.). A energia transmitida ao substrato é a energia mecânica associada à energia da onda refletida. Os ecos ou reflexões do início estão relacionados com a dissipação de energia durante a ablação referente ao plasma da camada.



A velocidade de propagação das ondas mecânicas é tradicionalmente calculada a partir do tempo de percurso das ondas propagantes na extensão da amostra submetida aos testes.

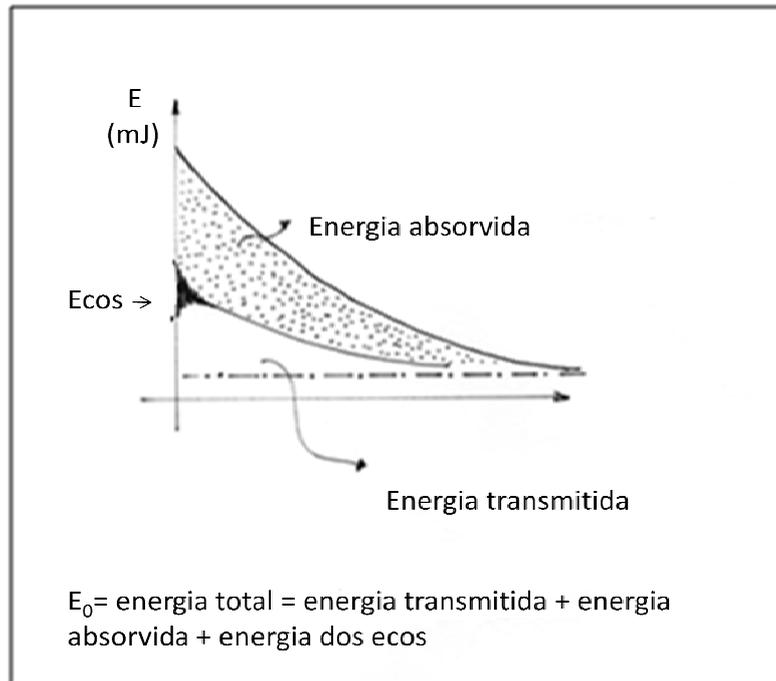


Figura 4: Tipos de energia transmitida entre a camada e o substrato.

Os ecos correspondentes às reflexões da onda, que delimitam o comprimento da amostra são detectados pelo transdutor piezoelétrico e são exibidos no osciloscópio, tais como na figura 6, para uma amostra de alumínio puro.

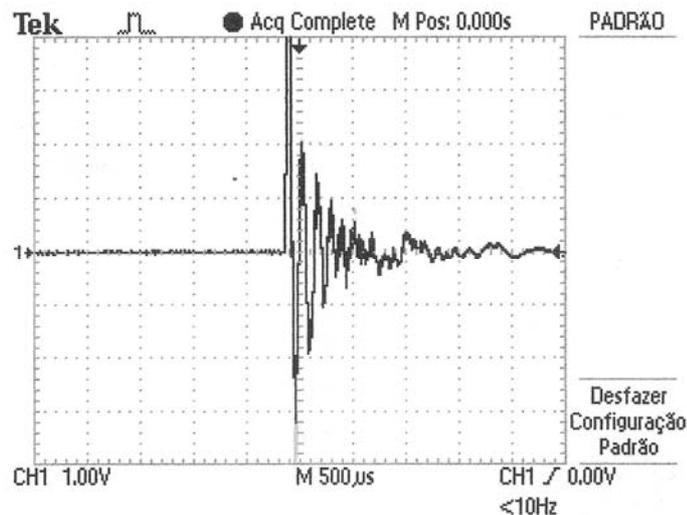


Figura 5: Espectro da amostra de alumínio puro.

A velocidade de propagação é calculada pela reflexão da onda entre as superfícies que delimitam a amostra:  $v=2l/t$ , onde  $l$  é o comprimento da amostra e  $t$  é o tempo de percurso correspondente a uma reflexão, na extremidade da amostra e do retorno da onda refletida. Através do espectro das amplitudes e reflexões adjacentes da onda na Figura 6, observa-se o valor de  $t$ . O decaimento exponencial da amplitude dos pulsos (decaimento da energia das ondas refletidas) também está

evidenciado. O tempo transcorrido entre duas reflexões adjacentes foi de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ .

Mesmo sendo muito espessa (2,0 cm), a amostra com o sistema alumínio/silicone/alumínio (Figura 6) apresentou um espectro bem distinto. Como a amostra possui duas interfaces (alumínio/silicone e silicone/alumínio) e duas superfícies frontais que a delimitam, ocorreram várias reflexões, que podem ser evidenciadas com as amplitudes da onda quase que se sobrepondo umas sobre as outras. Já o decaimento exponencial não ficou bem caracterizado, mesmo assim, depois de um certo ponto, é possível ver que a energia decai muito rapidamente.

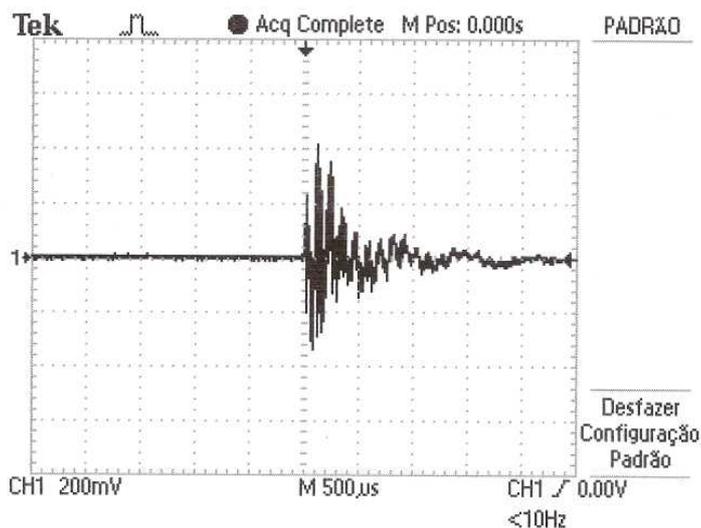


Figura 6: Amostra de alumínio/silicone/alumínio.

## 4 CONCLUSÕES

Os ecos correspondentes às reflexões das ondas que delimitam o comprimento da amostra foram detectados pelo transdutor e exibidos nos espectros e o decaimento exponencial da amplitude dos pulsos (decaimento de energia dos feixes) foi evidenciado em quase todos os espectros. Quando o espectro apresenta reflexões de ondas mais distintas, a velocidade de propagação das ondas mecânicas de corpo pode ser calculada, utilizando o tempo de percurso da onda refletida na extensão da amostra submetida ao teste.

Com essa sensibilidade, o aparato experimental desenvolvido mostrou que é possível caracterizar materiais usando ondas mecânicas geradas por pulso laser. Além disso, este método utiliza corpos de prova grandes, o que gera medidas estatisticamente representativas, além de ser um método rápido.

## Agradecimentos

A Capes (Redemat – UFOP). Ao Laboratório de Engenharia de Superfícies e Técnicas Afins da Escola de Minas – UFOP, onde foram realizados os ensaios com o pulso laser Nd: YAG e a preparação das amostras.

## REFERÊNCIAS

- 1 ROSA G; OLTRA, R; NADAL, M.-H; Laser induced decohesion of coatings: probing by laser ultrasonics, Ultrasonics, 40, p. 765–769, 2002.

- 2 ROSA, G., PSYLLAKI, P., OLTRA, R., COSTIL, C., CODDET, S., Simultaneous laser generation and laser ultrasonic detection of the mechanical breakdown of a coating-substrate interface, *Ultrasonics*, 39, p. 355-365, 2001.
- 3 KO, S. H., RYU, S. G., MISRA, N., PAN, H., GRIGOROPOULOS, C. P., Laser induced short plane acoustic wave focusing in water, *Applied Physics Letters*, 91, 051128, 2007.
- 4 WALLEY, S. M., FIELD, J. E., *Elastic Wave Propagation in Materials*, disponível em: [www.pcs.phy.cam.ac.uk/fsp/publications/Strength%20papers/607StrWalleyEncycMatonline.pdf](http://www.pcs.phy.cam.ac.uk/fsp/publications/Strength%20papers/607StrWalleyEncycMatonline.pdf), 2005. Acessado em: 17/08/2009, 14:30h
- 5 POPOVICS, J.S., *Laser-based Non-destructive Evaluation and Monitoring*, disponível em: [www.gatewaycoalition.org/files/NewEH/htmls/Popovic.pdf](http://www.gatewaycoalition.org/files/NewEH/htmls/Popovic.pdf). Acessado em: 17/08/2009, 09:30h.
- 6 EDMONDS, P. D. *Methods of Experimental Physics. Ultrasonics. Volume 19.* New York: Academic Press, 1981. p 523.
- 7 HUBERT, C., NADA, M.H. L., RAVEL-CHAPUIS, G., OLTRA, R., Contactless ultrasonic device to measure surface acoustic wave velocities versus temperature. *Review Scientific Instruments*, 78, 024901, 2007.
- 8 ADAMCZYK, J., HORNY, N., TRICOTEAUX, A., JOUAN, P.-Y., ZADAM, M., *Appl. Surf. Science*, 254, 1744, 2008.
- 9 COSTA, R. A. Utilização de ultra-sons na caracterização de materiais, *Revista Escola de Minas*, 44, p 178-184, 1991.