

TEXTURIZAÇÃO EM SUPERFÍCIES DE TITÂNIO GRAU 2 IRRADIADAS COM LASER DE PULSOS ULTRACURTOS

CÓDIGO: COF-2015-0420

Alessandro Francelino Nogueira, afnogueira@ipen.br¹

Ricardo Elgul Samad, resamad@iepn.br¹

Nilson Dias Vieira Junior, nilsondv@ipen.br¹

Milton Sergio Fernandes de Lima, milton@ieav.cta.br²

Wagner de Rossi, wderossi@ipen.br¹

¹Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN, Av. Prof. Lineu Prestes 2242, Cidade Universitária, São Paulo, SP, Brasil,

²Instituto de Estudos Avançados IEAv, Centro Técnico Aeroespacial CTA, Rodovia dos Tamoios, km 5,5, São José dos Campos, SP, Brasil.

Resumo: A microusinagem de texturização com laser é uma alternativa para melhorar a ligação de aderência entre materiais compósitos e titânio, aplicados em elementos eletrônicos embarcados na indústria aeronáutica. A execução de texturização em lâminas de titânio deve-se ao fato de que a técnica de junção preferida para muitos materiais compósitos é a ligação adesiva. Neste trabalho foram realizadas texturizações em lâminas de titânio utilizando laser de pulsos ultracurtos de femtossegundos. Tal processo resultou em mínima transferência de calor para o material, evitando assim a deformação superficial da lâmina de titânio e a formação de material ressolidificado na região ablacionada, que são inconvenientes presentes na utilização do laser chaveado de pulsos longos da ordem de nanossegundos. Foram executados três tipos de texturizações, com variações nas distâncias entre as linhas usinadas. Foi detectado que a molhabilidade aumenta quando há o aumento da distância entre as linhas da texturização. Avançando nas análises, pela perfilometria ótica das superfícies texturizadas observou-se que há sensível aumento do volume disponível para penetração do adesivo estrutural quando são diminuídas as distâncias entre as linhas texturizadas. Nos ensaios de tração realizados observou-se que há uma tendência de aumento da resistência ao cisalhamento da junta adesiva entre o titânio e os materiais compósitos com a diminuição da distância entre as linhas texturizadas, porém com resultados com relativa proximidade. Contudo, constatou-se que a utilização de lasers de pulsos ultracurtos proporcionam grandes benefícios para a usinagem do titânio grau 2 comercialmente puro.

Palavras-chave: texturização, titânio, materiais compósitos, laser de pulsos ultracurtos, adesão

1. INTRODUÇÃO

A microusinagem que outrora era alvo de estudos no campo da pesquisa científica, avançou para aplicações em diversos segmentos industriais. Samad et al (2012) aponta aplicações na indústria aeroespacial e aeronáutica, equipamentos médicos, microeletrônica, automotiva, além de utilização em micromotores, circuitos microfluídicos, micro sistemas eletro mecânicos, dispositivos médicos, ferramentas eletrônicas, filtros de partículas, micromoldes e microválvulas, entre outros. Assim, este crescimento irreversível no segmento de microusinagem exige ainda um grande desenvolvimento e pesquisas.

Conforme Lima et al (2013), a substituição de fios de cobre por fibras óticas para controle e monitoramento de sistemas de aeronaves é cada vez mais empregada, devido às reduções de peso e da sua intrínseca confiabilidade. Desta forma, há a necessidade de elaboração de orientações de fibras óticas em fibra de carbono reforçada com polímero (CFRP). No entanto, deve-se efetuar a ligação destes materiais com os elementos estruturais embarcados, principalmente em ligas de titânio (Ti). Assim, texturizações com laser são uma importante alternativa para que se consiga melhorar a ligação de aderência entre o CFRP e o titânio. Devido à elevada resistência específica do titânio, são empregadas lâminas de pequenas espessuras como partes de elementos estruturais, sendo então de preponderante importância que os processos de microusinagem para confecção das texturizações sejam controlados e impeçam danos ao titânio.

A execução de texturização nas chapas de titânio grau 2 comercialmente puro (Ti Gr. 2 CP) deve-se ao fato de que a técnica de junção preferida para o CFRP é a ligação adesiva. Atualmente, a junção por adesão de CFRP em titânio é um problema, que ainda não foi totalmente resolvido e é alvo de vários estudos. Foi evidenciado neste trabalho que a adesão do CFRP ao Ti Gr. 2 CP sem texturização não foi bem sucedida, visto que a junta não apresentou tenacidade suficiente e decorridas 24 horas após o processo de colagem as partes se desprenderam espontaneamente.

Segundo Molitor et al (2001), pesquisas anteriores mostraram que a resistência pode ser significativamente melhorada por tratamento de superfície dos aderentes antes da colagem. No entanto, muitos dos tratamentos de superfície bem sucedidos envolvem o uso de produtos químicos perigosos, que devem ser eliminados como parte de uma diretiva da União Europeia, o que abre caminho para métodos respeitadores do ambiente menos tóxico. Como resultado, a natureza da superfície influencia a estabilidade da junta colada. Quando exposto a condições com ambiente

quente e úmido, a interface adesivo polimérico-polímero é muito mais estável que a interface adesivo polimérico-metal. Molitor e Young (2004) aponta a necessidade de se efetuar um tratamento na superfície do titânio, de forma a promover o aumento da rugosidade da superfície, o que acarreta uma redução na molhabilidade e um aumento na energia de superfície, proporcionando uma maior eficiência na adesão.

Um importante fator que influencia a precisão na microusinagem a laser é a zona termicamente afetada (ZTA), que se estende além da região de interação do pulso laser e é responsável por uma transformação de fase alterando as propriedades do material colateralmente. O efeito colateral termodinâmico é intrínseco ao processo de ablação quando são utilizados pulsos mais longos que aproximadamente 1 picossegundo, sendo este o caso de lasers comuns utilizados para produzir texturas que têm largura temporal da ordem de dezenas de nanossegundos. Contudo este fator pode ser minimizado depositando-se a energia de forma rápida, através de pulsos curtos e ultracurtos, ablacionando assim o material antes que ocorra a difusão do calor e afete a vizinhança da região de interação (Jandeleit et al, 1998 e Pronko, 1995).

A técnica de amplificação de pulsos com varredura de frequência, ou "Chirped Pulse Amplification", foi desenvolvida por Strickland e Mourou (1985) e em consequência Keller (2010) utilizou lasers de estado sólido bombeados por diodo permitindo o uso de pulsos ultracurtos com energias da ordem de micro e milijoules (μJ e mJ), podendo esses lasers produzir pulsos com alguns femtossegundos de largura temporal e intensidades da ordem de 10^{13} a 10^{14} W/cm^2 . Atualmente os principais tipos de laser ultracurtos utilizados para microusinagem são o Ti:Safira e o Itérbio:Fibra (Yb:Fibra). Os sistemas de Ti:Safira são capazes de produzir pulsos com poucas dezenas de femtossegundos, centrados em 800 nm, com energias da ordem de mJ, e taxas de repetição acima de poucos kHz, enquanto que os lasers baseados em Yb:Fibra geram pulsos centrados em 1030 nm com duração de centenas de femtossegundos e energia limitada no intervalo de poucos μJ , operando com taxas de repetição no intervalo de MHz. Esta maior taxa de repetição permite, contudo maiores velocidades de microusinagem para este tipo de laser.

Segundo Bulgakova et al (2004), uma das principais características destes pulsos, quando são usados para a microusinagem, é a pequena ZTA, devido à dinâmica particular de absorção e ablação gerada por esses pulsos ultracurtos e ultraintensos. O processo de interação da radiação com a matéria envolve muitos fenômenos que ocorrem em diferentes escalas de tempo, desde femtossegundos até nanossegundos. Conforme Ashkenasi et al (2002), os pulsos ultracurtos permitiram uma interação determinística com um limiar de ablação bem definido, porém, o limiar de ablação não depende apenas das características do pulso laser e do tipo de material ablacionado. A absorção do pulso também depende da presença de defeitos na estrutura cristalina desses materiais. A pré-irradiação por um pulso laser num material, mesmo que abaixo do limiar de dano, pode criar defeitos na rede cristalina. Esse processo é chamado de efeito de incubação e é responsável pela diminuição do limiar de dano em materiais pré-irradiados. Desta forma, pulsos laser que atingem o material pré-irradiado têm uma maior facilidade na sequência da ablação do material.

O processo de texturização superficial de materiais exige a sobreposição de pulsos para que a quantidade de material necessária seja arrancada. Assim o limiar de ablação e o parâmetro de incubação são parâmetros importantes para a microusinagem e devem ser previamente conhecidos. Nesse contexto, este trabalho teve seu foco na realização de experimentos impondo alterações nas variáveis fluência, taxa de repetição e parâmetros de incubação pela sobreposição de pulsos.

Para obter a condição de mínima transferência de calor para o material, parâmetros adequados de processo precisam ser utilizados. Assim, a fluência deve estar acima do limiar de ablação para o material. Portanto, o início do trabalho concentrou-se na obtenção dos regimes de baixa e de alta fluência, para posteriormente microusinagem da texturização com parâmetros de processo adequados ao material. Para a medida do limiar de ablação e o parâmetro de incubação, foi utilizada a técnica experimental Diagonal Scan (D-Scan), introduzida por Samad e Vieira (2006).

Os experimentos foram desenvolvidos no Laboratório de Lasers de Altíssima Intensidade do Centro de Lasers e Aplicações do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (CLA-IPEN), com a utilização de pulsos laser de femtossegundos. Como é sabido, este tipo de pulso laser apresenta uma largura temporal muito mais curta que o tempo de interação elétron-fonon, e por este motivo, uma grande quantidade de material pode ser ablacionada antes que a maior parte da energia do feixe de luz seja transferida para a rede cristalina e aqueça o material.

A utilização de lasers com o intuito de texturizar superfícies de ligas de titânio para aderência de CFRP estrutural aeronáutico até então utilizada baseia-se em lasers chaveados de Nd:YAG (Neodymium-doped yttrium aluminium garnet) com pulsos de largura temporal de algumas dezenas de nanossegundos. Neste caso, contudo, o calor produzido pela interação com os pulsos laser causa uma deformação muito grande quando da utilização de chapas muito finas, além de que a região texturizada não proporciona a aderência desejada em virtude do material ressolidificado não proporcionar uma rugosidade adequada. Assim, surge a necessidade de se obter tal textura sem a produção colateral de calor, o que pode ser conseguido com a utilização de laser de pulsos ultracurtos como o disponível nos laboratórios do CLA-IPEN.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Laser de pulsos ultracurtos e sistema de entrega do feixe

O sistema consiste em um laser de Ti:Safira de femtossegundo amplificado pelo método de amplificação por varredura de frequência (Femtopower Compact Pro CE-Phase HP/HR da marca Femtolasers) que gera continuamente pulsos de 25 fs (FWHM) centrados em 775 nm com 40 nm de largura de banda (FWHM), taxa de repetição máxima de 4 kHz e energias máxima por pulso de 750 μ J.

O sistema de movimentação para a execução das usinagens consiste em uma mesa com movimento coordenado dos eixos X e Y via comando Controle Numérico Computadorizado (CNC), enquanto que o movimento no Z é manual através de um micrômetro. Para todos os eixos os movimentos têm precisão micrométrica.

Para estimativa da fluência, considera-se o modelo de propagação de um feixe gaussiano para o cálculo do valor teórico do diâmetro do feixe na superfície da amostra. Desta forma, o diâmetro teórico do feixe na amostra foi determinado conforme a Eq. (1) apresentada em Siegman (1986).

$$\phi = 4 \cdot M^2 \cdot \lambda \cdot f / (\pi \cdot \phi_0) \quad (1)$$

onde ϕ é o diâmetro do feixe no foco, M^2 é o fator de qualidade do feixe, λ é o comprimento de onda do laser, f é o comprimento focal da lente e ϕ_0 é o diâmetro do feixe na entrada da lente. A fluência da energia por pulso é calculada pela razão entre a energia do feixe pela área do feixe no foco ($F_0 = E / A_f$).

2.2. Determinação do limiar de ablação pelo método D-Scan

O método D-Scan foi realizado em uma amostra de Ti Gr. 2 CP com dimensões de 10 mm x 20 mm e espessura de 2,0 mm. No método foram realizados 28 traços, com frequências de 100 Hz, 500 Hz e 4.000 Hz, energias variando de 67,2 μ J até 71,2 μ J, sobreposição de 0,24 até 7.950,50 pulsos. Foi utilizado o gás inerte argônio (Ar) com pureza superior a 99,999% com vazão de 8,0 l/min para proteção da atmosfera das regiões ablacionadas.

Através do MEV foram capturadas as imagens de cada perfil ablacionado e assim medido a metade da dimensão transversal de cada um dos 28 perfis gravados, para que desta forma pudesse ser traçados o gráfico $F_{th} \times D^2$.

2.3. Análises de Microscopia eletrônica de varredura (MEV), Difratomia de raios-X, Perfilometria Ótica e Molhabilidade

As análises de MEV foram feitas em um microscópio modelo TM3000 marca Hitachi. A difratometria de raios-x (DRX) foi realizada utilizando o difratômetro de raios-x marca Rigaku modelo Multiflex a 40 kV e 20 mA usando radiação de Cu- α ($\lambda=1,54184 \text{ \AA}$). Foram selecionadas a amostra 3 da texturização 01 ($F_0 = 23,2 \text{ J/cm}^2$) e a amostra 3 da texturização 03 ($F_0 = 3,3 \text{ J/cm}^2$) para realização das análises. As análises de perfilometria ótica foram realizadas no perfilômetro ZeGage Zometric marca Zygo com duas lentes óticas objetivas, uma com magnificação de 20 vezes e outra de 50 vezes. A medição da molhabilidade foi realizada pelo método do ângulo de contato da gota séssil, conforme a norma ASTM D 5725-99, utilizando uma pipeta com controle de volume micrométrico da marca HTL modelo LM10 e um arranjo que consiste em um conjunto ótico com uma câmera CMOS marca Thorlabs modelo DCC1545C de resolução 1280x1024 pixels, acoplada a um sistema de zoom com magnificação variável de até 12 vezes.

2.4. Junção por adesão das amostras de Ti Gr.2 CP e CFRP e ensaios de tração

Para a colagem foi utilizado o adesivo estrutural DP-460 Scotch-Weld marca 3M, cujo tempo de cura é de 24 horas. Como referência para a colagem foram utilizadas as normas ASTM D1002-01 e ASTM D5868-01, porém com as dimensões das amostras reduzidas. Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina de tração universal marca Instron, modelo 5500R de capacidade 15.000 kgf, com uma célula de carga de 15.000 kgf e gerenciada pelo software Bluehill 2.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Limiar de ablação pelo método D-Scan

No método D-Scan, foram realizados 28 traços, cujos perfis gravados podem ser vistos na Fig. (1), assim como o gráfico da fluência em função do número de pulsos ($F_{th} \times N$) para determinação do limiar de ablação para os regimes de baixa e alta fluência.

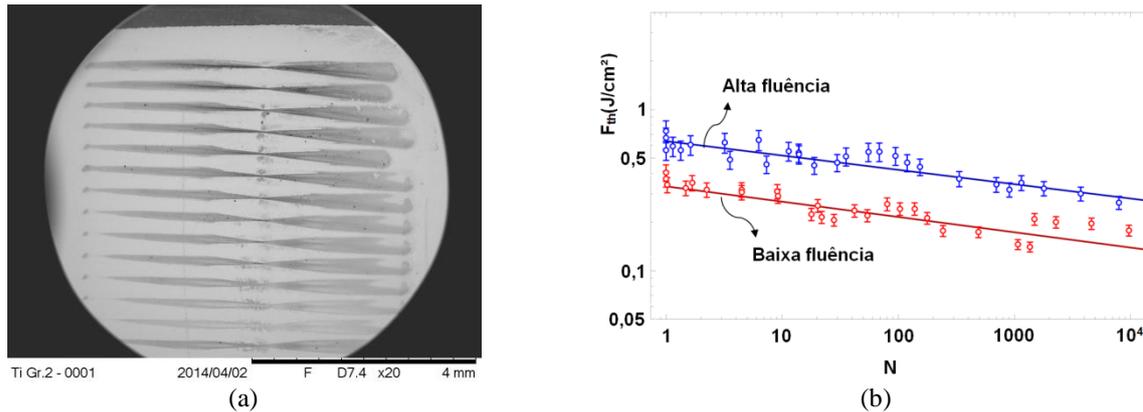


Figura 1. Imagem de MEV dos traços ablacionados na amostra de Ti Gr. 2 CP pelo método D-Scan com aumento de 20x (a) e gráfico da fluência em função do número de pulsos N sobrepostos para o método D-Scan.

Do gráfico da Fig. (1) tem-se que o limiar de ablação para o regime de baixa fluência para 1 pulso é $F_{th} = 0,330 \pm 0,006$ J/cm², e para o regime de alta fluência é $F_{th} = 0,640 \pm 0,006$ J/cm².

3.2. Texturização de lâminas de Ti Gr. 2 CP com espessura de 0,1 mm utilizando laser de pulsos ultracurtos

Na determinação do limiar de ablação pelo método D-Scan, as amostras tinham a espessura de 2 mm. Percebeu-se a não ocorrência de material ressolidificado nas regiões ablacionadas, mesmo no regime de alta fluência. Desta forma, foram executadas 6 (seis) texturizações em lâminas com espessura de 0,1 mm, utilizando valores de fluência desde $0,44 \pm 0,04$ J/cm² (texturização 1), que está próximo ao limiar, até $18,35 \pm 0,04$ J/cm² (texturização 6), com o intuito de atestar a ausência de empenamento. A sobreposição de pulsos foi de 50 para a texturização 1 e reduzida para 1,144 na texturização 2, sendo que da texturização 3 até a texturização 6 não houve sobreposição, ou seja, os pontos ablacionados ficaram espaçados. Em todos os casos foi utilizado o gás inerte argônio (Ar) com pureza superior a 99,999% com vazão de 8,0 l/min para proteção da atmosfera. Vale aqui salientar, que o diâmetro utilizado para estes cálculos foi o diâmetro teórico do feixe laser focalizado sobre a amostra conforme Eq. (1) que foi de 24 μ m. Para fluências maiores, os danos são maiores e o espaçamento precisa ser maior.

Na texturização 1, que tem a maior sobreposição, o efeito de incubação promoveu a maior redução no limiar de ablação, sendo a condição onde ocorreu o maior aporte térmico. As texturizações 1, 2 e 4 podem ser vistas em imagens de MEV na Fig. (2), onde pode ser constatada a sobreposição de pulsos para o primeiro caso e o distanciamento dos pulsos nos demais.

À medida que é aumentada a sobreposição, a relação entre o tamanho do dano e o diâmetro teórico do pulso no foco aumenta, o que é a consequência direta do efeito de incubação. Pode-se notar ainda que na texturização 2 a sobreposição foi mínima, ou seja, com uma sobreposição de 14,4% somente. Devido à combinação dos parâmetros frequência e velocidade, nas texturizações 3, 4, 5 e 6 não houve sobreposição e desta forma foram obtidas trilhas de pontos para estes casos.

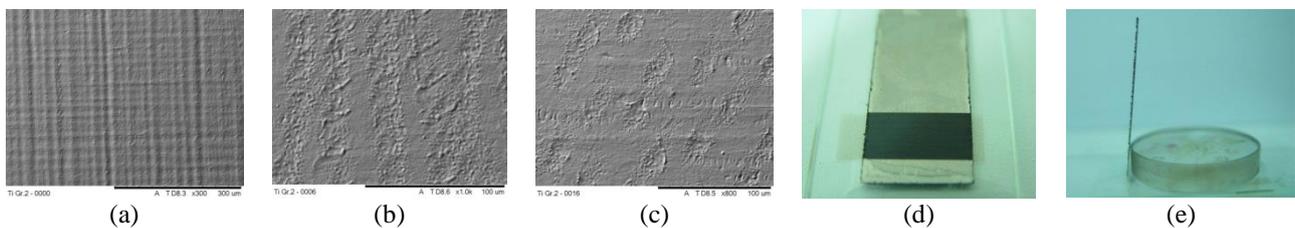


Figura 2. Imagens de MEV na lâmina de 0,1 mm de espessura da texturização 1 com aumento de 300x (a), da texturização 2 com aumento de 1.000x (b) e da texturização 4 com aumento de 800x (c). Fotografia da lâmina com a texturização 1 vista de topo (d) e vista de perfil (e).

Mesmo na condição extrema, que foi a texturização 1, não ocorreram deformações da lâmina, comprovando que mesmo no regime de alta fluência não há significativa transferência de calor à rede cristalina que pudesse causar tais deformações. A Fig. (2) mostra a lâmina com esta texturização, podendo ser constatado que não houve qualquer indício de deformação superficial que causasse empenamento e distorções.

Contudo, nas texturizações onde não ocorreu a sobreposição de pulsos, a usinagem dos “dimples” necessitaria de um tempo extremamente alto para sua execução. Isto acarreta que haveria a necessidade de repetidos passes na mesma região para que ocorresse sobreposição para garantir uma boa profundidade nos pontos ablacionados. Desta forma, a realização de “dimples” pelo sistema disponível seria inviável, o que direcionou os trabalhos para uma outra estratégia, que seria a realização de “traços em malhas” para a obtenção das texturizações.

Como a matriz de pontos produzidos no processo anterior levou a danos muito rasos, o que não deve ser adequado a uma colagem eficiente, foram definidas três texturizações com maior fluência de energia por pulso e sobreposição consideravelmente maior que a da texturização 1, objetivando a microusinagem de traços com uma grande sobreposição de pulsos e a produção de sulcos profundos. As três texturizações nas lâminas de 0,1 mm de espessura foram usinadas utilizando o gás inerte argônio com pureza superior a 99,999% com vazão de 8,0 l/min para proteção da atmosfera.

Para a confecção das texturizações optou-se por executar uma microusinagem em zig-zag cruzada na lâmina de 0,1 mm, de forma a proporcionar uma melhor condição para posterior colagem do CFRP. Para a execução destas geometrias em zig-zag cruzado somente houve a variação do passo entre as linhas usinadas, sendo de 75 µm para a texturização 01, de 100 µm para a texturização 02 e de 200 µm para a texturização 03. A fluência de energia por pulso foi de $3,32 \pm 0,04 \text{ J/cm}^2$ e a sobreposição foi de 1150 pulsos para as 3 (três) texturizações. Com estas geometrias, o principal objetivo seria a análise comparativa sobre a influência da superfície para a adesão do CFRP, uma vez que tais modificações superficiais no Ti Gr. 2 CP acarretariam em condições diferentes para o comportamento e propriedades fluídicas do adesivo estrutural.

Após a execução das texturizações foram feitas análises em MEV, cujas imagens obtidas estão ilustradas na Fig. (3). Assim, foi analisado e constatado que mesmo nesta condição extrema da geometria em zig-zag, ou seja, uma condição onde foi promovida uma considerável remoção de material com sensível profundidade não houve deformação da lâmina.

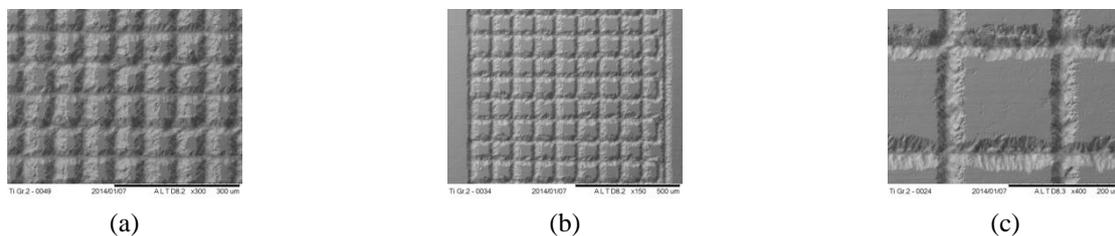


Figura 3. Imagens de MEV das texturizações com geometrias zig-zag cruzadas em lâmina de 0,1 mm de espessura. Texturização 01 com aumento de 300x (a), texturização 02 com aumento de 150x (b) e texturização 03 com aumento de 400x (c).

São mostradas as imagens da texturização 01 em três dimensões obtidas no MEV com o auxílio do software 3D-Image Viewer na Fig. (4), onde pode ser notado que a lâmina de 0,1 mm de espessura não sofreu deformações e empenamento. Pela análise da topografia foi possível medir a profundidade das regiões texturizadas, que resultou em um valor médio de 14,50 µm.

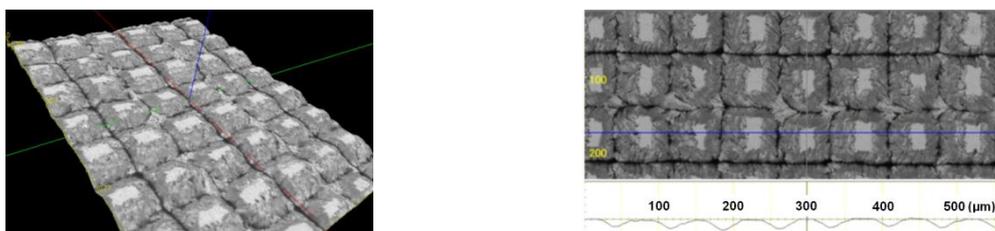


Figura 4. Imagens de MEV em três dimensões da texturização em zig-zag 01 através do software 3D-Image Viewer com aumento de 300x.

Os parâmetros utilizados para a confecção destas texturizações proporcionaram uma condição bastante favorável em virtude de haver uma sobreposição considerável de pulsos e ter promovido uma profundidade satisfatória, além de não ter sido evidenciada a existência de material ressolidificado e tampouco apresentado indícios de empenamento. Com estas condições, esperava-se que a colagem teria uma boa eficiência.

3.3. Texturização em amostras de 2 mm de espessura

A partir da conclusão de que seria possível atuar no regime de alta fluência sem que houvesse deformações nas amostras, foram então texturizadas amostras com 2 mm de espessura. Isto foi necessário, pois para os casos das lâminas de 0,1 mm não seria possível a realização de ensaio de tração. Foram realizadas microusinagens em 3 (três) amostras da texturização 01, 6 (seis) amostras da texturização 02 e 6 (seis) amostras da texturização 03 com os mesmos parâmetros do caso anterior.

As dimensões das amostras são de 60 mm x 10 mm e espessura de 2 mm. A área texturizada foi de 10 mm x 10 mm na extremidade das amostras. Para proteção da atmosfera foi utilizado o gás inerte argônio com pureza superior a 99,999% e vazão de 8,0 l/min.

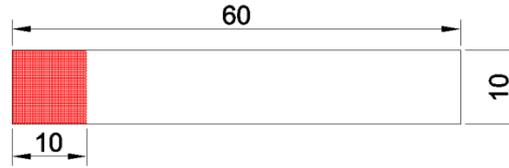


Figura 5. Amostra de 2,0 mm de espessura com região texturizada.

3.4. Difração de raios-X (DRX) em amostras de 2,0 mm de espessura texturizadas com laser de pulsos ultracurtos

Pela análise dos difratogramas de raios-X das amostras texturizadas, que são apresentados na Fig. (6), foi verificado que não há fase β (estrutura cristalina cúbica de corpo centrado) retida, uma vez que somente foi constatada a presença do Ti somente em sua fase α (estrutura cristalina hexagonal compacta) – Powder Diffraction File (PDF 89-4893). Vale ressaltar que a técnica utilizada tem sensibilidade para detectar em uma camada de até 1 (μm) μm , desta forma se houvesse a presença de fase β , ela estaria em uma camada menor que 1 (μm) μm . Assim, de forma evidente, no processo de ablação por laser de pulsos ultracurtos não houve a presença de fase β após o resfriamento.

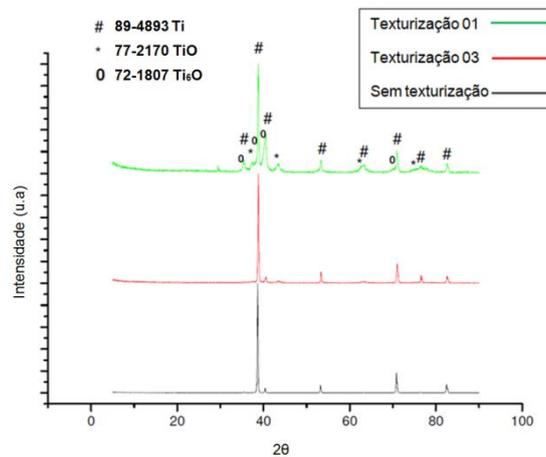


Figura 6. Difratograma de raios-X para as amostras com texturização 01, texturização 03 e sem texturização.

Mesmo atuando no regime de alta fluência, e que acarretou formação de fase líquida, não se nota material ressolidificado. Isto provavelmente ocorreu porque o material fundido foi ejetado para fora da região afetada, e não teve tempo (ou energia suficiente) para aquecer a região vizinha e provocar uma zona afetada pelo calor detectável. Assim, mesmo com alta fluência, a estrutura cristalina da superfície não é modificada e, portanto não gera tensões que levariam à deformação da peça.

Contudo, como o titânio possui alta afinidade com o oxigênio, pode-se verificar as presenças de TiO (PDF 77-2170) e Ti₂O₃ (PDF 72-1807), porém com picos de baixa intensidade relativa, uma vez que houve proteção da atmosfera de interação com gás inerte. Desta forma, pela extrema reatividade do titânio com o oxigênio, mesmo com a utilização do argônio ainda assim houve a reação com o oxigênio e a consequente formação de óxidos. Uma forma de se evitar esta reação seria a utilização de uma “glove box” com baixíssima concentração de oxigênio.

3.5. Perfilometria ótica

Para a determinação de um parâmetro que permitisse uma análise quantitativa da eficiência da junta colada, foram utilizados como parâmetros os valores dos perímetros médios e os volumes médios para cada célula unitária resultante das texturizações.

As imagens da análise de perfilometria ótica estão apresentadas na Fig. (7).



Figura 7. Perfilometria geral (a) e detalhe da célula unitária da amostra 3 da texturização 03 (b).

É possível notar na Fig. (7) a linha do perfil da microssinagem. Tal perfil, que pode ser visto em detalhe na Fig. (8), foi utilizado para determinação do perímetro específico médio e volume específico médio das células unitárias.



Figura 8. Linhas do perfil para determinação do perímetro (a) e volume (b) específicos da texturização 03.

Desta forma, puderam ser determinados os perímetros específicos simplesmente pelo dimensionamento do percurso total da linha do perfil da texturização. De modo análogo foram dimensionadas as áreas acima do perfil e assim, através do produto pelo comprimento de cada célula unitária foram calculados os volumes específicos. As texturizações 01, 02 e 03 apresentaram um perímetro específico de 112,50 μm , 143,32 μm e 303,52 μm respectivamente. Os valores de volume específico foram de $3,010 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$, $1,733 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$ e $1,104 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$ respectivamente para as texturizações 01, 02 e 03.

Para as áreas texturizadas, a texturização 01 apresentou a um total de 17.777 células unitárias, a texturização 02 10.000 e a texturização 03 2.500. Estas quantidades resultaram em volumes totais de 5,351 mm^3 , 1,733 mm^3 e 0,273 mm^3 respectivamente para as texturizações 01, 02 e 03. Estes volumes são na prática todo o espaço a ser preenchido pelo adesivo na superfície da amostra de titânio.

3.6. Medição da molhabilidade

As imagens dos perfis das gotas estão apresentadas na Fig. (9), e com o auxílio do software ImageJ foram determinados os ângulo de contato conforme ilustrado.

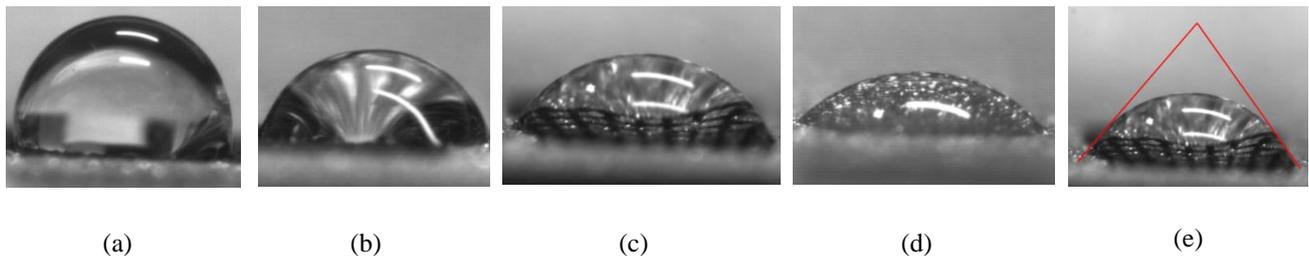


Figura 9. Imagem do perfil da gota para medição da molhabilidade pelo método da gota séssil na texturização 01 (a), texturização 02 (b), texturização 03 (c) e no Ti Gr. 2 CP sem texturização (d). Imagem da texturização 03 no software Image J – linhas representam as referências para determinação do ângulo de contato da gota (e).

As medições dos ângulos de contato indicaram os valores de 99,85°, 83,56° e 50,08° para as texturizações 01, 02 e 03 respectivamente, enquanto que para a superfície sem texturização resultou no valor de 39,54°. Os resultados da molhabilidade para cada amostra indicam o decréscimo do ângulo de contato com o aumento do passo de texturização, o que aumentou a hidrofília da superfície e consequentemente melhorou a molhabilidade. Ainda pode-se perceber que a amostra sem texturização apresenta a melhor molhabilidade.

É importante ressaltar que neste experimento, apesar de o método utilizado seguir as recomendações da ASTM D 5725-99, não foi utilizado um equipamento específico para medição de molhabilidade, e desta forma os valores obtidos podem apresentar alguma variação em relação ao que seriam encontrados em tal equipamento, sendo assim a análise quantitativa não oferece confiabilidade quanto aos exatos valores, porém permite analisar as variações para cada textura usinada. Desta forma os valores obtidos tem um caráter muito mais qualitativo para fins de comparação no desempenho da adesão de cada texturização realizada do que propriamente para determinação de características de molhabilidade das superfícies.

O efeito imediato da texturização da superfície é a influência exercida no ângulo de contato da gota. Estes resultados podem ser utilizados para prever teoricamente a eficiência de adesão na superfície do titânio. Segundo Molitor e Youg (2004), o tratamento da superfície (texturização) promove um aumento da energia de superfície, o que é importante para o aumento da resistência de união e adesivo e durabilidade da junta colada. Desta forma, a texturização modifica e melhora as propriedades superficiais do titânio.

3.7. Junção por adesão das amostras de Ti Gr.2 CP e CFRP

Como a eficiência da colagem depende de alguns aspectos, a utilização do laser de femtossegundos teve um aspecto extremamente favorável quanto aos objetivos deste trabalho, visto que caso tivesse presente material ressolidificado, a aderência do adesivo à superfície seria prejudicada. Desta forma, foram feitas as junções por adesão das amostras de Ti Gr.2 CP texturizadas às amostras de CFRP, conforme apresentado na imagem da Fig. (10).

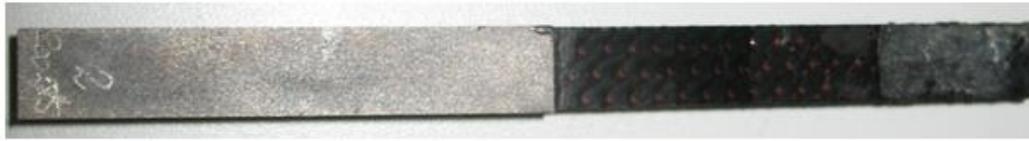


Figura 10 – Imagem da amostra de Ti Gr.2 CP colada ao CFRP.

3.8. Ensaios de tração

Foram realizados os ensaios de tração nas amostras coladas para que fossem determinados os limites de ruptura ao cisalhamento da região colada, em função das diferentes geometrias texturizadas. As imagens de MEV das amostras de Ti Gr.2 CP texturizadas após a ruptura no ensaio de tração estão apresentadas na Fig. (11).

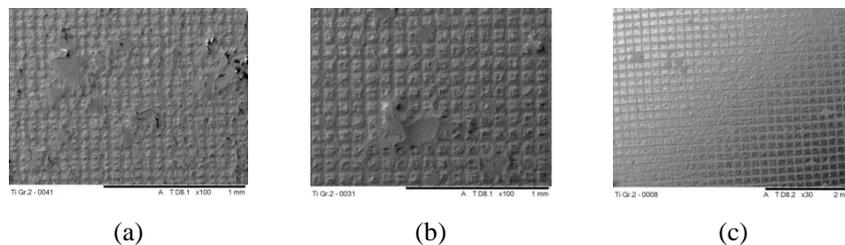


Figura 11. Amostras coladas (a). Imagens de MEV após ruptura por cisalhamento da amostra 3 da texturização 01 no Ti Gr. 2 CP com aumento de 100x (b), da amostra 1 da texturização 02 com aumento de 100x (c) e da amostra 1 da texturização 03 com aumento de 30x (d).

Analisando as imagens é claro notar que o adesivo penetrou nas linhas texturizadas e que de uma forma geral não se observa a presença de nenhum resquício na região não usinada, ou seja, no topo das texturizações. Isto permite concluir que o cisalhamento ocorreu de uma forma relativamente uniforme ao longo de toda a área texturizada, ocorrendo o arrancamento por completo da cola na região de contato com o CFRP.

Os ensaios de tração resultaram nos valores médios das tensões de ruptura ao cisalhamento de 19,49 MPa (desvio padrão de 0,66 MPa), 18,21 MPa (desvio padrão de 1,02 MPa) e 17,28 MPa (desvio padrão de 0,89 MPa) para as texturizações 01, 02 e 03 respectivamente. Pela análise dos resultados há uma tendência de aumento da resistência ao cisalhamento com a diminuição do passo de texturização, ou seja, com a redução da distância entre as linhas texturizadas. Desta forma, esta tendência de aumento da resistência ocorre com a diminuição da molhabilidade. Analisando somente sob o ponto de vista da molhabilidade, poderia ser esperado que a cola fluísse de forma mais fácil nas superfícies com menor ângulo de contato. No entanto, na texturização 01 que é onde há o maior número de células unitárias e o maior volume específico e total, a cola preencheu todas as lacunas da texturização e com isto promoveu uma maior resistência à adesão. Nesta linha de análise, o comportamento mostrou-se coerente visto que a texturização 03 que possui o menor volume específico e total apresentou a menor resistência.

Além disto, um fator que influenciou a eficiência da junta adesiva é a irregularidade das superfícies. A texturização 01 possui as superfícies no topo de cada célula unitária com um aspecto muito mais irregular, o que contribuiu para que a cola tivesse uma maior área de contato com o titânio. Na texturização 01 nota-se que a superfície texturizada apresenta uma irregularidade maior que na texturização 02, que por sua vez também é mais irregular que a texturização 03. Isto ocorre devido à distância entre as linhas de usinagem, ou seja, quanto menor o passo de texturização maior é o efeito do laser na célula unitária vizinha, pois há uma influência mais pronunciada do regime de baixa fluência. Assim, a superfície entre as linhas de usinagem sofre alterações em sua topologia, tornando-a mais irregular. Desta forma, a região onde ocorre o maior dano, que é o centro da linha, é onde se tem a usinagem no regime de alta fluência. A imagem de MEV é apresentada na Fig. (12), onde é apresentada linha feita na determinação do limiar de ablação pelo método D-Scan, onde é possível ver a região afetada pelo regime de baixa fluência, que é a região vizinha à linha usinada. Estas linhas foram executadas com fluência de energia por pulso e sobreposição similares às condições em que foram realizadas as texturizações.

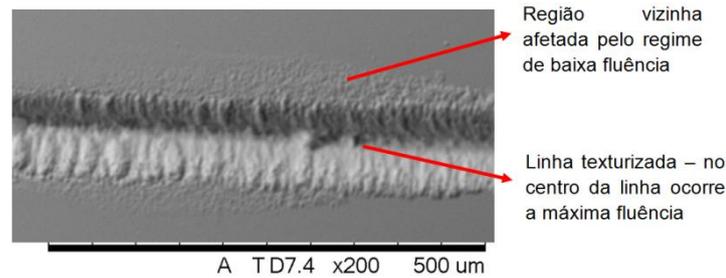


Figura 12 – Imagem de MEV de linha realizada no método D-Scan com fluência de energia por pulso e sobreposição similares às condições das texturizações. Aumento de 200x.

Contudo, pela análise dos desvios padrões dos resultados dos ensaios de tração, os resultados podem ser considerados equivalentes para as três texturizações, visto que os limites inferior e superior da texturização 01 adentram os limites dos resultados da texturização 02, que por sua vez também atingem os limites dos valores obtidos na texturização 03.

4. CONCLUSÕES

Por meio da obtenção dos limiares de ablação para o Ti Gr. 2, pelo laser de pulsos ultracurtos de femtossegundos, através da realização do experimento pelo método D-Scan foi possível a determinação dos regimes de alta e baixa fluência. Com o sistema utilizado neste trabalho não foi possível obter texturizações de “dimples” com pulsos laser de femtossegundos, visto que seria extremamente demorado. A alternativa então de se atuar no regime de alta fluência para produzir uma textura de “traços em malha” mostrou-se eficiente. Através do conhecimento dos limiares de ablação, foram realizadas texturizações em três condições em lâminas de de Ti Gr. 2 CP de 0,1 mm de espessura. Tais texturizações foram realizadas atuando no regime de alta fluência, visto que mesmo nesta condição não acarretou em distorções e empenamento às lâminas além de que o material fundido foi totalmente expelido para fora da região processada, deixando uma superfície livre de material ressolidificado. O tempo de aquecimento, e/ou a energia introduzida não foram suficientes para produzir uma ZTA suficientemente grande para ser detectada, além de ter promovido uma satisfatória profundidade.

A análise das texturizações realizadas permitiu a mensuração da molhabilidade e dos volumes específicos para cada célula unitária bem como o volume total disponível para o preenchimento com o adesivo estrutural. Desta forma, foi verificado que quanto menor a molhabilidade, maior é o número de células unitárias e por consequência, maior o volume total para a penetração da cola. A aderência do Ti Gr. 2 CP ao CFRP apresentou uma tendência de aumento de resistência ao cisalhamento nas texturizações com menor passo entre as linhas usinadas, ou seja, onde havia o maior o volume disponível para a penetração da cola a resistência ao cisalhamento da junta adesiva foi maior. Contudo, pode-se dizer que a resistência é equivalente para as três texturizações realizadas.

Desta forma, a utilização de laser de pulsos ultracurtos mostrou-se extremamente satisfatória para a realização de texturizações em Ti Gr. 2 CP, com a possibilidade de realização de microusinagens com variações nas geometrias e que possibilitem diferentes resistências ao cisalhamento às juntas adesivas, mantendo a integridade do material e com ótima qualidade da região ablacionada.

5. REFERÊNCIAS

- American Society For Testing and Materials. Standard Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to-Metal). West Conshohocken, PA.: ASTM, 2010 (ASTM D1002-10).
- American Society For Testing And Materials. Standard Test Method For Surface Wettability And Absorbency Of Sheeted Materials Using An Automated Contact Angle Tester. West Conshohocken, Pa.: Astm, 2008 (Astm D5725-99).
- American Society For Testing and Materials. Standard Test Method for Lap Shear Adhesion for Fiber Reinforced Plastic (FRP) Bonding. West Conshohocken, PA.: ASTM, 2014 (ASTM D5868-01).
- Ashkenasi, D.; Rosenfeld, A.; Stoian, R. Laser-induced incubation in transparent materials and possible consequences for surface and bulk micro-structuring with ultrashort pulses. Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE), v. 4633, 2002.
- Bulgakova, N. M.; Stoian, R.; Rosenfeld, A.; Hertel I. V.; Campbell, E. E. B. Electronic transport and consequences for material removal in ultrafast pulsed laser ablation of materials. Physical Review B- Condensed Matter and Materials Physics, v. 69, n. 5, 054102, 2004.
- Jandeleit, J.; Horn, A.; Weichenhain, R.; Kreutz, E. W.; Poprawe, R. Fundamental investigations of micromachining by nano- and picosecond laser radiation. Applied Surface Science, v. 127-129, p. 885-891, 1998.

- Lima, M. S. F.; Sakamoto, J. M. S.; Simões, J. G. A.; Riva, R. Laser processing of carbon fiber reinforced polymer composite for optical fiber guidelines. *Physics Procedia*, v. 41, p. 572-580, 2013.
- Molitor, P.; Barron, V.; Young, T. Surface treatment of titanium for adhesive bonding to polymer composites: a review. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 21, n. 2, p. 129-136, 2001.
- Molitor, P.; Young, T. Investigations into the use of excimer laser irradiation as a titanium alloy surface treatment in a metal to composite adhesive bond. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 24, n. 2, p. 127-134, 2004.
- Pronko, P. P.; Dutta, S. K.; Squier, J.; Rudd, J. V.; Du, D.; Mourou, G. Machining of sub-micron holes using a femtosecond laser at 800 nm. *Optics Communications*, v. 114, n. 1-2, p. 106-110, 1995.
- Samad, R. E.; Vieira, N. D. Geometrical method for determining the surface damage threshold for femtosecond laser pulses. *Laser Physics*, v. 16, n. 2, p. 336-339, 2006.
- Samad, R. E.; Machado, L. M.; Vieira Jr., N. D.; De Rossi, W. Ultrashort Laser Pulses Machining. In: I. Peshko (Ed.) *Laser Pulses - Theory, Technology, and Applications*, InTech, p. 143-174, 2012.
- Siegman, A. E.; Lasers. Salsalito, CA.: University Science Books, 1986.

6. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

TEXTURING IN TITANIUM GRADE 2 SURFACE IRRADIATED WITH ULTRASHORT PULSE LASER

CÓDIGO: COF-2015-0420

Alessandro Francelino Nogueira, afnogueira@ipen.br¹

Ricardo Elgul Samad, resamad@iepn.br¹

Nilson Dias Vieira Junior, nilsondv@ipen.br¹

Milton Sergio Fernandes de Lima, milton@ieav.cta.br²

Wagner de Rossi, wderossi@ipen.br¹

¹ Nuclear and Energy Research Institute IPEN, Av. Prof. Lineu Prestes 2242, Cidade Universitária, São Paulo, SP, Brasil,

² Advanced Studies Institute IEAv, Aerospace Technical Center CTA, Rodovia dos Tamoios, km 5,5, São José dos Campos, SP, Brasil.

Abstract: *The laser micromachining texturing is an alternative to improve the binding of adhesion between composites and titanium, applied to electronic elements embedded in the aeronautics industry. The execution of texturing on the titanium blades due to the fact that the preferred joining technique for many composite materials and adhesive bonding. This work was performed in texturing titanium blades using laser ultrashort pulses of femtosecond. This process resulted in minimal heat transfer to the material, avoiding deformation of the surface and the titanium blade and resolidified forming material in the ablated region, which are drawbacks present in the use of laser pulses of long-switched nanosecond order. Three kinds of texturing have been carried out with variations in the distances between the machined line. It was found that the wettability increases when there is the increased distance between the lines of texturing. Advancing in the analysis by optical perfilometry of textured surfaces was observed that there is substantial increase in the volume available for penetration of structural adhesive when the distances between the textured lines are diminished. In tensile tests conducted it was observed that there is a tendency to increase the shear strength of the adhesive joint between the metal and composite materials with decreasing distance between the lines textured, but results in relatively close proximity. However, it was found that the use of ultrashort pulse lasers provide great benefits for the machining of titanium grade 2 commercially pure.*

Palavras-chave: *texturing, titanium, composite materials, ultrashort pulse laser, adhesion*