AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS DE MICROUSINAGEM COM LASER DE PULSOS ULTRACURTOS

DENILSON DE CAMARGO MIRIM

Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais

Orientador:
Prof. Dr. Wagner de Rossi

São Paulo
2016

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS DE MICROUSINAGEM COM LASER DE PULSOS ULTRACURSOS

DENILSON DE CAMARGO MIRIM

Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais

Orientador:
Prof. Dr. Wagner de Rossi

Versão Corrigida
Versão Original disponível no IPEN

São Paulo
2016

Dedico este trabalho a minha esposa Fernanda, meus filhos Letícia, Maurício e Felipe e aos meus pais Brasil e Therezinha.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, a Jesus, pela proteção e pelas experiências que tenho passado em minha vida.

Ao meu orientador, Dr. Wagner de Rossi, por toda sua dedicação, empenho, compreensão, honestidade e a nossa grande amizade que somente cresceu no decorrer da orientação.

A Dra. Sonia Lícia Baldochi e ao Dr. Niklaus Ursus Wetter, por possibilitar a elaboração deste trabalho no Centro de Laser e Aplicações – CLA.

Ao Dr. Ricardo Samad, por disponibilizar o laboratório de Lasers, pelo apoio, amizade e colaboração durante todo o desenvolvimento da tese.

Ao Dr. Nilson Dias Vieira Junior, pela colaboração, pelo apoio, amizade e colaboração durante o desenvolvimento da tese.

Ao IFSP - Campus Itapetininga, pela colaboração na utilização do seu Laboratório de materiais e microscopia especialmente ao Prof. Bruno Gianeli e ao Prof. Pedro Goulart.

A Villares Metals, pela colaboração e cessão de materiais, em especial ao Eng. Deiber L.D.T. Camargo.

Ao técnico Marco Antonio Andrade do CLA, pela cooperação na realização das operações mecânicas.

Ao IPEN/CNEN por ceder as instalações para a realização deste trabalho.

Aos meus colegas do Centro de Lasers e Aplicações e do Centro de Ciências e Tecnologia de Materiais, especialmente para Cristhiano da Costa Herrera, Leandro Gusmão e Alessandro Nogueira pela colaboração e amizade.

Aos órgãos de fomento a pesquisa CNPQ, CAPES e FAPESP que indireta ou diretamente auxiliaram com financiamentos.

“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota.”

(Madre Teresa de Calcutá)

DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS DE MICROUSINAGEM COM LASER DE PULSOS ULTRACURTOS

Denilson de Camargo Mirim

RESUMO

O desenvolvimento de sistemas laser com pulsos ultracurtos trouxe a possibilidade de usinagem de estruturas muito pequenas em praticamente qualquer tipo de material. Neste trabalho foi dada continuidade a estudos já iniciados no Centro de Lasers e Aplicações (CLA) com os materiais dielétricos, introduzindo a largura temporal dos pulsos laser como mais uma variável e utilizando os conhecimentos adquiridos para a determinação de limiares de ablação e parâmetros de incubação em alguns metais como: aço AISI 1045, aço inoxidável VI138, cobre eletrolítico e molibdênio. A ausência de calor no processo de ablação dos metais torna-se muito difícil, pois a criação de uma camada de íons é muito prejudicada pela mobilidade eletrônica ao seu redor. Assim a ablação de metais com pulsos ultracurtos, tem como principal mecanismo a explosão de fase associada a outros processos que também contribuem na ablação, porém em menor escala, como a explosão coulombiana e a fusão ultrarrápida. Além disso, propriedades como a constante de acoplamento elétron-fônon e a condutividade térmica assumem um papel importante e devem ser levadas em conta na investigação do processo de ablação dos metais. Este trabalho possibilitou a obtenção de parâmetros de operação nos quais o calor transferido para a rede é minimizado, possibilitando a microusinagem de precisão e alterações controladas na morfologia da superfície de diversos metais. Os resultados propiciaram assim condições para novos desenvolvimentos e aplicações práticas de usinagem com pulsos ultracurtos.

MICRO MACHINING PROCESS DEVELOPMENT WITH ULTRASHORT LASER PULSES

Denilson de Camargo Mirim

ABSTRACT

The development of laser systems with ultrashort pulses brought the possibility of machining very small structures in virtually any type of material. In this work was continued the studies already started in Lasers and Applications Center (CLA), with dielectric materials, introducing temporal width of the laser pulses as another variable, and using the knowledge acquired to determine ablation threshold and incubation parameters of some metals such as AISI 1045 steel, VI 138 stainless steel, electrolytic copper and molybdenum. The absence of heat in the ablation process of metals is much more difficult since the creation of a layer of ions is greatly impaired by electronic mobility in its vicinity. Hence, the ablation process for metals with ultrashort pulses, has, as main mechanism, the phase explosion associated with other processes that also contribute in the process, but on a smaller scale, such as Coulomb explosion and ultrafast fusion. Moreover, properties such as electron-phonon coupling constant and thermal conductivity play an important role and should be taken into account in investigating the process of ablation of metals. This study made it possible to obtain operation parameter where the heat transferred to the lattice is minimized, enabling precision micromachining and controlled changes in the morphology of the surface of metals. The results provided conditions for new developments and real machining applications with ultrashort pulses.

SUMÁRIO

página

1 INTRODUÇÃO 20

2 OBJETIVOS 25

2.1 Objetivos Gerais 25

2.2 Objetivos Específicos 25

3 REVISÃO DA LITERATURA 27

3.1 Processamento de materiais a laser 27

3.2 Processos de usinagem a laser 27

3.3 Pulsos longos e curtos 29

3.4 Pulsos ultracurtos 33

3.5 Aplicações dos pulsos ultracurtos no processamento de materiais 38

3.5.1 Ondulações periódicas 38

3.5.2 Texturização submicrométrica 40

3.5.3 Microusinagem de alta taxa de ablação 42

3.5.4 Microusinagem de canais e fendas 43

4 FUNDAMENTOS TEÓRICOS 46

4.1 Lasers de Pulsos Ultracurtos (femtossegundos) 48

4.2 Efeitos de incubação 52

4.3 Técnica *D-Scan* 53

5 MATERIAL E MÉTODOS 58

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....67

6.1 Resultados AISI 1045 67

6.2 Resultados no aço VI 138.....81

6.3 Resultados no Cobre eletrolítico.....90

6.4 Resultados para o Molibdênio 98

5.5 Comparação dos resultados entre os quatro materiais 104

6.6 Parâmetros para o processamento dos materiais 110

7 Conclusões.....115

Sugestões para trabalhos futuros.....116

REFERÊNCIAS 117

Lista de Figuras

FIGURA 1 - esquema de remoção de material no local de incidência do pulso laser durante o processo de furação a laser. 30

FIGURA 2 - Principais efeitos que ocorrem no processo de furação a laser com pulsos longos. 32

FIGURA 3 - Processos físicos que ocorrem nas escalas de tempo de nanossegundos, picossegundos e femtossegundos. 34

FIGURA 4 - Resultados de largura de ZTA obtidos em processos de furação de chapas de alumínio de 500 µm de espessura, nas irradiações com lasers de femtossegundos, em (a) e nanossegundos, em (b). A figura também apresenta o efeito de propagação, instantes após o fim da irradiação. 36

FIGURA 5 - Formação de estruturas periódicas induzidas pelo laser (LIPSS) em um aço AISI1045, com período de 590 ηm ± 50 ηm 39

FIGURA 6 - À direita da imagem, o exemplo de efeitos de cor obtido por nanoestruturas controladas com um laser de femtossegundos em uma amostra de aço inoxidável 316L. À esquerda, as imagens de MEV em uma ampliação de 6000 vezes, onde a nanoestrutura controlada tem duas orientações diferentes. .40

FIGURA 7 - Comparação entre as morfologias de silício obtidas nos micro cones antes do ataque com HF em (a) e depois do ataque (b). 41

FIGURA 8 - Imagens de MEV da criação de nano-padrões, que apresentam a influência do aumento da taxa de ablação na molhabilidade do aço inoxidável.Em (a) θ = 112º, em (b) θ = 142º, em (c) θ = 149º, e em (d) θ = 165º.....42

FIGURA 9 - Microusinagem de canais de 100 µm de largura no BK7 em forma de cruz. 45

FIGURA 10 - Esquema de movimentação da amostra que produz o perfil de ablação gravado na superfície, decorrente da sua movimentação em relação ao feixe laser no método *D-Scan.* 54

FIGURA 11 - Desenho esquemático do perfil gerado pela movimentação da amostra em relação ao feixe laser no método *D-Scan.* 54

FIGURA 12 - Esquema de focalização de um feixe gaussiano.....56

FIGURA 13 - Diagrama de fases Ferro-Carbono.....59

FIGURA 14 - Traços gerados pela técnica *D-Scan* no aço AISI 1045 com pulsos de 25 fs. 62

FIGURA 15 – Em (a) imagem obtida no MEV, na qual são mostrados os seis primeiros traços (N) gerados pela técnica *D-Scan*. Em (b) imagem do MO, que mostra medidas de $2\rho_{max}$ utilizadas no cálculo do limiar de ablação do AISI 1045 no regime de baixa fluência. 67

FIGURA 16 - Limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N) obtido na execução dos traços no aço AISI 1045 nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs em regime de baixa fluência.....68

FIGURA 17 - Melhores acabamentos de borda obtidos na execução do traços no aço AISI 1045, na região de medida do ρ_{max}, nas larguras temporais de 25 fs (a), 80 fs (b) e 125 fs (c). 70

FIGURA 18 - Condição de maior sobreposição de pulsos na execução dos traços no aço AISI1045. Em (a) região de maior largura do traço de maior sobreposição, e em (b) mesmo traço em perspectiva 3D. 71

FIGURA 19 - Traço com melhor acabamento de borda para o AISI 1045; foco 0,4 a 0,6 mm dentro da peça; N = 1380. Em (a) traço de melhor acabamento em perspectiva 3D, obtida no MEV. Em (b) traços 5 e tr6 destacado na ampliação da imagem. 73

FIGURA 20 - Imagens do MEV das estruturas granuladas para N entre 600 em (a) e 230 em (b), na região de medida do ρ_{max}. Em (b), imagem do centro do traço com ampliação de 12000x. 74

FIGURA 21 - LIPSS em (a) e mudança de coloração, na região de medida do ρ_{max} N = 24 (a); pulso único (b) e período de 590 ηm ± 50 ηm.....75

FIGURA 22 - Em (a), imagem do MO do traço de melhor acabamento de borda com destaque para grãos que foram cortados pelo laser. Em (b), imagem do MEV que mostra microestrutura inalterada entre os traços de maior sobreposição de pulsos.....77

FIGURA 23 - Imagens obtidas no MO que mostram em (a) sobreposição de 10 pulsos. Em (b) mesmo traço próximo a cintura do traço. 77

FIGURA 24 - Imagens do MO apresentam em (a) e (b), sobreposição de aproximadamente 15131 pulsos. Em (c), sobreposição de aproximadamente 3562 pulsos, com foco posicionado na superfície da amostra. 78

FIGURA 25 - Pontos de execução do ensaio de microdureza Vickers nas regiões da mudança microestrutural na extensão do traço e em seu entorno, em imagem obtida no MO.....80

FIGURA 26 - Limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N) obtido na execução dos traços no aço VI 138 nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs. 81

FIGURA 27 - Melhores acabamentos de borda obtidos na execução dos traços *D-Scan*no aço VI 138, na região de medida do $\rho_{max,}$ nas larguras temporais de 25 fs (a), 80fs (b) e 125 fs (c).....84

FIGURA 28 - Condição de maior sobreposição de pulsos na execução dos traços no aço VI 138 na largura temporal de 80 fs nas imagens obtidas no MEV, em (a), e no perfilômetro óptico (b). 85

FIGURA 29 - Imagem obtida no MEV (a) e no perfilômetro óptico (b) da condição na qual se obteve a borda melhor definida na execução dos traços *D-Scan* no aço VI 138, com sobreposição de aproximadamente 1400 pulsos, na região entre 0,4 e 0,6mm à esquerda da posição onde o foco passa pela superfície da amostra (cintura do traço). 85

FIGURA 30 - Condições em que se obtém estrutura granulada com a ablação de pequenas porções de material gerando uma estrutura granulada, na região de

medida do $\rho_{max,,}$ na largura temporal de 80 fs. Em (a) 720 pulsos sobrepostos e em (b) 45 pulsos sobrepostos. 87

FIGURA 31 - Condições em que se obtém estrutura ondulada e mudança de coloração na superfície irradiada, na região de medida do ρ_{max}. Em (a) sobreposição de 9 pulsos e em (b), sobreposição de 1,7 pulsos, na largura temporal de 80 fs. 88

FIGURA 32 - Em (a), a imagem mostra posição próxima à cintura do traço, sem propagação de efeitos térmicos para além da região ablacionada. À direita, em (b), sobreposição de 1400 pulsos, com largura temporal de 80 fs e melhor acabamento de borda,apresentando microestruturalateral ao traço inalterada. ...89

FIGURA 33 - À esquerda, em (a) sobreposição de 59 pulsos. À direita, em (b), sobreposição de 22 pulsos, ambos na largura temporal de 80 fs. 89

FIGURA 34 - Limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N) obtido na execução dos traços *D-Scan* no Cobre nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs. 90

FIGURA 35 - Melhores acabamentos de borda obtidos na execução do traços *D-Scan* no cobre, na região de medida do ρ_{max}, nas larguras temporais de 25 fs em (a), 80 fs em (b) e 125 fs em (c). 92

FIGURA 36 - Condição de maiores sobreposições de pulsos na execução dos traços *D-Scan* no cobre, na largura temporal de 25 fs. Em (a), imagem dos traços das três maiores sobreposições de pulsos obtida no MEV e à direita, em (b), imagem dos traços executados com as duas maiores sobreposições, obtidas no perfilômetro óptico. 93

FIGURA 37 - Em (a) imagem do MEV na condição em que se obteve melhor definição de borda na execução dos traços *D-Scan* no Cobre, afastado entre 0,4 e 0,6 mm da cintura do traço, com sobreposição N ~ 3200 pulsos, e largura temporal de 25 fs. Em (b), mesmo traço em imagem obtida no perfilômetro óptico. 93

FIGURA 38 - Condições em que se obtém estrutura granulada na região de medida do ρ_{max}, na largura temporal de 80 fs. Imagens obtidas no MEV mostram em (a) sobreposição de aproximadamente 600, em (b) de aproximadamente 2500 pulsos sobrepostos. 94

FIGURA 39 - Condições em que se obtém estrutura ondulada e mudança de coloração na superfície irradiada, na região de medida do ρ_{max}. Em (a) sobreposição de 300 pulsos e em (b) de 147 pulsos. 95

FIGURA 40 - Em (a), posição próxima a cintura do feixe entre os traços *D-Scan* de maior sobreposição, acima de 15000 pulsos sobrepostos, sem indícios de propagação de efeitos térmicos para além da região ablacionada. Em (b), traço de aproximadamente 2000 pulsos sobrepostos de melhor acabamento de borda, entre 0,4 e 0,6 mm da cintura do traço, apresentando microestrutura inalterada. 96

Figura 41 - Em (a) traços de maiores sobreposições de pulsos, que apresentam material fundido no centro do traço e laterais livres de fusão. Em (b) lateral do traço de maior sobreposição que evidencia a ausência de efeitos de fusão nessa região. 97

FIGURA 42 - Em (a), região próxima a cintura do traço obtida com sobreposição de 45 pulsos, sem indícios de efeitos térmicos. Em (b), imagem da região da cintura do feixe, com uma sobreposição de10 pulsos, que mostra a microestrutura do fundo do traço sem a presença de material fundido.....97

FIGURA 43 - Limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N) obtido na execução dos traços *D-Scan* no Molibdênio, nas larguras temporais de 25, 85 e 125 fs. 98

FIGURA 44 - Melhores acabamentos de borda obtidos na execução dos traços*D-Scan* no Molibdênio, na região de medida do ρ_{max}, nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs. Fonte: Autoria própria. 100

FIGURA 45 - Imagem obtida no perfilômetro óptico, na condição de maiores sobreposições de pulsos na execução dos traços *D-Scan* no molibdênio, na largura temporal de 80 fs. 101

FIGURA 46 - Em (a) sobreposição de 330 pulsos, condição em que se obtém estrutura granulada na largura temporal de 80 fs, na região de medida do ρ_{max}. Em (b), mesma condição de processo na largura temporal de 125 fs. 102

FIGURA 47 - Condições em que se obtém estrutura ondulada e mudança de coloração na superfície irradiada, na região de medida do ρ_{max}. Em (a), sobreposição de 6 pulsos e em (b), de 147 pulsos. 103

Figura 48 - Gráficos de F_{th} x N, obtidos através da técnica *D-Scan* nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs. Em (a) resultados obtidos no AISI 1045, em (b) no VI 138, em (c) no cobre e em (d) no molibdênio. 104

FIGURA 49 - Imagens obtidas no MEV que apresentam os seis primeiros traços *D-Scan* realizados nos quatro materiais investigados. Em (a) aço AISI 1045, em (b) aço inoxidável VI 138, em (c) molibdênio e em (d) cobre. 108

FIGURA 50 - Imagens do MEV mostram formação de LIPSS nas superfícies dos materiais. Em (a), o aço AISI 1045, em (b), o aço inoxidável VI 138, em (c), o molibdênio e em (d), o cobre.....109

FIGURA 51 – Representação das regiões onde foram obtidas as melhores condições para a obtenção de estruturas de corte, texturização e texturização submicrométrica.....111

FIGURA 52 - Em (a) ampliação de 600x de fenda obtida no aço AISI 304. Em (b) ampliação de 4000 x, com destaque para a formação de ripples nas bordas da fenda. 113

Figura 53 - Traços com alta absorção de luz produzidos sobre aço VI 138. Os traços verticais possuem 50 e 80 µm de largura e o horizontal 20 µm. 114

Lista de Tabelas

TABELA 1 - Composição química do AISI 1045. 59

TABELA 2 - Composição química do VI 138.....60

TABELA 3 - Propriedades térmicas dos materiais e suas constantes de acoplamento elétron-ônon. 61

TABELA 4 – Valores da taxa de repetição e velocidades v_z (longitudinal) e v_y (transversal) de cada um dos traços executados com a técnica *D-Scan*.....64

TABELA 5 - Limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), (F_{th10}^4) e o Fator de incubação (S) do AISI1045. 69

TABELA 6 - Dureza Vickers nos pontos analisados no ensaio de dureza. 80

TABELA 7 -. Limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), (F_{th10}^4) e Fator de incubação (S) do VI 138.....83

TABELA 8 - Limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), (F_{th10}^4) e o fator de incubação (S) do cobre. 91

TABELA 9 - Limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), (F_{th10}^4) e fator de incubação (S) do Mo. 99

TABELA 10 - Valores estimados da constante de acoplamento elétron-fônon (γ) e condutividade térmica (k) dos materiais estudados. 106

TABELA 11 - Medidas das periodicidades dos LIPSS nas superfícies irradiadas dos materiais.....110

TABELA 12 - Melhores condições de processo do aço AISI 1045.....111

TABELA 13 - Melhores condições de processo do aço inoxidável VI 138. 112

TABELA 14 - Melhores condições de processo do cobre. 112

TABELA 15 - Melhores condições de processo do molibdênio.....112

TABELA 16 – Condições nas quais se obtém as estruturas de LIPSS, granulada e de canal na superfície dos quatro materiais investigados. 116

Lista de símbolos

$W.cm^{-2}$	Unidade : Watts por centímetro quadrado
K	Unidade: Kelvin, grandeza: temperatura.
mm	Prefixo do SI (milímetros) 10^{-3} metro, grandeza: comprimento.
mm^2	Prefixo do SI milímetros elevado ao quadrado, grandeza: área.
W	Unidade: watt, grandeza: potência.
Hz	Unidade: hertz, grandeza: freqüência.
f	Taxa de repetição de cilclos (Hz)
$Ø_{min}$	Diâmetro mínimo na cintura do feixe laser (mm)
$Ø_0$	Diâmetro inicial do feixe laser (mm)
s	Unidade: segundo, grandeza: tempo
$mm.s^{-1}$	Unidade: milimetros por segundo, grandeza: velocidade.
Ar	Argônio
ηm	Prefixo do SI nano 10^{-9}, grandeza: comprimento
μm	Prefixo do SI micro 10^{-6}, grandeza: comprimento
ms	Prefixo do SI mili 10^{-3}, grandeza: tempo
μs	Prefixo do SI micro 10^{-6}, grandeza: tempo
ηs	Prefixo do SI nano 10^{-9}, grandeza: tempo
ps	Prefixo do SI pico 10^{-12}, grandeza: tempo
fs	Prefixo do SI femto 10^{-15}, grandeza: tempo
C_e	Calor específico do elétron $J.(kg.K)^{-1}$

C_i	Calor específico da rede $J.(kg.K)^{-1}$
γ	Constante de acoplamento elétron-fonôn ($W.m^{-3}.K^{-1}$)
T_e	Temperatura dos elétrons (K)
T_i	Temperatura da rede (K)
k_e	condutividade térmica do elétron ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
Q	Fluxo de calor ($W \cdot m^{-2}$)
A	Absorvidade (que caracteriza o índice de aborção do laser)
α	coeficiente de absorção do material
I(t)	intensidade do pulso laser (W)
τ_ι	duração do tempo de aquecimento da rede (s)
F_a	Fluência absorvida do laser ($J.\ cm^{-2}$)
δ	profundidade de absorção óptica (mm)
ℓ	comprimento de difusão térmica (mm)
ρ	densidade do material ($g.cm^{-3}$)
Ω	calor específico de evaporação por unidade de massa $J.(kg.K)^{-1}$
L	propundidade de ablação (mm)
F_{th}	Limiar de ablação ($J.\ cm^{-2}$)
w_0	raio médio da cintura do feixe laser (mm)
w_z	raio calculado em um ponto ao longo do deslocamento do feixe laser (mm)
S	parâmetro de incubação
E_0	Energia do pulso laser (J)
ϱ_3	função teta elíptica Jacobi do terceiro tipo
ρ_{max}	dimensão transversal máxima do dano no material (mm)
v_y	velocidade de translação transversal da amostra ($mm.s^{-1}$)

N	Número de pulsos incidentes na superfície
M^2	Fator de qualidade do feixe laser
λ	comprimento de onda do laser (ηm)
z	distância do centro da cintura do feixe laser (mm)
HV	Dureza Vickers

1 INTRODUÇÃO

A alta complexidade de inúmeros equipamentos dos dias de hoje surge principalmente da incorporação de tecnologias multidisciplinares atuando em conjunto. Isto implica numa alta concentração de partes e componentes que, obviamente, necessitam ser miniaturizados para diminuir custos, potência consumida e peso entre outros. Alguns exemplos são os MEMS (*micro eletro-mechanical systems*) (Ozevin, 2014; Fukunishi e Watanabe, 2015; Torunbalci *et al.*, 2015); sensores de monitoramento estrutural (para medidas de fadiga, corrosão e de laminação) (Giglio *et al.*, 2013; Ozevin, 2014); micro-trocadores de calor (Reay *et al.*, 2013; Liu e Yang, 2014); microfuros para aumento da absorção de luz em células fotovoltaicas (Lam *et al.*, 2013), circuitos microfluídicos (Jiang e Korivi, 2014; Kitenbergs *et al.*, 2015; Knowlton *et al.*, 2015), bicos injetores de combustíveis (Tong *et al.*, 2013; Yong e Ruiqin, 2013; Singh *et al.*, 2015) e outros desenvolvimentos.

As técnicas de produção miniaturizada, ou de micro-fabricação, são as mais diversas e a maioria já está incorporada a vários processos produtivos. Todas elas têm sua característica própria, como área de atuação, materiais, produtividade, dimensão usinada característica, entre outras. A escolha do particular processo depende das vantagens e desvantagens de cada caso.

Em geral, os processos de micro-fabricação podem ser divididos em processos de usinagem por subtração de material, por adição de material, ou a chamada usinagem *near-net shape*.(Cominotti e Gentili, 2008; Guo *et al.*, 2014; Samarov *et al.*, 2015). Os processos mais comuns de microusinagem por subtração de material são: *micro-etching*; micro descarga elétrica (EDM); eletro-química (ECM), ultra-som; jato de micro-abrasivos; e usinagem por feixe (de íons,

de elétrons ou de fótons). Os processos de adição de material incluem: sinterização por laser; consolidação por laser e estéreo litografia (prototipagem rápida) (Guo *et al.*, 2015). A usinagem *near-net shape* compreende a injeção de micro moldes; micro fundição e micro conformação. Cada um destes processos apresenta limitações e desvantagens, as mais importantes são: baixa produtividade; grande zona afetada pelo calor; produção de rebarbas; baixa razão de aspecto (razão entre profundidade e largura usinada), inclinação das paredes usinadas, desgaste e/ou quebra da ferramenta, modificação na composição ou morfologia do material; operação em vácuo, limitação do tipo de material, etc (Flater *et al.*, 2006; Singh *et al.*, 2008; Ghoshal e Bhattacharyya, 2015; Jackson *et al.*, 2015).

A microusinagem por laser é um caso particular de usinagem por feixe de fótons, e apresenta características muito peculiares. Não há contato e, portanto, não há quebra ou desgaste da ferramenta; é um processo de fácil automação e pode ter grande produtividade. A flexibilidade do processo talvez seja sua maior vantagem, pois diversos parâmetros podem ser controlados simultaneamente em uma faixa extremamente larga de valores. Isto possibilita a utilização de feixes laser em um número muito grande de aplicações na área de fabricação, como soldagem (Meco *et al.*, 2015), furação (Adelmann e Hellmann, 2015), corte, *cladding* (Choubey *et al.*, 2015), etc. Por se tratar de luz, pode ser focalizado em pontos muito pequenos. Por se tratar de luz monocromática e coerente, e com distribuição espacial Gaussiana, um feixe laser é a fonte de energia com a qual se pode obter a maior intensidade. O diâmetro do ponto focal de um feixe laser pode ser limitado por difração, ou seja, pode ter dimensões da ordem de seu comprimento de onda, que pode ser de poucas centenas de nanômetros para lasers operando no ultra-violeta.

Os diâmetros micrométricos, ou até sub-micrométricos, tornam o laser uma ferramenta de alta precisão. A alta intensidade obtida, especialmente quando se usa pulsos curtos (de nanossegundos-ns ou de picossegundos-ps) ou ultracurtos (femtossegundos-fs), possibilita a interação com qualquer tipo de material, não importando sua dureza, temperatura de fusão ou outra propriedade

térmica ou mecânica. Esta alta precisão, contudo, pode apresentar um grande problema, que é a natureza térmica na maioria dos casos da sua interação com a matéria. Nestes casos, a região afetada se estende para além dos limites do diâmetro do feixe laser, que interage com o material, devido à condução de calor. Além de aumentar o tamanho da “ferramenta” de usinagem, o calor gerado também produz uma camada líquida que se ressolidifica nas bordas da região processada sob a forma de rebarbas. Isto leva a uma piora na precisão do processo e à necessidade de um retrabalho da peça acabada. Além disso, uma zona afetada pelo calor também é formada em uma região que pode se estender por dezenas ou mesmo centenas de micrometros para além da região usinada (Baghjari e Akbari Mousavi, 2013; Ma *et al.*, 2014; Nayak *et al.*, 2015).

O uso de lasers de ultravioleta em dielétricos praticamente não apresenta estes problemas, pois a alta energia de fóton quebra as ligações moleculares produzindo uma usinagem limpa e sem rebarbas. Estes lasers, contudo, não apresentam feixes gaussianos adequados e são de difícil manipulação. No caso de metais, outro problema ainda surge, pois os elétrons livres da camada de condução são os responsáveis pela absorção da radiação, a qual não pode então ser utilizada para a quebra das ligações químicas. Assim, a energia absorvida pelos elétrons livres é rapidamente transferida para a rede que aquece e se funde (Bulgakova *et al.*, 2007).

No caso de lasers com pulsos de duração inferior a picossegundos, esta situação pode mudar radicalmente. Como o tempo de transferência de calor dos elétrons (da banda de condução) para o átomo é da ordem de um a dezenas de picossegundos (Bulgakova *et al.*, 2007), todo o processo de ablação (ejeção de material) pode ocorrer antes que a maior parte da energia absorvida seja transferida para a rede, e um processo livre de efeitos térmicos significativos pode ser possível para alguns materiais. Lasers de femtossegundo são assim utilizados em diversos tipos de materiais para gerar estruturas extremamente precisas, com dimensões abaixo de um micrometro (Li *et al.*, 2009).

No grupo de lasers do IPEN também estão sendo desenvolvidos trabalhos de usinagem em dielétricos com pulsos ultracurtos, que já produziram alguns dispositivos microfluídicos simples em vidro óptico de BK7 (Machado *et al.*, 2011) e mais recentemente fazem parte de um projeto temático da FAPESP: (2013/26113-6 - "**Microusinagem com laser de pulsos ultracurtos aplicada na produção e controle de circuitos optofluídicos"**). Agora, estes estudos foram aprofundados com a introdução de uma nova variável, ou seja, a largura temporal dos pulsos laser. Até o momento, este parâmetro foi mantido constante em aproximadamente 100 fs e todos os desenvolvimentos foram feitos com esta largura temporal. Este parâmetro não havia sido variado devido ao grande trabalho necessário para a obtenção dos limiares de ablação (dano) e dos parâmetros de incubação para cada tipo de material e para cada largura temporal. O desenvolvimento, pelo próprio grupo, de um novo método de medida, *D-Scan* (Samad e Vieira, 2006; Machado *et al.*, 2012), possibilita a sua determinação com muito mais facilidade e rapidez que o método tradicional, e foi utilizado para estudos onde a largura temporal dos pulsos laser foi fixada em 25, 80 e 125 fs.

Para o caso de metais, o problema é mais complexo, e a obtenção de um processo totalmente livre de efeitos térmicos é praticamente impossível. A alta mobilidade eletrônica reduz muito a formação de uma camada de íons abaixo da camada de elétrons ejetados pelo laser, o que dificulta a retirada do material por efeito Coulomb (Bulgakova *et al.*, 2004; Bulgakova *et al.*, 2005). A produção de calor torna-se mais provável e a maior parte do material é ejetada por um efeito de explosão de fase (Lorazo *et al.*, 2003). Assim, o desenvolvimento de processos com fs em metais é muito importante, no sentido de minimizar os efeitos térmicos e produzir uma usinagem limpa e com pouca ou nenhuma zona afetada pelo calor.

Neste trabalho, portanto, foram determinados os limiares de ablação, nas regiões de baixa e de alta fluência e os parâmetros de incubação para alguns metais, com características físicas e metalúrgicas bem diferentes, também em função da largura temporal e assim obteve as condições para o desenvolvimento

de processos de usinagem de precisão nestes tipos de materiais. Alguns trabalhos estudaram a dinâmica de ejeção de material metálico em função da largura temporal do pulso laser (Rosandi e Urbassek, 2010), mas nenhum fez um estudo completo como o aqui proposto, não existindo assim, na literatura, uma carta de processos para nenhum tipo de material metálico. Desta forma, a proposta de doutorado é inédita, e contribui para maior compreensão da dinâmica dos processos envolvidos, bem como para otimização de processos de usinagem principalmente para os lasers de Ti:safira, com pulsos mais curtos (25 a 200 fs).

Com os estudos fundamentais da interação radiação-matéria completados, alguns dispositivos práticos devem ser fabricados a partir dos resultados obtidos. Assim, para os metais, orifícios e fendas de precisão devem ser produzidos e podem ser direcionados para aplicações como as de calibração de aparelhos de mamografia e de colimadores de elétrons para microscópios eletrônicos. Para melhor entendimento do problema, uma breve discussão da teoria relacionada é apresentada a seguir.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos Gerais

O principal objetivo deste trabalho foi contribuir para o entendimento e conhecimento dos fenômenos e, principalmente, dos efeitos, que surgem quando da interação de pulsos laser ultracurtos com metais. Com isto, desejava-se obter condições para o processamento controlado de metais com este tipo de pulsos laser de maneira a minimizar ou eliminar efeitos associados a produção de calor.

2.2 Objetivos Específicos

Os principais objetivos do trabalho foram:

1- A determinação dos limiares de ablação, em regiões de baixa e alta fluência e dos parâmetros de incubação em função da largura temporal e do número de pulsos sobrepostos para os metais: aço médio carbono AISI 1045, aço inoxidável VI 138, cobre eletrolítico e molibdênio.

2- A obtenção de cartas de processo para cada tipo de material que resulte em uma relação entre os parâmetros de processo, tipo de acabamento superficial, de borda e possíveis efeitos térmicos para cada caso. Assim, seu estado físico e a integridade da sua vizinhança devem ser determinados pelas condições utilizadas no processo.

3- Determinar as melhores condições de processo, para permitir que,

possibilite novos desenvolvimentos na área de processamento de materiais a laser, principalmente na microusinagem de precisão e tratamento de superfícies.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Processamento de materiais a laser

A evolução do laser a partir de sua descoberta, associado à sistemas de automação, tornaram o processamento de materiais a laser uma realidade que se difundiu muito rapidamente dando novas soluções e alternativas aos mais diversos processos industriais. O primeiro registro de aplicação comercial do laser foi na operação de furação de trefilados diamantados utilizando um laser de rubi, feito pela Western Electric, nos EUA (Anon, 1966).

Nos últimos anos, o uso do feixe laser como ferramenta está entre os métodos de processamento de materiais mais avançados e modernos, ocupando uma posição de destaque na indústria, apresentando inclusive um crescimento superior em relação a outros processos (Steen e Mazumder, 2010). Assim, a precisão, a alta velocidade de fabricação e a grande diversidade de aplicações nos processos industriais, como corte, soldagem, revestimento e tratamento de superfícies, ablação, gravação, entre outros, tornaram o laser uma ferramenta muito versátil e utilizada.

3.2 Processos de usinagem a laser

A usinagem, segundo a norma DIN 8580 de 1985, de uma forma geral é caracterizada pela remoção controlada de uma fração de material, na forma de cavaco, da superfície de uma peça, que possibilita sua modelagem ou um acabamento superficial.

Na usinagem a laser, porém, essa remoção ocorre em função da absorção da energia laser pelo material usinado. Assim a ejeção ou ablação que ocorre na superfície de um material irradiado por um feixe laser, se deve à

absorção de sua energia, que provoca um aquecimento e por uma transformação de fase termodinâmica, sólido-líquido-gás ou sólido-gás, que promove a sua ablação. Para materiais como os dielétricos, por exemplo, pode até ocorrer à ejeção de material em um processo praticamente atérmico. Nesse caso, o processo ocorre devido à ionização da superfície do material induzida pelo laser (Stoian *et al.*, 2000; Reif *et al.*, 2002).

Para a obtenção de resultados satisfatórios no processo de usinagem a laser, é de fundamental importância o conhecimento das propriedades térmicas e elétricas do material a ser usinado, assim como a seleção do laser mais apropriado para se obter o resultado desejado. Outro fator importante é a seleção dos parâmetros do laser adequados para cada tipo de usinagem que se deseja obter, pois a maneira como a energia é depositada pelo laser e absorvida pelo material é de fundamental importância no processo de ablação e no controle dos diferentes regimes de usinagem, determinando as características e o seu acabamento.

Os principais parâmetros a serem observados são: o comprimento de onda do laser, a densidade espacial de energia (fluência), distribuição temporal de potência do laser (largura temporal do pulso), além da atmosfera de proteção na região de interação (gás de proteção). Assim, o excesso de energia depositada na superfície do material (alta fluência) pode afetar o controle do processo de usinagem, o acabamento de bordas com a formação de rebarbas e material ressolidificado, além de promover a criação ou a expansão de uma zona termicamente afetada (ZTA) no material usinado. Além disso, a formação do plasma se intensifica com o aumento da energia, o que também contribui para a formação de uma ZTA. A ZTA é a região que não se fundiu durante a operações de usinagem como corte, ablação ou na operação de soldagem, porém teve sua microestrutura e propriedades alteradas pelo calor induzido nessas operações. O calor dos processos e posterior resfriamento faz com que aconteça a alteração na área circundante a operação. A extensão e magnitude da mudança de propriedades depende principalmente do material de base e a quantidade e concentração de entrada de calor pelo processo.

O uso de lasers pulsados se apresenta bastante adequado ao processo de usinagem de metais, no qual a ausência de calor no processo é mais difícil de ser alcançada, pois em função da alta potência de pico obtida, concentrada em curtos períodos de tempo, possibilita a obtenção de altas intensidades em lasers de pulsos curtos (nanossegundos) e de pulsos ultracurtos (femtossegundos), o que permite maior absorção do material. Assim, as altas intensidades alcançadas associadas ao curto tempo de interação propiciada pelo uso desses lasers, permitem que o material seja ablacionado mais rapidamente, diminuindo o tempo de difusão do calor, pois boa parte do material aquecido é ejetado no processo de ablação.

Os processos de usinagem com lasers pulsados propiciam diferentes dinâmicas de ablação, resultantes principalmente da variação das larguras temporais utilizadas. Assim as dinâmicas de ablação podem ser divididas em: pulsos longos e curtos, e de pulsos ultracurtos.

3.3 Pulsos longos e curtos

São considerados pulsos longos, os pulsos que apresentam uma duração temporal de interação com o material, superior a 10^{-9} segundos, ou seja, acima de nanossegundos. De maneira prática os pulsos longos podem ser classificados como aqueles que apresentam a duração de pulso entre milissegundos (10^{-3}s) e microssegundos (10^{-6}s). Para o caso dos metais, por exemplo, durante o processo de interação, os elétrons da banda de condução do material são aquecidos e transferem o seu calor para a rede cristalina adjacente. Dependendo da intensidade, da largura temporal do pulso, ou seja, mais ou menos longo, a vaporização pode ocorrer dentro de uma pequena fração de duração do pulso e no centro da poça de fusão. Em razão da pressão de vapor ou pressão de retração, o vapor é empurrado para longe do ponto de interação entre o laser e o material irradiado. Ao mesmo tempo, esta pressão de retração também exerce uma força sobre o líquido e depois o expele lateralmente. Assim, o material é removido a partir do ponto de incidência do feixe laser, tanto em vapor,

como fundido em sua forma líquida (Qiu *et al.*, 1994; Zhang e Faghri, 1999). Um modelo de estado estacionário que descreve este processo foi formulado por (Chan *et al.*, 1987) e um modelo de transiente unidimensional com as propriedades do material variável foi desenvolvido por (Chan, 1999). Este modelo transitório é usado para calcular a partição de energia, limiar e a eficiência na remoção do material.

Na FIG. 1 é apresentado um modelo esquemático do processo de remoção do material. A energia do laser absorvida é dividida em calor latente de vaporização e condução para o substrato (sólido). A vaporização em condição de não-equilíbrio e seu movimento subsequente são modelados por (Knight, 1979). A expulsão de líquido devido à alta pressão de recuo é modelada usando a teoria de lubrificação. A condução é o modo de transferência de calor na região sólida e de convecção com velocidade constante, é o modo de transferência de calor na região líquida. As condições de contorno de Stefan são aplicadas ao longo das interfaces líquido-vapor e sólido-líquido. A expulsão de líquido é modelada por uma aproximação de camada fina (Chan *et al.*, 2002).

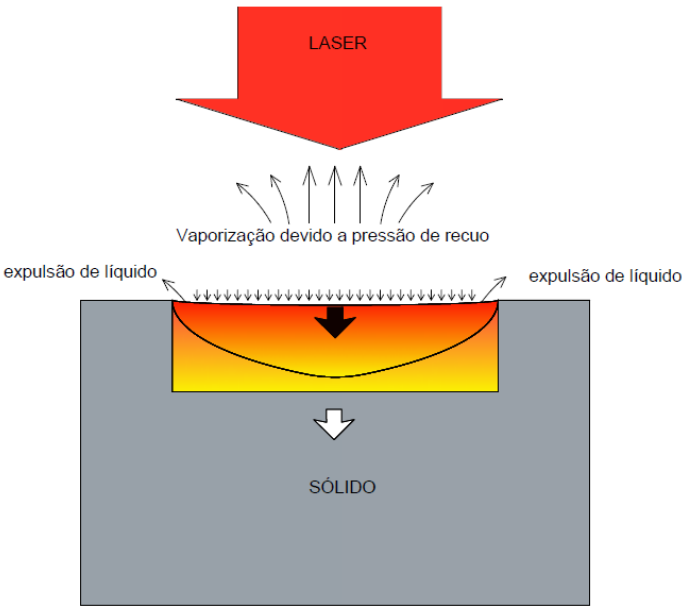

FIGURA 1 - esquema de remoção de material no local de incidência do pulso laser durante o processo de furação a laser.

Fonte: Adaptado de (Chan, 1999).

Em um trabalho desenvolvido por (Chan, 1999) o estudo da eficiência na remoção de material com pulsos longos, em um aço baixo carbono, com largura temporal da ordem de microssegundos (10^{-6}s), investigou a influência da variação da largura temporal dos pulsos nos tempos de fusão, vaporização e extração de material. A partição da energia para se alcançar cada um desses estados durante o processo de furação e as parcelas de energia refletidas, sua perda devido à convecção e radiação nas bordas, pela vaporização e a remoção de energia através da expulsão de líquido, foram quantificadas em cada etapa de tempo durante o pulso.

Na interação de pulsos longos com materiais sólidos, principalmente metais, em uma abordagem a partir dos efeitos térmicos, a energia do feixe excita os elétrons, que rapidamente transferem sua energia pela colisão de fônons reequilibrando a vibração de rede. Por este modelo a energia absorvida é convertida em calor.

A princípio, com a transferência de calor para a rede no momento da incidência do feixe sobre uma superfície metálica, o padrão de rugosidade é alterado bruscamente. A oxidação inicial também é responsável pelo aumento da rugosidade e pela migração de impurezas intersticiais. O parâmetro de rede muda com a evolução do ciclo pela duração do pulso e dependendo do gradiente de potência e da intensidade do feixe, bem como do formato temporal do pulso, acontece uma extração que inicialmente forma pequena quantidade de vapor inibindo a incidência do feixe sobre a superfície, e com isto maior quantidade de metal fundido forma uma poça.

As explosões de plasma que ocorrem no interior da poça geram as instabilidades dinâmicas que, além de alterar o padrão de rugosidade, também concorrem para arremessar material fundido para fora da poça e com isto ocorre a perda de energia, voltando ao estado inicial de vaporização (Kar e Mazumder, 1990). Os principais efeitos que ocorrem durante esse processo na superfície do material, são a sua ejeção em forma de detritos que se depositam no entorno do

furo, além de um dano que ocorre nesse entorno, com alterações na rugosidade e propriedades mecânicas, como dureza, por exemplo.

Na parte interna do furo ocorre o acúmulo de material ressolidificado remanescente do processo de ejeção. Durante esse processo, a propagação de ondas de choque e a transferência de calor, promovem respectivamente, a geração de trincas e uma ZTA, para além dos limites da área perfurada. Os principais efeitos decorrentes de um processo de furação a laser utilizando pulsos longos podem ser observados na FIG.2.

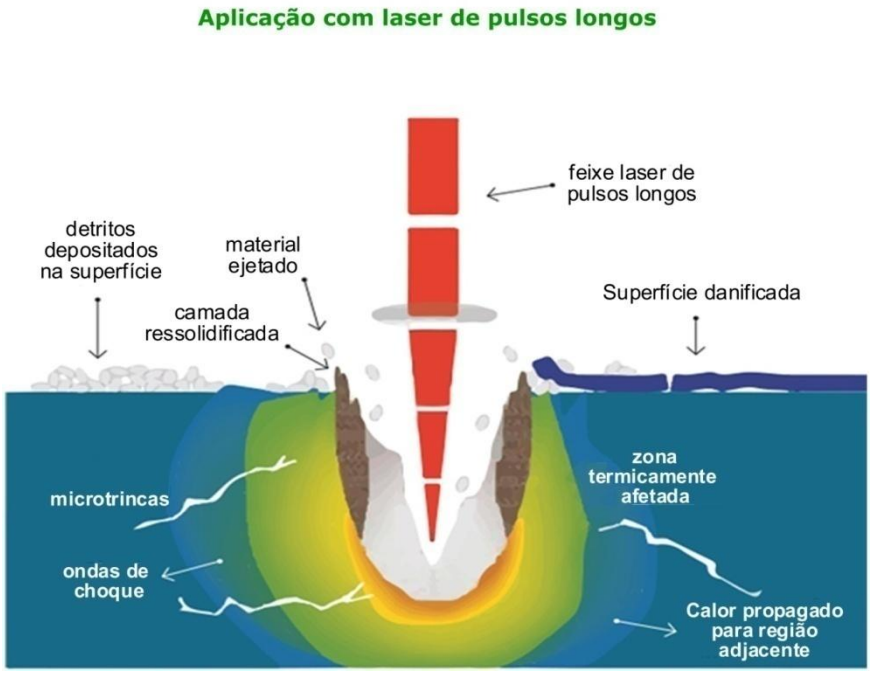

FIGURA 2 - Principais efeitos que ocorrem no processo de furação a laser com pulsos longos.
Fonte: Adaptado de http://www.cmxr.com/Education/Long.html

Outro estudo sobre o processo de furação com laser de pulsos longos, foi desenvolvido no Ipen em seu Centro de Lasers e Aplicações (CLA). Este estudo foi desenvolvido como parte de uma dissertação de mestrado em um abrangente estudo sobre a influência de diversos fatores, que contribuem e concorrem para o aprimoramento dos processos de furação com dimensões sub-milimétricas, realizadas por radiação *Laser* de alta potência. As investigações foram feitas com *Laser* de Nd:YAG pulsado em amostras de chapa de aço inox

AISI 304, onde também foram investigados os efeitos obtidos da variação dos parâmetros do feixe, com intensidades variando entre 8,5 e 45 kW.mm^{-2}. Os resultados foram avaliados por meio de medidas geométricas, profundidade dos furos, conicidade, e a região afetada por resíduos e material ressolidificado (Santos, 2001).

Desta forma num processo priorizando a extração por meio de vapor, os valores de intensidade do feixe, bem como de gradiente de potência, devem ser mais intensos, assim os pulsos curtos ou mesmo ultracurtos são mais adequados, principalmente no caso de metais ou ligas com elevadíssimo ponto de fusão e alto coeficiente de difusividade térmica. É claro que esta alta intensidade torna o processo menos eficiente do ponto de vista de energia/volume extraído. Contudo, o metal fundido é expulso da poça de fusão com alta energia, o que deixa uma cratera usinada muito mais limpa, com pouco material ressolidificado e pouca ou nenhuma rebarba.

3.4 Pulsos ultracurtos

A microusinagem com lasers de pulsos ultracurtos, da ordem de algumas dezenas a algumas centenas de femtossegundos, oferece possibilidades únicas, no que se refere principalmente a sua alta precisão. A interação ultrarrápida, durante o processo de usinagem com lasers de pulsos ultracurtos, diferentemente da interação dos lasers de pulsos longos, possibilita a usinagem de estruturas micrométricas com alta definição de acabamento, principalmente de bordas, possibilitando assim uma alta precisão e repetibilidade nos processos de microusinagem (Chichkov *et al.*, 1996).

Esses processos utilizam energias da ordem de dezenas a centenas de microjoules e larguras de pulso que podem variar entre 25 fs e algumas centenas de femtossegundos. Quando associados a uma focalização com diâmetros da ordem de 10 a 30 µm, são capazes de gerar altas intensidades, na faixa de 10^{12}-10^{14} W/cm^2. Estas altas intensidades levam ao desencadeamento de uma rica

variedade de processos físicos quando um pulso laser ultracurto é focalizado sobre um alvo sólido (Bulgakova *et al.*, 2007).

Associadas as propriedades físicas dos materiais, uma diversidade de fenômenos pode ocorrer, sendo à escala de tempo de duração do pulso um dos principais fatores a ser levado em conta. Entre estes fenômenos destacam-se a explosão coulombiana em materiais dielétricos (Stoian *et al.*, 2000), a fusão ultrarrápida em materiais semicondutores (Shank *et al.*, 1983; Rousse *et al.*, 2001), além do relaxamento elétron-rede e a fusão normal, que ocorre acima de algumas centenas de picossegundos depois da irradiação, dependendo das propriedades do material.

A ablação do material via explosão de fase, nas escalas de tempo de subpicossegundo, pode também ocorrer devido a uma condição metaestável alcançada durante a fusão do material sob determinadas condições (Miotello e Kelly, 1999; Stoian *et al.*, 2002). A ilustração desses processos, incluindo outros como a deformação plástica, resfriamento e ressolidificação em função das escalas de tempo necessárias para a sua ocorrência, estão representados na FIG. 3.

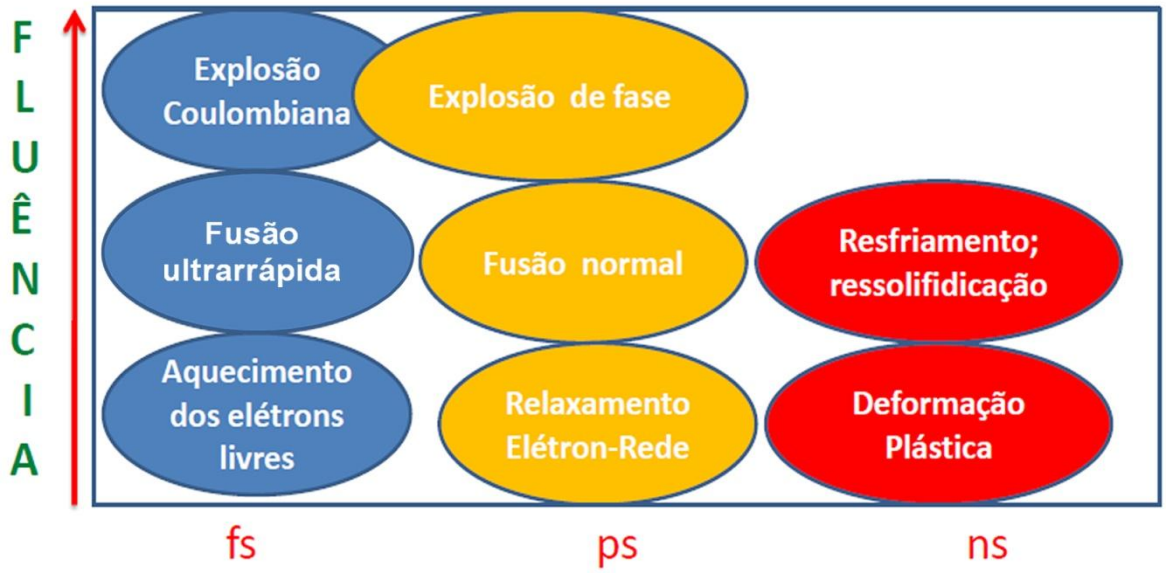

FIGURA 3 - Processos físicos que ocorrem nas escalas de tempo de nanossegundos, picossegundos e femtossegundos.

Fonte: adaptado de (M. Bulgakova *et al.*, 2007)

Os principais mecanismos de ablação de material por um pulso de femtossegundos podem ser classificados em quatro categorias: ablação eletrostática (ou explosão coulombiana), vaporização normal, explosão de fase e a espalação decorrente de uma onda de choque (Chen e Beraun, 2003; Itina *et al.*, 2004).

Entre essas quatro categorias, que podem ocorrer simultaneamente no processo de ablação de metais durante sua irradiação por pulsos de femtossegundos, a explosão de fase é reconhecidamente o mecanismo que mais contribui (em volume) para a remoção de material (Bulgakova e Bourakov, 2002; Itina *et al.*, 2004).

Assim, no caso de usinagem de metais com pulsos ultracurtos, a condutividade térmica (e a mobilidade eletrônica), associada a uma alta ou baixa constante de acoplamento elétron-fônon, apresentam um papel fundamental no resultado obtido no processo de ablação. Isto acontece porque estes dois fatores vão determinar se a energia depositada pelo feixe laser se difunde para o interior do material, ou fica confinada na sua superfície.

No caso de metais que possuem uma alta condutividade térmica e baixa constante de acoplamento elétron-fônon, ocorre a difusão do calor para o interior e exterior do material, dificultando assim o processo de ablação.

Para os metais que possuem uma alta constante de acoplamento elétron-fônon e uma baixa condutividade térmica, o confinamento do calor na superfície, promove a ablação mais eficiente.

Em um trabalho envolvendo o cobre (metal de alta condutividade térmica e baixo acoplamento elétron-fonôn) e o titânio (metal de baixa condutividade térmica e alto acoplamento elétron-fonôn) Ahmmed *et al.* (2015), obteve resultados que confirmam essa tendência. Isso indica que a condutividade térmica e a constante de acoplamento elétron-fônon são determinantes para a obtenção de uma usinagem com mais ou menos eficiente. Outro fator importante na usinagem a laser de metais a ser levado em conta, é a refletividade da superfície dos materiais, pois no caso de altas refletividades, boa parte da energia

que seria absorvida pelo material é refletida, tornando o processo menos eficiente (Ion, 2005).

Um estudo relacionado aos efeitos térmicos e criação de uma ZTA após a irradiação com pulsos ultracurtos em amostras de 500 µm de alumínio, Valette *et al.* (2005) estimou e comparou a criação de uma ZTA, com os efeitos obtidos no mesmo material na irradiação com um laser de nanossegundo. A abordagem levou em conta a propagação térmica na direção radial ao dano provocado pelo feixe laser, modelo este baseado numa adptação do modelo de duas temperaturas (MDT) para um modelo 2D.

A FIG.4 apresenta os resultados numéricos referentes à largura da ZTA obtidos na irradiação de chapas de 500 µm de alumínio, com lasers de femtossegundos, em (a) e nanossegundos, em (b). Estes resultados mostraram que a propagação de efeitos térmicos em regime sub-picossegundos para as amostras de alumínio encontra-se dentro da gama de poucas centenas de nanômetros. A largura da ZTA para pulsos de femtossegundos é, assim, algumas centenas de vezes menor do que para os pulsos de nanossegundos. Esse fato explica a dificuldade para obtenção de evidência experimental clara para a existência de um ZTA em microusinagens que utilizam os lasers de femtossegundo. Assim sendo, são cálculos teóricos que permitem uma estimativa da resolução espacial necessária para medir a largura de ZTA nesse regime.

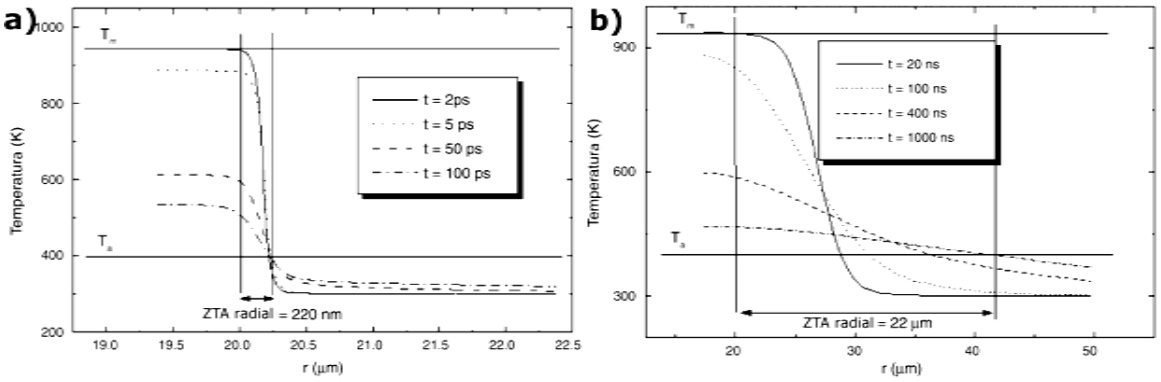

FIGURA 4 - Resultados de largura de ZTA obtidos em processos de furação de chapas de alumínio de 500 µm de espessura, nas irradiações com lasers de femtossegundos, em (a) e

nanossegundos, em (b). A figura também apresenta o efeito de propagação, instantes após o fim da irradiação.

Fonte: adaptado de (Valette *et al.*, 2005)

Boa parte desses fenômenos se deve ao fato da irradiação de um material com pulsos ultracurtos causar um forte desequilíbrio entre as temperaturas dos elétrons e da rede. No início, para metais, a radiação laser é absorvida por elétrons livres dentro de uma camada muito superficial, elevando muito rapidamente sua temperatura. Porém, o fato da duração do pulso ser menor que o tempo de interação elétron-fônon, significa que a maior parte da energia do pulso, convertida em energia térmica, fica confinada nessa camada. A transferência deste calor para a rede ocorre também em uma região muito pouco profunda, a qual irá se fundir e ser ejetada do material por evaporação e/ou explosão de fase. A pequena porção de calor remanescente vai ser adicionada à energia diretamente acoplada a rede cristalina, aquecendo a estrutura, com a possibilidade de criação de uma pequena ZTA. Este fato salienta a importância do controle das condições de irradiação para a minimização da extensão da ZTA, que pode ser reduzida para quase zero, minimizando assim os seus danos e efeitos no processo de microusinagem por ablação (Stavropoulos *et al.*, 2012; Wei *et al.*, 2016).

Outra característica dos pulsos ultracurtos é a possibilidade de promover uma ablação não seletiva em relação à classe de material, isto é, os pulsos ultracurtos permitem a usinagem de materiais dielétricos, metálicos, semicondutores, entre outros, com a utilização do mesmo laser. Essa possibilidade que permite a utilização dos pulsos ultracurtos para usinar qualquer material, sem a necessidade de alterar o comprimento de onda do laser.

Associada a sistemas relativamente baratos, estáveis, de alta potência média que aumentam a velocidade de processamento, estão tornando o uso de lasers de pulsos ultracurtos em ferramentas muito versáteis para processar materiais para muitas aplicações de alta tecnologia e dispositivos (Wang *et al.*; Bashir *et al.*, 2009; Wang *et al.*, 2015; Park *et al.*, 2016; Shukla *et al.*, 2016).

As desvantagens dos processos de microusinagem com pulsos de femtossegundos vem do alto grau de precisão exigido, da necessidade de uma focalização do feixe compatível com as dimensões a serem obtidas, que requerem também sistemas de posicionamento de 3 eixos muito precisos e consequentemente mais caros. As baixas potências médias que impediam a alta produção de lotes é um problema que vem sendo superado com o desenvolvimento de sistemas mais modernos com dezenas de watts e altas taxas de repetição (Russbueldt *et al.*, 2010).

3.5 Aplicações dos pulsos ultracurtos no processamento de materiais

3.5.1 Ondulações periódicas

Podemos dividir os regimes de ablação para o processamento de materiais sólidos com pulsos de femtossegundo, em dois principais: os de alta fluência e os de baixa fluência.

Na ablação em regime de baixa fluência, a irradiação das superfícies promove a retirada muito sutil de material, modificando assim as características de camadas submicrométricas nessas superfícies. Um efeito de superfície mais conhecido é a formação de ondulações com períodos correspondentes a uma distância pouco menor que o comprimento de onda do laser utilizado. Estas estruturas, também são conhecidas na literatura por LIPSS *(Laser Induced Periodic Surface Structures)*. Embora o mecanismo de formação dessas estruturas não seja ainda completamente compreendido, existem estudos dedicados à sua compreensão (Reif *et al.*, 2009; Varlamova *et al.*, 2011; Ahsan *et al.*, 2015; Gurevich, 2016). O espaçamento e a orientação das ondulações dependem principalmente das propriedades do feixe, como o comprimento de onda, a energia, o número de pulsos sobrepostos e da polarização, e, a princípio, pode ser controlado a partir da variação desses parâmetros (Her, 2011). Este efeito do laser sobre as superfícies ocorre sem afetar as propriedades microestruturais mais profundas do material, pois ocorre em uma camada muito

fina de poucas centenas de nanômetros. Na FIG. 5 pode-se observar esse efeito em um aço médio carbono, obtida na irradiação com um laser Ti-Safira de emissão centrada em 785 ηm e polarização horizontal.

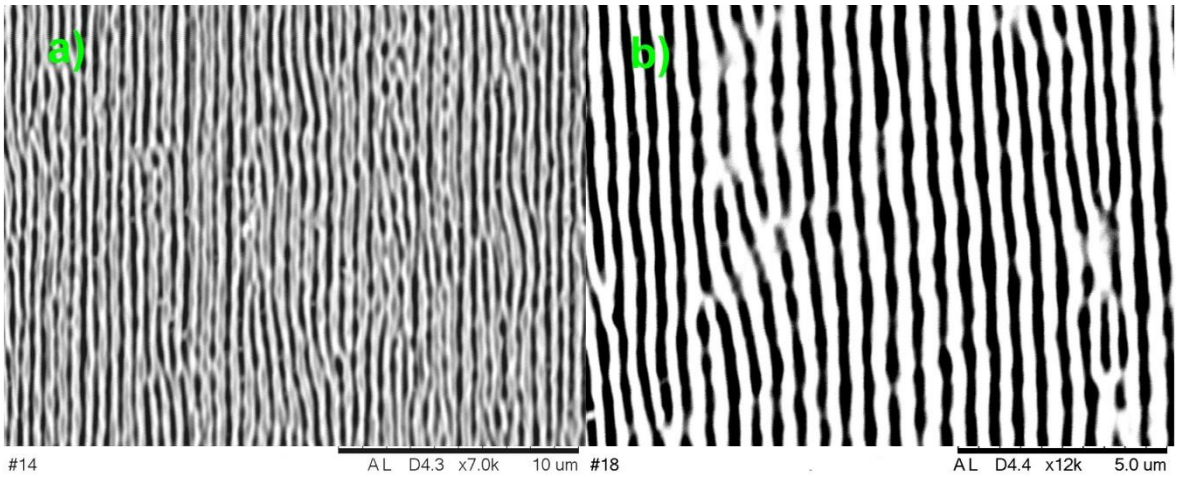

FIGURA 5 - Formação de estruturas periódicas induzidas pelo laser (LIPSS) em um aço AISI1045, com período de 590 ηm ± 50 ηm .

Fonte: Autoria própria.

Esse efeito que ocorre na superfície do material, embora não promova significantes mudanças em suas propriedades mecânicas (as tribológicas são alteradas), além disso provoca significativa mudança nas propriedades associadas a absorção da luz da sua superfície. Desta forma, a partir do controle da profundidade das ondulações e de sua orientação é possível mudar a coloração de uma superfície, que ocorre em razão das mudanças nos padrões de reflexão da luz na superfície, ou simplesmente promover o seu escurecimento devido ao aumento de sua absorção óptica.

Assim, para a utilização das ondulações periódicas para a marcação ou coloração de uma superfície de forma prática e eficiente, das propriedades do laser citadas anteriormente, a que vai ter um papel mais determinante será a polarização. Isso se deve ao fato da direção de formação das ondulações periódicas ocorrer em uma direção perpendicular à sua polarização (Sipe *et al.*, 1983). Em um trabalho utilizando aço inoxidável 316L Dusser *et al.* (2010),

através do controle dos parâmetros do laser e principalmente da direção de polarização do feixe, obteve a colorização desse material através da estruturação de ondulações periódicas, conforme mostra a FIG 6.

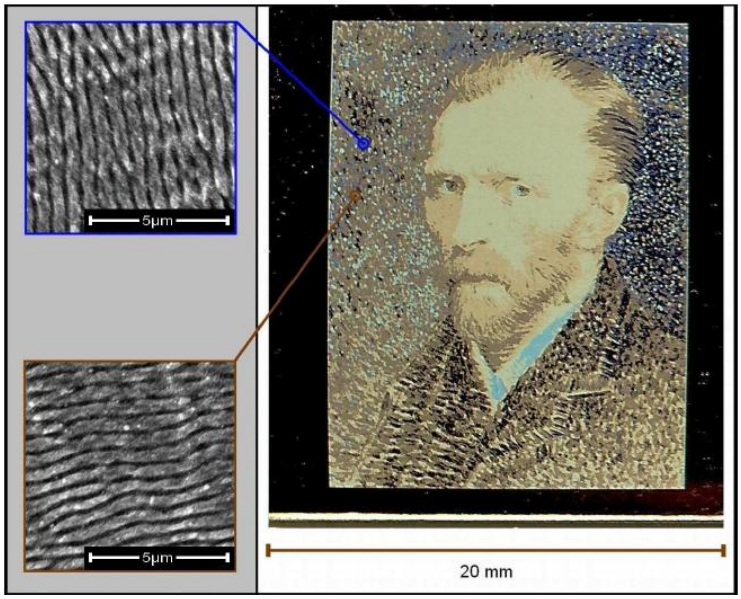

FIGURA 6 - À direita da imagem, o exemplo de efeitos de cor obtido por nanoestruturas controladas com um laser de femtossegundos em uma amostra de aço inoxidável 316L. À esquerda, as imagens de MEV em uma ampliação de 6000 vezes, onde a nanoestrutura controlada tem duas orientações diferentes.

Fonte: (Dusser *et al*., 2010)

3.5.2 Texturização submicrométrica

Outra possibilidade no processamento de materiais, em regime de baixa fluência, para a geração de nano e micro estruturas ocorre em um segundo estágio, após a geração das ondulações periódicas. Com o aumento da sobreposição de pulsos e a intensificação do processo de ablação, ocorre a segmentação das estruturas de ondulação, criando novas estruturas em forma de cones de dimensões submicrométricas. Esse tipo de estrutura tem sido utilizado para aumentar a absorção da luz das superfícies irradiadas pelo laser. Ela foi obtida e apresentada por Mei *et al.* (2011) sobre a superfície de silício, com o objetivo de melhorar a absorção da luz solar desse material. Nesse experimento,

peças muito finas e flexíveis de silício foram irradiadas por pulsos de femtossegundos, seguidos por ataque químico com ácido fluorídrico (HF). Este condicionamento ácido torna os cones mais finos e definidos do que em sua condição inicial produzida pelo laser, ocasionando um aumento no número de reflexões da luz em sua estrutura, resultando na ampliação da absorção de luz. A FIG. 7 apresenta as condições obtidas nesse experimento antes e depois do ataque com o HF.

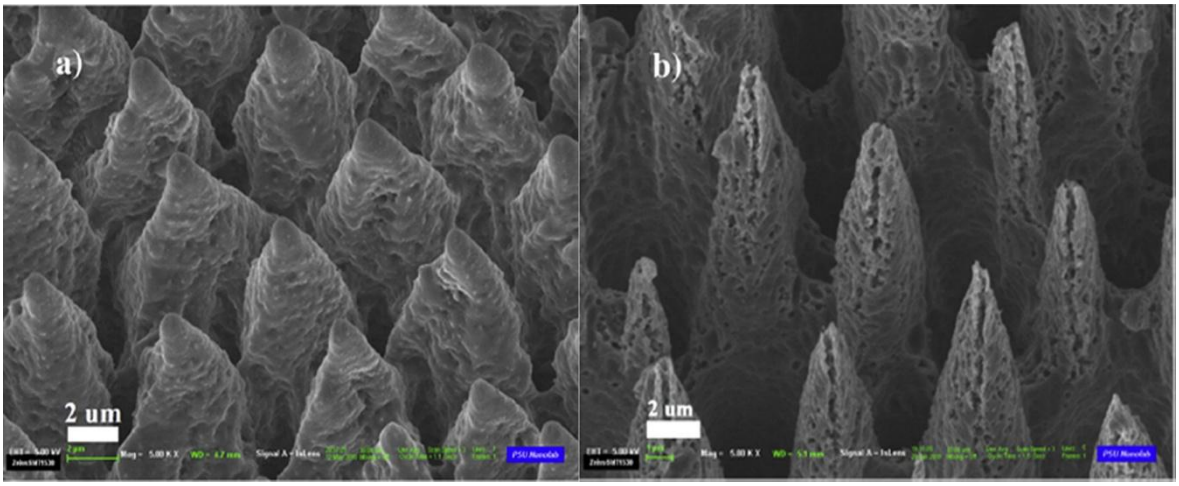

FIGURA 7 - Comparação entre as morfologias de silício obtidas nos micro cones antes do ataque com HF em (a) e depois do ataque (b).

Fonte: (Mei *et al*., 2011)

Outra propriedade conferida aos materiais a partir da segmentação das estruturas de ondulação, criadas inicialmente pela irradiação com pulsos de femtossegundos, que também vem sendo explorada é a superhidrofobicidade. A obtenção dessa propriedade acontece quando ocorre a formação dos micro/nanocones na superfície do material, diminuindo a sua molhabilidade. Um trabalho desenvolvido por Moradi *et al.* (2013) estudou em detalhes o efeito dos parâmetros de processo de irradiação do laser de femtossegundos (fluência e velocidade de varredura) na hidrofobicidade resultando em padrões de micro/nano morfologias em aço inoxidável AISI 316L. Dependendo dos parâmetros de laser, quatro distintos nano-padrões foram produzidos, ou seja,

nano-rippled, parabolic-pillared, elongated sinusoidal-pillared e triple roughness nano-structures. Todas as estruturas foram produzidas e classificadas de acordo com a intensidade do laser, que depois do seu aumento, foi verificado que a taxa de ablação e a periodicidade das asperezas também aumentaram. A análise da molhabilidade desses materiais apontou para a melhoria na propriedade de superhidrofobicidade para a maioria destas estruturas, particularmente aquelas que possuem o padrão de rugosidade tripla que também apresentaram baixo ângulo de contato de histerese. A alta superhidrofobicidade obtida neste padrão é devida à micro/nanoestrutura especial da superfície que facilita o estado *Cassie-Baxter (Cassie e Baxter, 1944)*, que relaciona as forças adesivas entre um líquido e o sólido e seus ângulos de contato. A FIG. 8 apresenta a influência dessas estruturas na molhabilidade desse material.

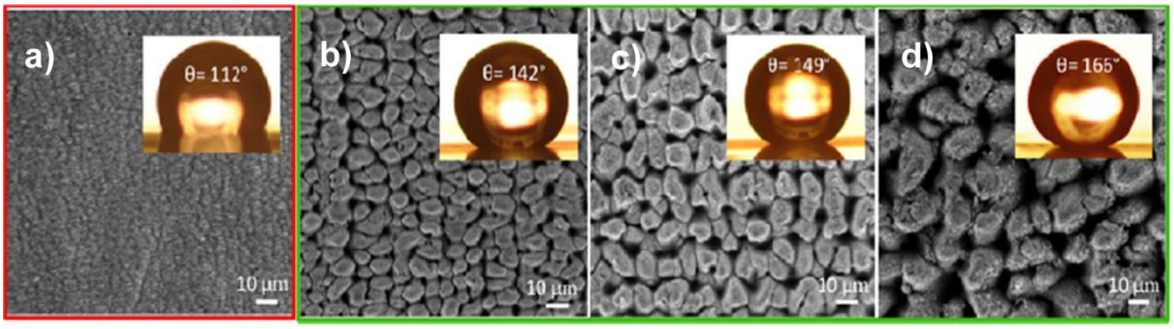

FIGURA 8 - Imagens de MEV da criação de nano-padrões, que apresentam a influência do aumento da taxa de ablação na molhabilidade do aço inoxidável.Em (a) θ = 112º, em (b) θ = 142º, em (c) θ = 149º, e em (d) θ = 165º.

Fonte: (Moradi et al., 2013).

3.5.3 Microusinagem de alta taxa de ablação

No processo de microusinagem direta, isto é, aquela que ocorre em passe único, ou com ablação de camadas mais profundas de material,em regime de alta fluência, existe uma grande diversidade de estruturas possíveis de serem formadas sobre uma superfície irradiada por pulsos de femtossegundos. Dentre elas, podemos destacar pequenos furos e canais com alta razão de aspecto, que podem ser produzidos em quase qualquer tipo de material, com alta resolução

dimensional, sem efeitos térmicos e bom acabamento, principalmente de bordas. Porém, devido à relativa baixa potência média dos sistemas de laser de femtossegundos, grandes áreas processadas ou volumes elevados de ablação ainda apresentam uma produtividade muito baixa, e só são considerados quando outros métodos falham. Isso acontece quando minúsculas estruturas devem ser produzidas em materiais sensíveis ou transparentes, quando os efeitos térmicos e resíduos de material fundido devem ser evitados, e quando se deseja obter estruturas submicrométricas com alta resolução lateral (Samad *et al.*, 2012).

Um exemplo das diminutas estruturas de obtenção possível através da utilização dos lasers de femtossegundo, foi apresentado no trabalho de Atanasov *et al.*, (2007), onde a microfabricação de nanofuros na superfície de silício por irradiação com pulso de laser de femtossegundo mediado por nanopartículas de ouro produziu furos em escala submicrométrica.

Recentemente microfuros para a produção de dispositivos de alta precisão foram obtidos em processo de microusinagem por laser de pulsos de femtossegundo em laminas de aços inoxidáveis martensíticos em total ausência de rebarbas e detritos em chapas de 350 µm, dentro de um tempo de perfuração de 3,75 s. Esse processo de microfuração é executado em três etapas, sendo a primeira dedicada à perfuração, a segunda ao alargamento do orifício e a terceira e última de acabamento. Testes de repetibilidade mostraram uma capacidade de de repetibilidade de processo de cerca de 99% (Romoli e Vallini, 2016).

3.5.4 Microusinagem de canais e fendas

A microusinagem direta de canais de reduzidas dimensões, obtido em regime de alta fluência, tem encontrado uma aplicação cada vez maior e mais importante no ramo da microfluídica (Machado *et al.*, 2011; Chang, 2013; Nouhi *et al.*, 2015; Nouraei *et al.*, 2016). O fato da exigência da manipulação precisa e controlada de pequenas quantidades de fluídos demanda a produção de arranjos com dimensões cada vez menores para as crescentes aplicações nas áreas da química, nas análises clínicas, em farmacologia, medicina, além de uma

variedade de aplicações biológicas (Chen, 2016). Esses arranjos necessários para as manipulações dessas pequenas quantidades de fluídos têm sido chamados de circuitos microfluídicos e contam com crescente interesse nas mais diversas áreas de pesquisa e desenvolvimento, o que já tem proporcionado a sua produção em escala comercial para atender a esta demanda. Em geral, a maioria desses circuitos microfluídicos é bidimensional e tem sido produzido na superfície de materiais transparentes. Porém seus desenvolvimentos nos mais diversos materiais já são possíveis e tem se difundido para atender as novas demandas em aplicações e também em três dimensões (Vishnubhatla *et al.*, 2009; Luo e Tsai, 2013; Bulushev *et al.*, 2016).

O método mais utilizado atualmente é a fotolitografia e consiste em transferir estruturas micrométricas, da ordem de 10 a 100 µm, para um substrato sólido com o auxílio de radiação UV ou raios X. Inicialmente, nas décadas de 70 e 80, a fotolitografia foi desenvolvida pela indústria microeletrônica, que posteriormente adaptou este processo para fabricação dos primeiros dispositivos microfluídicos, sendo o silício o substrato pioneiro, devido ao seu amplo emprego na construção de circuitos integrados. Entretanto, em decorrência do seu elevado custo e por possuir propriedades físicas, químicas e elétricas limitadas, além de novas demandas e novas aplicações na área da microfluídica, o silício vem sendo substituído por outros materiais mais apropriados as novas exigências tecnológicas.

A utilização dos lasers de femtossegundos na fabricação de microcanais vem se difundindo e surge como uma interessante alternativa na fabricação desses dispositivos (Machado *et al.*, 2011; Suriano *et al.*, 2011; Chang, 2013; Li *et al.*, 2014). Entre as principais vantagens do uso dos lasers de pulsos ultracurtos de femtossegundos, pode-se ressaltar a facilidade na alteração da forma do desenho dos circuitos e à possibilidade de usinagem de praticamente qualquer material. A FIG. 9 mostra o circuito microfluídico usinado no vidro óptico BK7, obtido em desenvolvimentos do Centro de Lasers e Aplicações do IPEN.

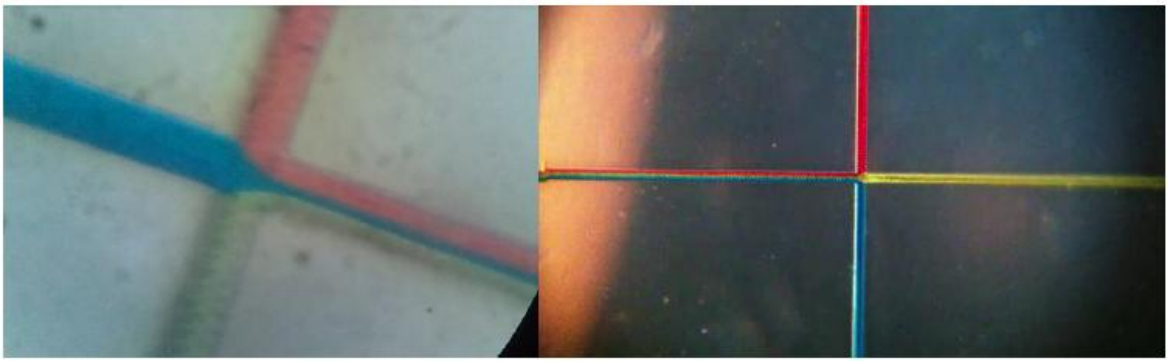

FIGURA 9 - Microusinagem de canais de 100 µm de largura no BK7 em forma de cruz.
Fonte: (Machado *et al.*, 2011).

Além disso, é possível o controle preciso das dimensões o que proporciona uma alta razão de aspecto (razão entre a largura e a profundidade do canal usinado) e, a partir de um controle adequado dos parâmetros do laser, possibilita o desenvolvimento do processo com a ausência de efeitos térmicos significativos mesmo em metais.

A microusinagem de ranhuras em ferramentas de corte dedicadas a usinagem de materiais metálicos é também uma nova aplicação que vem sendo desenvolvida com os lasers de femtossegundo. Nesse processo, as microrranhuras visam a melhoria nas propriedades tribológicas da ferramenta de corte, otimizando assim a sua vida útil (Bertolete *et al.*, 2015).

Atualmente, além da usinagem de canais, o corte utilizando um feixe de laser de femtossegundos está se tornando uma ferramenta, cada vez mais utilizada para atender às demandas necessárias de aumento de precisão em microusinagem. Assim parâmetros, tais como, a velocidade de varredura, a posição focal e a largura de pulso, vem sendo estudados para aumentar a capacidade e o controle do processo de corte em ligas metálicas e também em cerâmicas como a alumina sinterizada (Oosterbeek *et al.*, 2016; Wei *et al.*, 2016).

4 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

A irradiação de um material com pulsos ultracurtos causa um forte desequilíbrio entre as temperaturas dos elétrons e da rede. No início, para metais, a radiação laser é absorvida por elétrons livres dentro de uma camada muito superficial. Para o caso de dielétricos, a excitação e ejeção dos elétrons levam a uma ionização da superfície, com acúmulo de íons positivos, o que provoca ejeção de material desta superfície através do efeito Coulomb de repulsão. Ainda para o caso de dielétricos e semicondutores, onde a densidade de elétrons livres é pequena, a alta intensidade do feixe focalizado é suficiente para induzir uma absorção multifotônica (Nathan *et al.*, 1985; Shang *et al.*, 2010) pelos elétrons ligados. Desta maneira, estes elétrons são levados em grande quantidade à banda de condução, criando assim (e também por um processo subsequente de ionização por avalanche) uma situação localizada semelhante à de um metal, permitindo que o processo já descrito ocorra. Assim, no caso dos dielétricos, o transporte de calor dos elétrons para o meio é fortemente suprimido, pois estes são ejetados do material antes que possam conduzir-lo ao material adjacente (Balling e Schou, 2013). Antes da ionização, contudo, os elétrons excitados adquirem temperaturas extremamente altas, assim, antes da transferência deste calor para a rede, ou da ejeção destes elétrons, surge um desequilíbrio de temperatura muito alto, onde os elétrons excitados apresentam temperaturas de milhares de graus e a rede permanece à temperatura ambiente. Esta situação, descrita pelo modelo de duas temperaturas (MDT) (Anisimov, 1974), permanece durante um tempo inferior ao tempo necessário à transferência de calor elétron-íon, que é aproximadamente entre um e uma dezena de picossegundos (Bulgakova *et al*., 2005). Se o pulso laser incidente tiver uma duração muito inferior a este tempo, parte significativa do processo de ejeção

pode ocorrer antes que o calor seja transferido para a rede. Assim, o material é ejetado e o processo de usinagem ocorre sem que o material base seja termicamente afetado, principalmente em um regime de baixa fluência.

Em metais o transporte de calor dos elétrons é mais provável, porque os elétrons aquecidos que se movem no meio podem ser substituídos rapidamente por elétrons frios da região adjacente. Assim, a formação de uma camada com íons positivos na superfície é altamente improvável, e o efeito Coulomb, se ocorrer, estará muito limitado, mesmo para baixas fluências.

Em qualquer caso, a absorção da radiação é seguida por um rápido relaxamento de energia dentro do subsistema eletrônico, seguido de transferência de energia por difusão térmica para a rede devido ao acoplamento do par elétron-fônon. A evolução espacial e temporal das temperaturas dos elétrons e da rede (T_e e T_i, respectivamente) em uma fina camada de superfície com subsequente expansão do material é descrita por Anisimov *et al.* (1974) conforme apresentado em Eq. 1 e Eq.2:

$$C_e \frac{\partial T_e}{\partial t} = -\frac{\partial Q(x)}{\partial x} - \gamma(T_e - T_i) + S \tag{1}$$

$$C_i \frac{\partial T_i}{\partial t} = \gamma(T_e - T_i) \tag{2}$$

onde: C_e e C_i são as capacidades térmicas do elétron e da rede, respectivamente; x é a direção perpendicular para a superfície designada. O parâmetro γ caracteriza a interação elétron-fônon, $Q(x) = - k_e (T_e) \partial T_e / \partial x$, é o fluxo de calor, e $S = I(t) A\alpha exp(-\alpha x)$ é o termo de fonte da energia laser. Aqui, k_e é a condutividade térmica do elétron, A, é a absortividade (índice que caracteriza a

capacidade de absorção de radiação) da superfície, α é o coeficiente de absorção do material, e I(t) é a intensidade do pulso laser.

Se a duração do pulso laser é maior que o tempo de aquecimento da rede τ_i ($\tau_i = C_i/\gamma$, é da ordem de $\tau_i \approx 0{,}01 - 1$ ns) o equilíbrio térmico, entre o subsistema de elétrons e o meio material, se dá durante o pulso laser. Neste caso, os elétrons e a rede podem ser caracterizados por uma temperatura comum $T = T_e = T_i$ e as Equações 1 e 2 ficam reduzidas à bem conhecida equação de difusão de calor unidimensional que descreve o aquecimento com laser de pulsos longos, Eq. 3:

$$C_i \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} k_e \frac{\partial T}{\partial x} + I(t) A \alpha \exp(-\alpha x) \tag{3}$$

Soluções da Equação 3 podem ser achadas, por exemplo, em Prokhorov *et al.* (1975) e Kimmitt (1991).

4.1 Lasers de Pulsos Ultracurtos (femtossegundos)

Para pulsos laser de femtossegundos, a condução de calor e a transferência de energia para a rede durante o pulso podem ser negligenciadas em uma primeira aproximação. Neste caso simplificado, a taxa de ablação e o limiar de ablação só dependem da profundidade de penetração óptica δ (Krueger e Kautek, 1995; Preuss *et al.*, 1995; Chichkov *et al.*, 1996). Porém, mesmo para estes casos, a interação de troca de energia entre elétrons e o meio e a difusão de calor ainda podem apresentar consequências importantes.

Quando a capacidade térmica, a condutividade térmica e a difusão térmica do elétron são tratadas como constantes, pode-se encontrar a distribuição de temperatura de equilíbrio para os elétrons e para a rede após relaxamento térmico através da seguinte relação, Eq. 4, (Nolte *et al.*, 1997):

$$T_i \approx \frac{F_a}{C_i}\left(\frac{1}{\ell^2 - \delta^2}\right)\left[\ell \exp\left(\frac{-x}{\ell}\right) - \partial \exp\left(\frac{-x}{\partial}\right)\right] \tag{4}$$

onde F_a é a fluência absorvida do laser.

Assim, dois casos podem ser distinguidos aqui: a profundidade ótica de penetração δ é superior ao comprimento de difusão térmica ℓ, $\delta > \ell$, e seu oposto, $\ell > \delta$. Para estes casos, as seguintes relações para as temperaturas de equilíbrio podem ser obtidas por Eq. 5 e Eq. 6:

$$T_i \approx \frac{F_a}{C_i \delta} \exp\left(\frac{-x}{\delta}\right) \qquad (\delta > \ell) \tag{5}$$

$$T_i \approx \frac{F_a}{C_i \ell} \exp\left(\frac{-x}{\ell}\right) \qquad (\delta < \ell) \tag{6}$$

Neste modelo simplificado de ablação, algo significativo acontece quando a energia da rede C_i / T_i (por unidade de volume) excede certo valor de limiar. Este valor pode ser calculado, em uma primeira aproximação, como o calor de evaporação $\rho\,\Omega$, onde ρ é a densidade do material e Ω é o seu calor específico de evaporação por unidade de massa.

A condição para ablação significativa implica em $C_i\ T_i \geq \rho\Omega$, Eq. 7 e 8, que pode ser escrita como:

$$F_a \geq F_{th}^{\delta} \exp\left(\frac{x}{\delta}\right), \quad F_{th}^{\delta} \sim \rho\Omega\delta \qquad (\delta > \ell) \tag{7}$$

$$F_a \geq F_{th}^{\ell} \exp\left(\frac{x}{\ell}\right) \ , \quad F_{th}^{\ell} \sim \rho\Omega\,\ell \qquad (\delta < \ell) \qquad (8)$$

onde, F_{th}^{δ} e F_{th}^{ℓ}, são os limiares de ablação para as correspondentes fluências laser absorvidas. As profundidades da ablação podem ser derivadas das equações acima se obtendo a Eq. 9 e 10:

$$L \approx \delta \ln\left(\frac{F_a}{F_{th}^{\delta}}\right) \qquad (\delta > \ell) \qquad (9)$$

$$L \approx \ell \ln\left(\frac{F_a}{F_{th}^{\ell}}\right) \qquad (\delta < \ell) \qquad (10)$$

Isto significa que são obtidas duas relações em escala logarítmicas no modelo de duas temperaturas. Com relação à Eq. 9 e à Eq. 10, estas duas relações logarítmicas podem ser atribuídas à profundidade de penetração óptica e à de condução de calor eletrônica, respectivamente.

Para fazer o levantamento dos valores do diâmetro do dano, pode-se utilizar a técnica da regressão de diâmetro (Liu, 1982). Esta técnica está baseada no fato de que a dimensão do dano provocado no material está diretamente ligada à fluência do pulso incidente, e considera-se a dimensão do dano como o diâmetro medido da região afetada.

A distribuição de fluência radial no foco do feixe com distribuição Gaussiana é determinada pela Eq. 11(Siegman, 1986).

$$F(r) = \frac{E_{meas}}{\pi w_0^2} e^{\frac{-2r^2}{w_0^2}} = F_{meas} e^{\frac{-2r^2}{w_0^2}} \tag{11}$$

Onde E_{meas} é a energia medida, r a coordenada radial e w_0 o raio médio medido a $1/e^2$ da intensidade máxima. Aqui, a suposição é que, se o material não é danificado a uma distância r do centro do feixe, então, o valor correspondente da fluência F(r) iguala-se ao valor de limiar F_{th}.

Assim, a interação do feixe com a superfície da amostra resulta em um dano, cujo diâmetro D ao quadrado obedece a uma relação logarítmica com a fluência do pulso laser. Desta maneira, a Eq. 11 se transforma na Eq. 12:

$$F_{th} = F_0 \exp\left(\frac{D^2}{2w_0^2}\right) \tag{12}$$

Assim, são utilizados dados experimentais para se traçar o gráfico da fluência F em função de D^2, onde uma projeção numérica permite a obtenção da fluência de limiar para a ocorrência de dano; ou seja, a fluência F_{th} para a qual o diâmetro D é igual a zero. Este método é chamado de *Técnica da Regressão* e foi introduzido por Liu (1982).

A medida precisa de F_{th} é extremamente importante para usinagem com pulsos ultracurtos, pois somente a utilização de fluências próximas a F_{th} irá garantir um processo sem acúmulo de calor na região vizinha à região de incidência do feixe laser. Fluências muito acima de F_{th} levam à ocorrência de outros fenômenos que resultam em transferência de calor para a rede e limitam a precisão do processo de usinagem.

4.2 Efeitos de incubação

Quando um pulso laser ultracurto atinge uma superfície com uma fluência abaixo do seu limiar de ablação, nenhum efeito visível de dano é observado. Contudo, se diversos pulsos são incididos em sobreposição, no mesmo ponto, então um dano visível pode aparecer. Isto acontece porque, embora não haja ejeção de material, o pulso laser, mesmo com fluência abaixo do limiar de ablação, causa uma mudança não catastrófica e quase imperceptível na zona atingida. Esta alteração local é produzida pela alta intensidade do campo elétrico dos pulsos laser e introduz defeitos na rede que são acumulados com a sobreposição de pulsos incidentes. Estes defeitos não são totalmente conhecidos, mas os principais, no caso de dielétricos, são centros de cor e rearranjos atômicos (Efimov *et al.*, 1998; Samad *et al.*, 2010). No caso de metais, acredita-se que alteração na distância interplanar seja um dos principais defeitos introduzidos (Mannion *et al.*, 2004; Leitz *et al.*, 2011).

Ao acúmulo irreversível destes defeitos, dá-se o nome de efeito de incubação, e quanto maior for a densidade destes defeitos, maior é a facilidade de ejeção de material e menor é seu limiar de ablação. Assim, os limiares de ablação, e as regiões de alta e de baixa fluência, dependem do número de pulsos sobrepostos. Seu conhecimento, portanto, se torna fundamental para a usinagem onde pulsos laser devem ser sobrepostos para a retirada de uma quantidade controlada de material.

Ao se levar em conta este efeito de incubação em metais, o limiar de ablação $F_{th,N}$ em função do número N de pulsos sobrepostos apresenta na Eq. 13 a seguinte relação (Nolte *et al.*, 1997):

$$\boldsymbol{F_{th,N}} = \boldsymbol{F_{th,1}} N^{(S-1)} \tag{13}$$

onde, $F_{th,1}$, é o limiar de dano para pulsos únicos e *S* é o parâmetro de incubação que caracteriza a sensibilidade do material para o acúmulo de defeitos e aumento

da absorção de fótons. Com 0 < S < 1, quanto maior *S*, menor é o número de pulsos para alcançar a saturação de defeitos e menor o seu limiar de dano.

Para materiais dielétricos existe outro modelo, que é utilizado no estudo do limiar de ablação para pulsos sobrepostos e se apresenta mais adequado a esse tipo de material, como mostra a Eq. 14 (Ashkenasi *et al.*, 2002):

$$\boldsymbol{F_{th,N}} = \boldsymbol{F_{th,\infty}} + [\boldsymbol{F_{th,1}} - \boldsymbol{F_{th,\infty}}]e^{-S(N-1)} \tag{14}$$

onde $F_{th,\infty}$, é o limiar de dano para infinito número de pulsos. Desta forma, como no modelo anterior, quanto maior S menor é a quantidade de pulsos necessários para a saturação de defeitos e, consequentemente, também o limiar de dano do material, ou seja, $F_{th,N} \approx F_{th,\infty}$.

4.3 Técnica *D-Scan*

Esta técnica foi introduzida pelo grupo de lasers do IPEN, através do trabalho de Samad e Vieira (2006) para o caso de pulsos únicos, e estendida para o caso de sobreposição de pulsos nos trabalhos realizados por de Rossi *et al.* (2012) e Machado *et al.* (2012). A técnica é menos trabalhosa e mais adequada para utilização em processos de usinagem. O método *D-Scan* utiliza uma varredura lateral e longitudinal simultânea do feixe laser sobre a superfície a ser analisada de modo a produzir uma densidade de potência continuamente variável sobre a peça, conforme ilustra a FIG. 10.

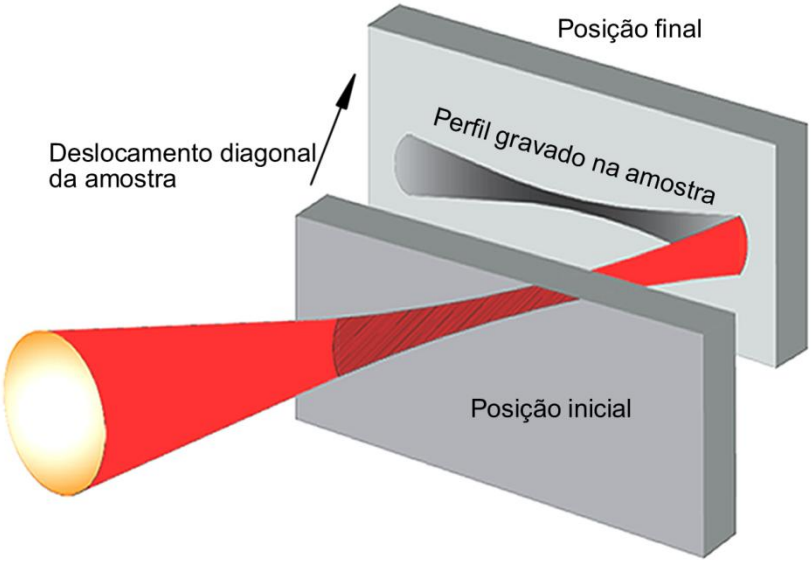

FIGURA 10 - Esquema de movimentação da amostra que produz o perfil de ablação gravado na superfície, decorrente da sua movimentação em relação ao feixe laser no método *D-Scan.*

Fonte: Adaptado de (Samad e Vieira, 2006)

A variação do número de pulsos sobrepostos também pode ser obtida através de uma relação conveniente entre a taxa de repetição dos pulsos laser e a velocidade lateral de varredura. Nestes trabalhos, que utilizaram o método *D-Scan,* foi mostrado que o limiar de ablação depende somente da energia de pulso utilizada e da dimensão máxima transversal (ρ_{max}) do dano provocado pela varredura, conforme mostra a FIG. 11.

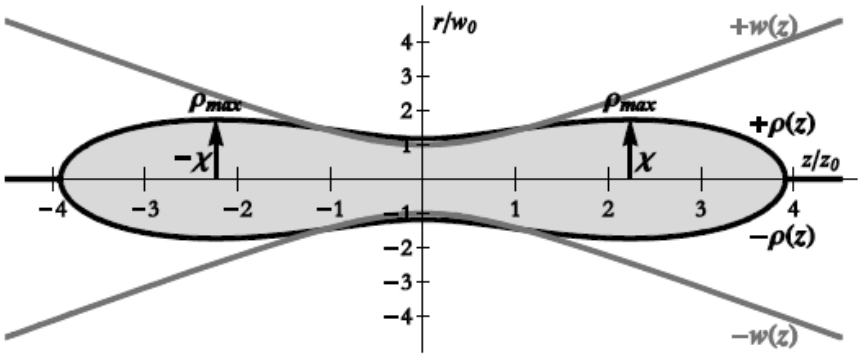

FIGURA 11 - Desenho esquemático do perfil gerado pela movimentação da amostra em relação ao feixe laser no método *D-Scan.*

Fonte: (de Rossi *et al.*,2012)

Assim,a partir da medida da dimensão máxima transversal do dano (ρ_{max}) e da energia do pulso laser (E_0), podem ser determinados os valores dos limares de ablação para pulsos sobrepostos através da Eq. 15.

$$F_{th} = \frac{E_0}{e\pi\rho^2{}_{max}} \quad \sim \quad F_{th} = 0{,}117\frac{E_0}{\rho^2{}_{max}} \qquad \text{..... (15)}$$

Ao contrário da técnica de regressão, que analisa de forma isolada e estática de cada sobreposição de pulsos, este método não exige a medida dimensional de uma quantidade enorme de danos em função da fluência e da sobreposição de pulsos. Um único ensaio produz um traço cuja medida dimensional fornece o limiar de ablação para o dado material e para uma determinada sobreposição N de pulsos.

Para ter em conta os efeitos de incubação, a sobreposição de N pulsos diferentes é considerada como a razão entre a soma das intensidades produzidos em (ρ_{max}) por cada pulso que atinge a amostra durante o seu movimento, e a intensidade gerada pelo pulso centrada em (z ,ρ_{max}). Sob este pressuposto, que pode ser mostrado na Eq. 16, (Machado *et al.*, 2012) que:

$$N = \boldsymbol{\varrho_3}[0, e - (\frac{vy}{f\rho max})^2] \qquad (16)$$

onde ϱ_3 é a função teta elíptica Jacobi do terceiro tipo, *f* é a taxa de repetição do laser e vy é a velocidade de translação transversal da amostra. Para altas taxas de repetição e baixas velocidades de translação, Eq. 16 pode ser aproximada para a Eq. 17:

$$N \sim 1{,}8f\,\rho_{max} \;/\; v_y \qquad (17)$$

O número N representa apenas pulsos nas imediações, pois pulsos relativamente longe esta posição não contribuem para o processo de ablação. Desta forma, a utilização da técnica *D-Scan* para a determinação dos limiares de ablação é mais adequada, pois leva em conta o efeito de incubação de cada um dos materiais estudados e o grande número de medidas torna mais fácil e precisa a interpolação do gráfico F_{th} x N, permitindo verificar qual o tipo de equação é mais conveniente para o específico material.

Para determinar a fluência de limiar para cada uma das regiões do traço obtido através do uso da técnica *D-Scan*, foi determinado o diâmetro mínimo do feixe laser ($Ø_{min}$), localizado na cintura do feixe, conforme mostra a FIG 12.

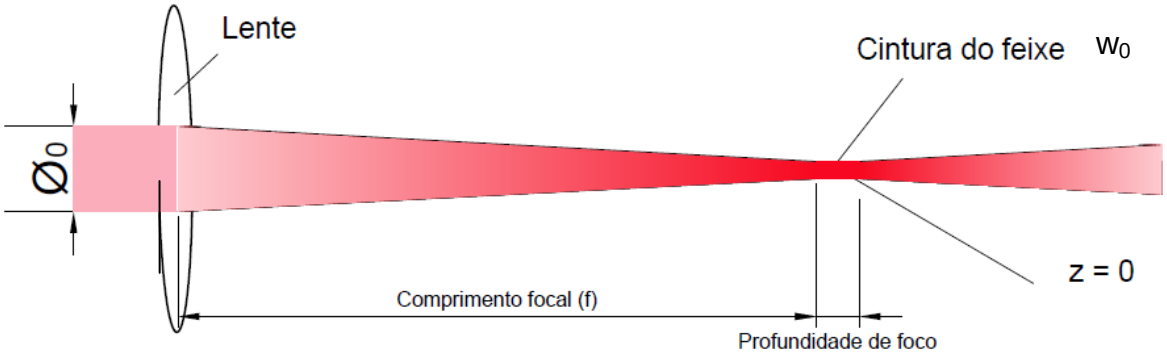

FIGURA 12 - Esquema de focalização de um feixe gaussiano.
Fonte: Autoria própria.

A partir do conhecimento da dimensão do diâmetro inicial do feixe laser ($Ø_0$), do seu fator de qualidade (M^2), do seu comprimento de onda (λ) e do comprimento focal da lente utilizada no experimento (f), o diâmetro mínimo do feixe ($Ø_{min}$) localizado na cintura do mesmo, pode ser calculado conforme a. Eq. 18.

$$Ø_{min} = \frac{M^2 \lambda f}{\pi Ø_0} \tag{18}$$

Com o conhecimento do diâmetro mínimo na cintura do feixe laser ($Ø_{min}$), pode-se determinar o raio mínimo do mesmo (w_0), o que permite o cálculo do raio do feixe (w_z) em qualquer posição ao longo do eixo z. Desta forma, juntamente com o do fator de qualidade do feixe (M^2), seu comprimento de onda (λ) e a distância (z) do centro do feixe, é possível a determinação do raio do feixe, conforme apresentado na Eq. 19 (Siegman, 1986).

$$w_z = w_0 \sqrt{1 + \left(\frac{M^2 \lambda z}{\pi w_0{}^2}\right)^2} \tag{19}$$

Assim a partir do conhecimento do diâmetro do feixe, é possível a determinação de sua área e também o cálculo da fluência nas regiões nas quais foram observadas as mudanças de morfologia e ablação dos materiais investigados neste trabalho.

5 MATERIAL E MÉTODOS

A qualidade final resultante de uma usinagem depende dos parâmetros de processo, do particular material e das condições do ambiente no qual ocorre o processo. Cada material possui propriedades térmicas, físicas e mecânicas que influenciam o seu processo de remoção. Assim, para conhecer melhor os fenômenos envolvidos e controlar os resultados do processo de usinagem, diversos experimentos foram realizados nos seguintes metais: aço AISI 1045, o aço inoxidável para implantes cirúrgicos VI 138, cobre eletrolítico e molibdênio com 99% de pureza.

Inicialmente, o material utilizado para a investigação da interação com pulsos ultracurtos foi o aço carbono AISI 1045. Este material apresenta pontos bem definidos de fusão, 1410°C e de transição de fase Ferrita-Austenita na temperatura de 727°C, o que permite uma monitoração indireta das temperaturas por eventuais mudanças microestruturais, como podemos verificar no diagrama Fe-C mostrado na FIG.13. O aço AISI 1045 tem a sua composição química apresentada na TAB. 1.

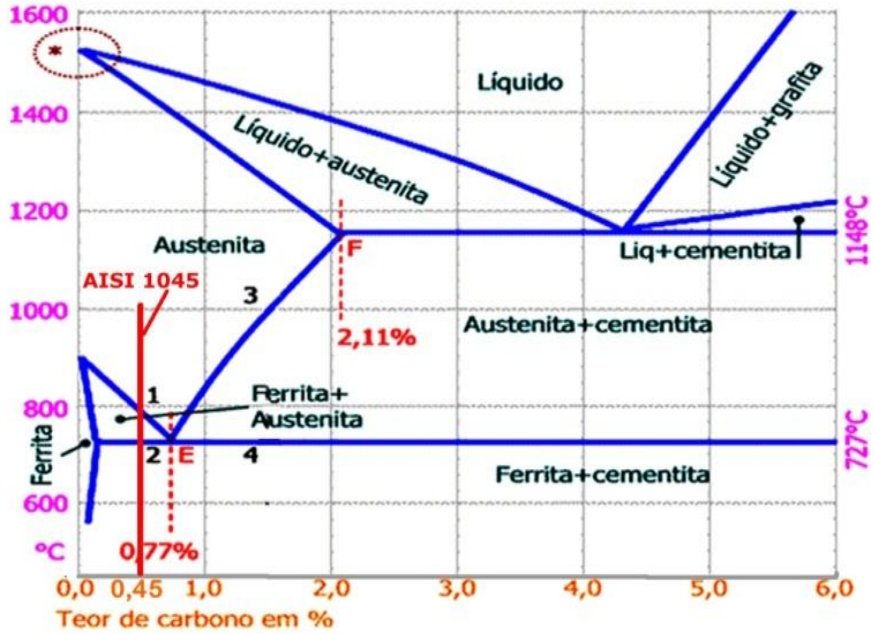

FIGURA 13 - Diagrama de fases Ferro-Carbono.

Fonte: adaptado de CALLISTER, W. D, Fundamentals of Materials Science and Engineering.

TABELA 1 - Composição química do AISI 1045.

% Peso	C	Mn	Fe	S	P
AISI 1045	0,43 – 0,5	0,6 - 0,90	Balanço	0,05	0,04 (max)

Fonte: http://www.efunda.com

O Aço Inoxidável VI 138, foi selecionado para o estudo em função de ser um material utilizado amplamente em implantes cirúrgicos. Esses materiais apresentam necessidade de uma gravação de alto contraste, que não comprometa suas propriedades físico-quimicas, para o êxito de sua aplicação. Sua gravação já vem sendo estudada em colaboração com o Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CCTM) do IPEN e a sua seleção também está atrelada a melhor forma de gravação para este material. A sua composição química é apresentada na TAB. 2.

TABELA 2 - Composição química do VI 138.

% Peso	C	Si	Mn	Cr	Ni	Fe	Mo
VI 138	0,025	0,4	1,8	17,5	14	Balanço	2,8

Fonte: http://www.efunda.com (Obs.: para os valores das propriedades do VI 138 foram adotadas as mesmas do aço inoxidável austenítico AISI 316L, que apresenta mesma composição. O VI 138 difere do AISI 316 L pelo seu mais rigoroso controle das inclusões, necessário em função de se tratar de um material usado em implantes cirúrgicos).

O cobre eletrolítico foi selecionado por apresentar uma alta condutividade térmica e elétrica, além de uma constante de acoplamento elétron-fônon muito menor que a de outros metais, fatores esses que podem indicar, respectivamente, a importância dessas propriedades na **condução** do calor para fora da região irradiada e na eficiência na remoção de material no processo de ablação. Sua disponibilidade e baixo custo em relação a outros materiais, também foram fatores que contribuíram para a sua seleção.

O molibdênio com 99% de pureza foi incluído no estudo, em função de seu elevado ponto de fusão, em relação aos outros metais estudados, por ter um dos menores coeficientes de expansão térmica entre os metais utilizados comercialmente e uma condutividade térmica intermediária entre os aços e o cobre. Sua disponibilidade e baixo custo em relação a outros materiais que poderiam ser utilizados, também contribuíram para a seleção deste material. A TAB. 3 apresenta as propriedades térmicas dos materiais estudados e suas respectivas constantes de acoplamento elétron-fônon.

TABELA 3 - Propriedades térmicas dos materiais e suas constantes de acoplamento elétron-ônon.

Material	Ponto de fusão (°C) *	Coeficiente linear de expansão térmica (10^{-6}/°C) *	Condutividade térmica (W/m - K) *	γ [10^{17} W/m^3/K] (4000K)**
Aço VI 138	1500	16	15,9	35,4
AISI 1045	1410	12	51,9	35,9
Cobre	1083	17,7	401	15,6
Molibdênio	2623	5	138	1,26

Fonte: *http://www.efunda.com

** http://www.faculty.virginia.edu/CompMat/electron-phonon-coupling/

Para determinação dos limiares de ablação e dos parâmetros de incubação, utilizo-se o método *D-Scan*, descrito na seção 2.3, com o qual foram determinados os limiares de ablação e os parâmetros de incubação para os diversos materiais com larguras temporais de 25, 80 e125 fs.

Desta forma, a partir dos resultados obtidos através do método *D-Scan*, foram determinadas as melhores condições para usinagem nestes materiais, que pode levar a um compromisso ótimo de eficiência de extração de material, integridade da região vizinha e precisão.

Neste trabalho, os experimentos foram conduzidos a partir de um sistema laser de Ti:Safira (Femtopower Compact Pro CE-Phase HP/HR de Femtolasers), com emissão centrada em 785 ηm, com 37 ηm de largura de banda, e taxa de repetição máxima de 4 kHz, 800 μJ de energia máxima por pulso e emissão linearmente polarizada. Três durações temporais diferentes de pulsos foram utilizadas: 25 , 80 e 125 fs.

Para as irradiações do *D-Scan*, as energias dos pulsos foram atenuadas para valores que ficaram entre 60 e 90 μJ, o feixe foi focado por um dubleto de comprimento focal de 75 milímetros (Thorlabs AC254 - 075 - B), e as amostras foram movidas por um sistema de 3 eixos controlado por computador. Durante o experimento de *D-Scan*, a amostra foi sempre movida de antes para depois da cintura do feixe, isto é, no início do percurso, o foco se encontrava no

interior da amostra, movimentando-se da direita para a esquerda, terminando o percurso com o foco acima da superfície (movimento no eixo z).

Várias combinações de taxas de repetição e velocidades de deslocamento transversal da amostra v_y (no plano horizontal) foram utilizadas para cobrir as superposições de um único pulso até mais de 10^4 pulsos. A velocidade de deslocamento longitudinal da amostra, v_z (no plano horizontal), era sempre igual a v_y para gravar perfis alongados (Machado *et al.*, 2012). Após a gravação de cada traço *D-Scan*, a amostra (FIG. 11) foi deslocada verticalmente (direção x) por 400 micrômetros, esta separação foi usada como uma escalada para medir $2\rho_{máximo}$, que é a largura máxima do traço, no microscópio óptico (MO). A FIG. 14 apresenta traços obtidos no experimento de 25 fs, obtidos no aço AISI 1045.

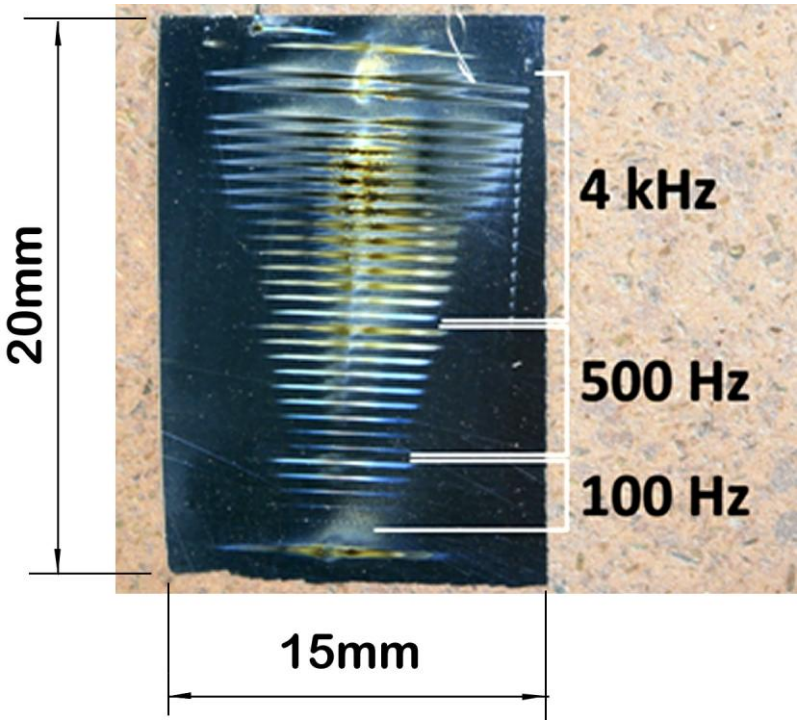

FIGURA 14 - Traços gerados pela técnica *D-Scan* no aço AISI 1045 com pulsos de 25 fs.
Fonte: Autoria própria.

Os traços de *D-Scan* foram usados para medir o limiar de ablação (F_{th}) para pulsos sobrepostos e o parâmetro de incubação (S) dos materiais, assim como para verificação dos seus efeitos na morfologia das superfícies em função da variação dos parâmetros dos experimentos. Todas as irradiações foram realizadas em atmosfera protetora de Argônio (Ar) com fluxo de aproximadamente 10 L/min. Posteriormente as amostras foram limpas com álcool isopropílico, em um aparelho de ultrassom, para remover os detritos da ablação depositados.

Usinagens com o uso de lasers de femtossegundos em filmes finos ou lâminas muito finas, de poucas dezenas de micrometros de espessura em metais, têm sido estudadas, mas pouco tem sido feito em materiais mais espessos. Nestes casos, pelo menos dois fatores podem ser muito diferentes e complicadores: os efeitos térmicos formadores de uma ZTA, abaixo da região ablacionada, e a ejeção de material de ranhuras estreitas e profundas. O primeiro pode comprometer a resistência física e mecânica local do material, e a segunda pode limitar a profundidade pretendida e a precisão dimensional.

Assim, para cada material, é preciso determinar as regiões de baixa e de alta fluência, onde os fenômenos térmicos são menores e maiores, respectivamente. Como estas regiões dependem de efeitos de incubação, também foi preciso determinar este fator para se obter uma usinagem profunda. Desta maneira, os experimentos determinaram:

- Limiar de ablação;

- Estudo do efeito de incubação, ou seja, limiar de ablação em função da fluência para diferentes sobreposições de pulsos;

- Análise da interface de usinagem (ZTA e material fundido) em função dos parâmetros de processo.

Cada uma destas etapas foi investigada para as três larguras temporais do pulso laser, de 25, 80 e 125 fs, nos quatro metais estudados. A taxa de repetição dos experimentos também foi variada, entre 100 e 4000 Hz, com o intuito de se cobrir uma maior amplitude de sobreposições de pulsos.

Todo o trabalho foi desenvolvido no Centro de Lasers e Aplicações (CLA) do IPEN. O laser utilizado pertence ao laboratório T^3 (de *table top terawatt* laser), cujo feixe é levado até a estação de trabalho no laboratório T3U, que possui um sistema opto-mecânico para microusinagem com laser de femtossegundos, que resultou do desenvolvido de uma dissertação de mestrado (Vidal, 2010).

Nesta estação, qualquer geometria e sequência de parâmetros de processo podem ser programados através de um sistema CadCam (*MasterCam*) e interfaces que controlam e conectam os diversos dispositivos disponíveis no sistema.

Em princípio, os experimentos realizados com o método *D-Scan* foram realizados no laboratório T^3. As amostras de metal utilizadas tinham a forma de lâminas com espessuras de aproximadamente 1 mm e a área irradiada era de geometria retangular de 15 x 20 mm. A preparação metalográfica foi feita a partir de embutimento a quente em baquelite. As amostras foram lixadas, partindo de lixas de 200 granas até 1200 granas e posteriormente polidas com pasta de diamante, que partiu uma granulação de 9 µm decrescendo até 3 µm, para produzir acabamento com rugosidade controlada.

A TAB. 4 apresenta os traços e suas respectivas taxas de repetição e velocidades longitudinal (v_z) e transversal (v_y). A energia utilizada nos experimentos ficaram entre 60 e 90 µJ.

TABELA 4 – Valores da taxa de repetição e velocidades v_z (longitudinal) e v_y (transversal) de cada um dos traços executados com a técnica *D-Scan*.

		Velocidades	
		Eixo 1 (longitudinal)	Eixo 2 (transversal)
Traço	Taxa repetição (Hz)	V_z (mm/s)	V_y (mm/s)
1	4000	0,05	0,05
2	4000	0,1	0,1
3	4000	0,2	0,2

4	4000	0,3	0,3
5	4000	0,4	0,4
6	4000	0,5	0,5
7	4000	1	1
8	4000	2	2
9	4000	2,5	2,5
10	4000	3	3
11	4000	5	5
12	4000	10	10
13	4000	20	20
14	500	0,5	0,5
15	500	1	1
16	500	2	2
17	500	2,5	2,5
18	500	3	3
19	500	5	5
20	500	10	10
21	500	20	20
22	500	30	30
23	100	1	1
24	100	2	2
25	100	5	5
26	100	10	10
27	100	20	20
28	100	30	30

Fonte: Autoria própria.

A preparação e caracterização das estruturas foi feita através dos seguintes equipamentos:

- Máquina de embutimento a quente, marca Arotec, modelo PRE 300;
- Politriz, marca Arotec, modelo Aropol 2V;
- Microscópio óptico, marca Zeiss, modelo Axiollab A1 Mat.;
- Microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca Hitashi modelo TM3000;
- Perfilômetro óptico, marca Zygo, modelo ZeGage 3D;
- Microdurômetro digital LBM-004-SP

A preparação das amostras nas etapas de embutimento, lixamento e polimento, além das imagens de microscópio óptico, foram realizadas no Câmpus Itapetininga do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP). As imagens MEV, de perfilometria óptica e microdureza, foram realizadas no Centro de Lasers e Aplicações. A verificação de uma possível ZTA (zona termicamente afetada) das amostras, após ataque químico, foi feita após a análise das imagens obtidas em microscópio óptico, com o intuito de verificar possíveis mudanças na sua microestrutura.

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 Resultados AISI 1045

Os traços *D-Scan* foram obtidos para as larguras temporais de 25, 80 e 125 fs e tiveram seus resultados investigados. A imagem obtida no microscópio eletrônico de varredura (MEV), apresentada na FIG. 15, em (a), mostra os seis primeiros traços gerados pela técnica *D-Scan* para este aço. Nesse experimento foi usada a largura temporal do pulso de 25 fs, com velocidades de varredura crescentes de cima para baixo. Em (b) a posição onde foram feitas as medições para a obtenção da medida de largura dos traços que foram usados para o cálculo dos limiares de ablação (F_{th}) e os fatores de incubação (S), em cada uma das três larguras temporais é mostrada.

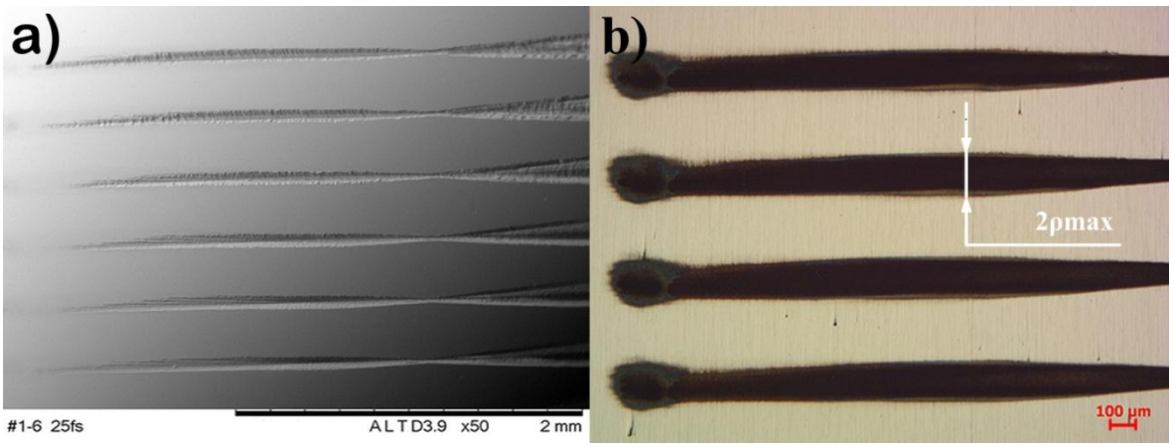

FIGURA 15 – Em (a) imagem obtida no MEV, na qual são mostrados os seis primeiros traços (N) gerados pela técnica *D-Scan*. Em (b) imagem do MO, que mostra medidas de $2\rho_{max}$ utilizadas no cálculo do limiar de ablação do AISI 1045 no regime de baixa fluência.

Fonte: Autoria própria.

A obtenção das imagens das medidas das larguras dos traços foi realizada em microscópio óptico (MO) e representam o limiar de ablação para um regime de baixa fluência. O procedimento de medição foi repetido para as três larguras temporais estudadas.

No gráfico da FIG. 16, de F_{th} x N, observa-se o decréscimo do limiar de ablação (F_{th}) do aço AISI 1045, que ocorre com o aumento da sobreposição N de pulsos para as três larguras temporais utilizadas, em regime de baixa fluência.

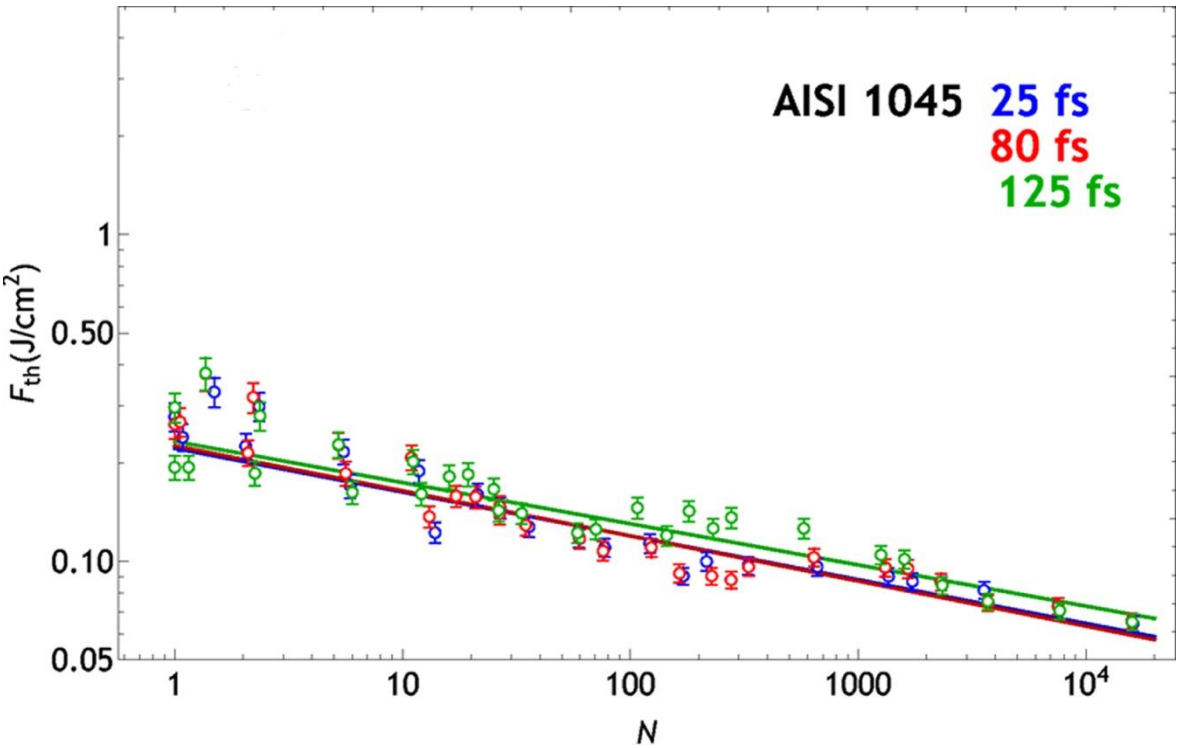

FIGURA 16 - Limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N) obtido na execução dos traços no aço AISI 1045 nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs em regime de baixa fluência.

Fonte: Autoria própria.

O resultado de comportamentos similares para as três larguras temporais estudadas é notável, mesmo em menores sobreposições. Com o aumento da sobreposição de pulsos, ocorre um consequente aumento da formação de defeitos, cuja taxa de formação é maior para pulsos mais curtos. Foi observado que à medida que a concentração de defeitos vai aumentando, ocorre

uma diminuição na taxa de decréscimo de limiar, independentemente da largura temporal utilizada no processo de ablação. No caso específico do aço AISI 1045, essa tendência de estabilização dos defeitos fica mais evidenciada nas sobreposições que superam os 100 pulsos, principalmente nas larguras temporais de 25 e 80 fs.

O experimento também proporcionou a possibilidade de determinar o limiar de ablação para pulso único, para sobreposições acima de 10^4 pulsos, além do fator de incubação do aço AISI 1045 nas três larguras temporais investigadas. Os resultados revelaram valores próximos nas três larguras temporais, tanto para o limiar de ablação para pulso único, para sobreposições acima de 10^4 pulsos, como para os fatores de incubação e são apresentados abaixo na TAB. 5.

TABELA 5 - Limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), ($F_{th10}{}^4$) e o Fator de incubação (S) do AISI1045.

Largura temporal do pulso	25 fs	80 fs	125 fs
Fator de incubação (S)	0,86 ± 0,01	0,86 ± 0,01	0,87 ± 0,009
Limiar para pulso único (F_{th1})	0,22 ± 0,01	0,22 ± 0,01	0,23 ± 0,01
Limiar para 10^4 pulsos ($F_{th10}{}^4$)	0,06 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,06 ± 0,01

Fonte: Autoria própria

Outro aspecto notável é que embora o decréscimo no limiar de ablação em função do aumento da sobreposição de pulsos seja similar para as três larguras temporais estudadas, os efeitos na superfície do material e principalmente no acabamento das bordas, se apresentam muito próximos nas larguras temporais de 25 e 80 fs, com uma notável deterioração desse acabamento na largura temporal de 125 fs, como pode ser visto na FIG. 17. Assim, verificou-se que para o AISI 1045, no traço de melhor acabamento de borda, na região de medida do ρ_{max}, que com a diminuição da largura temporal de 125 fs para 80 fs, o acabamento apresenta uma significativa melhoria. No decréscimo de 80 fs para 25 fs, o acabamento de suas bordas se equivalem. Os

melhores acabamentos de borda são apresentados na FIG. 17, nas imagens obtidas no MEV, nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs.

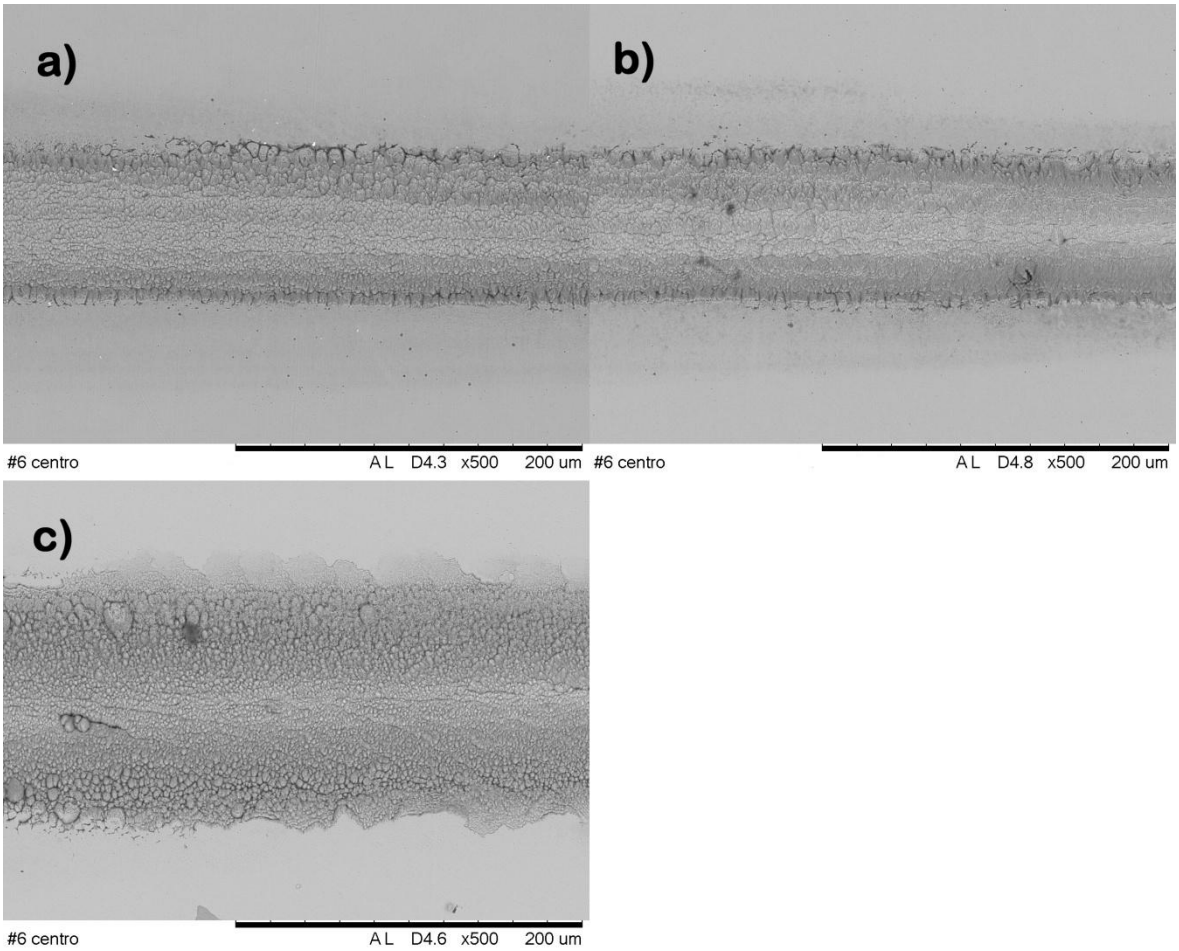

FIGURA 17 - Melhores acabamentos de borda obtidos na execução do traços no aço AISI 1045, na região de medida do ρ_{max}, nas larguras temporais de 25 fs (a), 80 fs (b) e 125 fs (c).

Fonte: Autoria própria.

Aproveitando a vantagem da técnica *D-Scan*, de proporcionar a reprodução rápida de diversas condições com diferentes morfologias de ablação, dividimos o experimento em três grupos principais de regimes de ablação, para as três larguras temporais. O primeiro grupo está compreendido entre o primeiro e o sexto traço, na qual a sobreposição está aproximadamente entre 1000 e 16140,

onde ocorre a ablação mais efetiva (regime de alta fluência), e que pode ser utilizado para usinagem de cortes, furos e estruturas mais profundas.

Esta condição pode representar uma maior agilidade e rapidez em um desses processos, que fica então condicionado às necessidades e exigências relativas à precisão e acabamento que se deseja obter. A FIG.18 apresenta a imagens do MEV, obtida em regime de alta fluência, do traço realizado com a maior sobreposição de pulsos. Em (a), região de maior largura do traço, e em (b) mesmo traço em perspectiva 3D.

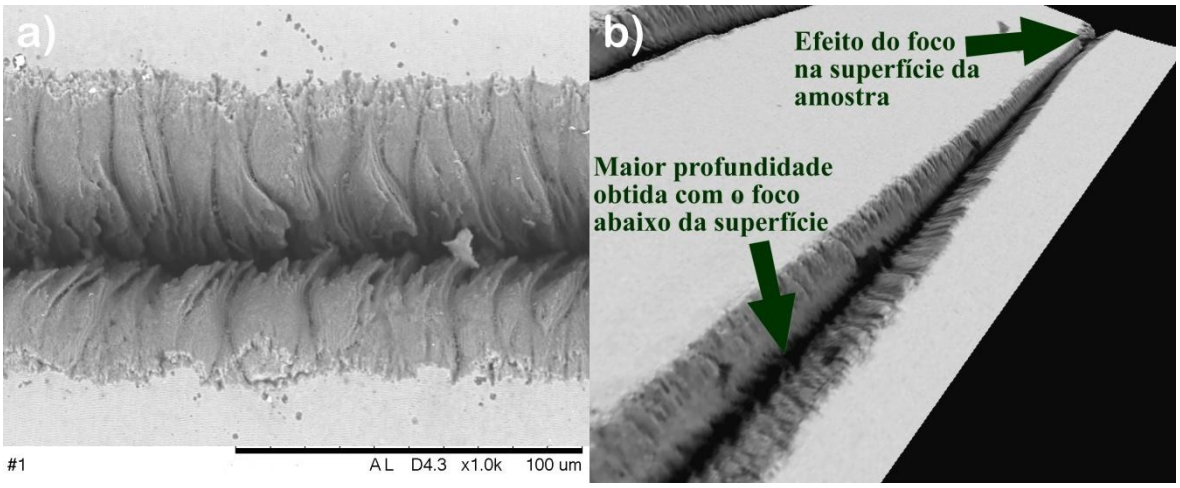

FIGURA 18 - Condição de maior sobreposição de pulsos na execução dos traços no aço AISI1045. Em (a) região de maior largura do traço de maior sobreposição, e em (b) mesmo traço em perspectiva 3D.

Fonte: Autoria própria.

Ao contrário do que se poderia esperar, observa-se que a região onde o foco está na superfície da amostra não corresponde à maior profundidade de ablação, como já observado por Samad *et al.* (2008).

Este fato também se repete para condições de menores sobreposições. Por ser a região onde a intensidade é maior, esperava-se que no foco ocorresse uma maior remoção de material e uma maior profundidade de usinagem. Esta condição de menor profundidade de ablação deve estar associada à dificuldade de ejeção do material fundido nessa região. Essa

deficiência na remoção do material parece estar associada à alta razão de aspecto (razão entre a largura e a profundidade) do traço nesta região. Esse fenômeno será abordado novamente nas análises metalográficas do perfil do traço. Outro fator que pode ter contribuído para esta diminuição de eficiência na remoção de material é a grande ionização da atmosfera produzida pela alta intensidade neste ponto. Para regiões fora do foco, o diâmetro do feixe é maior, a intensidade é menor e o plasma passa a ser muito pequeno ou inexistente. A eficiência de remoção passa a ser maior quando não há plasma, e com o deslocamento do feixe para posições mais afastadas do foco, a profundidade de ablação passa por um máximo e depois decresce continuamente até não haver mais ablação. É claro que a formação de plasma, e a alta razão de aspecto obtida na região onde o foco está na superfície não são os únicos fatores a influenciar a eficiência de extração de material neste ponto, e um estudo mais detalhado da relação entre intensidade e remoção de material é ainda necessário para a melhor compreensão deste fenômeno.

A partir da observação e comparação dos traços realizados nos experimentos, a condição de melhor acabamento de borda foi obtida no traço 6, na largura temporal de 25 fs, onde a sobreposição foi de N ~ 1380 pulsos. Para se identificar essa melhor condição de borda, foi usado o critério de borda mais retilínea e com menor propagação de defeitos para além da região do canal. Imagens obtidas no MEV apresentam na FIG. 19, em (a), o traço de melhor acabamento de borda em perspectiva 3D e em (b) vista superior do mesmo traço.

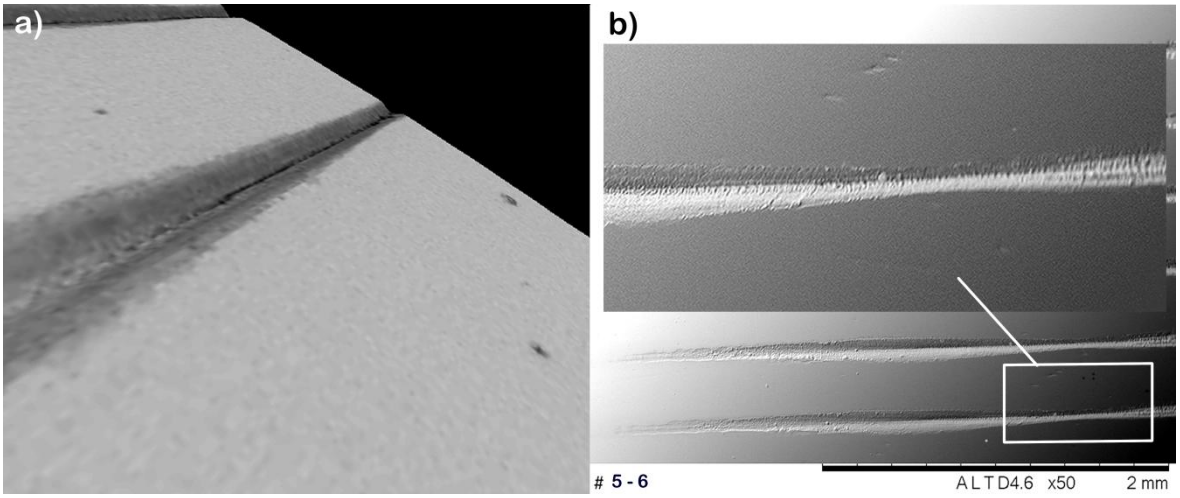

FIGURA 19 - Traço com melhor acabamento de borda para o AISI 1045; foco 0,4 a 0,6 mm dentro da peça; N = 1380. Em (a) traço de melhor acabamento em perspectiva 3D, obtida no MEV. Em (b) traços 5 e tr6 destacado na ampliação da imagem.

Fonte: Autoria própria.

O segundo grupo está compreendido entre o sétimo e o décimo primeiro traço, em que a sobreposição está entre 50 e 600 pulsos, condição na qual ocorre a remoção de pequenas porções de material na superfície, que formam uma estrutura granulada. Uma possível aplicação dessa condição pode ser seu uso para texturização de superfícies que necessitam de um ligeiro aumento na sua rugosidade, sem alterações profundas na microestrutura e propriedades mecânicas, servindo, por exemplo, como base para melhorar a adesão a um recobrimento. Isso é possível a partir do controle da ablação com a obtenção dessa estrutura em uma camada superficial da ordem de alguns mícrons, o que pouco compromete a microestrutura adjacente logo abaixo da área texturizada. Na FIG. 20 são apresentadas imagens do MEV que mostram em (a) a morfologia da superfície obtida após irradiação com uma sobreposição de 600 pulsos, em uma condição que promove uma distribuição mais heterogênea em relação aos tamanhos da estrutura granular. Em (b) sob a irradiação de 230 pulsos sobrepostos, embora em um aumento diferente da imagem (a), pode-se observar uma textura mais refinada e homogênea das estruturas granuladas da superfície, que foram obtidas no experimento com o aço AISI 1045.

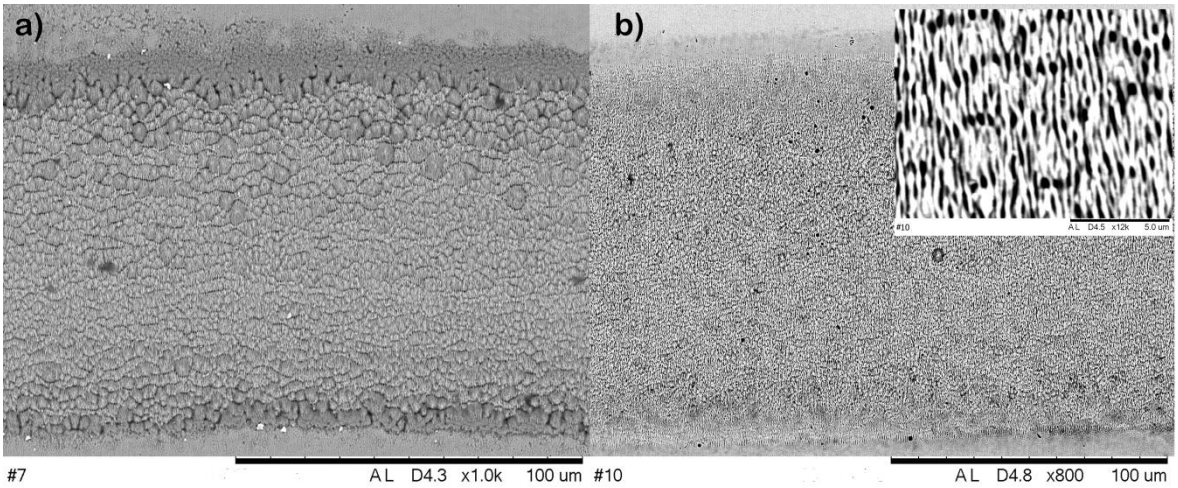

FIGURA 20 - Imagens do MEV das estruturas granuladas para N entre 600 em (a) e 230 em (b), na região de medida do ρ_{max}. Em (b), imagem do centro do traço com ampliação de 12000x.

Fonte: Autoria própria.

Um terceiro grupo está compreendido entre um único pulso e a sobreposição de aproximadamente 36 pulsos. Nesta condição ocorre a formação de pequenas ondulações periódicas na superfície do material (LIPSS), com período de aproximadamente 600 ηm, e que praticamente não variam em função da maior ou menor sobreposição de pulsos. Observa-se apenas uma maior profundidade destas estruturas com a maior sobreposição, alterando a coloração do material que se torna mais escurecido.

Diversos trabalhos têm observado e investigado esse padrão obtido em diversos materiais metálicos, dielétricos e semicondutores, como no estudo sobre a formação de micro/nano estruturas na superfície do silício (Nayak e Gupta, 2010). Em outro traballho Wang e Guo (2005) observaram tais estruturas em amostras de ouro, prata e cobre sendo semelhantes às obtidas nesse terceiro padrão observado no AISI 1045. Na FIG. 21 é apresentada, à esquerda, em ampliação de 12000x, a condição obtida com sobreposição de 24 pulsos na largura temporal de 25 fs e a direita ondulações periódicas podem ser observadas em pulsos únicos, na imagem obtida no MO com ampliação de 1000x.

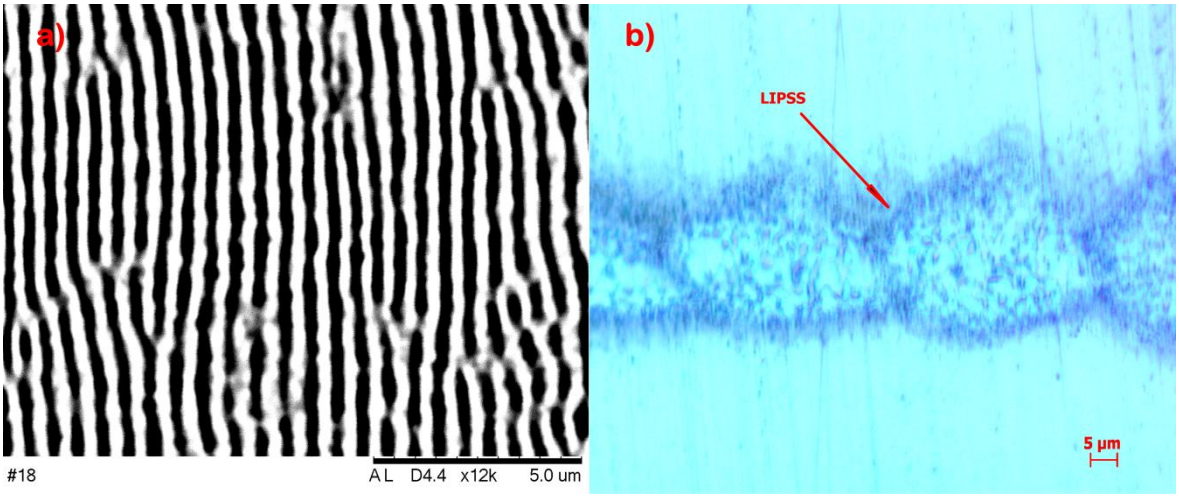

FIGURA 21 - LIPSS em (a) e mudança de coloração, na região de medida do ρ_{max} N = 24 (a); pulso único (b) e período de 590 ηm ± 50 ηm.

Fonte: Autoria própria.

Vale aqui salientar que a produção dos LIPSS parece contradizer o fato de que a mobilidade eletrônica inibe o efeito Coulomb nos metais. Com esta evidência fica difícil explicar esta formação por outro motivo que não as possíveis interferências de plasmons ou ondas superficiais com o feixe principal. Isto ainda é motivo de estudos e não há uma explicação de consenso na literatura. Sabe-se que ocorre fusão em uma camada bem fina desta estrutura ondulada, como observado por Cangueijo *et al.* (2016), e assim, a explicação do fenômeno torna-se ainda mais complexo. Um efeito Coulomb puro, em princípio, não deveria causar esta fusão.

Os resultados obtidos nos experimentos com o aço AISI 1045 indicaram a possibilidade de algumas das condições serem aplicadas em processos de microusinagem direta, principalmente nas operações de corte e furação. Porém nos processos de usinagem a laser mencionados, principalmente de pulsos longos ou mesmo em pulsos curtos, os efeitos térmicos induzem a criação de uma ZTA, que pode levar a criação de tensões residuais e alterações microestruturais importantes. Assim, uma investigação desses efeitos foi conduzida para se identificar e, se possível, mensurar tais efeitos, nas condições nas quais ocorre a ablação de maiores volumes de material.

Foram feitas micrografias na superfície das amostras, que após ataque químico com nital a 3%, não mostraram indícios de propagação de calor fora da região ablacionada, mesmo nas maiores sobreposições de pulsos, condição essa de possível utilização em processos de furação e corte. Os resultados podem ser observados nas imagens apresentadas na FIG. 22, que mostra em (a) micrografia obtida no MO com destaque para a ampliação da região onde grãos foram cortados pelo laser, e em (b), imagem do MEV entre os traços de maiores sobreposições de pulsos do experimento. Mesmo com ampliação de 8.000 vezes não é possível se observar alteração na microestrutura; ou seja, na forma dos grãos. Se algum efeito térmico ocorreu, isso aconteceu dentro dos grãos, e uma possível constatação deste efeito só pode ser feita com microscopia de alta resolução.

É obvio que houve grande produção de calor nesta região próxima ao foco, com fluência muito alta (F_{foco} ~ 43 J/cm^2) e com alta sobreposição de pulsos. A falta de evidência de um dano provocado por este calor na morfologia dos grãos indica que o calor propagado para a rede foi muito pequeno. A maior parte dele deve ter sido levada para fora da região juntamente com o material ablacionado por um processo de explosão de fase. O valor relativamente pequeno de energia (~90 µJ/pulso), e a alta velocidade do processo (de explosão de fase) ajudam a explicar a inexistência de um maior efeito térmico na região vizinha ao traço.

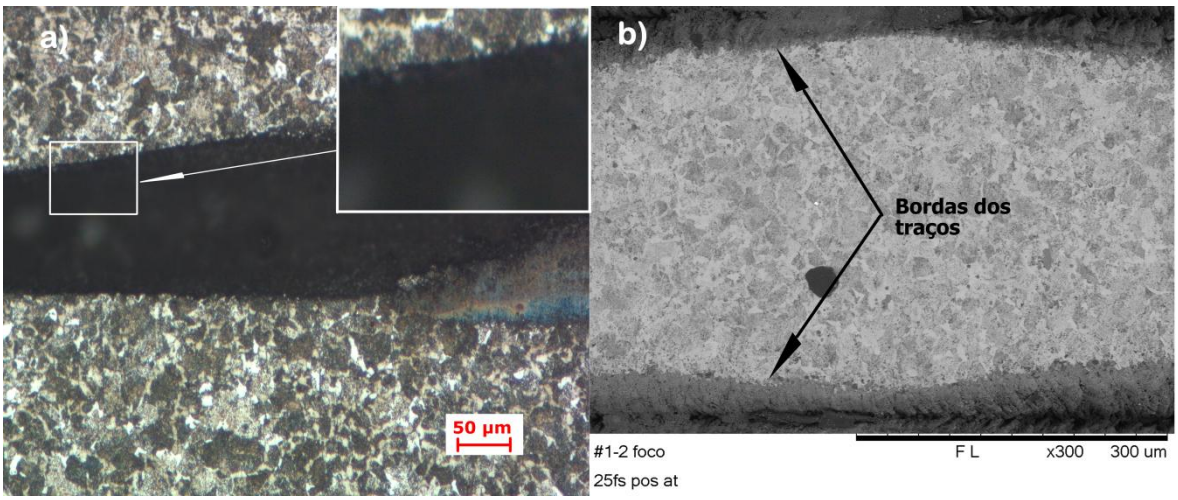

FIGURA 22 - Em (a), imagem do MO do traço de melhor acabamento de borda com destaque para grãos que foram cortados pelo laser. Em (b), imagem do MEV que mostra microestrutura inalterada entre os traços de maior sobreposição de pulsos.

Fonte: Autoria própria.

Nas menores sobreposições de pulsos, na condição de formação das ondulações, em que ocorre o escurecimento da superfície ablacionada, embora haja a mudança na morfologia da superfície, não ocorre retirada de material suficiente para alteração da microestrutura. Imagens de MO desta região são apresentados na FIG. 23.

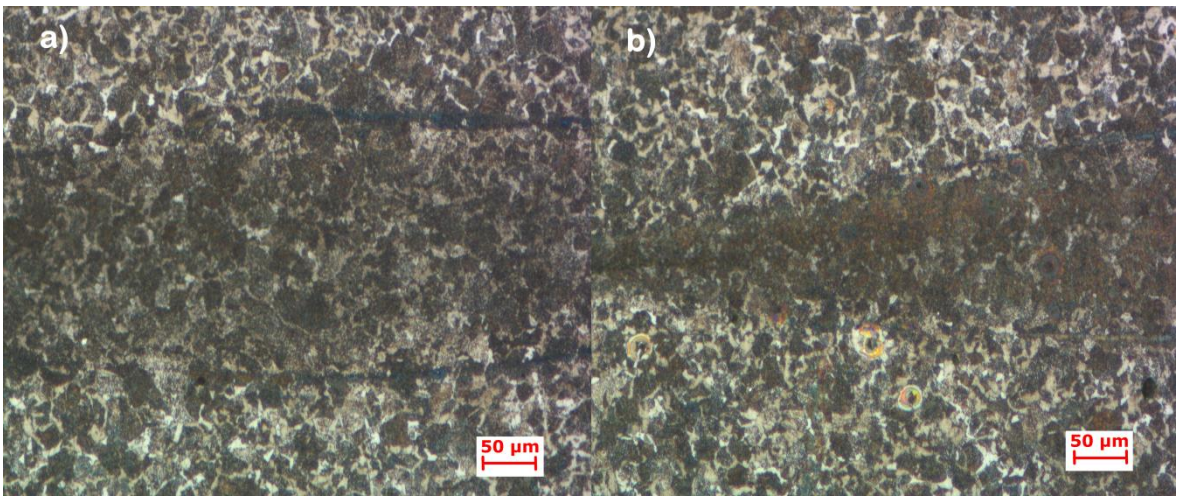

FIGURA 23 - Imagens obtidas no MO que mostram em (a) sobreposição de 10 pulsos. Em (b) mesmo traço próximo a cintura do traço.

Fonte: Autoria própria.

Apesar de não ser a parte mais profunda dos traços, a região do foco, quando se usa alta sobreposição de pulsos, apresenta uma grande profundidade. A FIG. 24 mostra em (a) a extensão do canal e de material fundido gerado durante o processo. Em (b) mostra uma seção transversal do traço no foco onde a profundidade é quatro vezes maior que sua largura. Em (c) terceiro traço em condição que com uma sobreposição de 3562 pulsos ainda gera zona fundida para além da profundidade do canal.

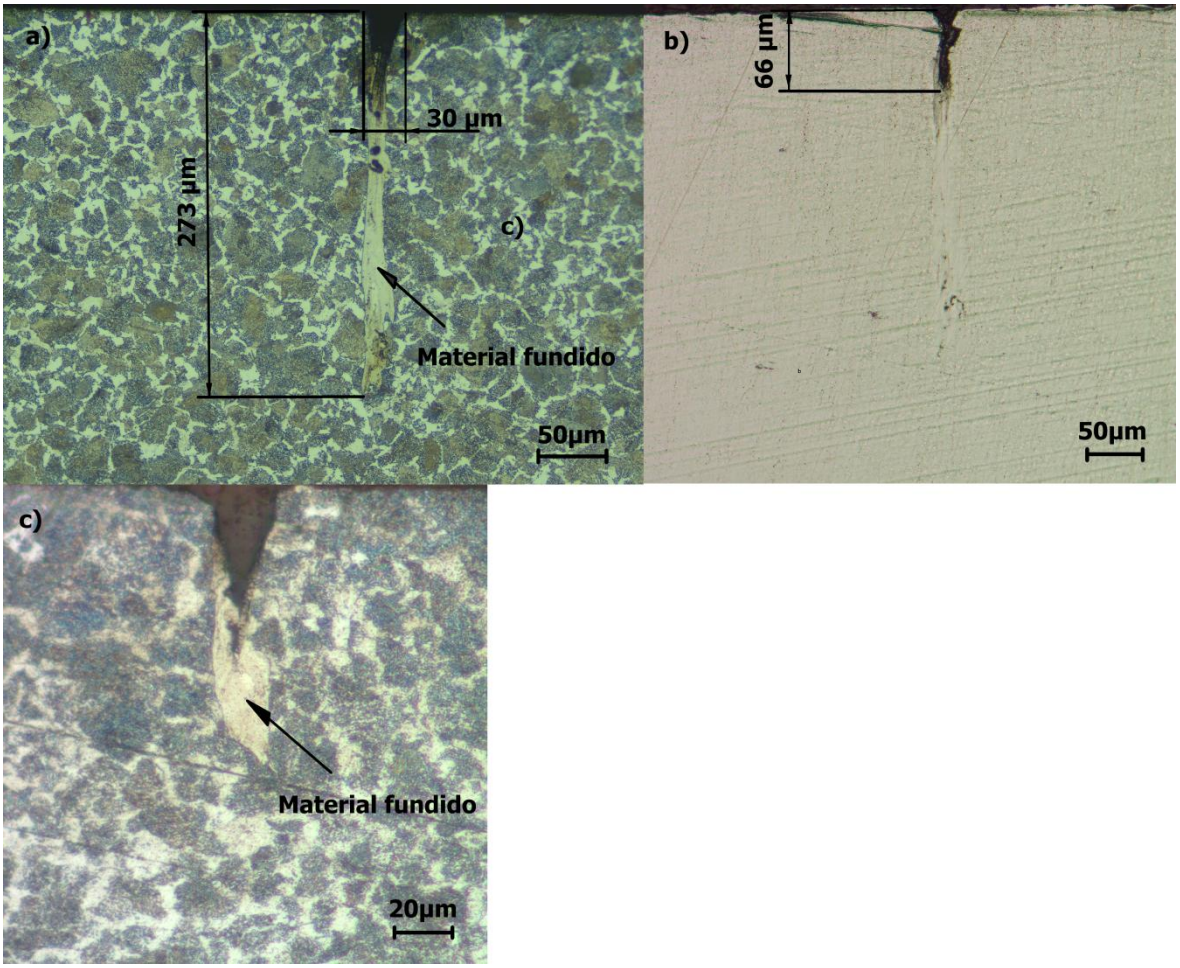

FIGURA 24 - Imagens do MO apresentam em (a) e (b), sobreposição de aproximadamente 15131 pulsos. Em (c), sobreposição de aproximadamente 3562 pulsos, com foco posicionado na superfície da amostra.

Fonte: Autoria própria.

Nas condições de maior sobreposição verificou-se a formação de uma estrutura muito mais profunda que o traço, preenchida de material aparentemente ressolidificado, que começa no fundo do traço na direção de propagação do feixe. Uma análise metalográfica mostrou que esta estrutura é formada de uma outra fase, que pode ser a martensita ou uma fase austenítica, o que indica a presença de efeitos térmicos nessa região, onde uma porção de material fundido se resfria muito rapidamente dando origem a essa fase. Este fenômeno, contudo, é observado apenas na região próxima à posição onde o foco passa pela superfície da amostra e em sobreposições acima de 3500 pulsos. O acúmulo de defeitos diminui muito o limiar de ablação nesta região, e a diferença entre a fluência utilizada ($F \sim 43$ J/cm^2) e F_{th} ($N = 10^4$) ~ 0,07 J/cm^2 se torna enorme. A produção de calor deve ser grande, e parece provocar uma espécie de filamentação como a observada no silício (Döring *et al.*, 2013) e polímeros transparentes. A diferença é que aqui não temos um material transparente e não se trata de um furo, mas sim de um corte. Ao que sabemos, esta é a primeira vez que tal fenômeno é observado em metais.

Neste caso, o efeito de filamentação indica que a profundidade de penetração do feixe supera 250 µm, sendo assim possível para essa condição, o corte ou furação de chapas de aços como o AISI 1045. Neste caso, contudo, é preciso encontrar uma maneira de retirar o líquido da poça fundida, e um bico injetor com fluxo de gás supersônico talvez possa ser a solução.

Outra possível aplicação a ser investigada em função da geração da martensita na direção de propagação do feixe é o tratamento de superfícies em regiões extremamente pequenas. Parece uma situação contraditória em se tratando de pulsos ultracurtos, mas abre-se a possibilidade de, por exemplo, produzir furos por percussão com paredes internas endurecidas.

Para a confirmação da geração de austenita retida ou martensita na região de extensão do traço, foram feitas análises na região identificada na FIG. 24. Desta forma foram realizados os ensaios de microdureza Vickers, para além da região ablacionada, na direção de propagação do feixe laser. Assim

foram feitos ensaios em 5 pontos ao longo da secção do traço, que revelaram a alterações na dureza do material abaixo da região ablacionada, conforme mostra imagem obtida no MO da FIG. 25 e TAB. 6 de valores de microdureza Vickers.

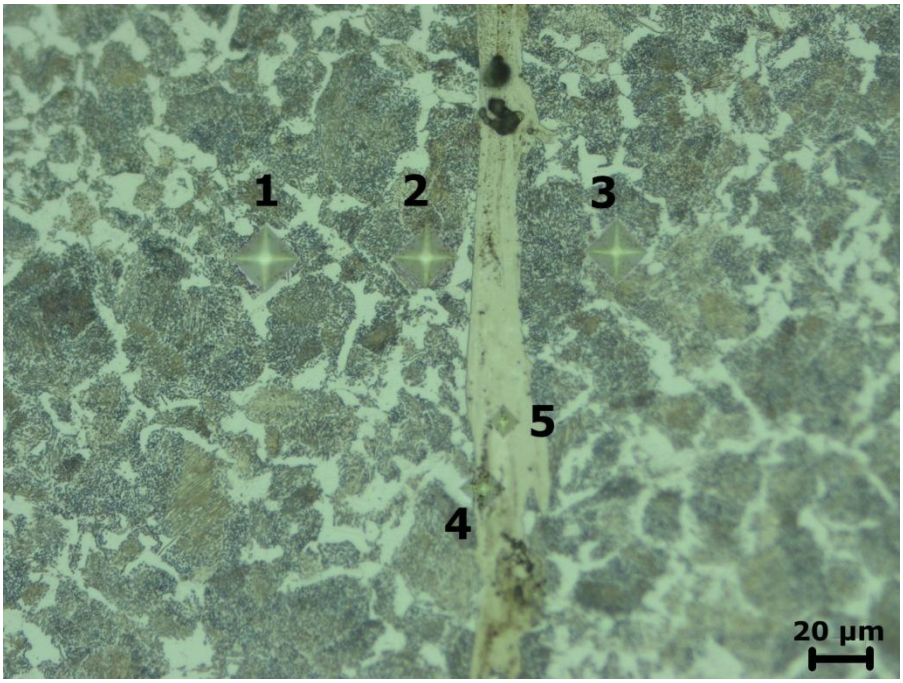

FIGURA 25 - Pontos de execução do ensaio de microdureza Vickers nas regiões da mudança microestrutural na extensão do traço e em seu entorno, em imagem obtida no MO.

Fonte: autoria própria.

TABELA 6 - Dureza Vickers nos pontos analisados no ensaio de dureza.

Pontos	Dureza (HV 0,05)
1	183 ± 5
2	206 ± 5
3	201 ± 5
4	381 ± 5
5	598 ± 5

Fonte: Autoria própria

Os resultados de dureza nos pontos 1, 2 e 3, mostram durezas esperadas para o material de base AISI 1045. Nos pontos 4, que fica na interface da região analisada, e 5, que fica no centro da mesma região, o aumento significativo nos resultados de dureza sugerem formação da fase martensítica, porém uma análise mais minuciosa deverá ser realizada para esta confirmação.

6.2 Resultados no aço VI 138

O segundo material utilizado para a investigação da interação com pulsos ultracurtos, foi o aço inoxidável VI 138, utilizado em implantes cirúrgicos. O arranjo experimental e suas análises seguiram os mesmos critérios e procedimentos usados nos ensaios do aço AISI 1045.

No gráfico da FIG. 26, observa-se o decréscimo do limiar de ablação (F_{th}) do aço VI 138 com o aumento da sobreposição N de pulsos e um comportamento similar para as três larguras temporais utilizadas.

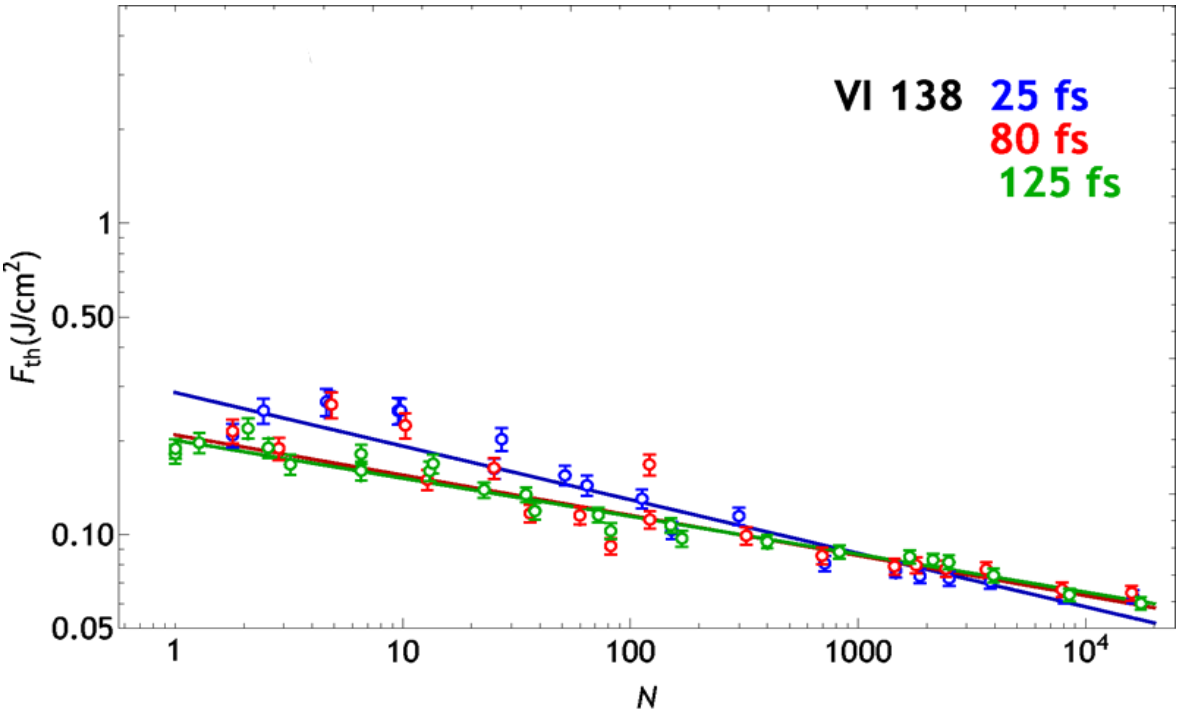

FIGURA 26 - Limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N) obtido na execução dos traços no aço VI 138 nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs.

Fonte: Autoria própria.

Nas condições de menores sobreposições é observada uma maior dispersão dos valores de F_{th}, indicando uma maior influência da largura temporal, com os menores valores de limiar associados às maiores larguras temporais, ou seja, 125 e 80 fs respectivamente. Este efeito não ficou evidente no aço AISI 1045, e ao contrário do que se poderia esperar, a largura de 25 fs apresentou um limiar maior que as outras para um número baixo de N. Com o aumento da sobreposição de pulsos, a dispersão nos valores de F_{th} diminui, e praticamente não há diferença para as três larguras temporais para N ~ 1000 pulsos.

Se fosse um dielétrico, poderíamos inferir que a alta concentração de defeitos cria mais níveis de transição entre o estado fundamental e a banda de condução, ou de Fermi. Desta maneira, não haveria necessidade de absorção multifotônica e a largura temporal (ou intensidade) teria menor influência no valor de limiar de ablação. Neste caso de um metal, os defeitos provocados na rede cristalina parecem, de alguma maneira, influenciar na “distribuição ou densidade” de estados de energia da banda de Fermi, e na mobilidade eletrônica da região vizinha.

Assim, o efeito prático deste comportamento é o de que para altas sobreposições (baixas velocidades e altas taxas de repetição), uma ablação vai ocorrer com valor praticamente constante de limiar, sem necessidade de correções durante o processo. Nesta condição, a largura temporal não influencia na taxa de remoção de material, pelo menos neste intervalo estudado.

Nesse experimento também foram determinados o limiar de ablação para pulso único, para sobreposições acima de 10^4 pulsos e o fator de incubação do aço VI 138 nas três larguras temporais investigadas. Os resultados obtidos apresentaram valores próximos, principalmente nas larguras temporais de 80 e 125 fs, tanto para o limiar de ablação para pulso único, para sobreposições acima de 10^4 pulsos, como para os fatores de incubação. Os resultados são apresentados na TAB. 6.

TABELA 7 -. Limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), (F_{th10}^4) e Fator de incubação (S) do VI 138.

Largura temporal do pulso	25 fs	80 fs	125 fs
Fator de incubação (S)	0,83 ± 0,01	0,87 ± 0,01	0,88 ± 0,005
Limiar para pulso único (F_{th1})	0,29 ± 0,02	0,21 ± 0,02	0,2 ± 0,006
Limiar para 10^4 pulsos (F_{th10}^4)	0,06 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,06 ± 0,01

Fonte: Autoria própria.

Os efeitos na superfície do material e principalmente no acabamento das bordas, se apresentam distintos para cada largura temporal experimentada. Assim, verificou-se que para o VI 138, nos traços de melhor acabamento de borda, a diminuição da largura temporal dos pulsos laser de 125 fs para 80 fs, promove um melhor acabamento, com uma ablação mais homogênea do material ao longo da largura do traço. Na largura temporal de 25 fs ocorre uma ligeira piora no processo de ablação, isto é, uma ablação menos homogênea em relação a condição obtida na largura temporal de 80 fs. A FIG. 27 apresenta imagens obtidas no MEV nas três larguras temporais estudadas.

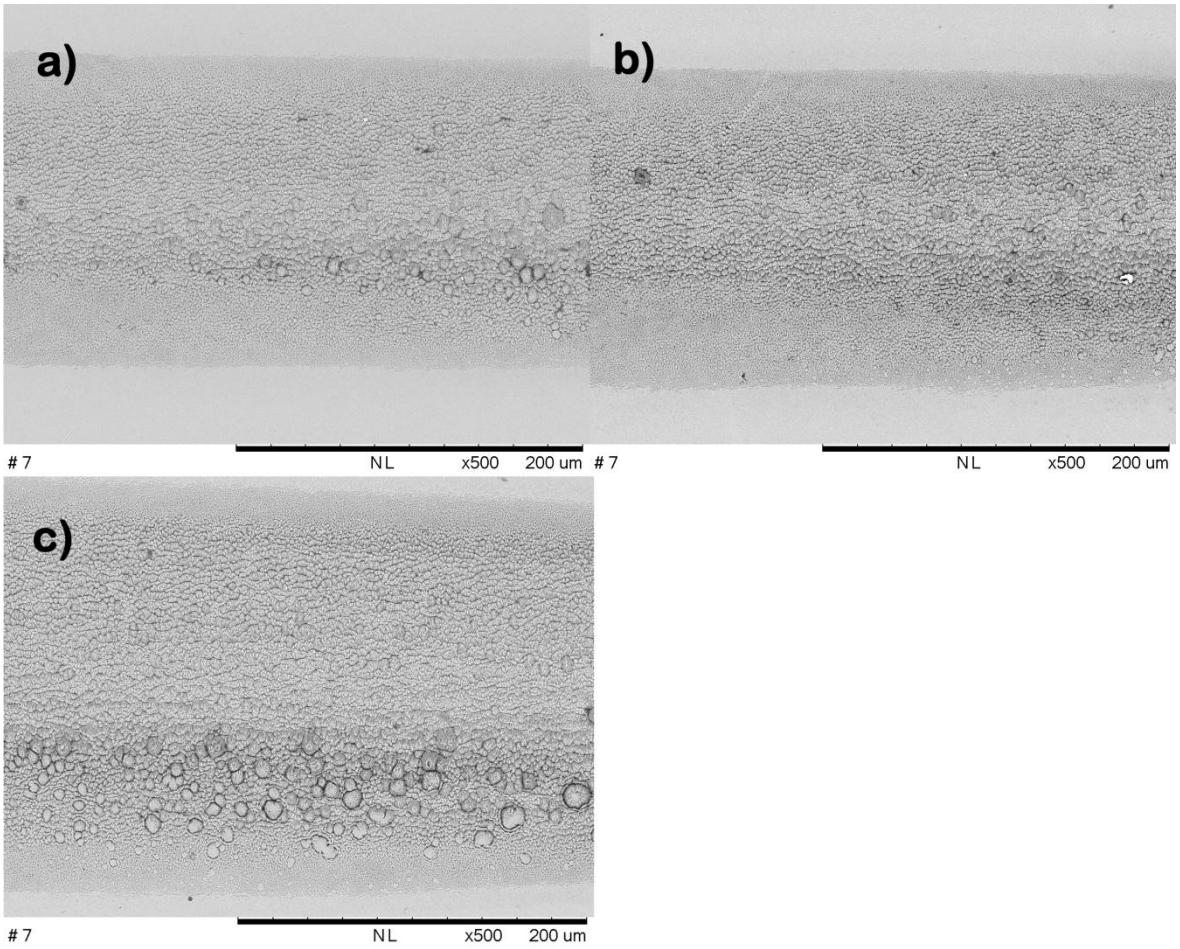

FIGURA 27 - Melhores acabamentos de borda obtidos na execução dos traços *D-Scan*no aço VI 138, na região de medida do $\rho_{max,}$ nas larguras temporais de 25 fs (a), 80fs (b) e 125 fs (c).

Fonte: Autoria própria.

No aço inoxidável VI 138, também dividimos o experimento em três grupos principais de regimes de ablação. Para as três larguras temporais, temos o primeiro grupo compreendido entre o primeiro e o sexto traço, na qual a sobreposição está aproximadamente entre 1400 e 16000 pulsos, condição em que a ablação mais efetiva (de maior volume) do material é observada. A FIG. 28 (a) apresenta imagem obtida no MEV e em (b) no perfilômetro óptico, que mostra os dois traços onde o material foi submetido às condições de maiores sobreposições de pulsos na largura temporal de 80 fs.

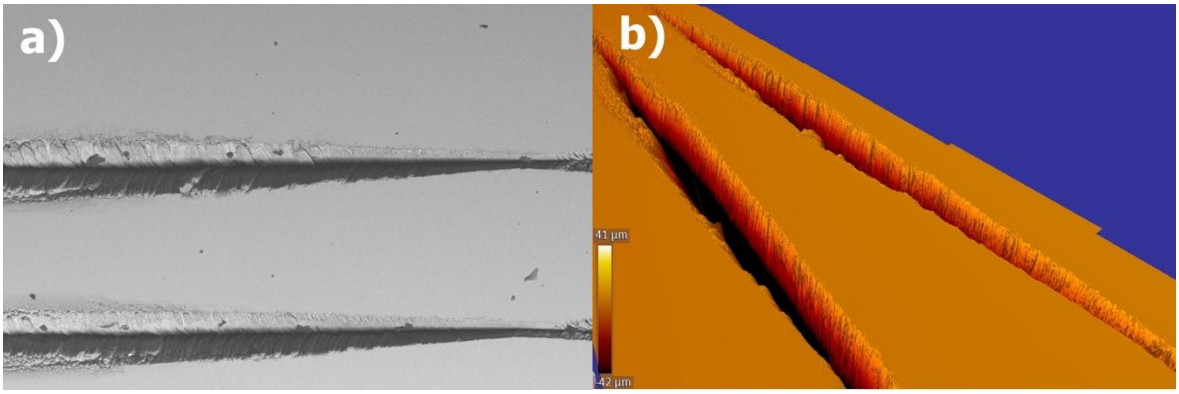

FIGURA 28 - Condição de maior sobreposição de pulsos na execução dos traços no aço VI 138 na largura temporal de 80 fs nas imagens obtidas no MEV, em (a), e no perfilômetro óptico (b).

Fonte: Autoria própria.

A partir da observação e comparação dos traços realizados nos experimentos, a condição de melhor acabamento, principalmente de borda e ablação mais efetiva de material, foi obtida no traço 6, na largura temporal de 80 fs, onde a sobreposição foi de N ~ 1400 pulsos e é apresentada na imagem da FIG. 29 obtida no perfilômetro óptico. Para se identificar essa melhor condição de borda, o critério foi de borda mais retilínea e com menor propagação de defeitos para além da região do canal.

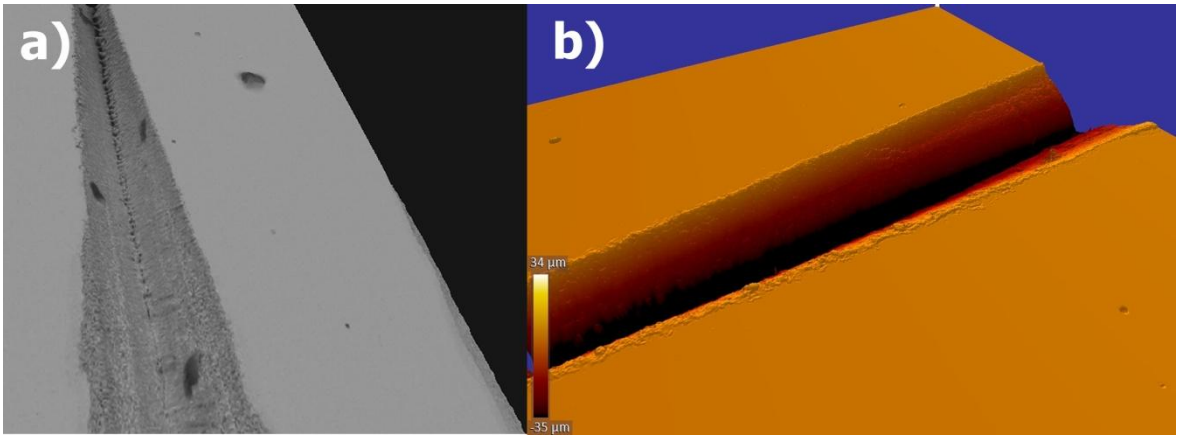

FIGURA 29 - Imagem obtida no MEV (a) e no perfilômetro óptico (b) da condição na qual se obteve a borda melhor definida na execução dos traços *D-Scan* no aço VI 138, com sobreposição de aproximadamente 1400 pulsos, na região entre 0,4 e 0,6mm à esquerda da posição onde o foco passa pela superfície da amostra (cintura do traço).

Fonte: Autoria própria

A partir da verificação da alteração na morfologia dos traços *D-Scan*, um segundo grupo foi destacado. Entre o sétimo e o décimo segundo traço, em que a sobreposição está aproximadamente entre 45 e 720 pulsos, condição que foi observada a remoção de pequenas porções de material que formam uma estrutura granulada. Um resultado similar a essa estrutura foi obtido por Sona *et al.* (2013), no estudo da rugosidade e superhidrofibicidade do aço inoxidável 316L que apresenta composição similar ao VI 138, que se diferencia apenas pelo seu mais apurado controle de inclusões, por ser um aço usado em implantes.

A morfologia de ablação obtida na superfície do aço VI 138, nesta condição, com uma característica de texturização, obtida neste segundo grupo, encontra potenciais aplicações associadas ao aumento de absorção ópticas dessa superfície, mas principalmente na geração de condições de superhidrofobicidade deste material. Em um estudo no titânio Fadeeva *et al.* (2011) utilizou propriedades de morfologia similares, onde, a partir da irradiação da superfície a laser tornaram-se hidrofóbicas. As investigações sobre a interação com algumas bactérias com essas superfícies hidrofóbicas na interface da superfície de líquido revelaram um padrão de retenção altamente seletivo para duas bactérias patogênicas de interesse. Como o aço inoxidável VI 138 tem como principal finalidade os implantes cirúrgicos, a micro-nano texturização dessa superfície poderá ser uma aplicação atrativa.

A FIG. 30 apresenta em (a), imagem obtida no MEV, nas condições de ablação sob irradiação de 720 pulsos sobrepostos, onde se obteve uma estrutura granulada menos homogênea, porém mais definida em seus contornos. Na FIG 30 (b), observa-seque ocorre uma ablação mais homogênea e mais suave, após irradiação com sobreposição de 45 pulsos. Embora os aumentos sejam distintos é possível se distinguir claramente os diferentes tamanhos de granulação da superfície irradiada.

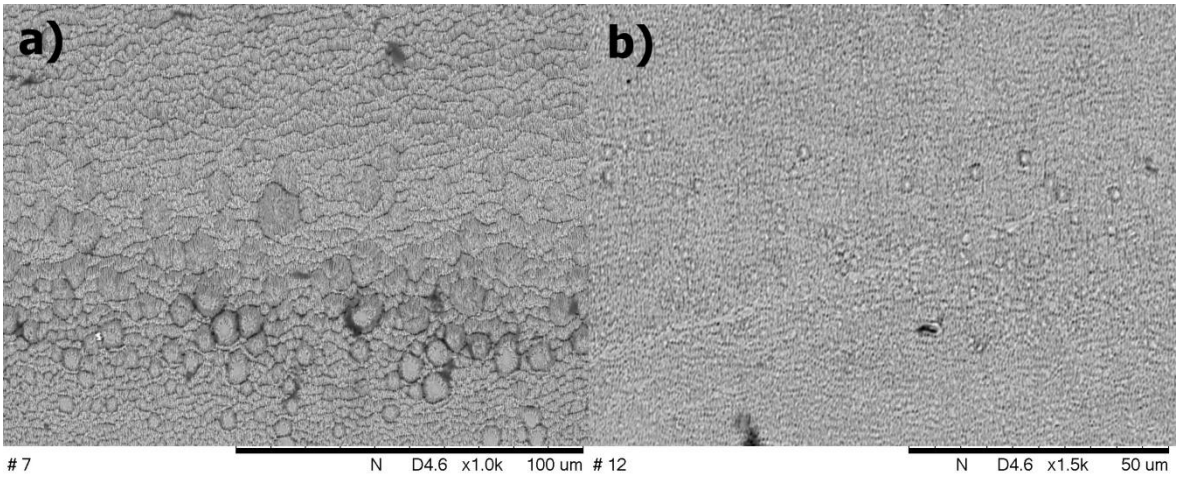

FIGURA 30 - Condições em que se obtém estrutura granulada com a ablação de pequenas porções de material gerando uma estrutura granulada, na região de medida do $\rho_{max,,}$ na largura temporal de 80 fs. Em (a) 720 pulsos sobrepostos e em (b) 45 pulsos sobrepostos.

Fonte: Autoria própria.

O terceiro grupo destacado nos experimentos *D-Scan*, está compreendido entre um único pulso e a sobreposição de aproximadamente 40 pulsos. Nesta condição ocorre a formação de pequenas ondulações periódicas na superfície do material (LIPSS), com período de 630 ± 50 ηm, e que também não variam em função da maior ou menor sobreposição de pulsos. Nesse caso, é também observada uma maior profundidade destas estruturas com a maior sobreposição, o que provoca a alteração da absorção óptica da superfície do material, alterando assim sua coloração, que se torna mais escura. Embora em aumentos distintos é possível se verificar uma maior profundidade dos LIPSS nas maiores sobreposições nas imagens do MEV da FIG. 31, que mostram, em (a), uma condição obtida na sobreposição de 9 pulsos e em (b), a condição de sobreposição de 1,7 pulsos, na largura temporal de 80 fs.

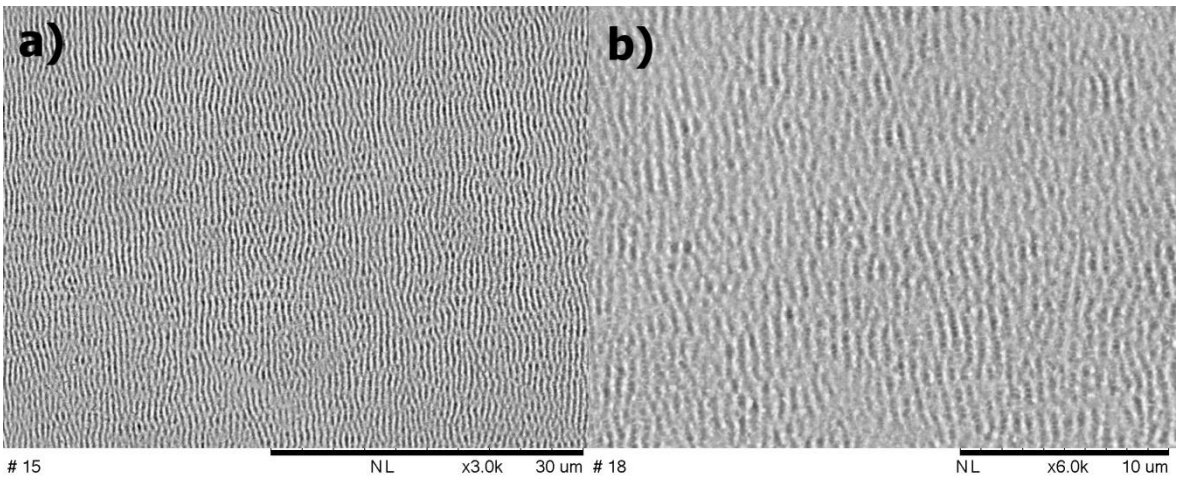

FIGURA 31 - Condições em que se obtém estrutura ondulada e mudança de coloração na superfície irradiada, na região de medida do ρ_{max}. Em (a) sobreposição de 9 pulsos e em (b), sobreposição de 1,7 pulsos, na largura temporal de 80 fs.

Fonte: Autoria própria

A obtenção desse tipo de estrutura submicrométrica na superfície do material, com o aprimoramento no controle dos parâmetros do laser, pode fornecer também a possibilidade de promover a coloração do material. Além disso, a partir de variações em seus direcionamentos, que podem ser obtidos pela variação na polarização do laser, colorações distintas podem ser alcançadas no mesmo material. Um trabalho nesse sentido vem sendo desenvolvido pelo grupo do CLA em uma dissertação de mestrado, conforme plano de trabalho de Silva (2016), que se apóia em alguns dos resultados obtidos neste trabalho.

Também foram feitas micrografias na superfície destas amostras. Mesmo após ataque químico com água régia, elas não apresentaram indícios de uma ZTA, mesmo nas maiores sobreposições de pulsos. A FIG. 32 mostra imagens, obtidas no MO, da borda dos traços na região próxima à cintura do traço com uma sobreposição de aproximadamente 1400 pulsos, condição essa considerada de melhor acabamento de bordas.

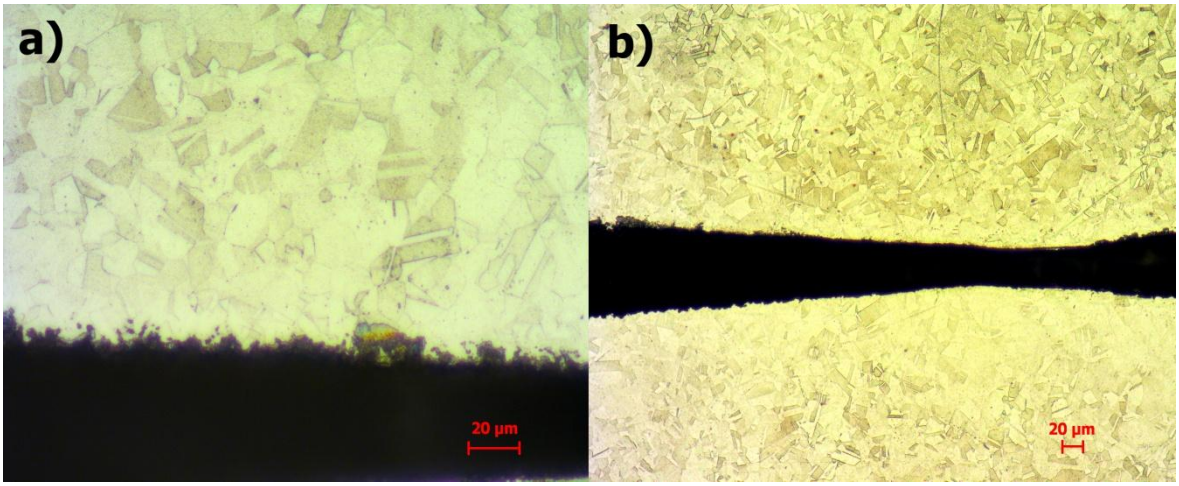

FIGURA 32 - Em (a), a imagem mostra posição próxima à cintura do traço, sem propagação de efeitos térmicos para além da região ablacionada. À direita, em (b), sobreposição de 1400 pulsos, com largura temporal de 80 fs e melhor acabamento de borda,apresentando microestruturalateral ao traço inalterada.

Fonte: Autoria própria.

Nas micrografias feitas nos traços de menores sobreposições de pulsos, na condição de formação das ondulações, embora haja a mudança morfologia da superfície, não ocorre retirada de material suficiente para alteração microestrutural, como mostra a imagem obtida no MO da FIG. 33.

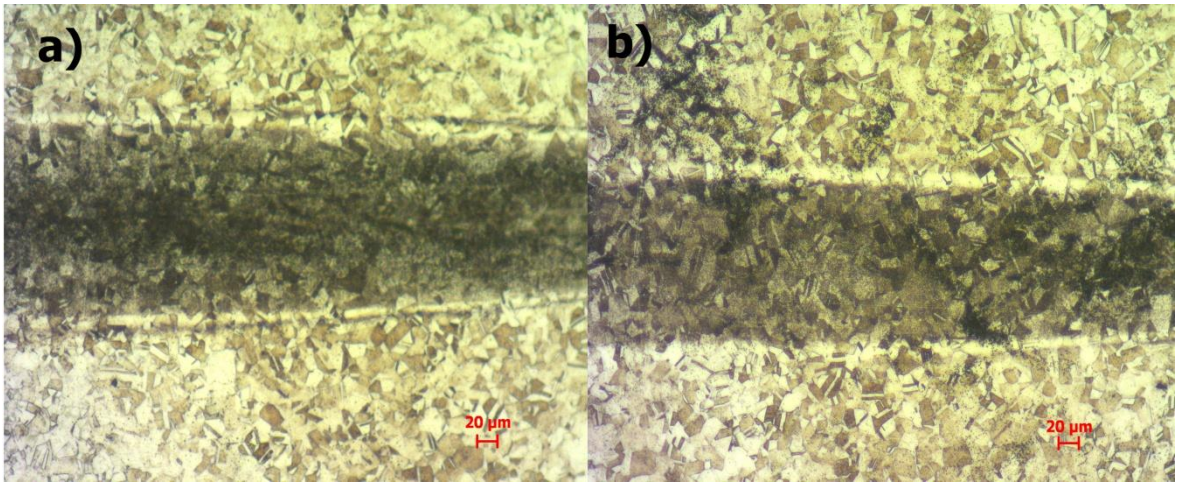

FIGURA 33 - À esquerda, em (a) sobreposição de 59 pulsos. À direita, em (b), sobreposição de 22 pulsos, ambos na largura temporal de 80 fs.

Fonte: Autoria própria.

6.3 Resultados no Cobre eletrolítico

O terceiro material utilizado para a investigação da interação com pulsos ultracurtos foi o cobre eletrolítico. Os mesmos critérios e procedimentos usados nos ensaios dos materiais anteriores foram utilizados na sua investigação.

No gráfico da FIG. 34, observa-se o decréscimo do limiar de ablação (F_{th}) do Cobre que ocorre com o aumento da sobreposição N de pulsos. Esse comportamento é verificado para as três larguras temporais utilizadas, sendo que aqui também há uma dispersão maior para valores menores de N, porém, com limiar menor para 80 fs e um pouco maior para as outras duas durações temporais confundindo-se uma com a outra. Neste caso, a dispersão nos valores de F_{th} também diminui com o aumento de N, mas de uma maneira mais lenta e só com N próximo a 10^4 que os valores de limiar se coincidem. Também é nítido o maior valor de F_{th} para a menor largura de pulso na região de N entre 100 e 1.200 pulsos. Isto vai contra o que se poderia esperar, pois normalmente, pulsos mais curtos levam a limiares menores.

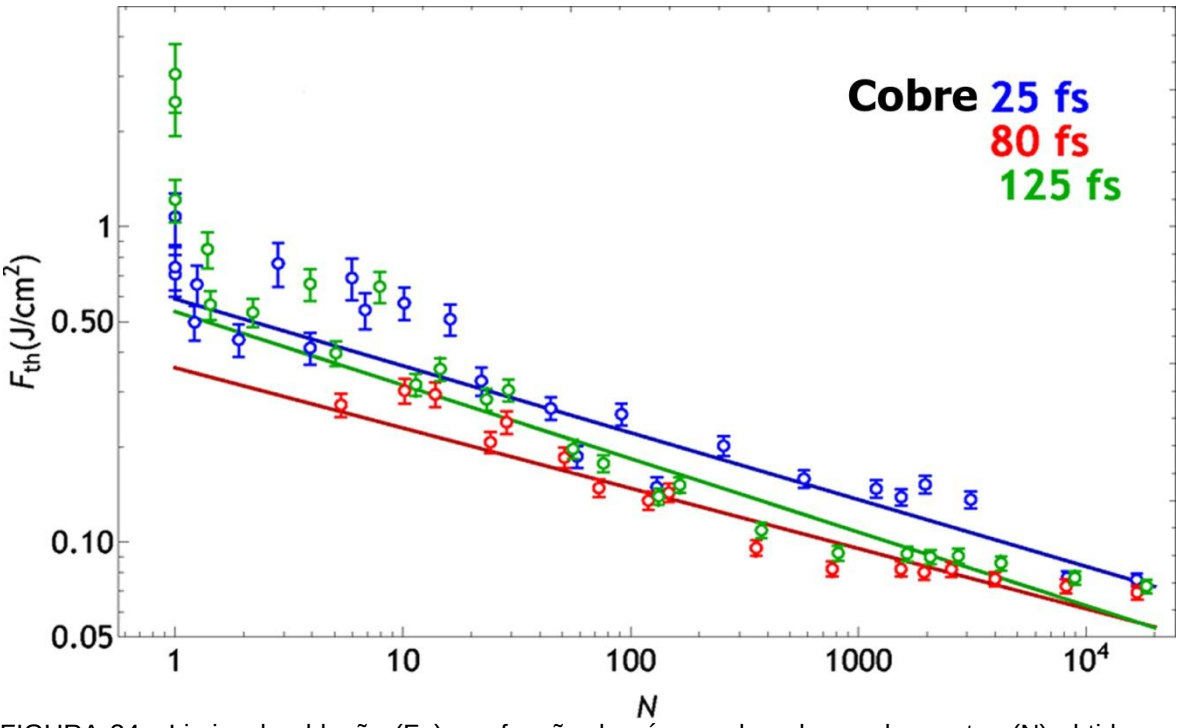

FIGURA 34 - Limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N) obtido na execução dos traços *D-Scan* no Cobre nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs.

Fonte: Autoria própria.

Na determinação do limiar de ablação para pulso único e do fator de incubação do cobre, o experimento apontou para valores semelhantes desses parâmetros nas três larguras temporais. Os resultados para Limiar para pulso único (F_{th1}), para o limiar para 10^4 pulsos ($F_{th10}{}^4$) e os fatores de incubação, são apresentados na TAB. 7.

TABELA 8 - Limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), ($F_{th10}{}^4$) e o fator de incubação (S) do cobre.

Largura temporal do pulso	25 fs	80 fs	125 fs
Fator de incubação (S)	0,78 ± 0,01	0,81 ± 0,02	0,77 ± 0,02
Limiar para pulso único (F_{th1})	0, 59 ± 0,06	0,56 ± 0,04	0,54 ± 0,06
Limiar para 10^4 pulsos ($F_{th10}{}^4$)	0,08 ± 0,01	0,07 ± 0,01	0,07 ± 0,01

Fonte: Autoria própria.

Os efeitos na superfície do material e principalmente no acabamento das bordas, se apresentam distintos para cada largura temporal experimentada. Assim, verificou-se que para o cobre, no traço de melhor acabamento de borda, que com a diminuição da largura temporal dos pulsos laser de 125 fs para 80 fs, e posteriormente para 25 fs o acabamento apresenta uma melhoria, proporcionando uma condição de melhor definição de borda. Assim, esta última condição se diferencia das outras, pois nela os efeitos da ablação ficam mais confinados à região onde ocorre a grande retirada de material, principalmente em comparação com as bordas obtidas nas larguras temporais de 80 e 125 fs. As imagens obtidas no MEV dos traços de melhor acabamento de borda nos experimentos de 25, 80 e 125 fs, são apresentadas na FIG. 35.

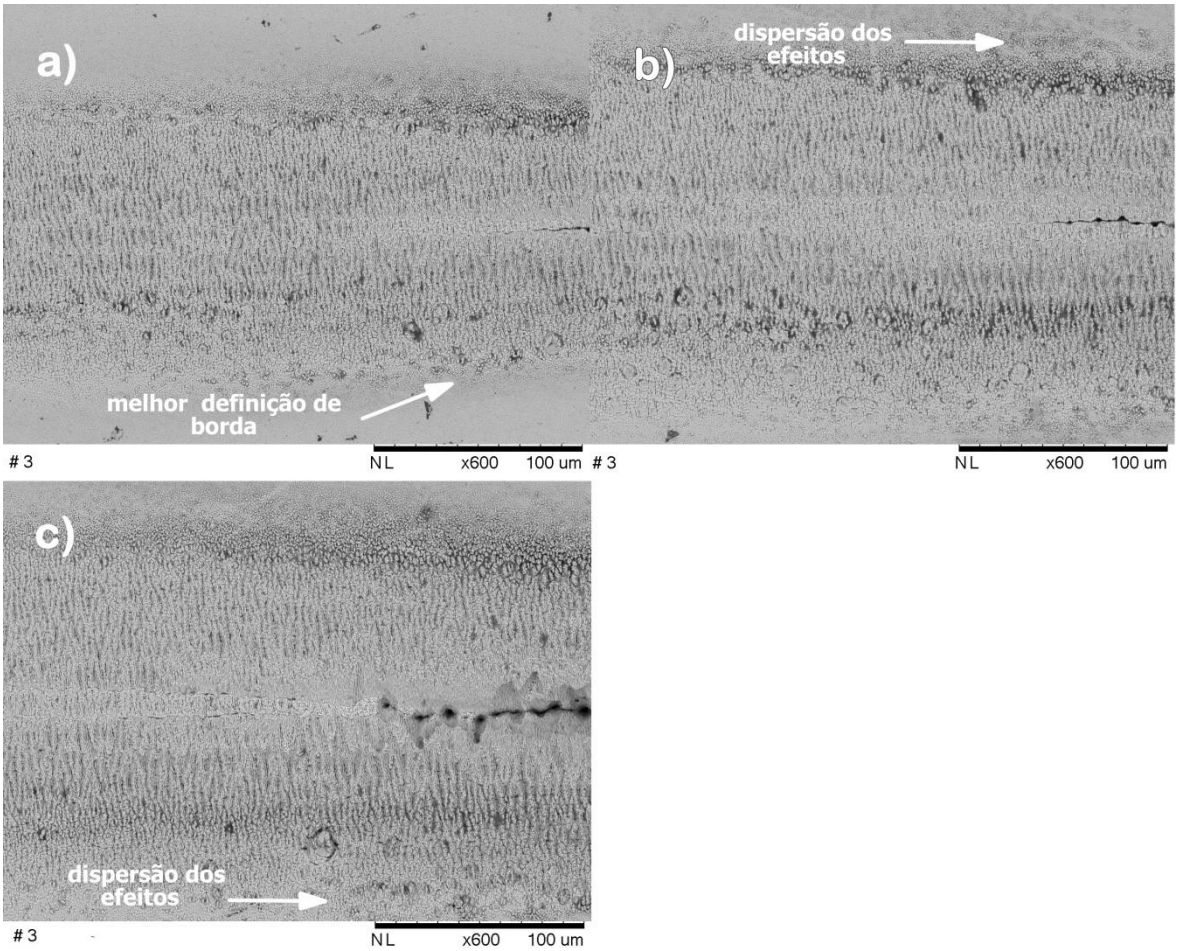

FIGURA 35 - Melhores acabamentos de borda obtidos na execução do traços *D-Scan* no cobre, na região de medida do ρ_{max}, nas larguras temporais de 25 fs em (a), 80 fs em (b) e 125 fs em (c).

Fonte: Autoria própria.

No cobre eletrolítico, assim como no aço AISI 1045 e no VI 138, dividimos os experimentos em três grupos principais de regimes de ablação. Para as três larguras temporais estudadas, foi observado o primeiro grupo, que ficou compreendido entre o primeiro e o terceiro traço, na qual a sobreposição está aproximadamente entre 3200 e 18400 pulsos, onde ocorre a ablação mais efetiva (de maior volume retirado) do material. A FIG. 36 (a) mostra a imagem obtida no MEV dos três traços de maior sobreposição de pulsos, na largura temporal igual a 25 fs ; a FIG. 36 (b) mostra a imagem obtida no perfilômetro óptico dos dois primeiros traços do mesmo ensaio.

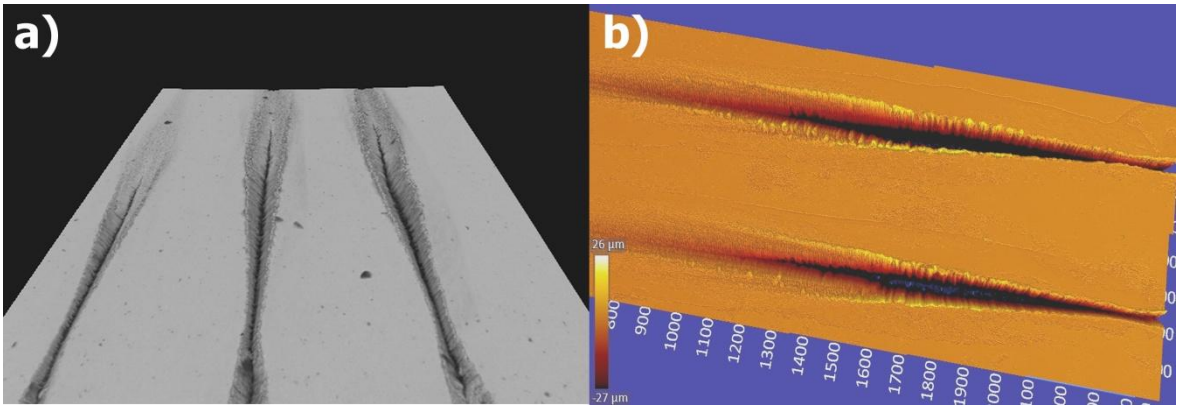

FIGURA 36 - Condição de maiores sobreposições de pulsos na execução dos traços *D-Scan* no cobre, na largura temporal de 25 fs. Em (a), imagem dos traços das três maiores sobreposições de pulsos obtida no MEV e à direita, em (b), imagem dos traços executados com as duas maiores sobreposições, obtidas no perfilômetro óptico.

Fonte: Autoria própria.

A partir da observação dos traços realizados nos experimentos, a condição de melhor acabamento, caracterizado principalmente pela borda mais definida, foi obtida no traço 3, na largura temporal de 25 fs, em uma posição entre 0,4 e 0,6 mm da cintura do feixe onde a sobreposição foi de N ~ 3200 pulsos. A FIG. 37, mostra em (a) imagem obtida no MEV e em (b), a imagem do traço obtida no perfilômetro óptico.

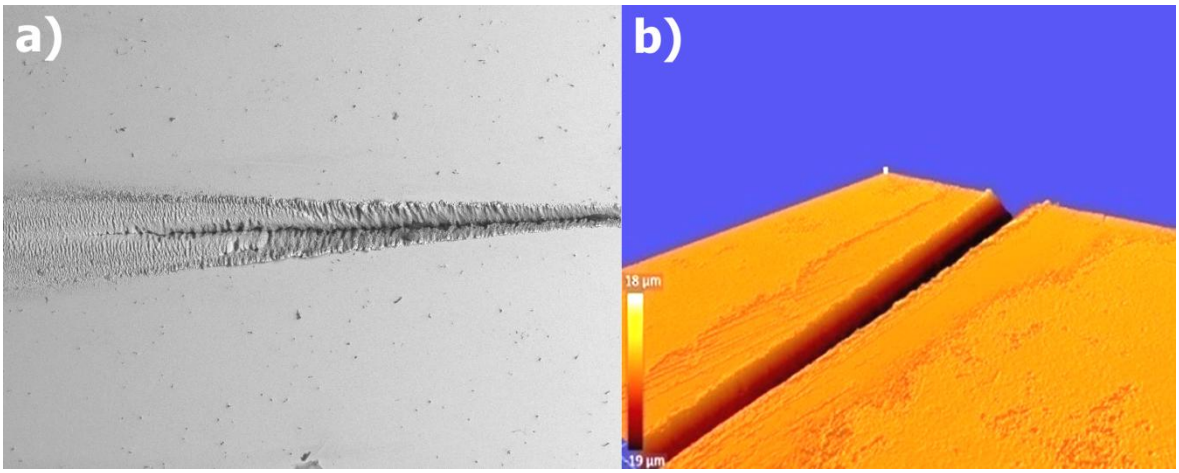

FIGURA 37 - Em (a) imagem do MEV na condição em que se obteve melhor definição de borda na execução dos traços *D-Scan* no Cobre, afastado entre 0,4 e 0,6 mm da cintura do traço, com sobreposição N ~ 3200 pulsos, e largura temporal de 25 fs. Em (b), mesmo traço em imagem obtida no perfilômetro óptico.

Fonte: Autoria própria.

A obtenção do melhor acabamento de borda tem uma grande importância no que diz respeito à microusinagem do cobre. Esta importância se deve ao fato de existirem poucas referências na literatura sobre processos de corte e furação deste material, especialmente na escala micrométrica com a utilização de pulsos de femtossegundos. Isso se deve principalmente pela dificuldade que existe no seu processamento e desta forma os resultados obtidos podem contribuir para desenvolver o processo de microusinagem no cobre.

Entre o quarto e o décimo traço *D-Scan*, em que a sobreposição está compreendida aproximadamente entre 350 e 2500 pulsos, a morfologia do processo de ablação é alterada e dá origem ao segundo grupo. Nessa condição ocorre à remoção de pequenas porções de material, além disso se forma uma estrutura granulada, mais ou menos profunda, de acordo com as sobreposições a que a amostra foi submetida. Na FIG. 38, embora com aumentos distintos, pode-se observar nas imagens obtidas no MEV, em (a), uma estrutura granulada no início de sua formação, que ocorreu sob 600 pulsos sobrepostos e em (b), a imagem mostra uma textura de granulação mais definida e homogênea, com contornos mais profundos, que foi obtida sob sobreposição de 2500 pulsos.

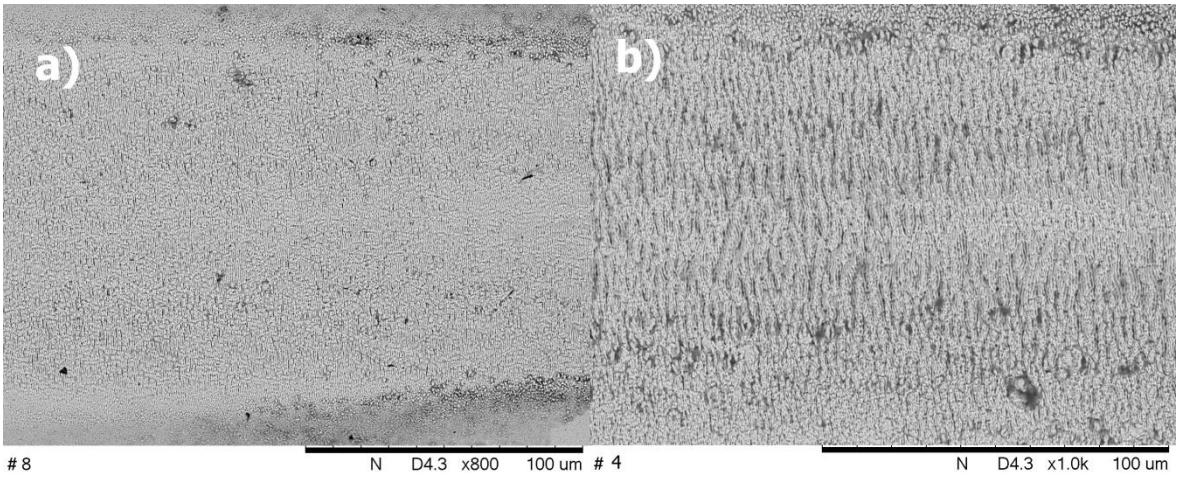

FIGURA 38 - Condições em que se obtém estrutura granulada na região de medida do ρ_{max}, na largura temporal de 80 fs. Imagens obtidas no MEV mostram em (a) sobreposição de aproximadamente 600, em (b) de aproximadamente 2500 pulsos sobrepostos.

Fonte: Autoria própria.

Essa texturização obtida na superfície do material pode encontrar aplicações, por exemplo, na geração de condições adequadas para a maior adesão de camadas usadas no recobrimento de chapas de cobre utilizadas na fabricação de coletores solares.

No terceiro grupo, a mudança na morfologia do material somente é verificada a partir da sobreposição de 10 pulsos até de aproximadamente 300 pulsos sobrepostos. Nesta condição ocorre a formação dos LIPSS, com período de 620 ± 30 ηm, periodicidade essa que não se altera em função da maior ou menor sobreposição de pulsos. Com a maior sobreposição de pulsos observa-se, porém, que uma maior profundidade destas estruturas é alcançada, alterando a coloração do material, que em função do aumento na absorção óptica da superfícies e torna mais escuro ou apresenta nuances de outras cores. Na FIG. 39 a imagem obtida no MEV apresenta em (a), as condições em que se obtém estrutura ondulada, na largura temporal de 25 fs com a mudança de coloração na superfície irradiada na sobreposição de 300 pulsos e em (b), de 147 pulsos. Embora, sejam aumentos distintos, pode-se observar uma ondulação mais profunda em (a) e outra de menor profundidade e distribuição mais homogênea em (b).

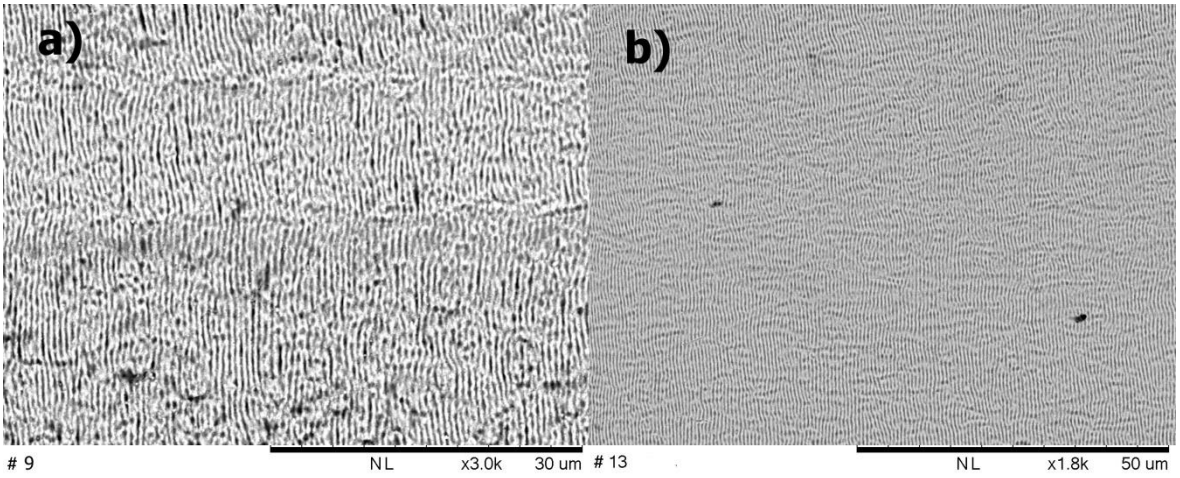

FIGURA 39 - Condições em que se obtém estrutura ondulada e mudança de coloração na superfície irradiada, na região de medida do ρ_{max}. Em (a) sobreposição de 300 pulsos e em (b) de 147 pulsos.

Fonte: Autoria própria.

Também foram feitas micrografias na superfície das amostras, que após ataque químico, apresentaram ausência de indícios de propagação de calor fora da região ablacionada na sua superfície, mesmo nas maiores sobreposições de pulsos, conforme mostra FIG. 40, nas imagens obtidas no MO.

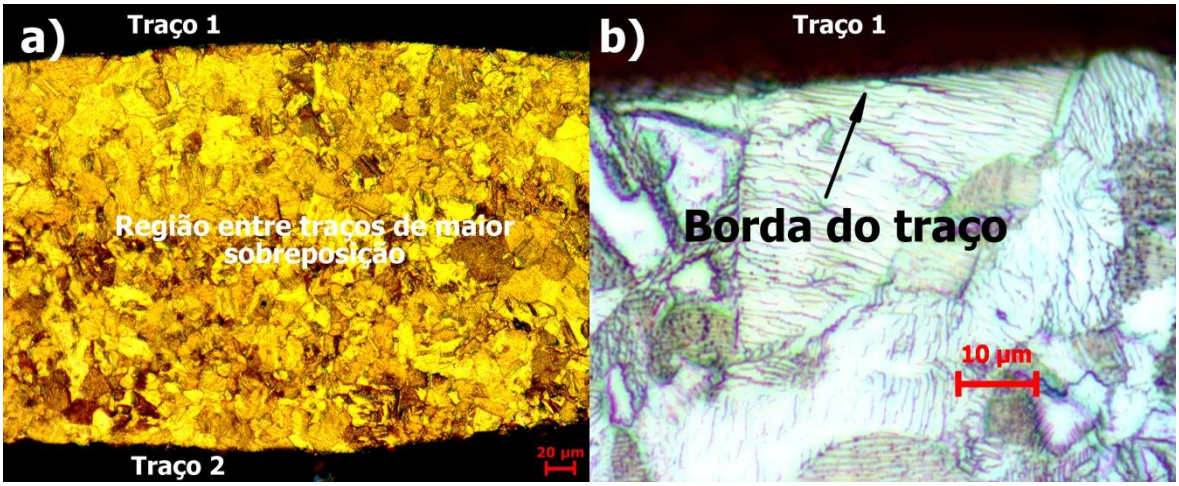

FIGURA 40 - Em (a), posição próxima a cintura do feixe entre os traços *D-Scan* de maior sobreposição, acima de 15000 pulsos sobrepostos, sem indícios de propagação de efeitos térmicos para além da região ablacionada. Em (b), traço de aproximadamente 2000 pulsos sobrepostos de melhor acabamento de borda, entre 0,4 e 0,6 mm da cintura do traço, apresentando microestrutura inalterada.

Fonte: Autoria própria.

Outro efeito notável na ablação do cobre são os reduzidos efeitos térmicos, que não foram observados fora da região ablacionada mesmo na região central entre as cinturas dos traços, onde o feixe é mais intenso. Nestes casos a ablação que ocorre nas laterais dos traços não apresenta indícios de material fundido, como pode ser visto na FIG. 41, que mostra imagens obtidas no MEV, dos traços executados nos experimentos com as maiores sobreposições de pulsos.

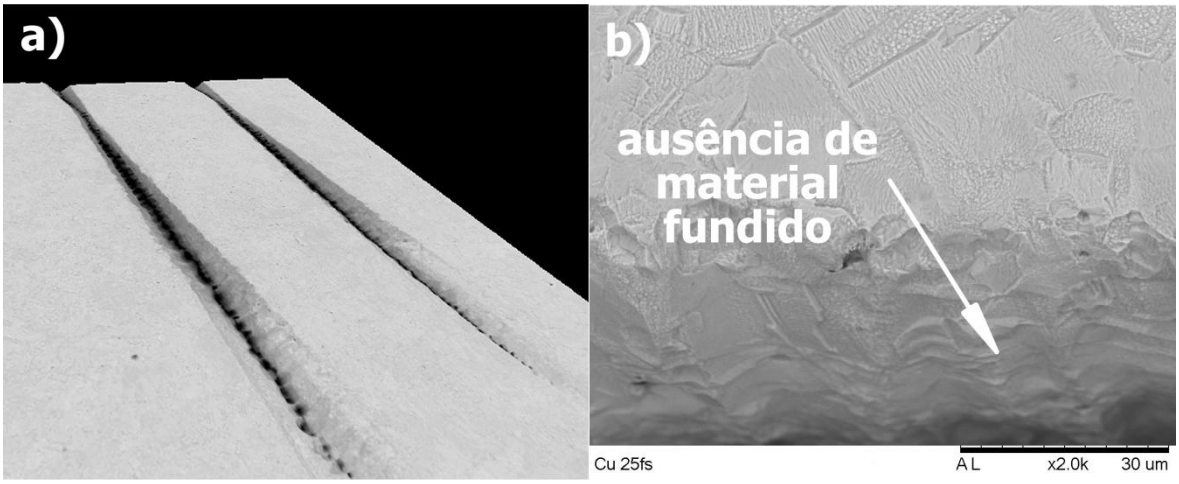

Figura 41 - Em (a) traços de maiores sobreposições de pulsos, que apresentam material fundido no centro do traço e laterais livres de fusão. Em (b) lateral do traço de maior sobreposição que evidencia a ausência de efeitos de fusão nessa região.

Fonte: Autoria própria.

Na FIG. 42, em (a) na imagem obtida no MEV, mostra também a ausência de efeitos térmicos na superfície da amostra, próximo a cintura do traço. Em (b), imagem do MO da mesma região com grãos revelados livres de material fundido.

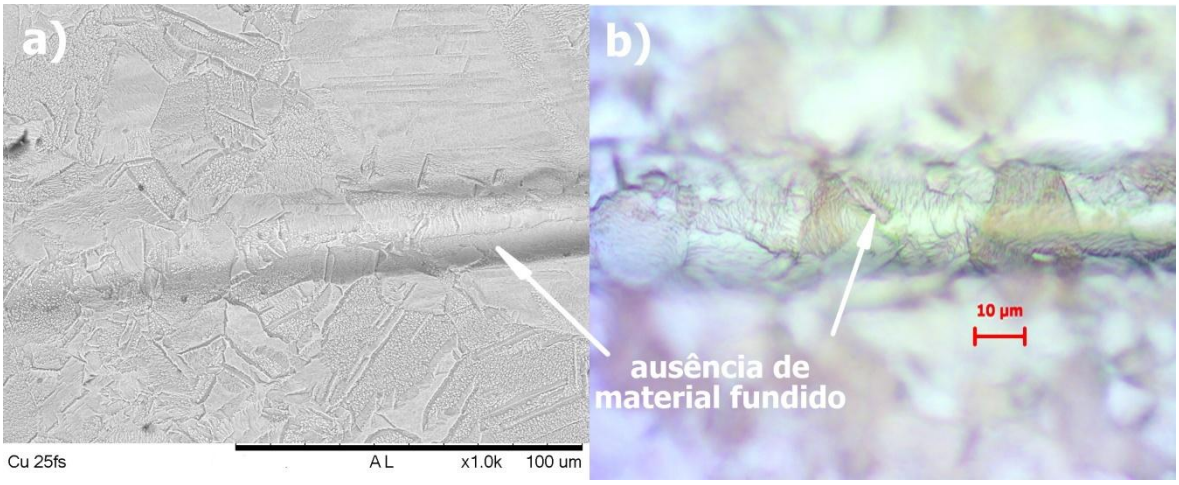

FIGURA 42 - Em (a), região próxima a cintura do traço obtida com sobreposição de 45 pulsos, sem indícios de efeitos térmicos. Em (b), imagem da região da cintura do feixe, com uma sobreposição de10 pulsos, que mostra a microestrutura do fundo do traço sem a presença de material fundido.

Fonte: Autoria própria.

6.4 Resultados para o Molibdênio

O último material investigado na interação com pulsos ultracurtos foi o molibdênio. Os mesmos critérios e procedimentos usados nos ensaios dos materiais anteriores foram utilizados na sua investigação.

No gráfico da FIG. 43, observa-se o decréscimo do limiar de ablação (F_{th}) do Molibdênio com o aumento da sobreposição N de pulsos e um comportamento similar para as três larguras temporais utilizadas.

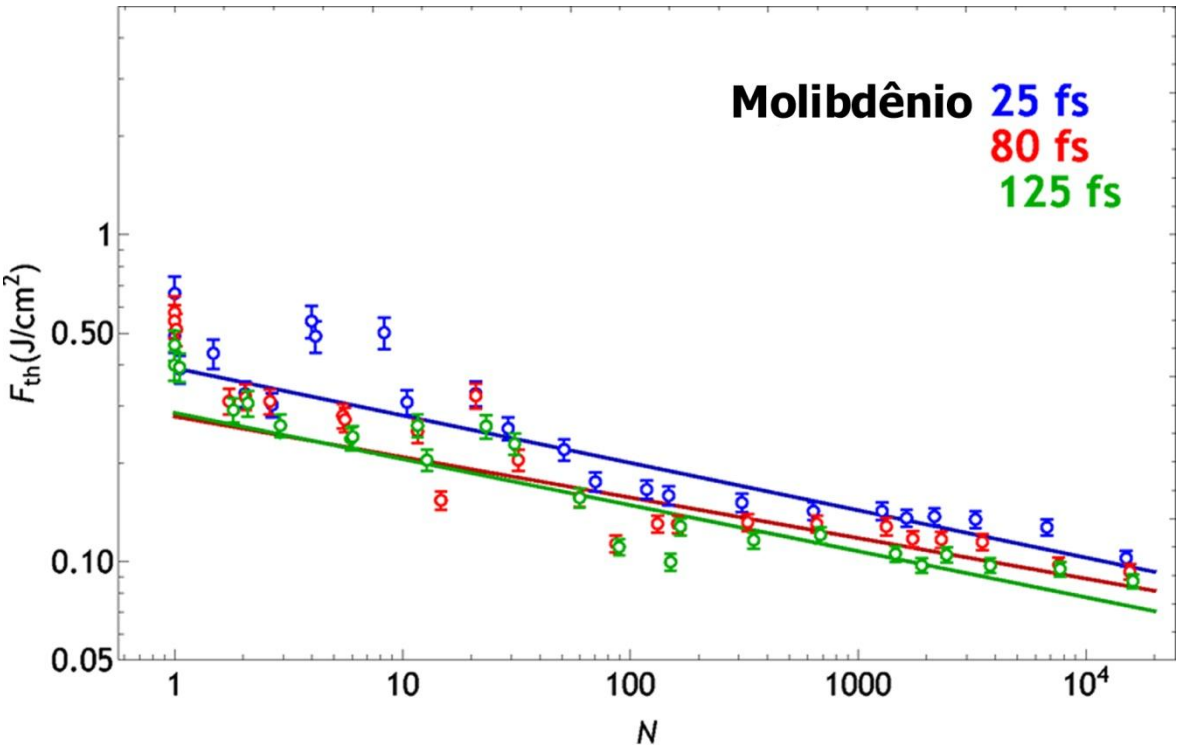

FIGURA 43 - Limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N) obtido na execução dos traços *D-Scan* no Molibdênio, nas larguras temporais de 25, 85 e 125 fs.

Fonte: Autoria própria.

O Molibdênio também apresentou um decréscimo do limiar de ablação em função do aumento da sobreposição de pulsos para as três larguras temporais estudadas. Observou-se que com o aumento da largura temporal do pulso laser de 25 para 80 fs e posteriormente para 125 fs, ocorreu uma ligeira queda na

fluência de limiar, apresentando também nas menores sobreposições uma maior influência da largura temporal do pulso laser. Este comportamento é exatamente o oposto do que se poderia esperar, ou seja, o limiar para pulsos mais curtos deveria ser menor.

Aqui também se observou a tendência de uma convergência dos limiares de ablação para um grande número de pulsos sobrepostos, independentemente da largura temporal.

Essa tendência fica mais evidenciada nas sobreposições acima de 100 pulsos, e para N ~ 10^4 os valores de F_{th} são praticamente os mesmos para as três larguras de pulso. Assim, o efeito prático deste comportamento é o de que para altas sobreposições (baixas velocidades e altas taxas de repetição), uma ablação vai ocorrer com valor praticamente constante de limiar, sem necessidade de correções durante o processo. Portanto, nesta condição a largura temporal não influencia na taxa de remoção de material, pelo menos nesse intervalo estudado.

A TAB. 8 apresenta os resultados obtidos no limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), para sobreposições acima de 10^4 pulsos (F_{th10^4}) e o fator de incubação (S) do molibdênio nas três larguras temporais investigadas.

TABELA 9 - Limiar de ablação para pulso único (F_{th1}), (F_{th10^4}) e fator de incubação (S) do Mo.

Largura temporal do pulso	25 fs	80 fs	125 fs
Fator de incubação (S)	0,9 ± 0,01	0,9 ± 0,02	0,9 ± 0,02
Limiar para pulso único (F_{th1})	0,4 ± 0,01	0,3 ± 0,03	0,3 ± 0,03
Limiar para 10^4 pulsos (F_{th10^4})	0,1 ± 0,01	0,09 ± 0,01	0,09 ± 0,01

Fonte: Autoria própria.

Os resultados apresentaram valores próximos, principalmente nas larguras temporais de 80 e 125 fs, tanto para o limiar de ablação para pulso único, como para os fatores de incubação, que podem ser considerados como iguais dentro da incerteza. Na largura temporal de 25 fs os resultados apontaram para

um similar fator de incubação (igual na faixa do erro) e um maior limiar de ablação para pulso único, com mesmo comportamento para grandes sobreposições de pulsos.

Os efeitos na superfície do material e principalmente no acabamento das bordas, se apresentam distintos para cada largura temporal experimentada. Assim, verificou-se que para o Molibdênio, no traço de melhor acabamento de borda, traço 5 com sobreposição N ~ 1700 pulsos, que com a diminuição da largura temporal dos pulsos laser de 125 para 80 fs, apresenta uma significativa melhora no acabamento. Na mudança de 80 para 25 fs o acabamento de suas bordas apresentou ainda mais uma ligeira melhora no acabamento. Esse fato pode ser associado à queda no fator de incubação (S) quando se utilizou a largura temporal de 25 fs e possibilitou a ablação do material com menores sobreposições. A FIG. 44 mostra as imagens obtidas no MEV das ablações de melhor acabamento, nas três larguras temporais estudadas.

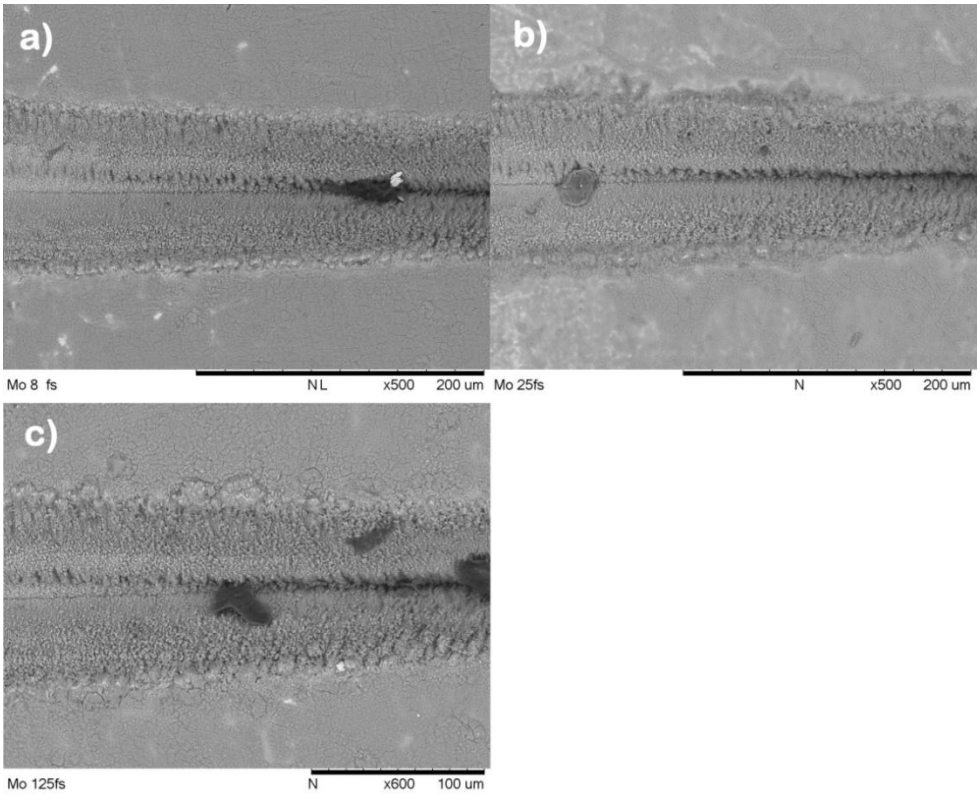

FIGURA 44 - Melhores acabamentos de borda obtidos na execução dos traços*D-Scan* no Molibdênio, na região de medida do ρ_{max}, nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs. Fonte: Autoria própria.

No Molibdênio, assim como nos materiais anteriormente investigados, a partir das morfologias observadas nos traços *D-Scan*, os experimentos foram divididos em três grupos principais de regimes de ablação.

Para as três larguras temporais estudadas, o primeiro grupo ficou compreendido entre o primeiro e o sexto traço, no qual a sobreposição está aproximadamente entre 1330 e 15600 pulsos, condição em que ocorre a ablação de um maior volume de material. Nos experimentos conduzidos com o molibdênio, principalmente nas ablações desse primeiro grupo, pode-se notar a influência da largura temporal nos resultados de acabamento de borda, que apresentou melhores condições nas menores larguras temporais investigadas. A FIG. 45 apresenta em (a), imagens obtidas no perfilômetro óptico dos quatro traços realizados com as maiores sobreposições de pulsos, na largura temporal de 80 fs e em (b) os seis primeiros traços na largura temporal de 25 fs, que apresentaram os melhores acabamentos de borda, sendo essas as larguras temporais que proporcionaram as de melhores condições de acabamentos de borda nesse material.

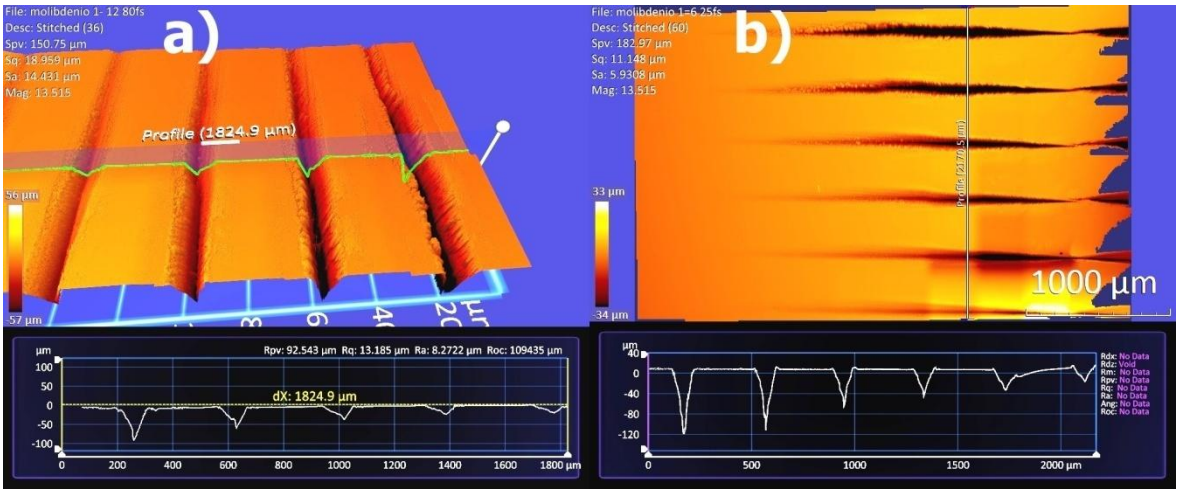

FIGURA 45 - Imagem obtida no perfilômetro óptico, na condição de maiores sobreposições de pulsos na execução dos traços *D-Scan* no molibdênio, na largura temporal de 80 fs.

Fonte: Autoria própria.

Essa condição de melhor acabamento de borda possibilita sua utilização, a partir de uma seleção adequada dos parâmetros do laser em função da exigência dimensional, na microusinagem de precisão do molibdênio, em usinagem direta ou em poucos passes. A execução de furações com diâmetros da ordem de 100 µm neste material, também é uma possível aplicação para as condições alcançadas nesses experimentos.

A partir dos resultados observados na morfologia da superfície das amostras, um segundo grupo que está compreendido entre o sétimo e o nono traço *D-Scan*, foi identificado. Neste grupo a sobreposição de pulsos ficou aproximadamente entre 130 e 650 pulsos, condição na qual ocorre a remoção de pequenas porções de material que formam uma estrutura granulada. Na FIG. 46 (a), imagem obtida no MEV, em que se pode observar a ocorrência de uma distribuição mais homogênea da ablação, na qual pequenas porções de material foram ablacionadas, dando aspecto granular à superfície do material, na largura temporal de 80 fs. Em (b) é possível se observar uma granulação de contornos mais evidentes e profundos, porém de distribuição menos homogênea, que foram obtidos em similares condições de processo, porém na largura temporal de pulso de 125 fs.

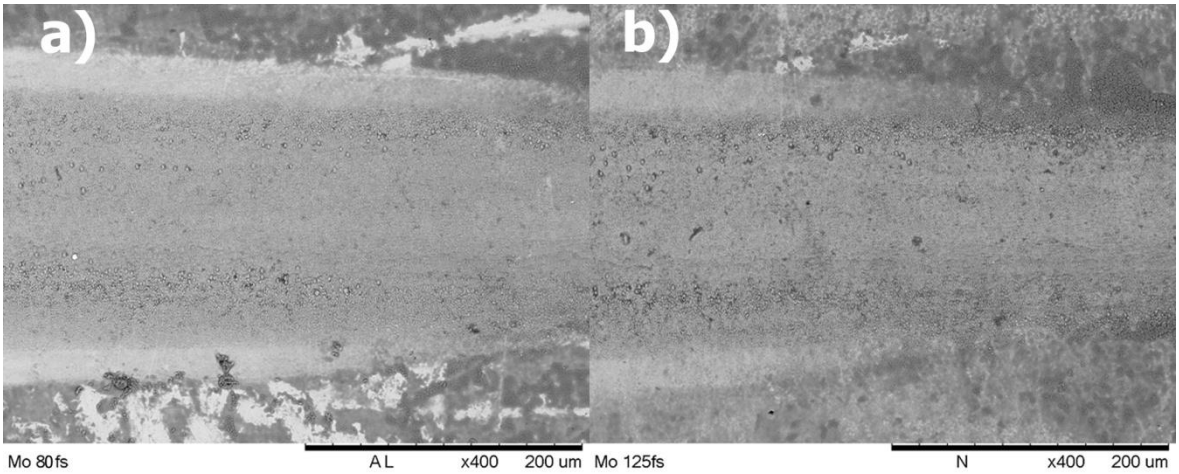

FIGURA 46 - Em (a) sobreposição de 330 pulsos, condição em que se obtém estrutura granulada na largura temporal de 80 fs, na região de medida do ρ_{max}. Em (b), mesma condição de processo na largura temporal de 125 fs.

Fonte: Autoria própria.

Esta condição granulada obtida na superfície do molibdênio pode ser utilizada em processos de texturização em chapas, com uma alteração de camada muito superficial e de distribuição mais ou menos homogênea, em condição que pode ser controlada, principalmente pela velocidade de varredura e largura temporal dos pulsos laser.

No terceiro grupo, a mudança na morfologia do material é verificada para sobreposições entre seis e 60 pulsos aproximadamente. Nesta condição, ocorre como nos demais materiais investigados, a formação dos LIPSS com período também próximo de 600 ηm (630 ± 30 ηm), que também não variam em função da maior ou menor sobreposição de pulsos. Como nos outros metais investigados, pode-se observar uma maior profundidade destas estruturas, que é decorrente do aumento da sobreposição de pulsos, o que altera a coloração do material, tornando-o mais escuro em função do aumento da absorção óptica da sua superfície. Na FIG. 47 são mostradas imagens obtidas no MEV, em que se obtém estrutura ondulada e mudança de coloração na superfície irradiada. Em (a), sobreposição de 6 pulsos e em (b) de 147 pulsos.

.

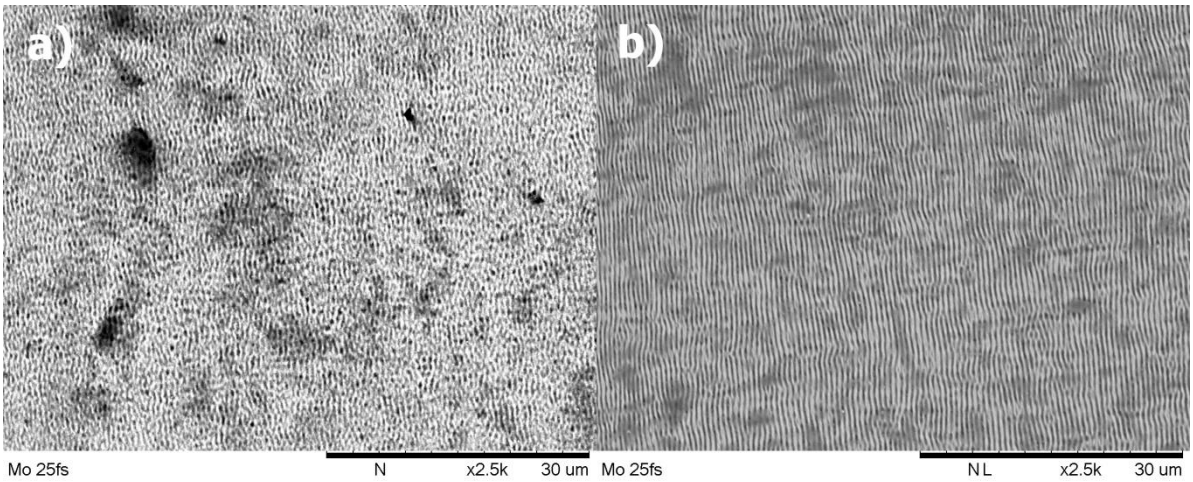

FIGURA 47 - Condições em que se obtém estrutura ondulada e mudança de coloração na superfície irradiada, na região de medida do ρ_{max}. Em (a), sobreposição de 6 pulsos e em (b), de 147 pulsos.

Fonte: Autoria própria.

5.5 Comparação dos resultados entre os quatro materiais

Os experimentos que determinaram o limiar de ablação (F_{th}) em função do número de pulsos sobrepostos (N), realizados com o aço médio carbono AISI 1045, com o aço inoxidável para implantes cirúrgicos VI 138, com o cobre e o molibdênio, possibilitaram o acesso a uma grande quantidade de dados e informações referentes aos seus comportamentos quando submetidos a irradiação de um laser de femtossegundos. Na FIG. 48 são apresentados os gráficos dos quatro materiais, nas três larguras temporais estudadas neste trabalho.

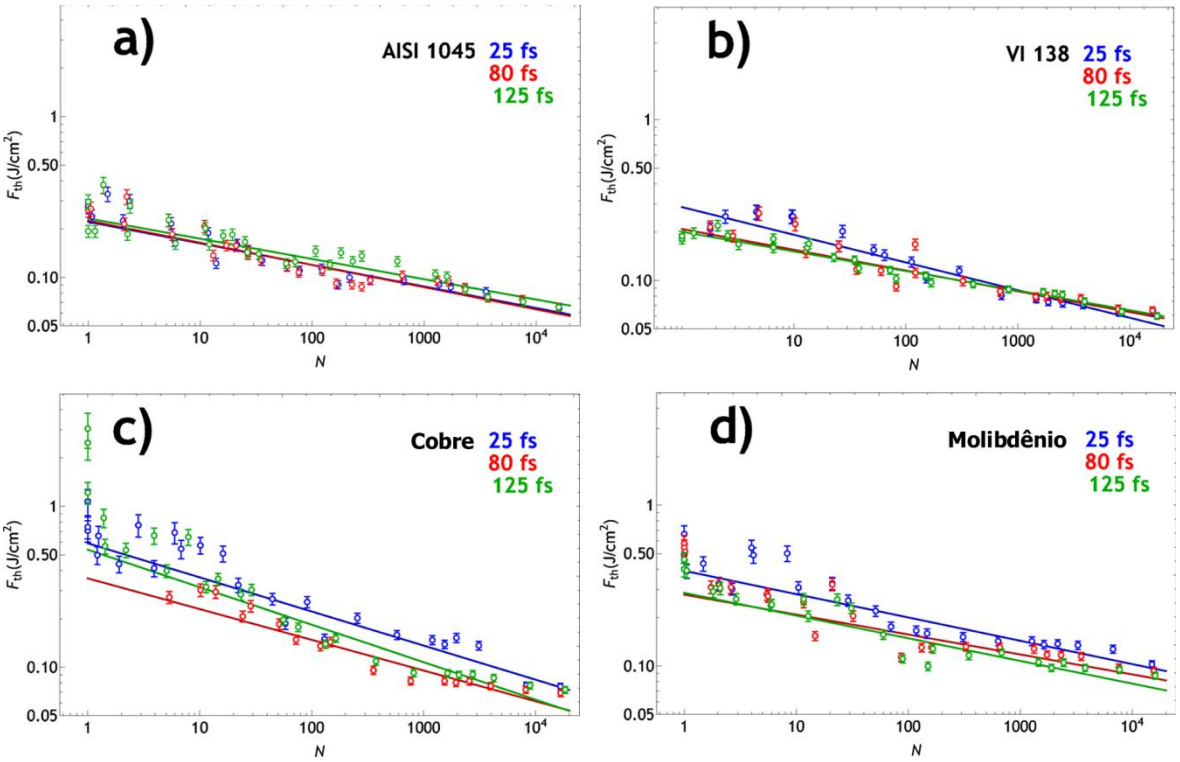

Figura 48 - Gráficos de F_{th} x N, obtidos através da técnica *D-Scan* nas larguras temporais de 25, 80 e 125 fs. Em (a) resultados obtidos no AISI 1045, em (b) no VI 138, em (c) no cobre e em (d) no molibdênio.

Fonte: Autoria própria.

Quando compara-se os resultados obtidos no processo de ablação dos quatro materiais, inicialmente é possivel perceber as similaridades entre os

resultados nos limiares de ablação dos aços AISI 1045 e do VI 138. Este resultado talvez se deva aos valores próximos de suas composições, principalmente pela predominância do ferro na composição de ambos os materiais.

Quando comparam-se os resultados dos limiares de ablação obtidos nos aços com o cobre e com o molibdênio, percebe-se comportamentos diferentes nas curvas dos limiares, que também são distintos entre os dois materiais.

Os resultados obtidos na ablação do cobre, principalmente, quando comparados aos outros metais investigados, apresentam algumas diferenças principalmente no que diz respeito aos volumes ablacionados. Esse resultado se deve às diferenças em algumas propriedades físicas desse material, como suas condutividades térmica e elétrica, assim como a sua constante de acoplamento elétron-fônon.

A partir do conhecimento do modelo de duas tempraturas (MDT) (Anisimov *et al.*, 1974), apresentado anteriormente nas Equações (1) e (2) e a partir da sua análise, fica evidente que o tempo requerido para o equilíbrio elétron-fônon é proporcional à magnitude da constante de acoplamento elétron-fônon γ. Assim, um “forte” acoplamento elétron-fônon resulta na rápida transferência de energia entre elétrons e rede. Os primeiros a reconhecer, em um trabalho com cobre e molibdênio, que a constante de acoplamento elétron-fônon e a profundidade de difusão do calor dos elétrons na rede são inversamente proporcionais foram Corkum *et al.* (1988). A TAB. 9 apresenta os valores estimados das constantes de acoplamento γ dos materiais estudados e suas respectivas condutividades térmicas (k), propriedades estas que parecem ser determinantes no processo de ablação dos metais.

TABELA 10 - Valores estimados da constante de acoplamento elétron-fônon (γ) e condutividade térmica (k) dos materiais estudados.

Material	γ [10^{17} W/m^3/K]*	k [W/m/K]**
AISI 1045	35,4	51
VI 138	35,9	15,9
molibdênio	15,6	138
cobre	1,26	401

Fonte: * http://www.faculty.virginia.edu/CompMat/electron-phonon-coupling/

** https://www.efunda.com/materials

Como o valor preciso da constante de acoplamento elétron-fônon específico do AISI 1045 é desconhecido, o valor apresentado na tabela se refere aos aços carbono. No caso do VI 138, o valor da constante γ se refere a do aço inoxidável AISI 304, que tem uma composição muito próxima a do VI 138. Em estudo da constante de acoplamento elétron-fônon do ferro puro, Ahmmed *et al.* (2015) apresentou valores muito próximos ao dos aços aqui investigados, o que indica a grande influência do ferro no valor da constante de acoplamento, já que este elemento é predominante na composição dos aços.

Em um estudo com o titânio e com o cobre, Wellershoff *et al.* (1999) mostrou que, após a absorção de fótons a partir de um pulso de laser, os elétrons aquecidos em um material dissipam energia de duas maneiras, por interação elétron-fônon e pela difusão de elétrons através do volume do material.

Para o titânio (e por similaridade para os aços), a transferência de energia dos elétrons excitados para a rede ocorre mais rapidamente em comparação com o cobre, pois, γ Ti > γ Cu, que resulta efetivamente numa rasa profundidade de difusão de elétrons. Além disso, como kTi < kCu, a condução de calor, para fora da superfície e para seu interior, prossegue mais lento para titânio do que para o cobre. Como resultado, uma fração maior da energia do laser é mantida perto da superfície de incidência do feixe, levando a um rápido aumento

da temperatura da superfície, enquanto o restante do volume de material permanece relativamente frio.

Para o cobre, por outro lado, a superfície é aquecida a uma taxa mais lenta do que o titânio porque seus elétrons excitados difundem mais para dentro do sólido, devido à sua baixa γ e alta k. A implicação do confinamento de energia perto da superfície é que durante a irradiação laser de femtossegundos, a maioria da energia de pulso fica disponível para a modificação das características de superfície na região de incidência do feixe.

Consequentemente, a formação de micro e nano/estruturas é mais favorável para os metais em que a localização da energia do laser fica na superfície (alta γ e de baixo k, tal como o titânio e os aços) em comparação com os metais em que a energia do laser é rapidamente transferida para fora a partir da superfície e para dentro do volume do material (baixo γ e alto k), tal como o cobre).

No caso do molibdênio, que apresenta em relação ao cobre uma alta constante de acoplamento γ e por outro lado apresenta também uma alta condutividade térmica k, em relação ao aço, ocorre um comportamento intermediário entre os resultados obtidos do cobre e nos aços.

As imagens apresentadas na FIG. 49, obtidas no MEV, apresentam os seis primeiros traços *D-Scan* realizados nos quatro materiais investigados e confirmam a maior efetividade nas ablações dos aços em relação ao molibdênio e principalmente ao cobre.

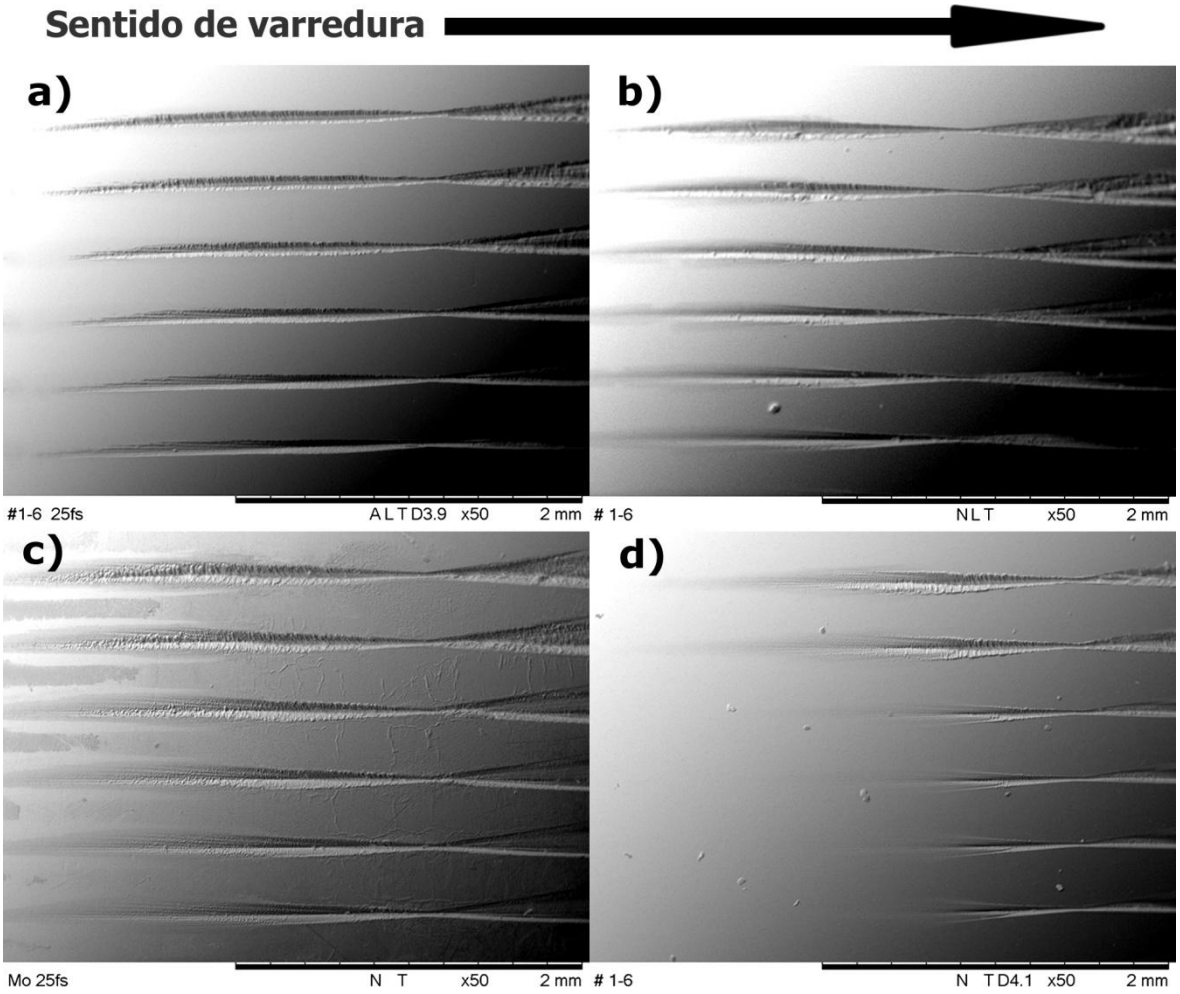

FIGURA 49 - Imagens obtidas no MEV que apresentam os seis primeiros traços *D-Scan* realizados nos quatro materiais investigados. Em (a) aço AISI 1045, em (b) aço inoxidável VI 138, em (c) molibdênio e em (d) cobre.

Fonte: Autoria própria.

A morfologia e a definição dos LIPSS nos quatro materiais também mostra as diferenças na deposição da energia nas superfícies, favorecendo ou dificultando a formação dessas estruturas, como mostra a FIG. 50 nas imagem do MEV, mesmo em distintos aumentos.

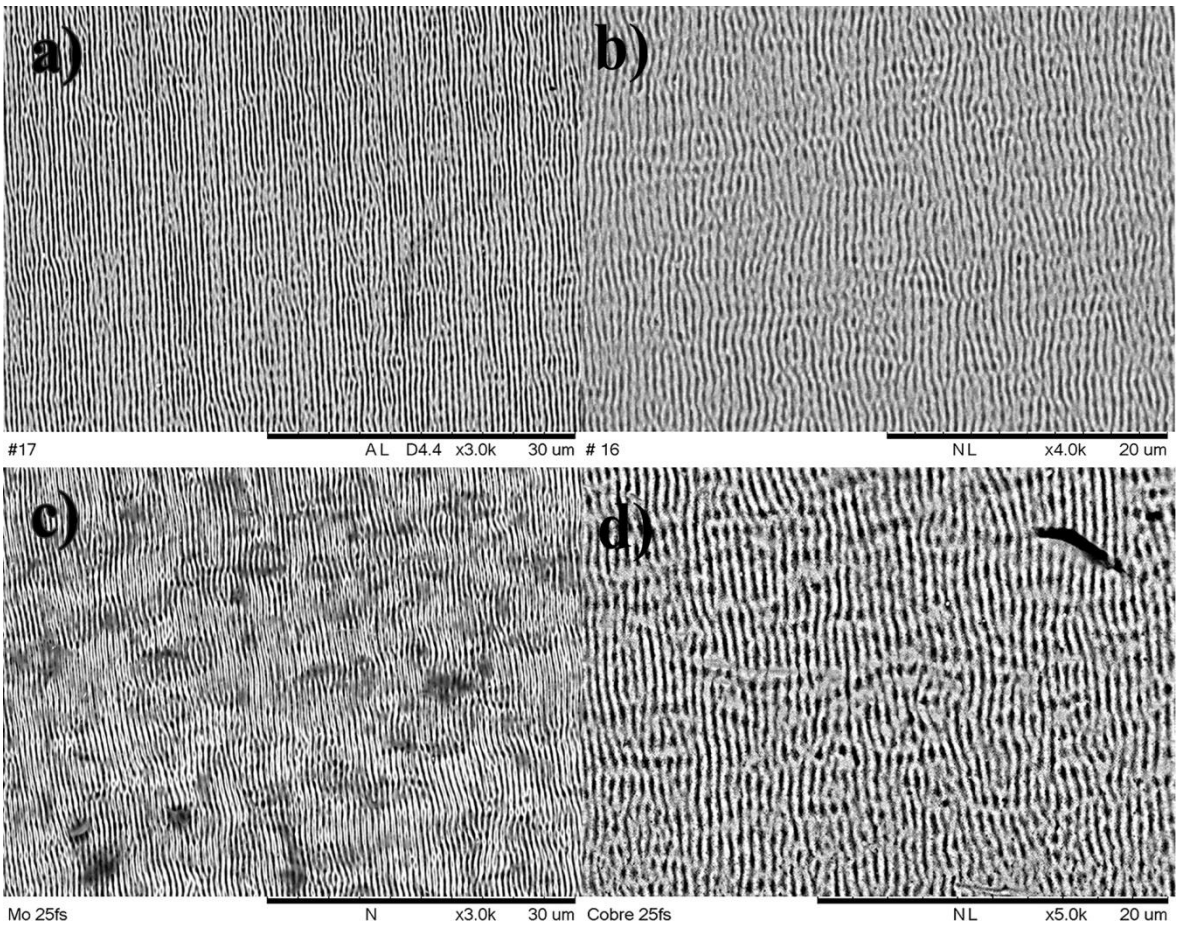

FIGURA 50 - Imagens do MEV mostram formação de LIPSS nas superfícies dos materiais. Em (a), o aço AISI 1045, em (b), o aço inoxidável VI 138, em (c), o molibdênio e em (d), o cobre.

Fonte: Autoria própria.

Não é possível distinguir uma diferença significativa entre os valores de período dos LIPSS para os quatro materiais. Se houver alguma diferença ela é muito pequena. O software *Image J* foi utilizado para medir a periodicidade dessas estruturas nos materiais. O erro nas medidas é de aproximadamente 5%, e notamos que a maior parte deste erro vem de variações entre regiões diferentes. Parece que não somente as propriedades físicas do material, mas também o acabamento superficial influencia no período dos LIPSS.

A TAB. 11 mostra os valores obtidos nas medições dos quatro materiais.

TABELA 11 - Medidas das periodicidades dos LIPSS nas superfícies irradiadas dos materiais.

Material	Periodicidade dos LIPSS (ηm)
AISI 1045	580 ± 30
VI 138	630 ± 50
Molibdênio	630 ± 30
Cobre	620 ± 30

O estudo da interação da radiação com os materiais aqui realizado já possibilitou a utilização dos resultados em aplicações desenvolvidas pelo grupo, duas delas são: texturização de titânio para aumento da aderência quando da sua colagem em lâmina de polímeros obtido por Nogueira (2015) e texturização de ferramentas de corte para melhoria da eficiência de usinagem (Bertolete *et al.*, 2015). O processo de gravação do aço inoxidável VI 138, utilizado em implantes cirúrgicos, também está sendo desenvolvido em colaboração com um trabalho de dissertação de mestrado, que trata da coloração de aços inoxidáveis a partir da irradiação das amostras com pulsos ultracurtos.

6.6 Parâmetros para o processamento dos materiais

A partir dos resultados obtidos nos experimentos dos quatro materiais estudados, foi possível associar um intervalo de fluência para a obtenção de determinada morfologia para cada um destes materiais. Isto é possível pelo cálculo do diâmetro Ø (r) do feixe laser no ponto de interesse. Este diâmetro é calculado levando-se em conta que a distância r entre a região de interesse e o ponto focal (sobre o traço) é igual à distância entre a superfície e o foco (abaixo da superfície) naquela região específica. Assim, o simples cálculo da propagação de um feixe Gaussiano (Siegman, 1986) resulta na obtenção do diâmetro do feixe naquele ponto. A Fig. 55 mostra a posição de duas regiões em relação ao ponto focal.

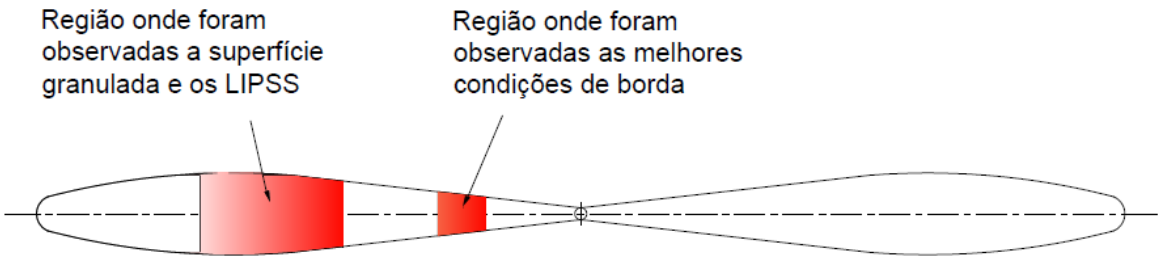

FIGURA 51 – Representação das regiões onde foram obtidas as melhores condições para a obtenção de estruturas de corte, texturização e texturização submicrométrica.

Fonte: Autoria própria.

Os parâmetros utilizados para cálculo do diâmetro do feixe foram:

λ = 785 ηm

M^2 = 1,75

$Ø_0$ = 8 mm

f = 75 mm

Com os parâmetros utilizados para cálculo do diâmetro do feixe e utilizando as equações 18 e 19 pode-se calcular o diâmetro do feixe nas posições de interesse. Com esses dados foram construídas as TAB. 13, 14, 15 e 16, que apontam para as melhores condições de processamento destes materiais para a obtenção de cortes de precisão, texturização, e texturização submicrométrica (LIPSS).

TABELA 12 - Melhores condições de processo do aço AISI 1045.

AISI 1045 (25 fs)	Sobreposição de pulsos	Distância ao centro do traço (mm)	Diâmetro aproximado do feixe (µm)	Fluência (J/cm^2)
Corte de precisão	1380	0,4 - 0,6	55	2,9
Texturização	50 - 600	1,2 - 1,4	140	0,46
Texturização submicrométrica (LIPSS)	10 - 40	1,2 - 1,4	140	0,46

Fonte: Autoria própria.

TABELA 13 - Melhores condições de processo do aço inoxidável VI 138.

VI 138 (80 fs)	Sobreposição de pulsos	Distância ao centro do traço (mm)	Diâmetro aproximado do feixe (μm)	Fluência (J/cm^2)
Corte de precisão	1400	0,4 - 0,6	55	2,9
Texturização	45 - 720	1,2 - 1,4	140	0,46
Texturização submicrométrica (LIPSS)	10 - 50	1,2 - 1,4	140	0,46

Fonte: Autoria própria.

TABELA 14 - Melhores condições de processo do cobre.

Cobre (25 fs)	Sobreposição de pulsos	Distância ao centro do traço (mm)	Diâmetro aproximado do feixe (μm)	Fluência (J/cm^2)
Corte de precisão	4000	0,4 - 0,6	55	4,3
Texturização	350 - 2500	1,0 - 1,2	120	0,95
Texturização submicrométrica (LIPSS)	10 - 200	1,0 - 1,2	120	0,95

Fonte: Autoria própria.

TABELA 15 - Melhores condições de processo do molibdênio.

Molibdênio (25 fs)	Sobreposição de pulsos	Distância ao centro do traço (mm)	Diâmetro aproximado do feixe (μm)	Fluência (J/cm^2)
Corte de precisão	1700	0,4 - 0,6	55	4,0
Texturização	130 - 650	1,1 - 1,3	130	0,74
Texturização submicrométrica (LIPSS)	10 - 60	1,1 - 1,3	130	0,74

Fonte: Autoria própria.

Como exemplo de aplicação, os parâmetros acima foram utilizados para produção de uma fenda em aço inoxidável de 50 μm de espessura no aço AISI 304. A fenda tem diversas aplicações práticas, entre elas a calibração de

equipamentos de mamografia. A FIG. 56 mostra, em imagem obtida no MEV, a fenda produzida em lâmina no aço inoxidável AISI 304 com as condições de processo obtidas na TAB. 14, na condição de corte de precisão, a 0,5 mm da cintura do feixe.

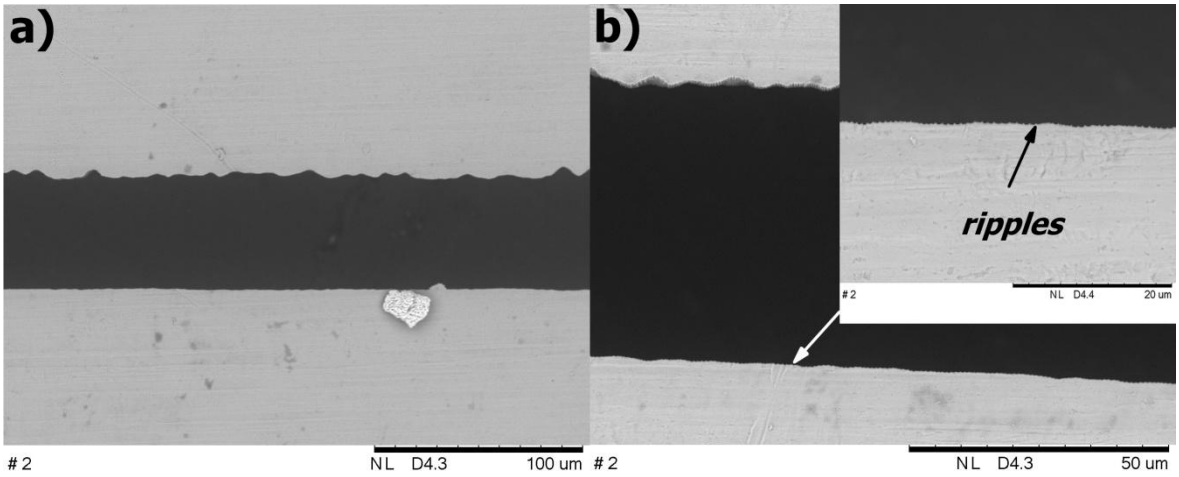

FIGURA 52 - Em (a) ampliação de 600x de fenda obtida no aço AISI 304. Em (b) ampliação de 4000 x, com destaque para a formação de ripples nas bordas da fenda.

Fonte: Autoria própria.

A partir dos parâmetros também foi feito um traço com alta absorção de luz. O traço pode ser utilizado em logos ou códigos de barras de diminutas dimensões em implantes médicos, conforme mostra a FIG. 57.

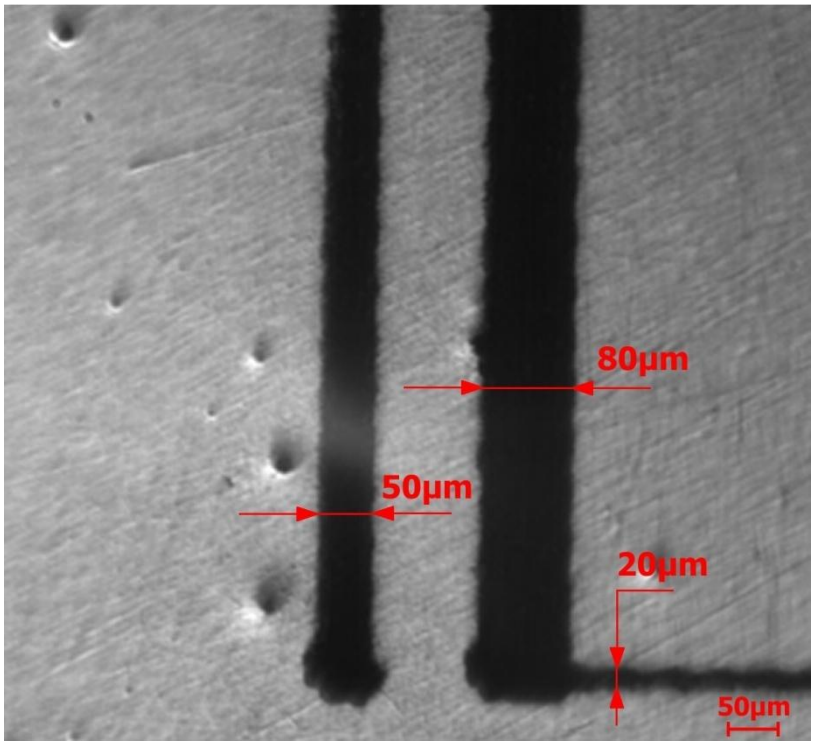

Figura 53 - Traços com alta absorção de luz produzidos sobre aço VI 138. Os traços verticais possuem 50 e 80 µm de largura e o horizontal 20 µm.

Fonte: Autoria própria.

7 Conclusões

Com o uso da técnica *D-Scan* foi possível determinar parâmetros de processo para obtenção de três morfologias distintas de ablação na superfície de quatro metais distintos com as seguintes características:

- decréscimo no limiar de ablação (F_{th}) em função da sobreposição de pulsos, para todos os materiais estudados;
- a curva F_{th} x N é muito semelhante para os dois aços, com limiares de ablação muito próximos, tanto para N=1 quanto para 10^4 pulsos.
- para um único pulso, o limiar de ablação do cobre é muito maior que para os outros materiais, porém, para um número grande de pulsos, os valores são praticamente os mesmos, e a queda de F_{th} é muito mais rápida;
- o molibdênio, por outro lado, mostra um limiar muito maior que os outros materiais para um grande número de pulsos sobrepostos e, neste caso, a largura temporal tem maior influência para poucos pulsos, e quase nenhuma para N grande.
- se o limiar está relacionado à formação de defeitos, então, podemos concluir que é necessário um número muito grande de pulsos, maior que 10^4 para se chegar a uma saturação na concentração destes defeitos.

Melhor acabamento de borda: AISI 1045 - 25fs, VI 138 - 80 fs, Molibdênio - 25 fs } Traços mais fundos e alongados

Cobre - 25 fs - Traços mais curtos e rasos

A partir dos resultados foi possível a obtenção controlada das três morfologias de ablação nos 4 metais, conforme mostra a TAB. 16.

TABELA 16 – Condições nas quais se obtém as estruturas de LIPSS, granulada e de canal na superfície dos quatro materiais investigados.

Material	Estrutura de LIPSS (sobreposição de pulsos)	Estrutura granulada (sobreposição de pulsos)	Estrutura de canal (sobreposição de pulsos)
AISI 1045	entre 1 e 36 pulsos	entre 50 e 600 pulsos	acima de 1000 pulsos
VI 138	entre 1 e 45 pulsos	entre 45 e 720 pulsos	acima de 1400 pulsos
Molibdênio	entre 6 e 150 pulsos	entre 150 e 650 pulsos	acima de 1700 pulsos
Cobre	entre 10 e 300 pulsos	entre 350 e 3200 pulsos	acima de 3200 pulsos

Fonte: Autoria própria

As diversas morfologias obtidas têm aplicações promissoras e poderão ser usadas, por exemplo, na microusinagem de precisão, na gravação e marcação destes materiais.

Sugestões para trabalhos futuros

Para continuidade e complementação deste trabalho fica como sugestão o estudo do mecanismo de formação de defeitos provocados por pulsos ultracurtos em metais e sua relação com o limiar de ablação e com as morfologias superficiais formadas.

Também se sugere a aplicação dos resultados aqui obtidos para produção de:

1. Um conjunto de fendas com largura e espaçamentos controlados e cada vez menores, idealmente de 200 até 10µm, produzido em lâminas finas. Estas fendas tem aplicação na calibração de aparelhos de mamografia;

2. Microcanais no aço inoxidável com largura, profundidade, geometria e rugosidade controlados para produção de circuitos microfluídicos;

3. Superfícies coloridas.

REFERÊNCIAS

1 ADELMANN, B.; HELLMANN, R. Rapid micro hole laser drilling in ceramic substrates using single mode fiber laser. **Journal of Materials Processing Technology,** v. 221, n. 0, p. 80-86, 7// 2015. ISSN 0924-0136.

2 AHMMED, K. M. T.; LING, E. J. Y.; SERVIO, P. K.; Anne. M. Introducing a new optimization tool for femtosecond laser-induced surface texturing on titanium, stainless steel, aluminum and copper. **Optics and Lasers in Engineering,** v. 66, p. 258-268, 2015. ISSN 01438166.

3 AHSAN, M. S. LEE, M. S.; HASAN, M. K.; NOH, Y. C.; SOHN, I. B.; AHMED, F.; JUN, M. B. G.. Formation mechanism of self-organized nano-ripples on quartz surface using femtosecond laser pulses. **Optik - International Journal for Light and Electron Optics,** v. 126, n. 24, p. 5979-5983, 12// 2015. ISSN 0030-4026.

4 ALESSANDRO FRANCELINO NOGUEIRA, W. D. R., RICARDO ELGUL SAMAD, NILSON DIAS VIEIRA JUNIOR, MILTON SERGIO FERNANDES DE LIMA. **Texturização em superfícies de titânio irradiadas com laser de pulsos ultracurtos**. Congresso Brasileiro de engenharia de fabricação. Salvador -BA 2015.

5 ANISIMOV, S.; KAPELIOVICH, B.; PERELMAN, T. Electron emission from metal surfaces exposed to ultrashort laser pulses. **Zh. Eksp. Teor. Fiz,** v. 66, n. 2, p. 375-377, 1974.

6 ASHKENASI, D.; ROSENFELD, A.; STOIAN, R. Laser-induced incubation in transparent materials and possible consequences for surface and bulk microstructuring with ultrashort pulses. 2002. p.90-98.

7 ATANASOV, P. A.; TAKADA, H.; NEDYALKOV, N. N.; OBARA, M. Nanohole processing on silicon substrate by femtosecond laser pulse with localized surface plasmon polariton. **Applied surface science,** v. 253, n. 19, p. 8304-8308, 2007. ISSN 0169-4332.

8 BAGHJARI, S. H.; AKBARI MOUSAVI, S. A. A. Effects of pulsed Nd:YAG laser welding parameters and subsequent post-weld heat treatment on microstructure and hardness of AISI 420 stainless steel. **Materials & Design,** v. 43, n. 0, p. 1-9, 1// 2013. ISSN 0261-3069.

9 BALLING, P.; SCHOU, J. Femtosecond-laser ablation dynamics of dielectrics: basics and applications for thin films. **Reports on Progress in Physics,** v. 76, n. 3, p. 036502, 2013. ISSN 0034-4885.

10 BASHIR, S.; RAFIQUE, M. S.; HUSINSKY, W. Surface topography (nano-sized hillocks) and particle emission of metals, dielectrics and semiconductors during ultra-short-laser ablation: Towards a coherent

understanding of relevant processes. **Applied Surface Science,** v. 255, n. 20, p. 8372-8376, 7/30/ 2009. ISSN 0169-4332.

11 BERTOLETE, M.; SAMAD, R. E.; VIEIRA, N. D.; VILLAR, R.; de ROSSI, W. Investigation of Femtosecond Laser Texturing in Cemented Carbide Cutting Tools. Laser in Manufaturing, 2015, Munich.

12 BULGAKOVA, N. M.; BOURAKOV, I. M. Phase explosion under ultrashort pulsed laser ablation: modeling with analysis of metastable state of melt. **Applied Surface Science,** v. 197 ı 198, p. 41-44, 9/30/ 2002. ISSN 0169-4332.

13 BULGAKOVA, N. M.; BOURAKOV, I. M., MESHCHERYAKOV, Y. P.; STOIAN, R.; ROSENFELD, A.; HERTEL, I. V. Theoretical models and qualitative interpretations of Fs laser material processing. **Journal of Laser Micro/Nanoengineering,** v. 2, n. 1, p. 76-86, 2007.

14 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,** v. 69, n. 5, p. 054102, 02/09/ 2004.

15 BULGAKOVA, N. M.; STOIAN, R.; ROSENFELD, A.; HERTEL, I. V.; MARINE, W.; CAMPBELL, E. E. B. A general continuum approach to describe fast electronic transport in pulsed laser irradiated materials: The

problem of Coulomb explosion. **Applied Physics A,** v. 81, n. 2, p. 345-356, 2005/07/01 2005. ISSN 0947-8396.

16 BULUSHEV, E.; BESSMELTSEV, V.; DOSTOVALOV, A.; GOLOSHEVSKY, N.; WOLF, A. High-speed and crack-free direct-writing of microchannels on glass by an IR femtosecond laser. **Optics and Lasers in Engineering,** v. 79, p. 39-47, 4// 2016. ISSN 0143-8166.

17 CANGUEIJO, L.; CAVALEIRO, A.; MOGIEL, J.; VILAR, R. Mechanisms of formation of LIPSS on Ni/Ti reactive multilayers. **Journal of Physics D: Applied Physics,** v. aceito para publicação, 2016.

18 CASSIE, A.; BAXTER, S. Wettability of porous surfaces. **Transactions of the Faraday Society,** v. 40, p. 546-551, 1944.

19 CHAN, C. Transient 1-D laser drilling model with variable properties. ICALEO 1999: Laser Materials Processing Conference, 1999.

20 CHAN, C.; CAMPBELL, D. W.; PAUL, A. E. The effect of temporal pulse shape on drilling efficiency. ICALEO 2002-21st International Congress on Applications of Laser and Electro-Optics, 2002.

21 CHAN, C.; MAZUMDER, J.; CHEN, M. Three-dimensional axisymmetric model for convection in laser-melted pools. **Materials Science and Technology,** v. 3, n. 4, p. 306-311, 1987. ISSN 0267-0836.

22 CHANG, T.-L. Micromachining of microfluidic channels in glass by microjoule femtosecond laser pulses. **Microelectronic Engineering,** v. 110, p. 450-456, 10// 2013. ISSN 0167-9317.

23 CHEN, J. K.; BERAUN, J. E. Modelling of ultrashort laser ablation of gold films in vacuum. **Journal of Optics A: Pure and Applied Optics,** v. 5, n. 3, p. 168, 2003. ISSN 1464-4258.

24 CHEN, X. Topology optimization of microfluidics │ A review. **Microchemical Journal,** v. 127, p. 52-61, 7// 2016. ISSN 0026-265X.

25 CHICHKOV, B. N.; MOMMA, C.; NOLTE, S.; VON ALVENSLEBEN, F.; TÜNNERMANN, A. Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids. **Applied Physics A,** v. 63, n. 2, p. 109-115, 1996. ISSN 0947-8396.

26 CHOUBEY, A.; JAIN, R. K.; ALI, S.; SINGH, R.; VISHWAKARMA, S. C.; AGRAWAL, D. K.; ARYA, R.; KAUL, R.; UPADHYAYA, B. N.; OAK, S. M. Studies on pulsed Nd:YAG laser cutting of thick stainless steel in dry air and underwater environment for dismantling applications. **Optics & Laser Technology,** v. 71, n. 0, p. 6-15, 8// 2015. ISSN 0030-3992.

27 COMINOTTI, R.; GENTILI, E. Near net shape technology: An innovative opportunity for the automotive industry. **Robotics and Computer-Integrated Manufacturing,** v. 24, n. 6, p. 722-727, 12// 2008. ISSN 0736-5845.

28 CORKUM, P.; BRUNEL, F.; SHERMAN, N.K.; SRINIVASAN-RAO, T. Thermal response of metals to ultrashort-pulse laser excitation. **Physical review letters,** v. 61, n. 25, p. 2886, 1988.

29 de ROSSI, W.; MACHADO, L. M.; VIEIRA, N. D.; SAMAD, R. E. D-Scan Measurement of the Ablation Threshold and Incubation Parameter of Optical Materials in the Ultrafast Regime. **Physics Procedia,** v. 39, p. 642-649, 2012. ISSN 18753892.

30 DÖRING, S.; ULLSPERGER, T.; HEISLER, F.; RICHTER, S.; TÜNNERMANN, A.; NOLTE, S. Hole Formation Process in Ultrashort Pulse Laser Percussion Drilling. **Physics Procedia,** v. 41, p. 431-440, // 2013. ISSN 1875-3892.

31 DUSSER, B.; SAGAN, Z.; SODER, H.; FAURE, N.; COLOMBIER, J. P.; JOURLIN, M.; AUDOUARD, E. Controlled nanostructrures formation by ultra fast laser pulses for color marking. **Optics Express,** v. 18, n. 3, p. 2913-2924, 2010/02/01 2010.

32 EFIMOV, O. M.; GABEL, K.; GARNOV, S. V.; GLEBOV, L. B.; GRANTHAM, S.; RICHARDSON, M.; SOILEAU, M. J. Color-center generation in silicate glasses exposed to infrared femtosecond pulses. **Journal of the Optical Society of America B,** v. 15, n. 1, p. 193-199, 1998/01/01 1998.

33 FADEEVA, E.; TRUONG, V.I.; KHANH S.; MEIKE, C., BORIS N.; CRAWFORD, R. J.; WANG, J.; IVANOVA, E. P. Bacterial retention on superhydrophobic titanium surfaces fabricated by femtosecond laser ablation. **Langmuir,** v. 27, n. 6, p. 3012-3019, 2011. ISSN 0743-7463.

34 FLATER, E. E.; CORWIN, A. D., DE BOER, M. P.; CARPICK, R. W. In situ wear studies of surface micromachined interfaces subject to controlled loading. **Wear,** v. 260, n. 6, p. 580-593, 3/10/ 2006. ISSN 0043-1648.

35 FUKUNISHI, M.; WATANABE, T. Variational approach to MEMS model with fringing field. **Journal of Mathematical Analysis and Applications,** v. 423, n. 2, p. 1262-1283, 3/15/ 2015. ISSN 0022-247X.

36 GHOSHAL, B.; BHATTACHARYYA, B. Investigation on profile of microchannel generated by electrochemical micromachining. **Journal of Materials Processing Technology,** v. 222, p. 410-421, 2015. ISSN 0924-0136.

37 GIGLIO, M.; MANES, A.; SBARUFATTI, C. 9 - MEMS for structural health monitoring in aircraft. In: KRAFT, M. e WHITE, N. M. (Ed.) . **Mems for Automotive and Aerospace Applications**: Woodhead Publishing, 2013. p.220-244. ISBN 978-0-85709-118-5.

38 GUO, S.-J.; XU, Y.; HAN, Y.I.; LIU, J. Y.; XUE, G.X.; NAGAUMI, H. Near net shape casting process for producing high strength 6xxx aluminum alloy automobile suspension parts. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China,** v. 24, n. 7, p. 2393-2400, 7// 2014. ISSN 1003-6326.

39 GUO, Y.; JIANG, K.; BOURELL, D. L. Accuracy and mechanical property analysis of LPA12 parts fabricated by laser sintering. **Polymer Testing,** v. 42, n. 0, p. 175-180, 4// 2015. ISSN 0142-9418.

40 GUREVICH, E. L. Mechanisms of femtosecond LIPSS formation induced by periodic surface temperature modulation. **Applied Surface Science,** v. 374, p. 56-60, 6/30/ 2016. ISSN 0169-4332.

41 HER, T. H. 4.10 - Femtosecond-Laser-Induced Periodic Self-Organized Nanostructures A2 - Wiederrecht, David L. AndrewsGregory D. ScholesGary P. In: (Ed.) . **Comprehensive Nanoscience and Technology**. Amsterdam: Academic Press, 2011. p.277-314. ISBN 978-0-12-374396-1.

42 ION, J. **Laser processing of engineering materials: principles, procedure and industrial application**. Butterworth-Heinemann, 2005. ISBN 0080492800.

43 ITINA, T. E.; HERMANN, J.; DELAPORTE, P.H.; SENTIS, M. Modeling of metal ablation induced by ultrashort laser pulses. **Thin Solid Films,** v. 453 ı 454, p. 513-517, 4/1/ 2004. ISSN 0040-6090.

44 JACKSON, M. J.; WHITFIELD, M. D.; ROBINSON, G. M.; AHMED, W.; MORRELL, J. S.; . Chapter 13 - Analysis of the effects of micromachining using nanostructured cutting tools. In: AHMED, W. e JACKSON, M. J. (Ed.) . **Emerging Nanotechnologies for Manufacturing (Second Edition)** . Boston: William Andrew Publishing, 2015. p.319-342. ISBN 978-0-323-28990-0.

45 JIANG, L.; KORIVI, N. S. 13 - Microfluidics: technologies and applications. In: FELDMAN, M. (Ed.) . **Nanolithography**: Woodhead Publishing, 2014. p.424-443. ISBN 978-0-85709-500-8.

46 KAR, A.; MAZUMDER, J. Two ¡dimensional model for material damage due to melting and vaporization during laser irradiation. **Journal of applied physics,** v. 68, n. 8, p. 3884-3891, 1990. ISSN 0021-8979.

47 KIMMITT, M. Laser heating of metals: by A.M. Prokhorov, V.I. Konov, I. Ursu & I.N. Mihailescu. Adam Hilger/IOP Publishing, Bristol, 1990, xix + 239 pp., £45.00. ISBN 0-7503-0040. **Optics and Lasers in Engineering,** v. 15, n. 4, p. 279-280, // 1991. ISSN 0143-8166.

48 KITENBERGS, G.; E¯RGLIS, K.; PERZYNSKI, R.; CĒBERS, A. Magnetic particle mixing with magnetic micro-convection for microfluidics. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials,** v. 380, n. 0, p. 227-230, 4/15/ 2015. ISSN 0304-8853.

49 KNIGHT, C. J. Theoretical modeling of rapid surface vaporization with back pressure. **AIAA journal,** v. 17, n. 5, p. 519-523, 1979. ISSN 0001-1452.

50 KNOWLTON, S. M.; SADASIVAM, M.; TASOGLU, S. Microfluidics for sperm research. **Trends in Biotechnology,** v. 33, n. 4, p. 221-229, 4// 2015. ISSN 0167-7799.

51 KRUEGER, J.; KAUTEK, W. Femtosecond-pulse laser processing of metallic and semiconducting thin films. 1995. p.436-447.

52 LAM, N. D. KIM, Y.; KIM, K.; JUNG, K.; KANG, H. K.; LEE, J. Improved optical absorption and photocurrent of GaAs solar cells with hexagonal micro-hole array surface texturing. **Journal of Crystal Growth,** v. 370, n. 0, p. 244-248, 5/1/ 2013. ISSN 0022-0248.

53 LEITZ, K.-H. REDLINGSHÖFER, B.; REG, Y.; OTTO, A.; SCHMIDT, M.L. Metal Ablation with Short and Ultrashort Laser Pulses. **Physics Procedia,** v. 12, Part B, p. 230-238, // 2011. ISSN 1875-3892.

54 LI, C.; CHEN, T.; SI J.; CHEN, F.; SHI, X.; HOU X. Fabrication of three-dimensional microchannels inside silicon using a femtosecond laser. **Journal of Micromechanics and Microengineering,** v. 19, n. 12, p. 125007, 2009. ISSN 0960-1317.

55 LI, Y.; GUO, Z.; QU, S. Living cell manipulation in a microfluidic device by femtosecond optical tweezers. **Optics and Lasers in Engineering,** v. 55, p. 150-154, 4// 2014. ISSN 0143-8166.

56 LIU, J. M. Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes. **Optics Letters,** v. 7, n. 5, p. 196-198, 1982/05/01 1982.

57 LIU, W.-C.; YANG, C.-Y. Two-phase flow visualization and heat transfer performance of convective boiling in micro heat exchangers. **Experimental Thermal and Fluid Science,** v. 57, n. 0, p. 358-364, 9// 2014. ISSN 0894-1777.

58 LORAZO, P.; LEWIS, L. J.; MEUNIER, M. Short-Pulse Laser Ablation of Solids: From Phase Explosion to Fragmentation. **Physical Review Letters,** v. 91, n. 22, p. 225502, 11/25/ 2003.

59 LUO, S.-W.; TSAI, H.-Y. Fabrication of 3D photonic structure on glass materials by femtosecond laser modification with HF etching process. **Journal of Materials Processing Technology,** v. 213, n. 12, p. 2262-2269, 12// 2013. ISSN 0924-0136.

60 MA, R.; FANG, K.; YANG, J. G.; LIU, X. S.; FANG, H. Y. Grain refinement of HAZ in multi-pass welding. **Journal of Materials Processing Technology,** v. 214, n. 5, p. 1131-1135, 5// 2014. ISSN 0924-0136.

61 MACHADO, L. M.; SAMAD, R. E.; de ROSSI, W.; VIEIRA, N. D. D-Scan measurement of ablation threshold incubation effects for ultrashort laser pulses. **Optics express,** v. 20, n. 4, p. 4114-4123, 2012. ISSN 1094-4087.

62 MACHADO, L. M. SAMAD, R. E.; FREITAS, A. Z.; VIEIRA, N. D.; de ROSSI, W.. Microchannels Direct Machining using the Femtosecond Smooth Ablation Method. **Physics Procedia,** v. 12, Part B, p. 67-75, // 2011. ISSN 1875-3892.

63 MANNION, P. T.; MAGEE, J.; COYNE, E.; O ̀ CONNOR, G. M.; GLYNN, T. J. The effect of damage accumulation behaviour on ablation thresholds and damage morphology in ultrafast laser micro-machining of common metals in air. **Applied Surface Science,** v. 233, n. 1 ı 4, p. 275-287, 6/30/ 2004. ISSN 0169-4332.

64 MECO, S.; PARDAL, G.; GANGULY, S.; WILLIAMS, S.; MCPHERSON, N. Application of laser in seam welding of dissimilar steel to aluminium joints for thick structural components. **Optics and Lasers in Engineering,** v. 67, n. 0, p. 22-30, 4// 2015. ISSN 0143-8166.

65 MEI, H.; WANG, C.; YAO, J.; CHANG, Y.C.; CHENG, J.; ZHU, Y.; YIN, S.; LUO, C. Development of novel flexible black silicon. **Optics Communications,** v. 284, n. 4, p. 1072-1075, 2011. ISSN 0030-4018.

66 MIOTELLO, A.; KELLY, R. Laser-induced phase explosion: new physical problems when a condensed phase approaches the thermodynamic critical temperature. **Applied Physics A,** v. 69, n. 1, p. S67-S73, 1999. ISSN 0947-8396.

67 MORADI, S.; KAMAL, S.; ENGLEZOS, P.; HATZIKIRIAKOS, S. G.. Femtosecond laser irradiation of metallic surfaces: effects of laser parameters on superhydrophobicity. **Nanotechnology,** v. 24, n. 41, p. 415302, 2013. ISSN 0957-4484.

68 NATHAN, V.; MITRA, S. S.; GUENTHER, A. H. Review of multiphoton absorption in crystalline solids. **Journal of the Optical Society of America B,** v. 2, n. 2, p. 294-316, 1985/02/01 1985.

69 NAYAK, B. K.; GUPTA, M. C. Ultrafast laser-induced self-organized conical micro/nano surface structures and their origin. **Optics and Lasers in Engineering,** v. 48, n. 10, p. 966-973, 10// 2010. ISSN 0143-8166.

70 NAYAK, S. S.; BIRO, E.; ZHOU, Y. 5 - Laser welding of advanced high-strength steels (AHSS) . In: SHOME, M. e TUMULURU, M. (Ed.) . **Welding and Joining of Advanced High Strength Steels (AHSS)** : Woodhead Publishing, 2015. p.71-92. ISBN 978-0-85709-436-0.

71 NOLTE, S.; MOMMA, C.; JACOBS, H.; TÜNNERMANN, A.; CHICHKOV, B. N.; WELLEGEHAUSEN, B.; WELLING, H. Ablation of metals by ultrashort laser pulses. **Journal of the Optical Society of America B,** v. 14, n. 10, p. 2716-2722, 1997/10/01 1997.

72 NOUHI, A.; SOOKHAK LARI, M. R.; SPELT, J. K.; PAPINI, M. Implementation of a shadow mask for direct writing in abrasive jet micro-machining. **Journal of Materials Processing Technology,** v. 223, p. 232-239, 9// 2015. ISSN 0924-0136.

73 NOURAEI, H.; KOWSARI, K.; PAPINI, M.; SPELT, J. K. Operating parameters to minimize feature size in abrasive slurry jet micro-machining. **Precision Engineering,** v. 44, p. 109-123, 4// 2016. ISSN 0141-6359.

74 OOSTERBEEK, R. N.; WARD, T.; ASHFORTH, S.; BODLEY, O.; RODDA, A. E.; SIMPSON, M. C. Fast femtosecond laser ablation for efficient cutting of sintered alumina substrates. **Optics and Lasers in Engineering,** v. 84, p. 105-110, 9// 2016. ISSN 0143-8166.

75 OZEVIN, D. 10 - Micro-electro-mechanical-systems (MEMS) for assessing and monitoring civil infrastructures. In: WANG, M. L.;LYNCH, J.

P., *et al* (Ed.) . **Sensor Technologies for Civil Infrastructures**: Woodhead Publishing, v.55, 2014. p.265-302e. ISBN 978-0-85709-432-2.

76 PARK, C.; WARD, T.; ASHFORTH, S.; BODLEY, O.; RODDA, A. E.; SIMPSON, M. C. Ablation characteristics of electrospun core-shell nanofiber by femtosecond laser. **Materials Science and Engineering: C,** v. 65, p. 232-239, 8/1/ 2016. ISSN 0928-4931.

77 PREUSS, S.; DEMCHUK, A.; STUKE, M. Sub-picosecond UV laser ablation of metals. **Applied Physics A,** v. 61, n. 1, p. 33-37, 1995/07/01 1995. ISSN 0947-8396.

78 PROKHOROV, A. M.; BUNKIN, F. V.; GOCHELASHVILY, K. S.; SHISHOV, V. I. Laser irradiance propagation in turbulent media. **Proceedings of the IEEE,** v. 63, n. 5, p. 790-811, 1975. ISSN 0018-9219.

79 QIU, W.; TIEN, C. L. Modelling the interaction between laser and target material in laser microspectral analysis. **Optics & Laser Technology,** v. 26, n. 3, p. 157-166, 6// 1994. ISSN 0030-3992.

80 REAY, D.; RAMSHAW, C.; HARVEY, A. Chapter 4 - Compact and Micro-heat Exchangers. In: REAY, D.;RAMSHAW, C., *et al* (Ed.) . **Process Intensification (Second edition)** . Oxford: Butterworth-Heinemann, 2013. p.91-120. ISBN 978-0-08-098304-2.

81 REIF, J.; COSTACHE, F.; HENYK, M.; PANDELOV, S. V.. Ripples revisited: non-classical morphology at the bottom of femtosecond laser ablation craters in transparent dielectrics. **Applied Surface Science,** v. 197 ' 198, p. 891-895, 9/30/ 2002. ISSN 0169-4332.

82 REIF, J.; COSTACHE, F.; HENYK, M.; PANDELOV, S. V. Self ¡organized regular surface patterning by pulsed laser ablation. **physica status solidi (c) ,** v. 6, n. 3, p. 681-686, 2009. ISSN 1610-1642.

83 ROMOLI, L.; VALLINI, R. Experimental study on the development of a micro-drilling cycle using ultrashort laser pulses. **Optics and Lasers in Engineering,** v. 78, p. 121-131, 3// 2016. ISSN 0143-8166.

84 ROSANDI, Y.; URBASSEK, H. Ultrashort-pulse laser irradiation of metal films: the effect of a double-peak laser pulse. **Applied Physics A,** v. 101, n. 3, p. 509-515, 2010/11/01 2010. ISSN 0947-8396.

85 ROUSSE, A.; RISCHEL, C.; FOURMAUX, S.; USCHMANN, I.; SEBBAN, S.; GRILLON, G.; BALCOU, P.H.; FORSTER, E.; GEINDRE, J. P.; AUDEBERT, P.; GAUTHIER, J. C.; HULIN, D. Non-thermal melting in semiconductors measured at femtosecond resolution. **Nature,** v. 410, n. 6824, p. 65-68, 03/01/print 2001. ISSN 0028-0836.

86 RUSSBUELDT, P.; MANS, T.; WEITENBERG, J.; HOFFMANN, H. D.; POPRAWE, R. Compact diode-pumped 1.1 kW Yb:YAG Innoslab femtosecond amplifier. **Optics Letters,** v. 35, n. 24, p. 4169-4171, 2010/12/15 2010.

87 SAMAD, R. E.; BALDOCHI, S. L.; VIEIRA, J. N. D. Diagonal scan measurement of Cr:LiSAF 20 ps ablation threshold. **Applied Optics,** v. 47, n. 7, p. 920-924, 2008/03/01 2008.

88 SAMAD, R. E.; COURROL, L. C.; LUGÃO, A. B.; FREITAS, A. Z.; VIEIRA, N. D. Production of color centers in PMMA by ultrashort laser pulses. **Radiation Physics and Chemistry,** v. 79, n. 3, p. 355-357, 3// 2010. ISSN 0969-806X.

89 SAMAD, R. E. MACHADO L. M.; de ROSSI W.; VIEIRA, N. D. **Ultrashort Laser Pulses Machining**. 2012.

90 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. ISSN 1555-6611.

91 SAMAROV, V.; SELIVERSTOV, D.; FROES, F. H. 18 - Fabrication of near-net-shape cost-effective titanium components by use of prealloyed powders and hot isostatic pressing. In: FROES, M. Q. H. (Ed.) . **Titanium Powder Metallurgy**. Boston: Butterworth-Heinemann, 2015. p.313-336. ISBN 978-0-12-800054-0.

92 SANTOS, R. D. B. **Microfuração com laser pulsado**. 2001. 135 Dissertação (Mestrado) . Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo.

93 SHANG, X.; ZHANG, R.; MA, P. Analysis of avalanche mechanisms in short-pulses laser-induced damage. **Optics & Laser Technology,** v. 42, n. 1, p. 243-246, 2// 2010. ISSN 0030-3992.

94 SHANK, C. V.; YEN, R.; HIRLIMANN, C. Shank, Yen, and Hirlimann Respond. **Physical Review Letters,** v. 51, n. 6, p. 520-520, 08/08/ 1983.

95 SHUKLA, P.; WAUGH, D. G.; LAWRENCE, J.; VILAR, R. 10 - Laser surface structuring of ceramics, metals and polymers for biomedical applications: A review. In: (Ed.) . **Laser Surface Modification of Biomaterials**: Woodhead Publishing, 2016. p.281-299. ISBN 978-0-08-100883-6.

96 SIEGMAN, A. E. Lasers University Science Books. **Mill Valley, CA,** v. 37, p. 208, 1986.

97 SILVA, L. G. D. **Controle da cor de superfícies metalicas através da texturização com laser de pulsos ultracurtos**. 2016. Dissertação de mestrado em andamento IPEN-USP

98 SINGH, K.; JOYCE, R.; VARGHESE, S.; AKHTAR, J. Fabrication of electron beam physical vapor deposited polysilicon piezoresistive MEMS pressure sensor. **Sensors and Actuators A: Physical,** v. 223, p. 151-158, 3/1/ 2015. ISSN 0924-4247.

99 SINGH, R.; ALBERTS, M. J.; MELKOTE, S. N. Characterization and prediction of the heat-affected zone in a laser-assisted mechanical micromachining process. **International Journal of Machine Tools and Manufacture,** v. 48, n. 9, p. 994-1004, 7// 2008. ISSN 0890-6955.

100 SIPE, J.; YOUNG, J. F.; PRESTON, J.S.; VAN DRIEL, H.M. Laser-induced periodic surface structure. I. Theory. **Physical Review B,** v. 27, n. 2, p. 1141, 1983.

101 SONA, M.; SAEID, K.; PETER, E.; SAVVAS, G. H. Femtosecond laser irradiation of metallic surfaces: effects of laser parameters on superhydrophobicity. **Nanotechnology,** v. 24, n. 41, p. 415302, 2013. ISSN 0957-4484.

102 STAVROPOULOS, P.; EFTHYMIOU, K.; CHRYSSOLOURIS, G. Investigation of the Material Removal Efficiency During Femtosecond Laser Machining. **Procedia CIRP,** v. 3, p. 471-476, // 2012. ISSN 2212-8271.

103 STEEN, W.; MAZUMDER, J. **Laser material processing**. Springer Science & Business Media, 2010. ISBN 1849960623.

104 STOIAN, R.; ASHKENASI, D.; ROSENFELD, A.; CAMPBELL, E. E. B. Coulomb explosion in ultrashort pulsed laser ablation of Al 2 O 3. **Physical Review B,** v. 62, n. 19, p. 13167-13173, 11/15/ 2000.

105 STOIAN, R.; ROSENFELD, A.; ASHKENASI, D.; HERTEL, I.V.; BULGAKOVA, N. M.; CAMPBELL, E. E. B. Surface charging and impulsive ion ejection during ultrashort pulsed laser ablation. **Physical review letters,** v. 88, n. 9, p. 97603, 2002. ISSN 1079-7114.

106 SURIANO, R.; KUZNETSOV, A.; EATON, S. M.; KIYAN, R.; CERULLO, G.; OSELLAME, R.; CHICHKOV, B. N.; LEVI, M. Femtosecond laser ablation of polymeric substrates for the fabrication of microfluidic channels. **Applied Surface Science,** v. 257, n. 14, p. 6243-6250, 5/1/ 2011. ISSN 0169-4332.

107 TONG, H.; LI, Y.; ZHANG, L.; LI, B. Mechanism design and process control of micro EDM for drilling spray holes of diesel injector nozzles. **Precision Engineering,** v. 37, n. 1, p. 213-221, 1// 2013. ISSN 0141-6359.

108 TORUNBALCI, M. M.; ALPER, S. E.; AKIN, T. Wafer level hermetic sealing of MEMS devices with vertical feedthroughs using anodic bonding. **Sensors and Actuators A: Physical,** v. 224, n. 0, p. 169-176, 4/1/ 2015. ISSN 0924-4247.

109 VALETTE, S.; LE HARZIC, R.; HUOT, N.; AUDOUARD, E.; FORTUNIER, R. 2D calculations of the thermal effects due to femtosecond laser-metal interaction. **Applied Surface Science,** v. 247, n. 1 ı 4, p. 238-242, 7/15/ 2005. ISSN 0169-4332.

110 VARLAMOVA, O.; REIF, J.; VARLAMOV, S.; BESTEHORN, M. The laser polarization as control parameter in the formation of laser-induced periodic surface structures: Comparison of numerical and experimental results. **Applied Surface Science,** v. 257, n. 12, p. 5465-5469, 4/1/ 2011. ISSN 0169-4332.

111 VIDAL, J. T. **Desenvolvimento de um sistema opto-mecânico para micro usinagem com laser de femtosegundos**. 2010. Universidade de São Paulo

112 VISHNUBHATLA, K. C.; BELLINI, N.; RAMPONI, R.; CERULLO, G.; OSELLAME, R. Shape control of microchannels fabricated in fused silica by femtosecond laser irradiation and chemical etching. **Optics Express,** v. 17, n. 10, p. 8685-8695, 2009/05/11 2009.

113 WANG, D. N.; WANG, Y.; LIAO, C. R. 14 - Femtosecond laser micromachining on optical fiber A2 - Lawrence, J. In: WAUGH, D. G. (Ed.) . **Laser Surface Engineering**: Woodhead Publishing, 2015. p.359-381. ISBN 978-1-78242-074-3.

114 WANG, J.; GUO, C. Ultrafast dynamics of femtosecond laser-induced periodic surface pattern formation on metals. **Applied Physics Letters,** v. 87, n. 25, p. 251914, 2005.

115 WANG, M.; LIN, J. T.; XU, Y. X.; FANG, Z. W.; QIAO, L. L.; LIU, Z. M. ;FANG, W.; CHENG, Y. Fabrication of high-Q microresonators in dielectric materials using a femtosecond laser: Principle and applications. **Optics Communications**, 2016. ISSN 0030-4018.

116 WEI, J.; YE, Y.; SUN, Z.; LIU, L.; ZOU, G. Control of the kerf size and microstructure in Inconel 738 superalloy by femtosecond laser beam cutting. **Applied Surface Science,** v. 370, p. 364-372, 5/1/ 2016. ISSN 0169-4332.

117 WELLERSHOFF, S.-S.; GUDDE, J.; HOHLFELD, J.; MULLER, J. G.; MATTHIAS, E. The role of electron ' phonon coupling in femtosecond laser damage of metals. **Applied Physics A,** v. 69, n. 1, p. S99-S107, 1999. ISSN 0947-8396.

118 YONG, L.; RUIQIN, H. Micro Electrochemical Machining for Tapered Holes of Fuel Jet Nozzles. **Procedia CIRP,** v. 6, n. 0, p. 395-400, // 2013. ISSN 2212-8271.

119 ZHANG, Y.; FAGHRI, A. Vaporization, melting and heat conduction in the laser drilling process. **International Journal of Heat and Mass Transfer,** v. 42, n. 10, p. 1775-1790, 5/1/ 1999. ISSN 0017-9310.