

# Universidade Estadual de Maringá



*Pós-Graduação em Física*

---

Élder Nogueira da Silva

*Montagem e Aplicação da Interferometria de Ondas  
Térmicas ao Estudo de filmes Espessos e Imagens de  
Defeitos em Sólidos Amorfos*

*Orientador: Prof. Dr. Antonio Carlos Bento*

*Dissertação apresentada ao Departamento de  
Física da Universidade Estadual de Maringá  
como requisito parcial para a obtenção do Título  
de Mestre em Física*

---

*MARINGÁ – 2002*

---

***MONTAGEM E APLICAÇÃO DA  
INTERFEROMETRIA DE ONDAS TÉRMICAS AO  
ESTUDO DE FILMES ESPESSOS E IMAGENS DE  
DEFEITOS EM SÓLIDOS AMORFOS***

POR

Élder Nogueira da Silva

Tese apresentada para cumprimento parcial das  
exigências para o título de

Mestre em Física

Universidade Estadual de Maringá

Departamento de Física

2002

Aprovada por \_\_\_\_\_  
(Presidente da Banca) Prof. Dr. Antonio Carlos Bento

\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Osamu Nakamura

\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Mauro Luciano Baesso

---

Maringá, 04 de Abril de 2002



À minha família





## *Agradecimentos*

- *A minha família;*
  - *Aos meus amigos, Perseu, Célia, Jurandir e Paulo, pelo companheirismo;*
  - *Aos meus amigos do curso, pois sem a ajuda deles, este caminho teria sido muito mais árduo;*
  - *Ao Prof. José Roberto, que tornou possível a automação do sistema, produzindo a placa para a interface de controle dos motores;*
  - *Ao pessoal da oficina mecânica do departamento de física, em especial ao Dirley, que fizeram toda a parte mecânica, como trilho, suportes, adaptadores, etc.*
  - *Ao Prof. Medina, por toda a sua ajuda e pelo seu carisma;*
  - *E, por fim, ao meu orientador Dr. Antonio Carlos Bento, e ao meu co-orientador, Dr. Mauro Luciano Baesso, pela paciência, dedicação e ensinamentos a mim transmitidos, sem os quais este trabalho não teria se constituído.*
-



## *Resumo*

Nesta dissertação é apresentada a primeira montagem da técnica de Interferometria de Ondas Térmicas na América do Sul, sendo esta a primeira dissertação do Grupo de Estudos dos Fenômenos Fototérmicos na área,. Além da montagem e a automação da Técnica de Interferometria de Ondas Térmicas, descrevemos detalhadamente a teoria da de Interferometria de Ondas Térmicas, bem como um novo modelo baseado na transmissão. A técnica é testada em uma amostra de filme acrílico sob dois tipos diferentes de substratos, para determinar suas propriedades térmicas, bem como obter uma curva de correlação para a medida da espessura desse tipo de filme. O novo modelo é testado em uma das amostras que utilizamos na análise das propriedades térmicas, em que se verificou que os resultados obtidos concordam para os dois modelos, quando aplicados a uma mesma amostra. Numa outra aplicação, testamos uma amostra de vidro, contendo defeitos em sua superfície (bolhas de ar). Os resultados das imagens obtidas nos dão uma perspectiva de que poderemos analisar defeitos em vidros, tais como rachadura, cristalites etc.

---



## *Abstract*

The first South American setup on Thermal Wave Interferometry is built up and presented in this dissertation. Also, this is the very first master dissertation in the Grupo de Estudos dos Fenômenos Fototérmicos. Moreover, the TWI setup and its automation together with the conventional 1-D theory and also a new transmission 1-D model are presented. Both, conventional and transmission TWI, are tested in painting coated cover glass and stainless steel substrates. Thermal diffusivity is successfully obtained with both. The transmission TWI is also used for mapping defects in glasses, such as locating bubbles and it suggested a potential tool for a qualitative inspection of crystallites in glasses.

---

---



# Índice Analítico

<i>Agradecimentos</i> .....	<i>i</i>
<i>Resumo</i> .....	<i>ii</i>
<i>Abstract</i> .....	<i>iii</i>
<i>Índice Analítico</i> .....	<i>iv</i>
<i>Lista de Figuras</i> .....	<i>vi</i>
<i>Lista de Tabelas</i> .....	<i>viii</i>
<b>Capítulo 1</b> .....	<b>1</b>
<b>1 - Introdução:</b> .....	<b>1</b>
<b>Capítulo 2</b> .....	<b>6</b>
<b>2.1 - Desenvolvimento Teórico</b> .....	<b>6</b>
<b>2.2 - Determinação dos Coeficientes de Fresnell</b> .....	<b>10</b>
<b>2.3 – TWI - Convencional</b> .....	<b>14</b>
2.3.1 – Sinal Normalizado com à Referência Termicamente Grossa .....	14
2.3.2 - Cálculo da Defasagem do Sinal Normalizado .....	19
<b>2.4 – TWI - Transmissão</b> .....	<b>21</b>
2.4.1 – Cálculo da Amplitude .....	22
2.4.2 – Cálculo da Fase de $ S(\omega) $ .....	28
<b>Capítulo 3</b> .....	<b>31</b>
<b>3.1 – Método Experimental</b> .....	<b>31</b>
<b>3.2 – Preparação das Amostras</b> .....	<b>38</b>
3.2.1 – Propriedades Térmicas .....	38
3.2.2 – Imagem de Defeitos .....	39
<b>Capítulo 4</b> .....	<b>41</b>
<b>4.1. – Resultados e discussão (TWI – convencional)</b> .....	<b>41</b>
4.1.2 - Propriedades Térmicas.....	41
4.1.2 – Correlação entre espessura e fase .....	48
<b>4.2 – Resultados obtidos através da TWI (transmissão)</b> .....	<b>50</b>



---

<b>4.3 – Testes Iniciais (Imagem de Defeitos)</b> .....	<b>56</b>
<b><i>Conclusões e Perspectivas</i></b> .....	<b>63</b>
<b><i>Apêndice</i></b> .....	<b>64</b>
<b><i>Referências Bibliográficas</i></b> .....	<b>77</b>

---

---



## *Lista de Figuras*

<i>Número</i>	<i>Página</i>
<i>Figura 1 - Ondas Térmicas dentro das regiões do suporte, amostra e gás .....</i>	<i>8</i>
<i>Figura 2 - Ondas Térmicas Incidente, Refletida e Transmitida.....</i>	<i>10</i>
<i>Figura 3 - Gráfico teórico de <math> R(\omega) </math> versus a espessura térmica <math>a_s l</math> para diferentes valores de <math>R_b</math> .....</i>	<i>18</i>
<i>Figura 4 - Simulação teórica de <math>\Delta\phi</math> versus a espessura térmica <math>a_s l</math> .....</i>	<i>20</i>
<i>Figura 5 - Arranjo Esquemático (TWI – Transmissão).....</i>	<i>21</i>
<i>Figura 6 - Esquema das Ondas Térmicas Transmitidas.....</i>	<i>22</i>
<i>Figura 7 - Gráfico teórico de <math> S(\omega) </math> versus a espessura térmica <math>a_s L</math> .....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 8 - Simulação teórica de <math>\phi</math> versus a espessura térmica <math>a_s L</math> .....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 9 - Absorção da termopilha.....</i>	<i>32</i>
<i>Figura 10 - Absorção da Termopilha com janela de Germânio.....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 11 - Diagrama esquemático da montagem experimental.....</i>	<i>35</i>
<i>Figura 12 - Foto da montagem da TWI.....</i>	<i>35</i>
<i>Figura 13 - Fluxograma do programa .....</i>	<i>37</i>
<i>Figura 14 - Desenho ilustrativo da Amostra .....</i>	<i>38</i>
<i>Figura 15 - Fotos da Amostra de Vidro .....</i>	<i>40</i>
<i>Figura 16 - Gráfico experimental do Sinal e da Fase pela posição (Aço Inox).....</i>	<i>42</i>
<i>Figura 17 - Gráfico experimental do Sinal e da Fase pela posição (Vidro).....</i>	<i>42</i>
<i>Figura 18 - Diferença de fase .....</i>	<i>43</i>
<i>Figura 19 - Gráfico dos resultados experimentais para o Filme sobre o substrato (Aço Inox).....</i>	<i>45</i>
<i>Figura 20 - Gráfico dos resultados experimentais para o Filme sobre o substrato (Vidro) .....</i>	<i>45</i>
<i>Figura 21 - Gráfico de correlação entre espessura e fase (Aço Inox).....</i>	<i>48</i>



---

<i>Figura 22 - Gráfico de correlação entre espessura e fase (Vidro)</i> .....	49
<i>Figura 23 - Disposição do Laser, Amostra e Detector</i> .....	50
<i>Figura 24 - Gráfico do Sinal x Posição</i> .....	51
<i>Figura 25 - Gráfico da Fase x Posição</i> .....	52
<i>Figura 26 - Gráfico da Fase versus Posição para várias frequências</i> .....	53
<i>Figura 27 - Gráfico da Diferença da Fase x A espessura Térmica</i> .....	55
<i>Figura 28 - Área analisada da amostra</i> .....	56
<i>Figura 29 - Gráfico 3D e Planar da Amplitude (Teste1)</i> .....	57
<i>Figura 30 - Gráfico 3D e Planar da Fase (Teste 1)</i> .....	58
<i>Figura 31 - Estrutura das bolhas de ar</i> .....	58
<i>Figura 32 - Gráfico 3D e Planar da Amplitude (Teste 2)</i> .....	59
<i>Figura 33 - Gráfico 3D e Planar da Fase (Teste 2)</i> .....	60
<i>Figura 34 - Região central das Bolhas</i> .....	61
<i>Figura 35 - Varredura da região central das bolhas</i> .....	61

---



## *Lista de Tabelas*

<i>Tabela 1 - Parâmetros fototérmicos utilizados, sendo “i” o meio considerado. ....</i>	<i>7</i>
<i>Tabela 2 - Características dos Detectores.....</i>	<i>33</i>
<i>Tabela 3 - Características das Janelas Ópticas .....</i>	<i>33</i>
<i>Tabela 4 - Espessuras das camadas de filme acrílico .....</i>	<i>39</i>
<i>Tabela 5 - Dados da fase média.....</i>	<i>44</i>
<i>Tabela 6 - Resultados dos parâmetros Ajustados.....</i>	<i>46</i>
<i>Tabela 7 - Efusividade tabulada na literatura.....</i>	<i>46</i>
<i>Tabela 8 - Parâmetros térmicos calculados.....</i>	<i>46</i>
<i>Tabela 9 - Coeficientes da curva de Correlação .....</i>	<i>49</i>
<i>Tabela 10 - Dados da diferença de fase .....</i>	<i>54</i>

---



# *Capítulo 1*

## **1 - Introdução:**

Com a finalidade de se obter informações sobre propriedades ópticas e térmicas de materiais, houve o surgimento da Ciência Fototérmica<sup>[1,2]</sup>, que engloba um extenso conjunto de técnicas. O princípio básico destas técnicas é a conversão da energia luminosa em calor.<sup>[3]</sup> A medida da variação de temperatura (calorimetria, emissão infravermelha e radiometria fototérmica), pressão (espectroscopia fotoacústica), ou da densidade (lente térmica, interferometria, deflecção, refração, difração fototérmica e deflecção superficial), que pode ocorrer devido à absorção óptica, estes são alguns dos métodos experimentais que compõem as técnicas fototérmicas. Embora existam várias

---



técnicas fototérmicas, cada uma delas apresentam características peculiares, que diferem umas das outras, obtendo-se assim uma técnica mais adequada pela sensibilidade em relação à propriedade particular que se quer medir ou pelo tipo de material a ser analisado. As técnicas que envolvem luz modulada são consideradas técnicas padrões para a medida da difusividade térmica de materiais em gerais, defeitos, grau de cristalinidade, etc <sup>[4- 6]</sup>. A técnica precursora da ciência fototérmica é a Espectroscopia Fotoacústica, que é baseada no efeito fotoacústico <sup>[7]</sup>. Acidentalmente, um som audível era escutado por meio de um tubo ligado uma célula, ao se incidir luz solar modulada em um sólido, dentro da mesma. Na época, este fenômeno foi considerado apenas uma curiosidade, sendo logo esquecido. Várias décadas se passaram até que novas experiências fossem retomadas, o que ocorreu cinquenta anos mais tarde, após a descoberta do “espectrofone”, usado para o estudo de gases <sup>[8]</sup>. Com o melhor entendimento da física envolvida, as ondas térmicas passaram a ter uma maior importância, tanto científica quanto funcional. Em consequência, Parker<sup>[9]</sup>, Rosencwaig e Gersho<sup>[10,11]</sup> propuseram um modelo padrão de célula fotoacústica para amostras sólidas, assim foi desenvolvida toda a teoria que descreve o fenômeno e através dos experimentos demonstraram que o mecanismo básico responsável pelo surgimento do sinal fotoacústico era o fluxo periódico de calor entre a superfície da amostra e o gás contido na célula fotoacústica.

A Interferometria de Ondas Térmicas é baseada na geração de ondas térmicas, sendo primeiramente apresentada por Bennet e Patt <sup>[12]</sup> com detecção baseada no efeito fotoacústico. Na versão moderna, a TWI considera que as ondas térmicas surgem em um dado material em decorrência da absorção da radiação eletromagnética. No processo de decaimento não-radioativo, ocorre liberação de calor, partindo dos pontos do material onde a luz foi absorvida. A propagação de calor faz surgir uma flutuação térmica superficial no material, esta flutuação é monitorada por um detector de infravermelho. A variação periódica de temperatura também pode ser detectada com um transdutor



piroelétrico, os quais são fabricados por um filme fino de material piroelétrico (polyvinylidene fluoride, PVDF) <sup>[13]</sup>. Com estes outros sensores, o processo de interferência térmica, também pode ser utilizado para medidas de propriedades térmicas de líquidos <sup>[14]</sup> como: água, glicerina, óleo etc. e de gases <sup>[15]</sup> em geral.

Nesta dissertação, apresentaremos uma técnica derivada da Radiometria Fototérmica (PTR)<sup>[16, 17]</sup>, a chamada Interferometria de Ondas Térmicas (TWI), que tem sido empregada extensivamente para avaliação de estrutura de camadas (filme e substrato) <sup>[18-20]</sup>, e apresenta como particularidade os seguintes aspectos: ser uma técnica não destrutiva, não necessitar de contato físico entre detector e amostra durante a aquisição de dados, a amostra não precisa ficar isolada em uma célula, pode ser aplicada diretamente em peças comerciais (peças preparadas diretamente para o consumo) ao invés de utilizar fragmentos destas peças, e tem apresentado resultados satisfatórios para avaliação de parâmetros termofísicos como difusividade, condutividade, efusividade e coeficiente de absorção óptica. Uma análise detalhada na precisão e limitação da técnica para o estudo de revestimentos produzidos por jato de plasma frio foi discutida por Bento e Almond <sup>[21]</sup>. O efeito do diâmetro do laser sobre um revestimento, baseado em um modelo 3-D, também foi estudado, fornecendo uma relação entre o diâmetro do mesmo com a espessura da amostra<sup>[22]</sup>. Embora já existam alguns modelos 3-D para a TWI, discutiremos apenas o modelo Bennet e Patt, que é 1-D.

O uso da TWI – 1-D para a investigação de filmes espessos e de seus defeitos tem sido de grande interesse porque pinturas e outros tipos de revestimentos são de grande importância para a proteção, durabilidade e resistência térmicas de determinados materiais. Como filmes e camadas são de suma importância para algumas peças, a análise da degradação destes filmes, também se tornam inevitáveis.

Neste trabalho temos como principal objetivo à montagem e a aplicação da técnica de interferometria de ondas térmicas, para avaliação das propriedades térmicas

---



bem como as propriedades ópticas, de filmes espessos depositados em alguns substratos. Com esta montagem estaremos disponibilizando mais um método de análise no grupo, bem como abrindo possibilidades para que outros alunos desenvolvam novos trabalhos mediante ao uso da técnica. Para a avaliação da técnica, analisaremos camadas de pintura de uma tinta aerosol (spray) acrílica (preto fosco), sob dois tipos de substratos (aço inox e vidro), determinando a difusividade térmica bem como a correlação entre espessura e fase, para estabelecer assim, critérios de propriedades e qualidades de filmes espessos. Um modelo de TWI (1-D) por transmissão também é apresentado e pretendemos utilizá-lo futuramente na análise de amostras transparentes. No entanto, fizemos até o presente momento a análise de uma das amostras que preparamos para a caracterização da TWI convencional, e por fim comparamos o resultado obtido em ambos os modelos.

Ainda, esta dissertação apresenta os resultados da aplicação da TWI convencional sobre uma amostra de vidro. Pois como sabemos, o vidro sempre foi um material tecnológico importante, devido às suas várias características<sup>[23]</sup>. Uma enorme quantidade de objetos ao nosso redor, são feitos de vidros. Ele pode ser transparente, translúcido ou opaco, colorido ou incolor. E apesar de ser um material há muito conhecido, a cada dia encontram-se novos usos e aplicações para os vidros, como por exemplo, em fibras óticas, micro-eletrônica integrada, materiais biocompatíveis, etc. A adição de metais de transição ou de terras raras, em pequenas quantidades, à sua composição, faz com que ele passe a absorver faixas específicas do espectro eletromagnético<sup>[24,25]</sup>. Assim esse metal de transição ou terra rara faz com que o vidro se torne interessante para aplicações que vão da produção de objetos decorativos, filtros de cor para situações especiais (medicina, metalurgia,...), até aplicações mais sofisticadas como lasers<sup>[26]</sup>. Durante o processo de produção de vidros, podem ocorrer vários problemas tais como bolhas, fraturas e formação de cristalites. Assim pretendemos usar a Interferometria de Ondas Térmicas no modo conhecido como Radiometria, para a análise desses defeitos, mostrando assim a potencialidade da técnica para uma possível análise de

---



defeitos de cristalização em vidros, tais como bolhas de ar, fratura e cristalites. Apesar de apresentarmos alguns resultados, uma teoria específica para a geração de sinal pelo cristalite precisa ser desenvolvida, o que será objeto de estudos futuros.

Finalmente, embora a dissertação trata apenas da aplicação da TWI em filmes e Vidro, paralelamente à montagem da TWI, tivemos a oportunidade de aprender outras técnicas fototérmicas, como a Espectroscopia Fotoacústica e Célula Aberta, nas quais estudamos e avaliamos as propriedades termofísicas de polímeros e de pastilhados metálicos prensados e sinterizados. Os resultados de tais estudos acabaram como publicações (ver folha de rosto no apêndice), e não serão comentados nesta dissertação, pois não estavam incluídos no objetivo da dissertação. No apêndice, encontram-se os resumos dos trabalhos apresentados e a cópia de um artigo submetido à publicação, frutos dos resultados obtidos com a montagem e aplicação da TWI.

---



## *Capítulo 2*

### **2.1 - Desenvolvimento Teórico**

Baseado no chamado efeito fotoacústico, a energia absorvida de um feixe de luz de amplitude modulada que penetra em uma amostra, gera um sinal térmico, o qual é detectado por um transdutor específico. O calor se propaga dentro da amostra, gerando ondas térmicas que são transmitidas para o gás dentro da célula fotoacústica gerando o sinal fotoacústico <sup>[27]</sup>. Porém se a espessura da amostra for bastante diminuída, interferências de ondas térmicas poderão afetar a amplitude das ondas transmitidas e conseqüentemente poderá afetar a resposta fotoacústica. Esta foi a primeira constatação do efeito de interferência térmica.

---



Os parâmetros fototérmicos utilizados estão relacionados na Tabela 1:

Tabela 1 - Parâmetros fototérmicos utilizados, sendo “i” o meio considerado.

Parâmetros	Denominação	Unidade (CGS)
$l_s$	Espessura da amostra	cm
$K_i$	Condutividade térmica	cal /s .cm °C
$\rho_i$	Densidade	g /cm <sup>3</sup>
$C_i$	Capacidade térmica	cal /g °C
$a_i = (\omega / 2\alpha)^{1/2}$	Difusividade térmica	cm <sup>2</sup> / s
$a = (\omega / 2\alpha)^{1/2}$	Coefficiente de difusão térmico	cm <sup>-1</sup>
$\mu = 1 / a$	Comprimento de difusão térmico	cm
$\sigma = (1 + i)a$	Coefficiente complexo de difusão térmico	cm <sup>-1</sup>
$\beta$	Coefficiente de absorção óptico	cm <sup>-1</sup>
$e_i = \sqrt{K\rho C}$	Efusividade	Cal/ cm <sup>2</sup> s <sup>1/2</sup> °C
$R_i$	Coefficiente de Reflexão	Adimensional
$T_i$	Coefficiente de Transmitância	Adimensional

O calor gerado no interior da amostra, após a absorção da energia do feixe de luz, gera ondas térmicas no interior da amostra, uma que inicialmente se propaga para a interface do gás e outra para a do suporte. Ao chegarem nas interfaces, uma parte desta onda é transmitida e outra refletida. Na figura Fig. 1, mostramos as ondas térmicas dentro do suporte, da amostra e na região do gás.

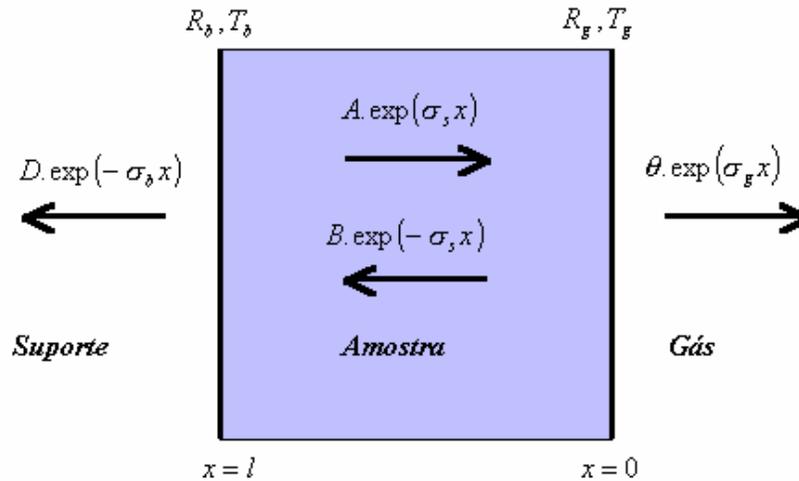


Figura 1 - Ondas Térmicas dentro das regiões do suporte, amostra e gás

Pela Tabela 1, o comprimento de difusão térmico ( $\mu$ ) está relacionado com a frequência por ( $\mu = \sqrt{2\alpha/\omega}$ ), assim podemos variar o comprimento de onda em cada uma das regiões (gás, suporte, amostra), variando a frequência de modulação.

Pela aplicação das condições de contorno para a temperatura nas interfaces ( $T_i = T_j$ ) e continuidade do fluxo de calor ( $k_i \nabla T_i = k_j \nabla T_j$ ), podemos determinar o coeficiente de reflexão da onda térmica  $R_i$  e o coeficiente de transmitância  $T_i$ . Estes coeficientes são chamados de coeficientes de Fresnell.

$$\text{Se } |\sigma| = \frac{2\pi}{\lambda} \rightarrow \mu = \frac{\lambda}{2\pi} \rightarrow \mu = 2\pi \lambda_{\text{wavelength}}. \text{ Eles são determinados pela}$$

consideração da propagação de uma onda térmica que é dada pela forma funcional típica da temperatura no meio “i”:



$$T_i(x,t) = T_0 e^{-\sigma_i x} e^{+j\omega t} \quad (2.1.1)$$

Onde  $T_0$  é a amplitude da onda,  $e^{-\sigma_i x}$  o termo de atenuação durante a propagação e  $e^{+j\omega t}$  é o fator de modulação.

A amplitude  $T_0$  pode ser representada para uma profundidade  $\delta L$ , após a luz ser atenuada por uma lei tipo lei de Beer, assim:

$$\text{Re}(T_0) = \frac{\beta I_0 e^{-\beta \delta L}}{4ka_s} \delta L, \text{ em Kelvin} \quad (2.1.2)$$

Sendo  $I_0$  a intensidade em  $\text{W/cm}^2$ .

---



## 2.2 - Determinação dos Coeficientes de Fresnell

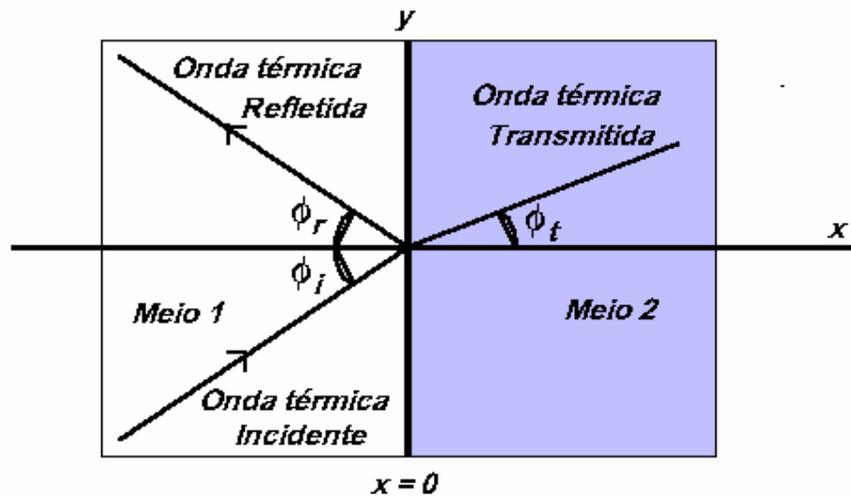


Figura 2 - Ondas Térmicas Incidente, Refletida e Transmitida

De acordo com a Fig. 2, podemos escrevemos as equações para a temperatura, incidente (i), refletida (r) e transmitida (t), da seguinte forma:

$$t_i = A \cdot \exp(-\sigma_1 \cdot x \cdot \cos \phi_i - \sigma_1 \cdot y \cdot \sin \phi_i + j\omega t) \quad (2.2.1)$$

$$t_r = A \cdot R \cdot \exp(-\sigma_1 \cdot x \cdot \cos \phi_r - \sigma_1 \cdot y \cdot \sin \phi_r + j\omega t) \quad (2.2.2)$$

$$t_t = A \cdot T \cdot \exp(-\sigma_2 \cdot x \cdot \cos \phi_t - \sigma_2 \cdot y \cdot \sin \phi_t + j\omega t) \quad (2.2.3)$$

Onde:

A é a amplitude inicial da onda térmica incidente;

R é a reflectância;

T é a transmitância;

$\sigma$  é o número de onda complexo.



Novamente de acordo com a Fig. 2, escrevemos a seguinte relação para as temperaturas:

$$t_i + t_r = t_t \quad (2.2.4)$$

Substituindo as equações (2.2.1), (2.2.2) e (2.2.3) em (2.2.4), obtemos::

$$\begin{aligned} & A.\exp(-\sigma_1.x.\cos\phi_i - \sigma_1.y.\sen\phi_i + j\omega t) + \\ & + A.R.\exp(-\sigma_1.x.\cos\phi_r - \sigma_1.y.\sen\phi_r + j\omega t) = \\ & = A.T.\exp(-\sigma_2.x.\cos\phi_t - \sigma_2.y.\sen\phi_t + j\omega t) \end{aligned} \quad (2.2.5)$$

Como temos continuidade da temperatura na interface, ou seja, para  $x=0$ , reescrevemos a equação (2.2.5), da seguinte forma:

$$A.\exp(-\sigma_1.y.\sen\phi_i) + A.R.\exp(-\sigma_1.y.\sen\phi_r) = A.T.\exp(-\sigma_2.y.\sen\phi_t) \quad (2.2.6)$$

Desde que esta condição seja verdadeira para toda posição  $y$ , as exponenciais devem ser iguais. Assim temos que:

$$\sigma_1.y.\sen\phi_i = \sigma_1.y.\sen\phi_r = \sigma_2.y.\sen\phi_t \quad (2.2.7)$$

Como esta condição podemos tirar as seguintes leis:

$$\phi_i = \phi_r \quad \text{Lei de reflexão} \quad (2.2.8)$$

$$\sigma_1.y.\sen\phi_i = \sigma_2.y.\sen\phi_t \quad \text{Lei de Snell} \quad (2.2.9)$$

$$\text{E a relação:} \quad T = 1 + R \quad (2.2.10)$$

Para calcular os coeficientes de Fresnell, aplicamos a equação de continuidade de fluxo na equação (2.2.11).

$$\vec{J} = -k\vec{\nabla}t \quad \text{Equação da continuidade de fluxo} \quad (2.2.11)$$



Onde:  $k$  é a condutividade térmica

Obtemos então:

$$\begin{aligned} k_1 \cdot \sigma_1 \cdot A \cdot \cos \phi_i \exp(-\sigma_1 x \cos \phi_i) - k_1 \cdot \sigma_1 \cdot A \cdot R \cdot \cos \phi_r \exp(-\sigma_1 x \cos \phi_r) = \\ k_2 \cdot \sigma_2 \cdot A \cdot T \cdot \cos \phi_t \exp(-\sigma_2 x \cos \phi_t) \end{aligned} \quad (2.2.12)$$

Como estamos tomando a continuidade do fluxo na interface ( $x=0$ ), reescrevemos a equação (2.2.12), da seguinte forma:

$$k_1 \cdot \sigma_1 \cdot A \cdot \cos \phi_i - k_1 \cdot \sigma_1 \cdot A \cdot R \cdot \cos \phi_r = k_2 \cdot \sigma_2 \cdot A \cdot T \cdot \cos \phi_t \quad (2.2.13)$$

Aplicando a Lei da reflexão, temos:

$$(1 - R) \cdot \sigma_1 \cdot k_1 \cdot \cos \phi_i = k_2 \cdot \sigma_2 \cdot T \cdot \cos \phi_t \quad (2.2.14)$$

Substituindo a equação (2.2.10) em (2.2.14), obtemos:

$$(1 - R) \cdot \sigma_1 \cdot k_1 \cdot \cos \phi_i = (1 + R) k_2 \cdot \sigma_2 \cdot \cos \phi_t \quad (2.2.15)$$

Isolando  $R$ , na equação acima, vem quem:

$$R = (\sigma_1 \cdot K_1 \cdot \cos \phi_i - \sigma_2 \cdot K_2 \cdot \cos \phi_t) / (\sigma_1 \cdot K_1 \cdot \cos \phi_i + \sigma_2 \cdot K_2 \cdot \cos \phi_t) \quad (2.2.16)$$

Renomeando  $\sigma_2 \cdot K_2 / \sigma_1 \cdot K_1 = b$  e substituindo na equação (2.2.16), temos:

$$R = (\cos \phi_i - b \cdot \cos \phi_t) / (\cos \phi_i + b \cdot \cos \phi_t) \quad (2.2.17)$$

Utilizando novamente a relação  $T = 1 + R$ , aplicada a equação (2.2.17), calculamos  $T$ :

$$T = 1 + (\cos \phi_i - b \cdot \cos \phi_t) / (\cos \phi_i + b \cdot \cos \phi_t) \quad (2.2.18)$$

Tirando o mínimo, e rearranjando os termos:



$$T = (2 \cdot \cos \phi_i) / (\cos \phi_i + b \cdot \cos \phi_t) \quad (2.2.19)$$

Para ondas térmicas incidindo na normal do plano  $x = 0$ , ou seja;  $\phi_i = \phi_t = \phi_r = 0$ . Reescrevemos as equações de R e T.

$$R_b = \frac{1-b}{1+b} \quad (2.2.20) \quad T_b = \frac{2}{1+b} \quad (2.2.21)$$

$$R_g = \frac{1-g}{1+g} \quad (2.2.22) \quad T_g = \frac{2}{1+g} \quad (2.2.23)$$

Como definimos que  $b = \sigma_2 \cdot K_2 / \sigma_1 \cdot K_1$ , para a região do suporte, da mesma maneira definimos  $g$ , para a região do gás; onde  $\sigma_s = (1+i)a_s$ , é o número de ondas térmicas complexo e  $a_s$  é dado por  $a_s = (\omega / 2\alpha)^{1/2}$ , onde  $\alpha$  é a difusividade térmica e  $\omega$  é a frequência angular. Assim reescrevemos  $b$  como:  $b = K_2 a_2 / K_1 a_1$ , o qual fornece a razão das efusividade térmicas entre os meios 1 e 2, isto é,  $b = e_2 / e_1$  onde  $e_i = (k_i \rho_i C_i)^{1/2}$ .



## 2.3 – TWI - Convencional

### 2.3.1 – Sinal Normalizado com à Referência Termicamente Grossa

Assumindo que as regiões do suporte e do gás, tenham uma espessura maior do que o comprimento de onda térmica ( $2\pi\mu$ ), existirá apenas uma onda transmitida no lado direito do gás e uma onda no lado esquerdo do suporte.

Porém, se a amostra tiver uma espessura “L”, menor do que o comprimento de onda térmica incidente ( $L < 2\pi\mu$ ), a onda térmica poderá produzir dentro da amostra múltiplas reflexões entre os dois limites da amostra, ou seja, entre o suporte e o gás. E o resultado da interferência da onda térmica poderá afetar a amplitude da onda transmitida.

Para exemplificar melhor e mostrar como isto ocorre, vamos incidir em uma amostra um feixe de luz laser com intensidade:

$$\frac{I_0}{2} [1 + \exp(i\omega t)] \quad (2.3.1)$$

Desde que o sinal fotoacústico possa ser captado por flutuações periódicas da temperatura, assim podemos omitir a parte não periódica do fluxo incidente, de modo que em algum ponto x dentro da amostra, a luz absorvida entre x e x+dx seja dada por:

$$\frac{I_0\beta}{2} \cdot \exp(-\beta \cdot x) \quad (2.3.2)$$

Onde  $\beta$  é o coeficiente de absorção da amostra e é dado em  $\text{cm}^{-1}$ .

Neste exemplo poderá ocorrer a seguinte situação; parte da energia incidente poderá difundir para o gás e a outra parte poderá difundir para o suporte.



Conseqüentemente as ondas térmicas originadas pela luz absorvida entre  $x$  e  $x+dx$ , terão amplitudes iguais a:

$$\frac{\beta \cdot I_0 \cdot \exp(-\beta \cdot x) dx}{4 \cdot k_s \cdot \sigma_s} \quad (2.3.3)$$

Onde  $k_s$  é a condutividade térmica do meio.

Estas ondas se propagam através da amostra, refletindo-se muitas vezes nas interfaces amostra-suporte e amostra-gás. Considerando a onda térmica que se propaga para o gás, ela poderá gerar uma série de termos transmitidos em  $x = 0$  que são iguais a:

$$\begin{aligned} & \frac{\beta \cdot I_0 \cdot \exp(-\beta \cdot x)}{4 \cdot k_s \cdot \sigma_s} T_g \{ \exp(-\sigma_s \cdot x) + R_s R_b \exp[-\sigma_s (2l + x)] + \\ & + (R_s R_b)^2 \exp[-\sigma_s (4l + x)] + (R_s R_b)^3 \exp[-\sigma_s (6l + x)] \dots \} dx \end{aligned} \quad (2.3.4)$$

Que podemos reescrever da seguinte forma

$$\frac{\beta \cdot I_0 \cdot \exp(-\beta \cdot x)}{4 \cdot k_s \cdot \sigma_s} T_g \exp(-\sigma_s \cdot x) \sum_{n=0}^{\infty} (R_s R_b)^n \exp[-\sigma_s (2nl + x)] dx \quad (2.3.5)$$

Com  $n=0, 1, 2, \dots$

Da mesma forma a onda térmica que inicialmente se propaga para o suporte poderá gerar uma série de termos transmitidos em  $x = 0$  iguais a:

$$\begin{aligned} & \frac{\beta \cdot I_0 \cdot \exp(-\beta \cdot x)}{4 \cdot k_s \cdot \sigma_s} T_g [(R_b \exp[-\sigma_s (2l - x)] + (R_b R_g) R_b \exp[-\sigma_s (4l - x)] + \\ & + (R_b R_g)^2 R_b \exp[-\sigma_s (6l - x)] + (R_b R_g)^3 R_b \exp[-\sigma_s (8l - x)] + \dots] dx \end{aligned} \quad (2.3.6)$$

Rescrevendo a equação (2.3.6)::

$$\frac{\beta \cdot I_0 \cdot \exp(-\beta \cdot x)}{4 \cdot k_s \cdot \sigma_s} T_g R_b \exp(\sigma_s \cdot x) \exp(-2\sigma_s l) \sum_{n=0}^{\infty} R_b (R_s R_b)^n \exp(-2\sigma_s nl) dx \quad (2.3.7)$$



Podemos observar que ambas as séries (equações. (2.3.5) e (2.3.7)) são geométricas e de razão:

$$R_b R_g \exp(-2l\sigma_s) \quad (2.3.8)$$

Fazendo a soma dos termos da progressão geométrica infinita, as equações (2.3.5) e (2.3.7) assumem as seguintes formas:

$$\frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4k_s \sigma_s} T_g \left\{ \frac{\exp(-\sigma_s x)}{1 - R_b R_g \exp(-2\sigma_s l)} \right\} \quad (2.3.9)$$

$$\frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4k_s \sigma_s} T_g \left\{ \frac{R_b \exp(-2l\sigma_s) \exp(\sigma_s x)}{1 - R_b R_g \exp(-2\sigma_s l)} \right\} \quad (2.3.10)$$

Para obter a amplitude total da onda térmica transmitida para o gás devido a luz absorvida entre  $x$  e  $x+dx$ , somamos as duas séries, ou seja as equações. (2.3.9) e (2.3.10), assim obtemos o calor gerado por um ponto quente no interior da amostra, integrando o resultado da soma de 0 a  $l$ , encontramos a amplitude  $\theta$  da onda térmica transmitida para o gás, devido a radiação absorvida em todos os pontos dentro da amostra.

$$\theta = \frac{\beta I_0 T_g}{4k_s \sigma_s} \left[ \frac{(1 - \exp[-(\sigma_s + \beta)l])}{(\sigma_s + \beta)} + \frac{R_b \exp(-2l\sigma_s)}{(\beta - \sigma_s)} (1 - \exp[-(-\beta + \sigma_s)l])}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \right] \quad (2.3.11)$$

O primeiro termo representa a contribuição da onda térmica dentro da amostra que inicialmente se propaga para o gás e o segundo termo é proveniente da contribuição da onda que inicialmente se propaga para o suporte.

Como o sinal pode depender da resposta do sensor infra-vermelho que detecta essa temperatura, da geometria da coleta e da emissão do calor, o que nos pode gerar dificuldades para variar a frequência modulada e extrair informações considerando a amostra em um método sistemático. Portanto estes efeitos podem ser removidos dos



dados por uma escolha apropriada da amostra. Desde que o sinal associado com uma amostra termicamente espessa ( $La_s \gg 1$ ) não apresente estrutura devido a interferência da onda térmica, à quantia:

$$|R(\omega)| = \frac{S}{S_r} \quad (2.3.12)$$

Onde  $S$  e  $S_r$  são, respectivamente, o sinal da amostra e o sinal de referência termicamente grossa na frequência  $\omega$ . A frequência é escolhida de acordo com as propriedades térmicas e da absorção do material a ser estudado.

$$R(\omega) = \frac{1 - \exp[-(\beta + \sigma_s)l] + R_b \exp(-2l\sigma_s) \frac{\beta + \sigma_s}{\beta - \sigma_s} \{1 - \exp[-(\beta - \sigma_s)l]\}}{1 - R_b R_s \exp(-2l\sigma_s)} \quad (2.3.13)$$

Para tornar os cálculos mais simples, assumimos que a amostra de referência é termicamente espessa e opaca, ou seja,  $|\sigma_s| \gg 1$  e  $\beta l \rightarrow \infty$ .

Portanto se o comprimento de onda da luz usada for tal que  $\beta \gg |\sigma_s|$  acima do alcance de interesse da frequência de modulação, tal que  $\exp(-\beta.l) \rightarrow 0$ , a equação (2.3.13) se reduz à:

$$R(\omega) = \frac{1 + R_b \exp(-2la_s) \exp(-2ia_s l)}{1 - R_b R_s \exp(-2la_s) \exp(-2ia_s l)} \quad (2.3.14)$$

Calculando o módulo de  $R(\omega)$ , Chegamos a equação (2.3.15) que é uma equação fundamental para a técnica de *Interferometria de Ondas Térmicas*, que mede o sinal normalizado ( $S/S_r$  equação (2.3.12)).



$$|R(\omega)| = \sqrt{\frac{(1 + R_b \exp(-2a_s l))^2}{(1 - R_b R_g \exp(-2a_s l))^2} - \frac{F}{R_g} \text{sen}^2(a_s l)}{1 + F \cdot \text{sen}^2(a_s l)} \quad (2.3.15)$$

Onde F, é chamado de coeficiente de finesse da onda térmica.

$$F = \frac{R_b R_g \exp(-2la_s)}{(1 - R_b R_g \exp(-2la_s))^2} \quad (2.3.16)$$

Fazendo a simulação da equação (2.3.15) para diversos coeficientes  $R_b$ , e assumindo ( $R_g = 0,99$ ), obtemos o seguinte resultado:

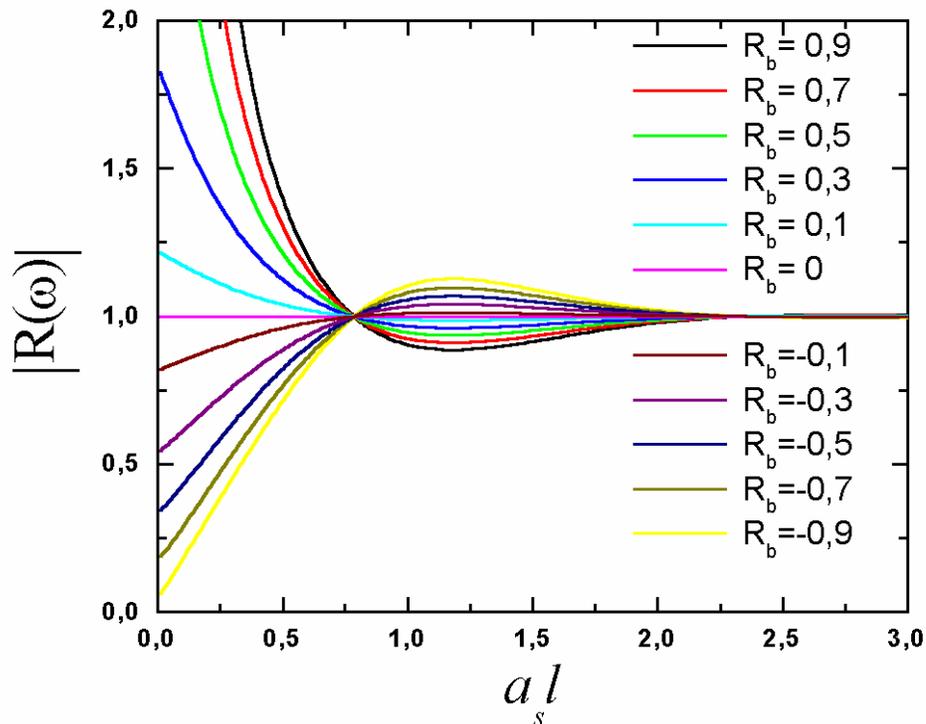


Figura 3 - Gráfico teórico de  $|R(\omega)|$  versus a espessura térmica  $a_s l$  para diferentes valores de  $R_b$ .



### 2.3.2 - Cálculo da Defasagem do Sinal Normalizado

A diferença de fase entre o sinal de referência e o sinal da amostra é calculada partindo da equação. (2.3.14):

$$R(\omega) = \frac{1 + R_b \exp(-2la_s) \exp(-2ia_s l)}{1 - R_b R_g \exp(-2la_s) \exp(-2ia_s l)} \quad (2.3.14)$$

Separamos a parte real da imaginaria, calculamos a diferença de fase através da seguinte equação:

$$\Delta\phi = \text{tg}^{-1} \left\{ \frac{\text{Im}(R(\omega))}{\text{Re}(R(\omega))} \right\} \quad (2.3.17)$$

Após efetuarmos os cálculos necessários chegamos a equação (2.3.18), que é outra equação fundamental para esta técnica, esta equação mede a *fase do sinal normalizado*.

$$\Delta\phi = \text{tg}^{-1} \left\{ \frac{-R_b (1 + R_g) \exp(-2a_s l) \text{sen}(2a_s l)}{1 - R_g [R_b \exp(-2a_s l)]^2 + R_b (1 - R_g) \text{cos}(2a_s l)} \right\} \quad (2.3.18)$$



Fazendo a simulação da equação (2.3.18), para diversos valores do coeficiente  $R_b$ . Obtemos:

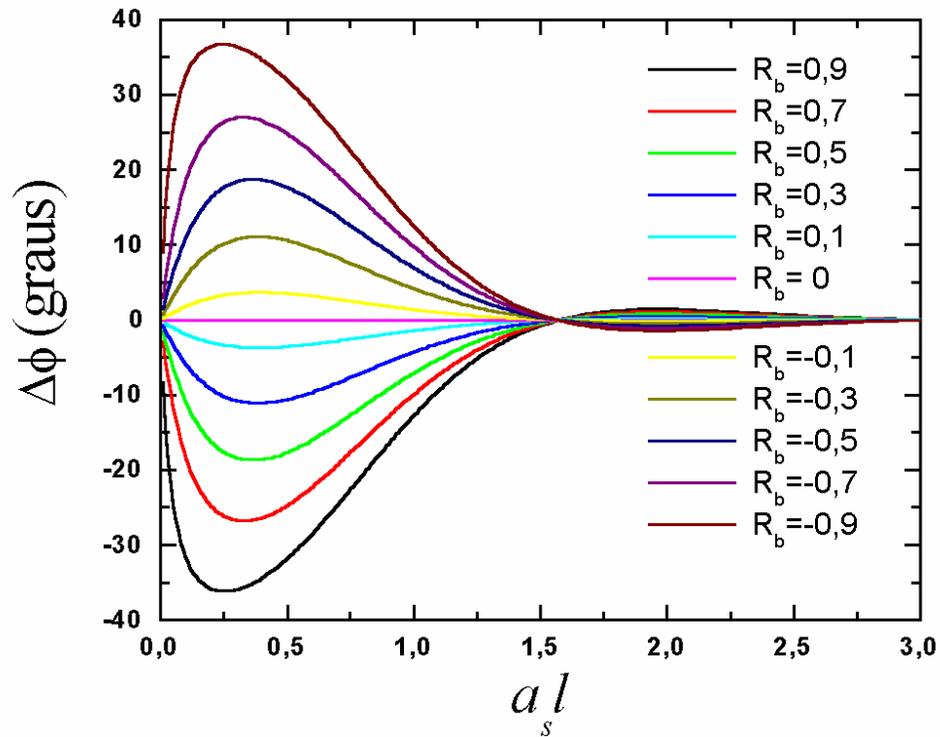


Figura 4 - Simulação teórica de  $\Delta\phi$  versus a espessura térmica  $a_s l$ .

Para a simulação da Fig. 4, usamos os mesmos valores de  $R_b$  usados na simulação da Fig. 3 e novamente assumimos sendo igual à  $R_g = 0,99$ .

Tanto a equação (2.3.15) quanto à (2.3.18), podem ser usadas para análise de filmes espessos. O ajuste dos dados experimentais permite determinar: espessuras e propriedades térmicas de filmes, bem como propriedades de absorção óptica e defeitos, podem ser analisados através do estudo do padrão mostrado nas Figs. (3) e (4).



## 2.4 – TWI - Transmissão

Devido ao fato de querermos estudar defeitos de micro-estruturas em vidros, e para tal estudo devemos focalizar o laser para melhorar a resolução espacial, sendo que a utilização desta focalização poderia nos trazer alguns inconvenientes. Como a localização do detector, que deve ficar próximo a amostra. Para resolver este problema, surgiu a idéia de refazer os cálculos da Interferometria de Ondas Térmicas, mas agora os cálculos serão feitos para analisar as ondas térmicas transmitidas para a superfície anterior da amostra. Assim poderemos colocar a lente convergente em um lado da amostra e o detector do outro lado. (Fig. 5).

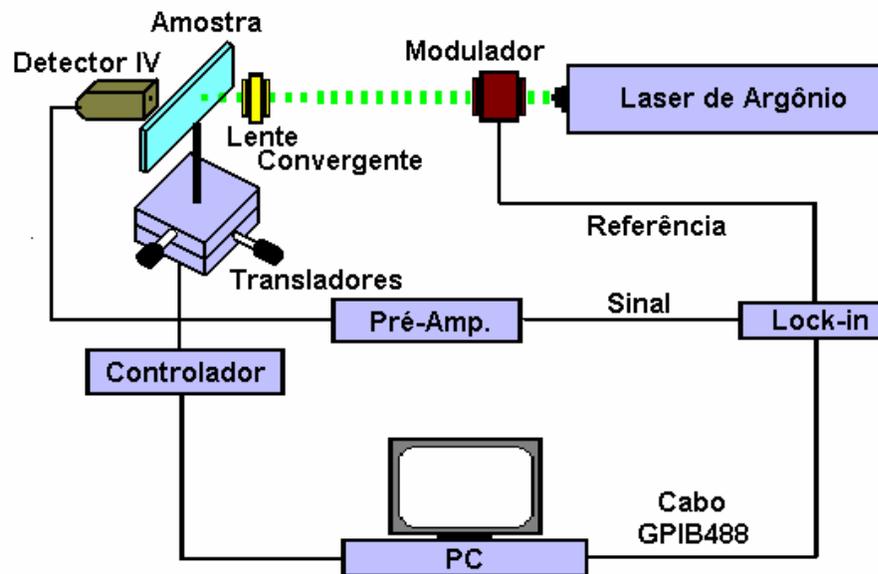


Figura 5 - Arranjo Esquemático (TWI – Transmissão)



## 2.4.1 – Cálculo da Amplitude

Como já foi visto no desenvolvimento teórico da Interferometria de Ondas Térmicas, teremos uma onda transmitida para o lado esquerdo da amostra e outra para o lado direito, e se tratando de uma amostra termicamente fina, ou seja, a espessura da amostra é menor do que a do comprimento da onda térmica incidente, devido a este fato ocorre múltiplas reflexões entre os dois limites da amostra. (Fig. 6)

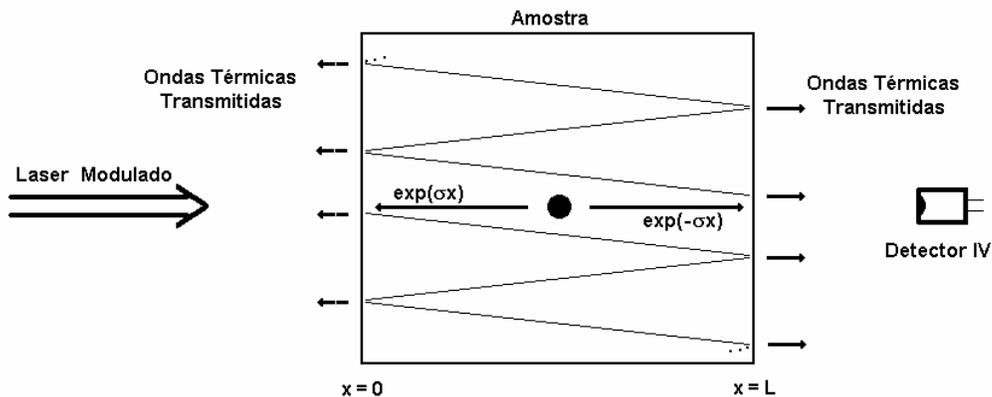


Figura 6 - Esquema das Ondas Térmicas Transmitidas

Considerando primeiramente a onda térmica que inicialmente se propaga para o lado esquerdo da amostra ( $\exp(\sigma x)$ ), ela poderá gerar uma série de termos transmitidos em  $x=l$  que são iguais a:

$$\frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4K_s \sigma_s} T_g \{ R_b \exp[-\sigma_s (x+l)] + R_b (R_b R_g) \exp[-\sigma_s (3l+x)] + R_b (R_b R_g)^2 \exp[-\sigma_s (5l+x)] + \dots \}$$

Escrevendo estes termos como uma somatória, temos:



$$\frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4K_s \sigma_s} T_g R_b \exp[-\sigma_s (x+l)] \sum_{n=0}^{\infty} (R_b R_g)^n \exp(-2nl\sigma_s) \quad (2.4.1)$$

Com  $n=0, 1, 2, \dots$

Da mesma forma, a onda térmica que se propaga para o lado direito da amostra ( $\exp(-\sigma x)$ ), poderá gerar uma série de termos transmitidos em  $x=l$  iguais a:

$$\frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4K_s \sigma_s} T_g \{ \exp[-\sigma_s (l-x)] + R_b R_g \exp[-\sigma_s (3l-x)] + (R_b R_g)^2 \exp[-\sigma_s (5l-x)] + \dots \}$$

ou:

$$\frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4K_s \sigma_s} T_g \exp[\sigma_s (x-l)] \sum_{n=0}^{\infty} (R_b R_g)^n \exp(-2nl\sigma_s) \quad (2.4.2)$$

Com  $n=0, 1, 2, \dots$

As equações (6.1.1) e (6.1.2), são progressões geométricas infinitas de razão:

$$R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)$$

Fazendo a soma podemos escrever as equações (2.4.1) e (2.4.2), nas seguintes formas:

$$\frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4K_s \sigma_s} \frac{T_g \exp[\sigma_s (x-l)]}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \quad (2.4.3)$$

$$\frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4K_s \sigma_s} \frac{T_g R_b \exp[-\sigma_s (x+l)]}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \quad (2.4.4)$$



Para obter a amplitude total da onda térmica transmitida para o gás, devido à luz absorvida entre  $x$  e  $x+dx$ , somamos as equações (2.4.3) e (2.4.4), e obtemos:

$$S = \frac{\beta I_0 \exp(-\beta x)}{4K_s \sigma_s} \frac{T_g}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \{ \exp[\sigma_s(x-l)] + R_b \exp[-\sigma_s(x+l)] \}$$

Integrando  $S$  de  $0$  a  $l$ , encontramos a amplitude ( $\theta$ ) da onda térmica transmitida para o gás, devido a radiação absorvida pela amostra.

$$\theta = \int_0^l S dx$$

$$\theta = \frac{\beta I_0}{4K_s \sigma_s} \frac{T_g}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \int_0^l \exp(-\beta x) \{ \exp[\sigma_s(x-l)] + R_b \exp[-\sigma_s(x+l)] \} dx$$

$$\theta = \frac{\beta I_0}{4K_s \sigma_s} \frac{T_g}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \left[ \frac{\exp[-\sigma_s l + (\sigma_s - \beta)x]}{\sigma_s - \beta} + \frac{R_b \exp[-\sigma_s l - (\sigma_s + \beta)x]}{-\sigma_s - \beta} \right]_0^l$$

$$\theta = \frac{\beta I_0}{4K_s \sigma_s} \frac{T_g}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \left[ \frac{\exp(-\beta l) - \exp(-\sigma_s l)}{\sigma_s - \beta} + \frac{R_b \{ \exp[-2\sigma_s l - \beta l] - \exp(-\sigma_s l) \}}{-\sigma_s - \beta} \right]$$

(2.4.5)

A equação (2.4.5) é a expressão geral para uma amostra absorvedora ou semi transparente.

Para uma amostra opaca, ou seja,  $\beta l \rightarrow \infty$ . A equação (2.4.5) é reescrita da seguinte forma:



$$\theta = \frac{\beta I_0}{4K_s \sigma_s} \frac{T_g \exp(-\sigma_s l)}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \left[ \frac{\beta + \sigma_s + R_b(\beta - \sigma_s)}{\beta^2 - \sigma_s^2} \right] \quad (2.4.6)$$

Se o comprimento de onda da luz usada for tal que  $\beta \gg |\sigma_s|$ , ou seja acima do alcance de interesse da frequência modulada, tal que  $\exp(-\beta l) \rightarrow 0$ , a equação acima se reduz para:

$$\theta = \frac{I_0 T_g}{4K_s \sigma_s} \frac{(1 + R_b) \exp(-\sigma_s l)}{1 - R_b R_g \exp(-2l\sigma_s)} \quad (2.4.7)$$

Substituindo  $\sigma_s = (1 + i)a_s$ , na equação acima, obtemos:

$$\theta = \frac{I_0 T_g}{4K_s (a_s + ia_s)} \frac{(1 + R_b) \exp(-a_s l) \exp(-ia_s l)}{1 - R_b R_g \exp(-2la_s) \exp(-2ia_s l)} \quad (2.4.8)$$

Para simplificar as contas substituiremos (2.4.9) e (2.4.10) em (2.4.8):

$$A = \exp(-a_s l) \quad (2.4.9)$$

$$A^2 = \exp(-2a_s l) \quad (2.4.10)$$

O módulo de  $\theta$  é igual a amplitude  $S(\omega)$ :

$$|S(\omega)|^2 = \left[ \frac{I_0 T_g}{4K_s} \right]^2 \frac{(1 + R_b) A \exp(-ia_s l)}{(a_s + ia_s) [1 - R_b R_g A^2 \exp(-2ia_s l)]} * \frac{(1 + R_b) A \exp(ia_s l)}{(a_s - ia_s) [1 - R_b R_g A^2 \exp(2ia_s l)]} \quad (2.4.11)$$

Resolvendo a equação acima obtemos:



$$|S(\omega)|^2 = \left[ \frac{I_0 T_g (1 + R_b) A}{4 K_s a_s} \right]^2 \frac{1}{2 \left( 1 - R_b R_g A^2 \exp(2i a_s l) - R_b R_g A^2 \exp(-2i a_s l) + (R_b R_g A^2)^2 \right)} \quad (2.4.12)$$

Abrindo as exponenciais em senos e co-senos, obtemos:

$$|S(\omega)|^2 = \left[ \frac{I_0 T_g (1 + R_b) A}{4 K_s a_s} \right]^2 \frac{1}{2 \left( 1 - 2 R_b R_g A^2 \cos(2 a_s l) + (R_b R_g A^2)^2 \right)}$$
$$|S(\omega)|^2 = \left[ \frac{I_0 T_g (1 + R_b) A}{4 K_s a_s} \right]^2 \frac{1}{2 \left( 1 - 2 R_b R_g A^2 (1 - 2 \text{sen}^2(a_s l)) + (R_b R_g A^2)^2 \right)}$$
$$|S(\omega)|^2 = \left[ \frac{I_0 T_g (1 + R_b) A}{4 K_s a_s} \right]^2 \frac{1}{2 \left( 1 - R_b R_g A^2 \right)^2 \left[ 1 + \frac{4 R_b R_g A^2}{(1 - R_b R_g A^2)^2} \text{sen}^2(a_s l) \right]} \quad (2.4.13)$$

temos que:

$$\frac{4 R_b R_g A^2}{(1 - R_b R_g A^2)^2} = \frac{4 R_b R_g \exp(-2 a_s l)}{(1 - R_b R_g \exp(-2 a_s l))^2} = F \quad (2.4.14)$$

Onde  $F$ , é chamado de coeficiente de finesse da onda térmica.

Utilizando a equação (2.4.14), podemos escrever:

$$|S(\omega)|^2 = \left[ \frac{I_0 T_g (1 + R_b) A}{4 K_s a_s} \right]^2 \frac{1}{2 \left( 1 - R_b R_g A^2 \right)^2 \left[ 1 + F \text{sen}^2(a_s l) \right]}$$



$$|S(\omega)| = \left[ \frac{I_0 T_g}{4K_s a_s} \right] \frac{(1 + R_b)A}{(1 - R_b R_g A^2)} \sqrt{\frac{1}{2[1 + F \sin^2(a_s l)]}} \quad (2.4.15)$$

A equação (2.4.15), é uma equação fundamental, pois quando ajustamos os dados experimentais da Amplitude com esta equação podemos extrair as propriedades do material analisado. Para a simulação usamos vários valores para  $R_b$  e assumimos  $R_g = 0,99$ .

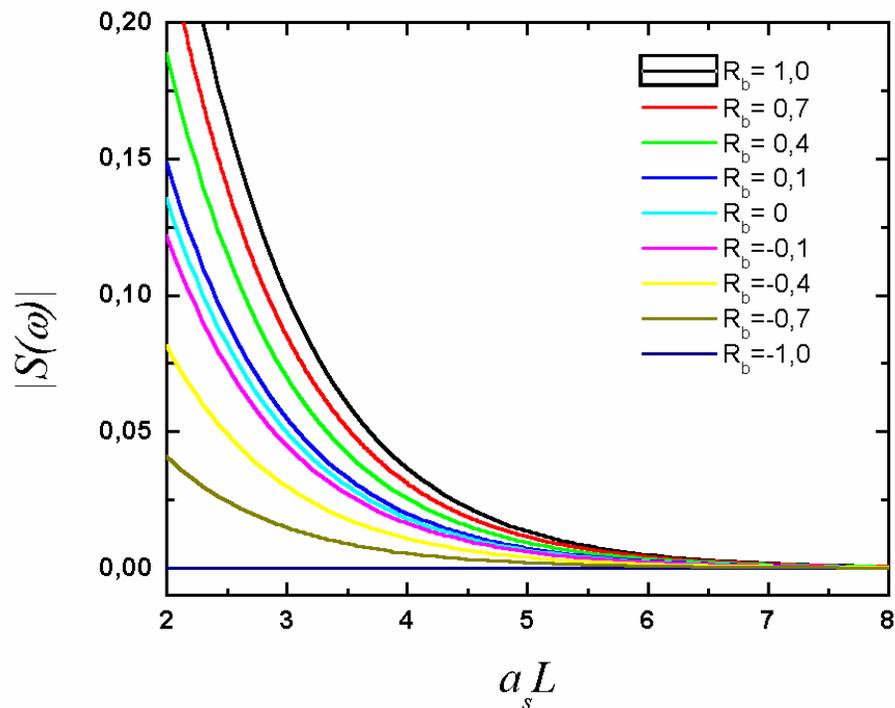


Figura 7 - Gráfico teórico de  $|S(\omega)|$  versus a espessura térmica  $a_s L$ .

**2.4.2 – Cálculo da Fase de  $|S(\omega)|$** 

A diferença de fase é calculada partindo da equação.(2.4.8):

$$\theta = \frac{I_0 T_g}{4K_s (a_s + ia_s)} \frac{(1 + R_b) \exp(-a_s l) \exp(-ia_s l)}{1 - R_b R_g \exp(-2la_s) \exp(-2ia_s l)} \quad (2.4.8)$$

Substituindo (2.4.9) e (2.4.10), na equação acima, temos:

$$\theta = \frac{I_0 T_g}{4K_s (a_s + ia_s)} \frac{(1 + R_b) A \exp(-ia_s l)}{1 - R_b R_g A^2 \exp(-2ia_s l)} \quad (2.4.16)$$

Ou:

$$\begin{aligned} \theta &= \frac{I_0 T_g}{4K_s (a_s + ia_s)} \frac{(1 + R_b) A \exp(-ia_s l)}{1 - R_b R_g A^2 \exp(-2ia_s l)} * \frac{(a_s - ia_s) 1 - R_b R_g A^2 \exp(2ia_s l)}{(a_s - ia_s) 1 - R_b R_g A^2 \exp(2ia_s l)} \\ \theta &= \frac{I_0 T_g (1 + R_b)}{8K_s a_s^2} \frac{(1 - i) a_s A \exp(-ia_s l)}{1 - R_b R_g A^2 \exp(-2ia_s l)} * \frac{1 - R_b R_g A^2 \exp(2ia_s l)}{1 - R_b R_g A^2 \exp(2ia_s l)} \\ \theta &= \frac{I_0 T_g A (1 + R_b)}{8K_s a_s [1 - R_b R_g A^2 \exp(-2ia_s l)]^2} (1 - i) \exp(-ia_s l) [1 - R_b R_g A^2 \exp(2ia_s l)] \end{aligned} \quad (2.4.17)$$

Para facilitar as contas faremos a seguinte substituição:

$$D = \frac{I_0 T_g A (1 + R_b)}{8K_s a_s [1 - R_b R_g A^2 \exp(-ia_s l)]^2} \quad (2.4.18)$$



Assim temos:

$$\begin{aligned}\theta &= D(1-i)\exp(-ia_s l)[1 - R_b R_g A^2 \exp(2ia_s l)] \\ \theta &= D(1-i)[\exp(-ia_s l) - R_b R_g A^2 \exp(ia_s l)] \\ \theta &= D(1-i)[\cos(a_s l) - i \operatorname{sen}(a_s l) - R_b R_g A^2 (\cos(a_s l) + i \operatorname{sen}(a_s l))] \\ \theta &= D[\cos(a_s l) - R_b R_g A^2 \cos(a_s l) - R_b R_g A^2 \operatorname{sen}(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)] + \\ &+ iD[-\operatorname{sen}(a_s l) - R_b R_g A^2 \operatorname{sen}(a_s l) - \cos(a_s l) + R_b R_g A^2 \cos(a_s l)]\end{aligned}\quad (2.4.19)$$

A diferença da fase é dada por:

$$\begin{aligned}\phi &= A \tan \left\{ \frac{\operatorname{Im}(\theta)}{\operatorname{Re}(\theta)} \right\} \\ \phi &= A \tan \left\{ \frac{R_b R_g A^2 \cos(a_s l) - R_b R_g A^2 \operatorname{sen}(a_s l) - \cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)}{-R_b R_g A^2 \cos(a_s l) - R_b R_g A^2 \operatorname{sen}(a_s l) + \cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)} \right\} \\ \phi &= A \tan \left\{ \frac{R_b R_g A^2 [\cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)] - \cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)}{R_b R_g A^2 [-\cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)] + \cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)} \right\}\end{aligned}\quad (2.4.20)$$

Substituindo (2.4.10) em (2.4.20), temos:

$$\phi = A \tan \left\{ \frac{R_b R_g \exp(-2a_s l) [\cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)] - \cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)}{R_b R_g \exp(-2a_s l) [-\cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)] + \cos(a_s l) - \operatorname{sen}(a_s l)} \right\}\quad (2.5.21)$$



A equação (2.4.20) é outra das equações fundamentais para este modelo, a qual fornece a diferença da fase, e com ela, determinamos as propriedades do material analisado.

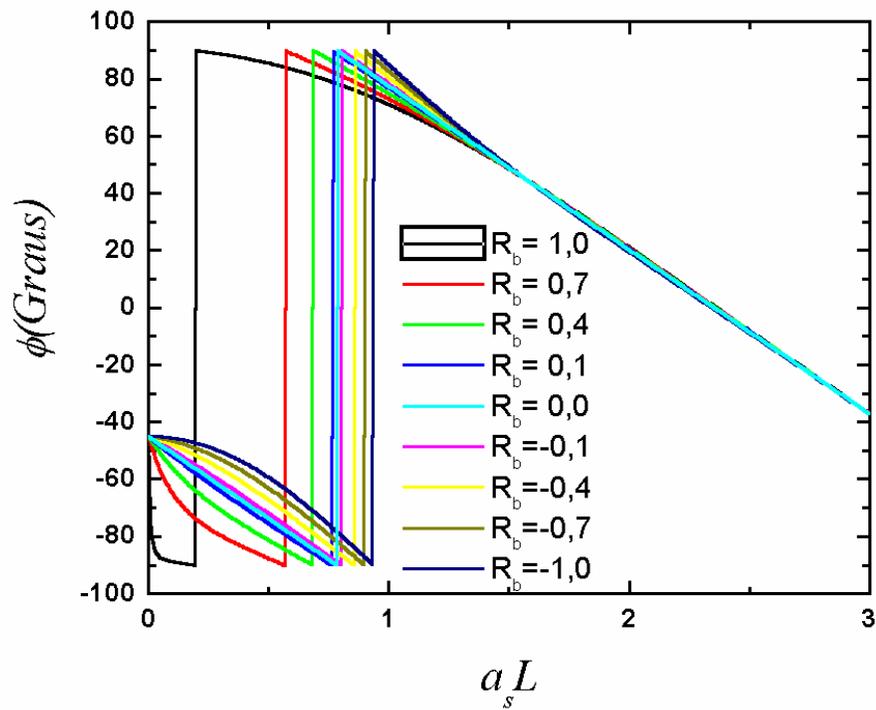


Figura 8 - Simulação teórica de  $\phi$  versus a espessura térmica  $a_s L$ .



## *Capítulo 3*

### **3.1 – Método Experimental**

No sistema experimental da TWI, utilizamos um Laser de Argônio na faixa do visível, com potência média entre 0,001 à 2 watts, dependendo do comprimento de onda utilizado. O feixe de laser é modulado por um “Chopper” (HMS, modelo 230), que gera pulsos com frequências variadas entre 4 e 3000 HZ. A superfície aquecida é monitorada por um detector térmico (Termo-pilha Oriel)

---



Detectors térmicos de radiação eletromagnética <sup>[28]</sup> operam absorvendo a radiação e medindo a variação da temperatura. Estes detectores, para radiação de taxa de repetição contínua ou alta, são pequenos, usam uma tecnologia de filme fino, possuem uma resposta rápida e vem com uma janela protetora. Sua resposta banda larga de comprimento de onda, só está limitada pelo plano espectral do filme fino e as características de transmissão da janela de proteção. O filme preto cobre os elementos do detector ativo. As propriedades espectrais (Fig. 9) desta camada são modificadas pelas propriedades de transmissão das janelas usadas com eles.

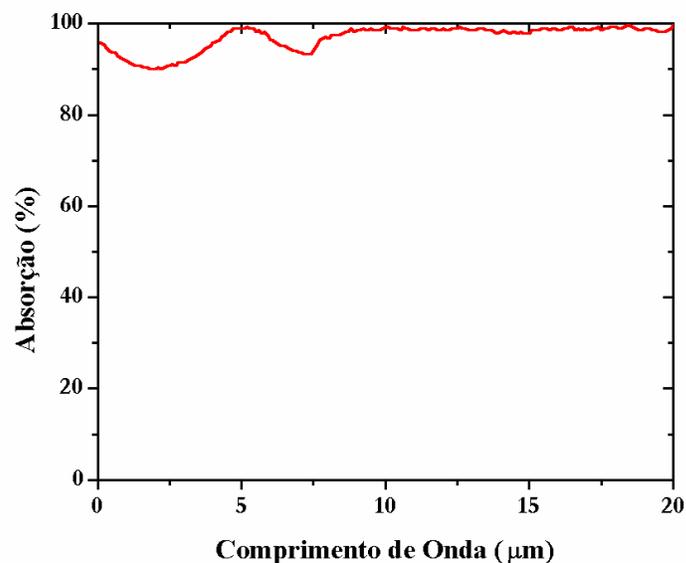


Figura 9 - Absorção da termopilha

Na tabela 2, mostramos algumas das características dos detectores disponíveis. Comercialmente. Podemos ver que existem vários modelos cada um com uma característica. Para o nosso experimento precisamos de um detector que selecione somente os comprimentos de ondas infravermelhos e que evitem a possível detecção de reflexões do feixe de excitação, que no nosso caso é o laser de Argônio com comprimento de onda em 514 nm, e como podemos ver na Fig. 9, a reflexão do laser também seria detectada. Por este motivo esses detectores utilizam uma janela óptica que cortam



determinados comprimentos de onda, a janela deve ser escolhida de acordo com a aplicação desejada. Na tabela 3, mostramos as características das janelas ópticas comercializadas pela empresa ORIEL Corporation.

Tabela 2 - Características dos Detectores

<b>Modelo (Nº)</b>	<b>Área de Detecção (mm)</b>	<b>Tipo de Janelas</b>	<b>Irradiação Máxima (W/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>Resposta DC (V/W)</b>	<b>Resistência (KΩ)</b>	<b>Constante de tempo(ms)</b>
71770	0,8 x 2,4	CaF <sub>2</sub>	0,1	6-12	1-5	150
71769	0,8 x 2,4	KRS-5	0,1	6-12	1-5	150
71768	2 x 2	CaF <sub>2</sub>	0,1	9-17	5-15	50 -100
7108	2 x 2	KBr	0,1	9-17	5-15	50 -100
71767	2 x 2	Safira	0,1	9-17	5-15	50 -100
7109	2 x 2	KRS-5	0,1	9-17	5-15	50 -100
71755	2 x 2	Germânio	0,1	9-17	5-15	50 -100
71765	2 x 2	Germânio	0,1	18-30	5-15	150 -300

Tabela 3 - Características das Janelas Ópticas

<b>Material</b>	<b>Banda Espectral(μm)</b>	<b>Transmissão (%)</b>	<b>Afetado por Umidade</b>
Cálcio	0,13 - 11	94	não
Safira	0,15 - 6	90	não
KBr	0,25 - 26	93	sim
KRS-5	0,6 - 40	74	não
Germânio	8 - 14	90	não



Através dos dados contidos nas tabelas 2 e 3, optamos pelo o modelo 71765, na Fig. 10, mostramos a região de absorção do detector escolhido.

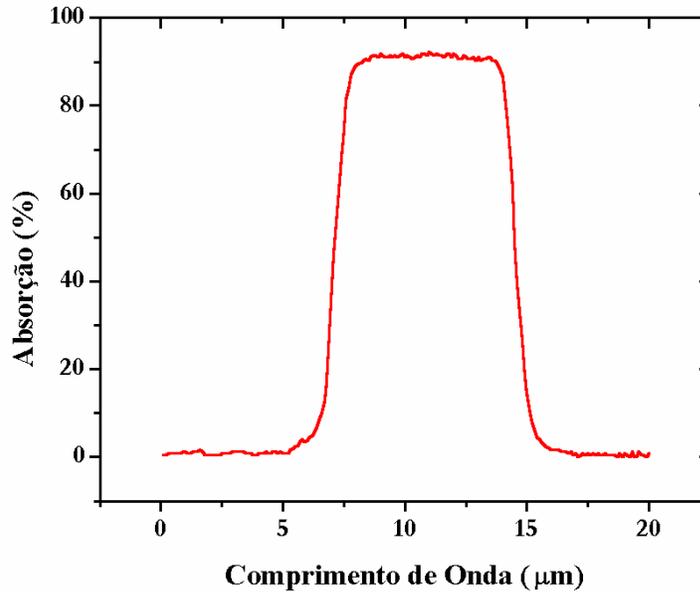


Figura 10 - Absorção da Termopilha com janela de Germânio

O detector está conectado a um amplificador “Lock-in” (EG&G, MODEL 5110) de baixo ruído, o qual monitora tanto a magnitude quanto à fase do sinal, desde que seja fornecido um sinal de referência vindo do chopper.

Na Fig. 11, temos um diagrama da montagem experimental usada na TWI convencional, que difere apenas na posição do detector para a TWI por transmissão mostrado na Fig. 5. e na Fig.12, uma foto da montagem.

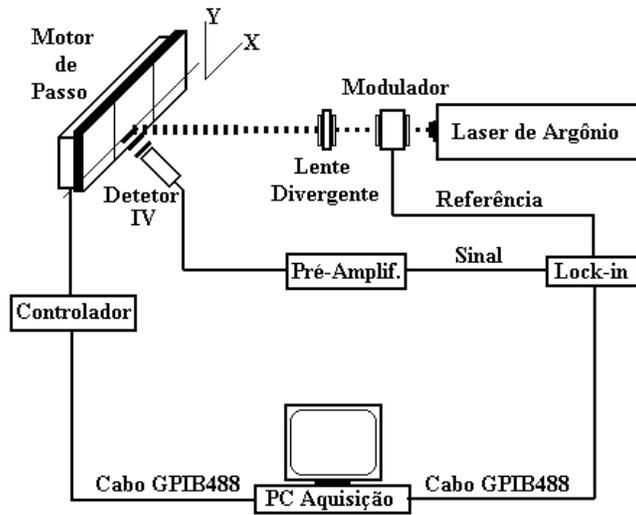


Figura 11 - Diagrama esquemático da montagem experimental

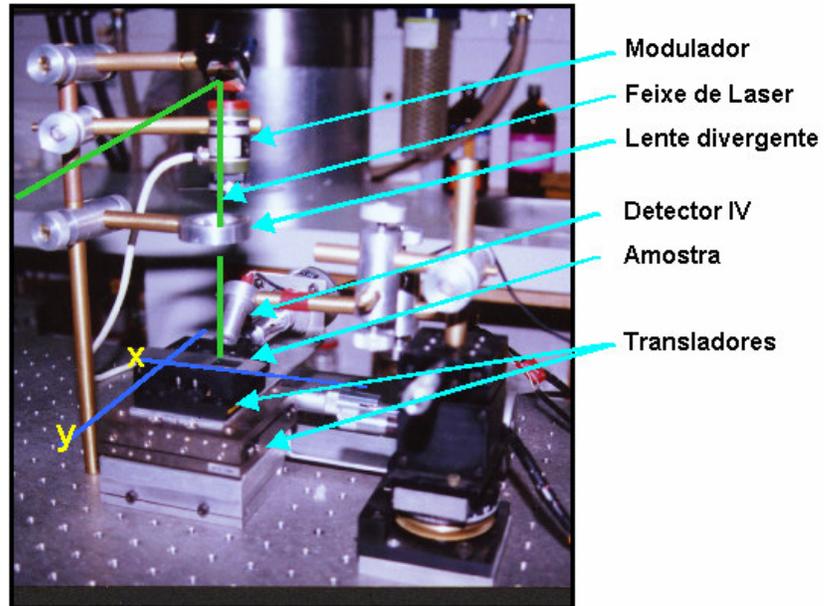


Figura 12 - Foto da montagem da TWI



Devido ao fato de usarmos um número muito grande de pontos medidos para a análise de materiais através da Interferometria de Ondas Térmicas, tivemos primeiramente que automatizar o sistema para viabilizar o uso da técnica.

Para a automatização é necessário o uso de um microcomputador e de uma interface GPIB, pela qual podemos controlar o pré-amplificador (Lock-in) e o Chopper. Os transladores foram conectados a motores de passos, os quais são controlados por um circuito amplificador de corrente que é acionado através da porta paralela do microcomputador (as peças necessárias para o acoplamento dos motores aos transladores foram feitas no próprio departamento de física, bem como o circuito amplificador que teve o seu projeto desenvolvido no grupo de Fototérmica).

Os motores de passo possuem 4 fases, 1 ampère e 5 ohms por fase, têm um passo de  $1,8^\circ$ , ou seja, temos que fornecer 200 passos para obtermos uma volta completa, por sua vez uma volta no eixo dos micrometros dos transladores, é o equivalente a meio milímetro, assim obtemos um limite mínimo para a distância entre pontos de  $2,5 \mu\text{m}$ , assim o sistema utilizado para a aquisição pode nos fornecer uma densidade máxima de 160.000 pontos por  $\text{mm}^2$ . Um dos micrômetros possui um curso de 12mm (eixo y) e o outro um curso de 25mm (eixo x).

E por fim foi desenvolvido, um programa para a aquisição de dados automática, ao programa, são fornecidos os dados iniciais, como número de pontos por linha (eixo x), número de linhas (eixo y), bem como os seus respectivos incrementos. A Fig. 13 mostra o fluxograma simplificado do programa desenvolvido para a aquisição de dados.

---

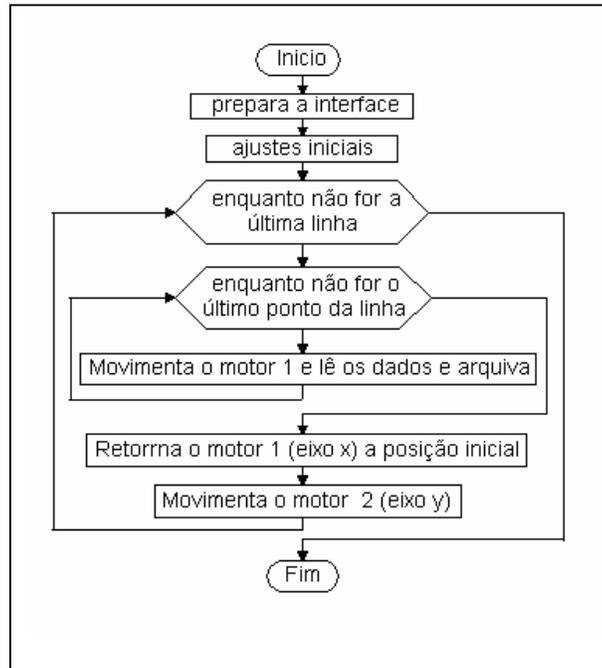


Figura 13 - Fluxograma do programa

Partindo do ponto de origem determinado pela posição inicial dos micrômetros, o programa executa a medida do sinal e da fase de uma determinada posição da amostra, são realizadas várias medidas sobre o mesmo ponto, é tirada uma média das medidas, os dados adquiridos são armazenados, em seguida os motores de passo são acionados fazendo com que o laser atinja o segundo ponto, onde é feita a medida, e armazenado os dados, e assim continua até que tenhamos os dados de toda a área predeterminada inicialmente. A análise dos dados é efetuada com o auxílio de software.



## 3.2 – Preparação das Amostras

### 3.2.1 – Propriedades Térmicas

Foram preparadas duas amostras para a avaliação das propriedades térmicas. As amostras foram preparadas aplicando-se camadas de pintura de spray (preto fosco) sob substratos diferentes, um substrato de aço inox e um de vidro (lâmina de microscópio de 1mm de espessura). O primeiro passo foi à preparação dos substratos para podermos depositar o filme, o substrato de aço inox foi lixado, e o vidro foi passado por um jato de areia, este processo se fez necessário para melhorar a fixação do filme sobre o substrato.

Cada amostra teve cinco passos durante o processo de preparação, No primeiro passo, depositamos uma camada de tinta sobre os substratos. No dia seguinte, quando a camada estava totalmente seca, tapamos um quinto da área da primeira camada, e depositamos outra camada de filme sobre a camada anterior, e assim sucessivamente até que cada amostra ficasse com cinco camadas de espessuras diferentes, uma ilustração das amostras é mostrada na Fig. 14.

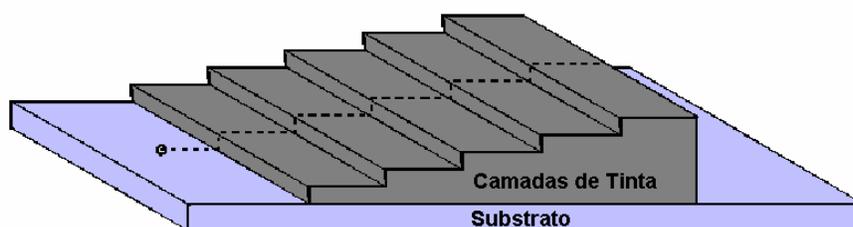


Figura 14 - Desenho ilustrativo da Amostra



As espessuras de cada uma das camadas foram medidas com o auxílio de um micrômetro digital (Mitutoyo) com precisão de 0,001 mm, e estão relacionadas na Tabela 4.

Tabela 4 - Espessuras das camadas de filme acrílico

Substrato	Espessura das Camadas em ( $\mu\text{m}$ )				
	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	5 <sup>a</sup>
Vidro	10 $\pm$ 1	44 $\pm$ 1	74 $\pm$ 1	128 $\pm$ 1	170 $\pm$ 1
Aço Inox	20 $\pm$ 1	34 $\pm$ 1	64 $\pm$ 1	110 $\pm$ 1	170 $\pm$ 1

### 3.2.2 – Imagem de Defeitos

Para o teste de imagem de defeitos, nós usamos uma amostra de vidro dopada com óxido de cobalto, esta amostra apresentava um conjunto de bolhas sob sua superfície. A amostra de vidro de aluminato de cálcio<sup>[23]</sup> tem a seguinte composição: (48.1wt%CaO + 40.8wt%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 4.1wt%MgO + 7.0wt%SiO<sub>2</sub>) dopado com 0.5wt%CoO. O pó desta composição foi misturado em um moinho de bola de onde foi colocado em um cadinho de grafite, a qual foi levado a um forno a 1470 °C sob condições de vacuum ( $10^{-3}$  bar) durante 2 horas. Após o material ser fundido ele é ligeiramente resfriado. Esta primeira etapa é chamada de pré-fusão, depois a amostra é fundida novamente usando uma taxa de aquecimento de 10°C/min, e permanecendo à temperatura de 1470°C por 12 horas e



depois a amostra é novamente resfriada. De alguma maneira durante este processo, desenvolveram pequenas bolhas (bolhas de aproximadamente 1mm de diâmetro).

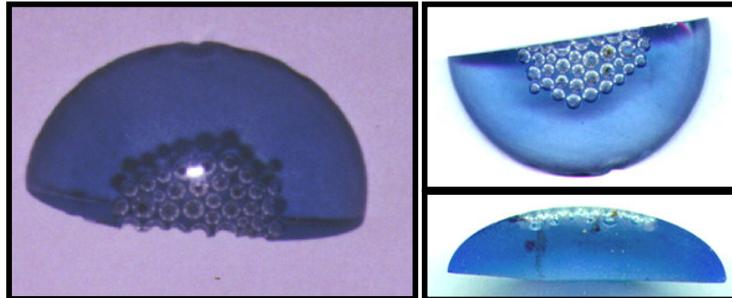


Figura 15 - Fotos da Amostra de Vidro



## *Capítulo 4*

### **4.1. – Resultados e discussão (TWI – convencional)**

#### **4.1.2 - Propriedades Térmicas**

Uma varredura foi feita ao longo das amostras como o indicado pela linha tracejada da Fig. 14, passando pelo substrato e por todas as camadas do filme (tinta), os resultados destas varreduras são vistos nas: Fig. 16 (substrato aço inox) e Fig. 17 (substrato vidro), na qual podemos identificar com grande clareza a diferença da variação da fase e do sinal entre os substratos e cada uma das camadas. Utilizamos para o

---



experimento em questão o laser com uma potência de 700 mW e uma frequência de modulação de 4Hz.

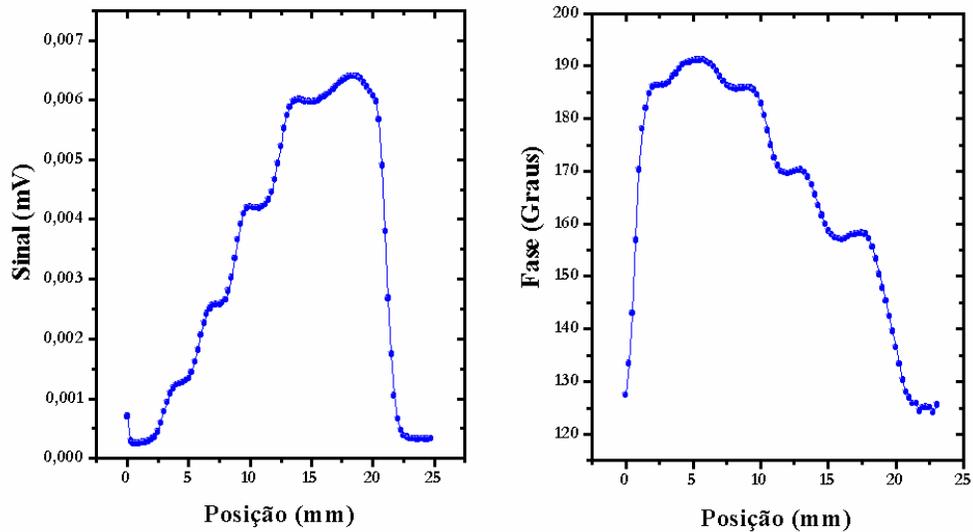


Figura 16 - Gráfico experimental do Sinal e da Fase pela posição (Aço Inox)

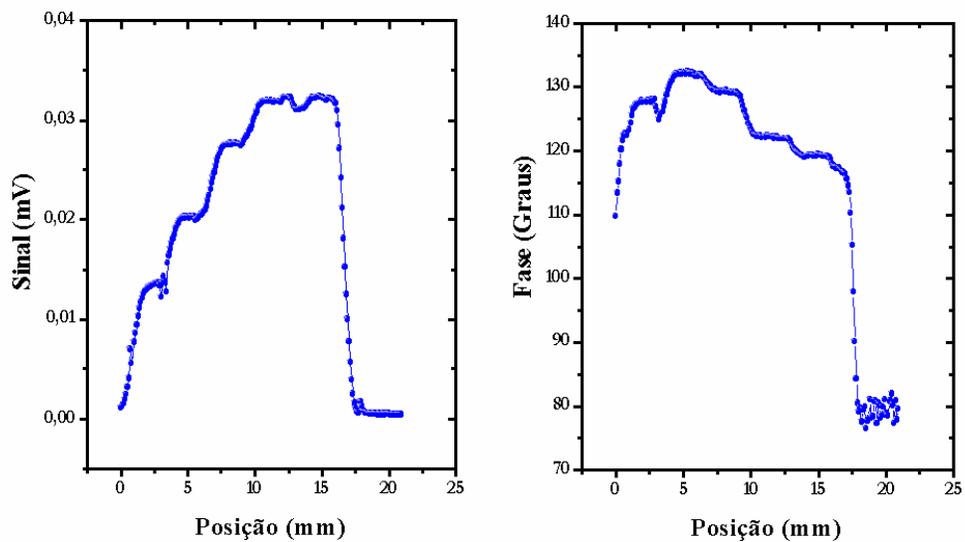


Figura 17 - Gráfico experimental do Sinal e da Fase pela posição (Vidro)



Observando os gráficos tanto do sinal como o da fase, verificamos a sensibilidade da técnica para a análise de espessura de filmes, em ambos os gráficos, podemos constatar a detecção das cinco camadas de tintas existentes em cada uma das amostras.

Podemos observar que o sinal aumenta com o aumento da espessura da camada de tinta, e que a fase diminui, através das Figs. 3 e 4, concluímos que  $R_b$  é negativo.

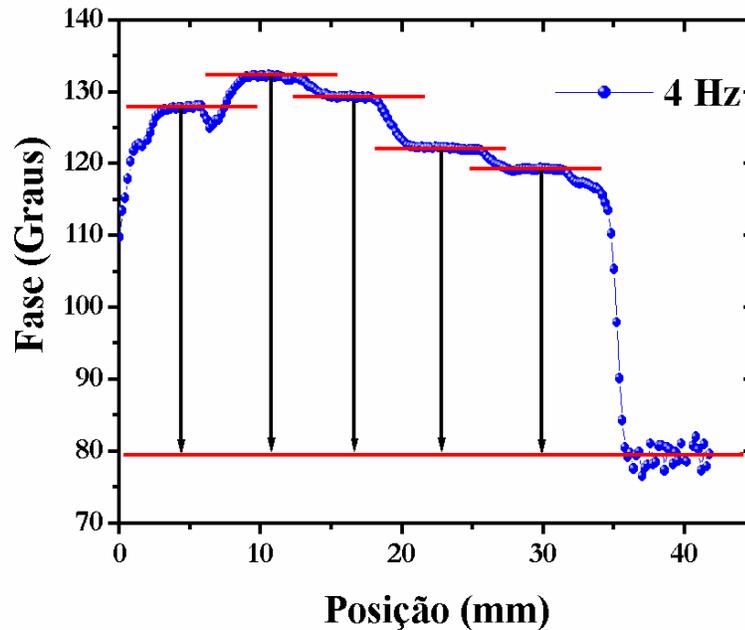


Figura 18 - Diferença de fase

O próximo passo para traçarmos o gráfico de  $a_s l$  pela fase, foi calcular a fase média de cada camada, o procedimento pode ser visto na Fig. 18, e os resultados na Tabela 5.



Tabela 5 - Dados da fase média

<b>4 Hz</b>	
<b>Camadas</b>	<b>Fase Média</b>
L1	127,7 ± 0,5
L2	132,1 ± 0,2
L3	129,3 ± 0,2
L4	122,2 ± 0,2
L5	119,2 ± 0,1
Substrato	79 ± 1

Temos que  $a_s l = l\sqrt{f} \sqrt{\pi/\alpha}$ , e como  $\sqrt{\pi/\alpha}$  é uma constante, podemos traçar o gráfico  $l\sqrt{f}$  x  $\Delta\phi$ , já que medimos a espessura de cada camada (Tabela 2) e sabemos qual a frequência utilizada. Como temos apenas cinco camadas, teremos apenas cinco pontos para o ajuste da difusividade, mas podemos variar o comprimento de onda térmica, variando a frequência de modulação, assim para cada frequência utilizada teremos mais cinco pontos. Fizemos então outras varreduras para as duas amostras com várias frequências diferentes, e assim traçamos o gráfico experimental de  $l\sqrt{f}$  versus,  $\Delta\phi$

Os resultados obtidos podem ser verificados nas Figs. 19 e 20, bem como os seus respectivos ajustes. Os dados obtidos pelo ajuste (Equação 2.3.18) estão na Tabela 6 e o valor tabelado na literatura para os substratos (Vidro e Aço Inox) estão listados na Tabela 7..

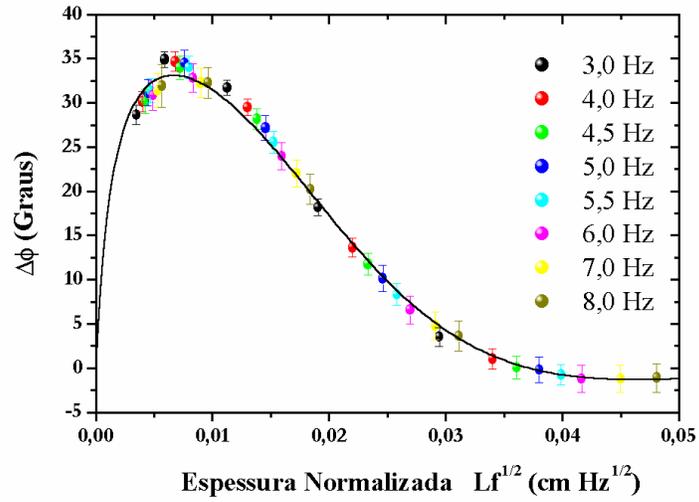


Figura 19 - Gráfico dos resultados experimentais para o Filme sobre o substrato (Aço Inox)

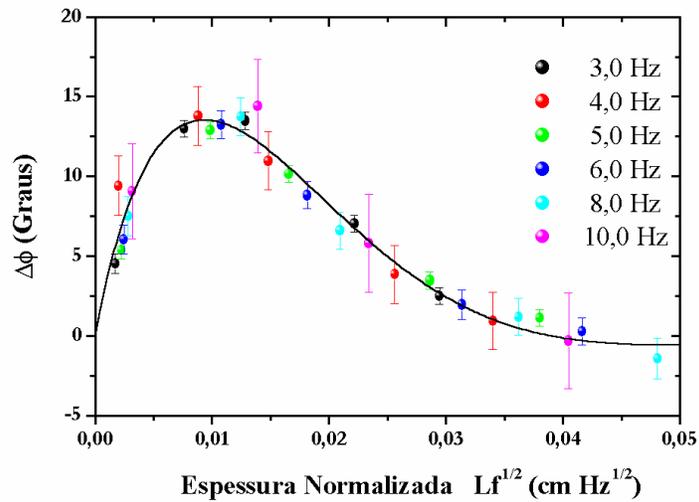


Figura 20 - Gráfico dos resultados experimentais para o Filme sobre o substrato (Vidro)



Tabela 6 - Resultados dos parâmetros Ajustados

Amostras	$\alpha$ (cm <sup>2</sup> /s)	$R$
Filme Acrílico (vidro)	$(1,93 \pm 0,09) \times 10^{-3}$	$0,35 \pm 0,01$
Filme Acrílico (Aço Inox)	$(1,77 \pm 0,05) \times 10^{-3}$	$0,83 \pm 0,01$

Tabela 7 - Efusividade tabulada na literatura <sup>[30]</sup>

Substratos	$e$ (W.s <sup>1/2</sup> /cm <sup>2</sup> .K)
Vidro	$(1,93 \pm 0,09) \times 10^{-3}$
Aço Inox	$(1,77 \pm 0,05) \times 10^{-3}$

Com os dados das Tabelas 6 e 7, calculamos a efusividade Térmica ( $e$ ):

$$e_{amostra} = \frac{e_{substrato}}{b} \quad (4.1.1)$$

Condutividade Térmica

$$K = e\sqrt{\alpha} \quad (4.1.2)$$

E o produto da densidade pelo calor específico ( $\rho.C$ )

$$\rho.c = \frac{K}{\alpha} \quad (4.1.3)$$

Os resultados obtidos estão listados na Tabela 8.

Tabela 8 - Parâmetros térmicos calculados

Amostras	$e$ (W.s <sup>1/2</sup> /cm <sup>2</sup> .K)	$K$ (mW/cm.K)	$\rho.C$ (J/cm <sup>3</sup> .K)
Filme Acrílico (vidro)	$0,072 \pm 0,002$	$3,17 \pm 0,05$	$1,64 \pm 0,05$
Filme Acrílico (Aço Inox)	$0,218 \pm 0,004$	$9,15 \pm 0,08$	$5,19 \pm 0,08$



Os valores das difusividades obtidas para as duas amostras são consistentes entre si, ou seja, são independentes do tipo de substrato a qual o filme foi depositado. Considerando o fato de que o filme utilizado é uma tinta acrílica, foi verificado que as difusividades encontradas estão na mesma ordem de grandeza da difusividade de polímeros ( $\alpha = (1 \text{ à } 3) \times 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ ) [31-33]. Além disso, estes valores estão de acordo com outros trabalhos que apresentam resultados semelhantes para este tipo de material [34,35].

---



### 4.1.2 – Correlação entre espessura e fase

Com os dados das propriedades térmicas calculadas para o filme acrílico (Tabela 6), os valores das efusividades dos substratos (Tabela 8), os dados experimentais da medida da fase e a espessura das camadas do filme acrílico (Tabela 4). Traçamos as curvas de correlação entre as espessuras pela fase medida (Figuras 22 e 23). A curva de ajuste é dada por um polinômio de terceiro grau (equação 4.1.4).

$$L(\phi) = A_0\phi^0 + A_1\phi^1 + A_2\phi^2 + A_3\phi^3 \quad (4.1.4)$$

Onde  $A_{0,1,2,3}$  são os coeficientes a serem ajustados.

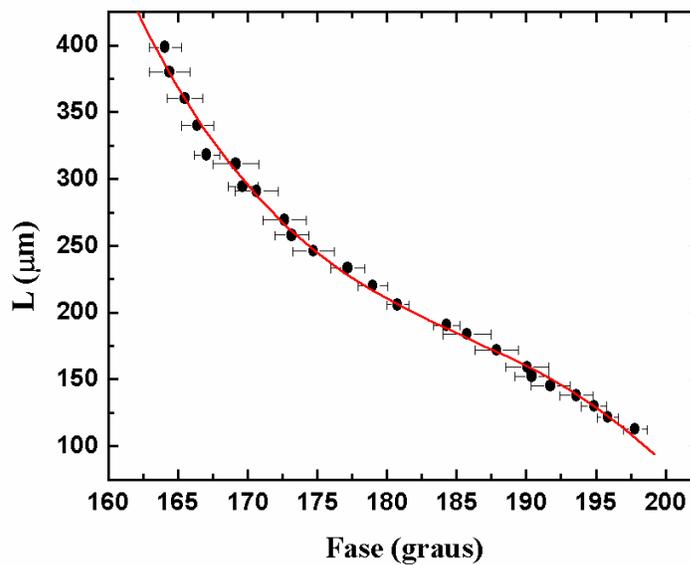


Figura 21 - Gráfico de correlação entre espessura e fase (Aço Inox)

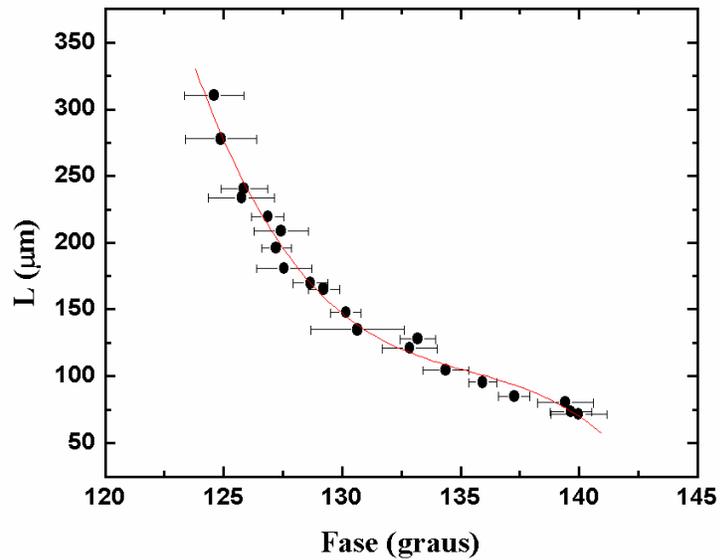


Figura 22 - Gráfico de correlação entre espessura e fase (Vidro)

Os coeficientes ajustados da equação (4.1.4) estão relacionados na Tabela 9.

Tabela 9 - Coeficientes da curva de Correlação

Amostras (substrato)	Coeficientes Ajustados			
	$A_0$ $10^4(\mu\text{m})$	$A_1$ $10^3(\mu\text{m}/\text{Graus})$	$A_2$ $(\mu\text{m}/\text{Graus}^2)$	$A_3$ $10^{-3}(\mu\text{m}/\text{Graus}^3)$
Filme Acrílico (Vidro)	$(27,2 \pm 5,7)$	$-(6,0 \pm 1,3)$	$(44,4 \pm 9,8)$	$-(10,9 \pm 2,5)$
Filme Acrílico (Aço Inox)	$(6,4 \pm 0,9)$	$-(1,0 \pm 0,1)$	$(5,4 \pm 0,8)$	$-(9,7 \pm 0,2)$

Com estas curvas de correlação, podemos determinar a espessura do filme acrílico em questão sobre os seus respectivos substratos unicamente através da medida da



fase. Obtendo-se assim um processo que pode ser utilizado para análise de qualidades de pinturas e camadas em geral diretamente na linha de produção, visando um controle de qualidade.

## 4.2 – Resultados obtidos através da TWI (transmissão)

A amostra utilizada para este experimento é a mesma que utilizamos na análise das propriedades térmicas (Tinta acrílica sobre o substrato de vidro), pois assim teríamos como comparar os resultados obtidos para uma mesma amostra nos dois modelos, o modelo foi desenvolvido para estudos de defeitos em vidros, não se faz necessário um suporte, ou seja, se tratando do vidro o suporte seria o próprio ar, para a nossa tinta, se faz a necessidade de ter um suporte que no caso é o vidro. Mesmo assim, não houve a necessidade de mudarmos os cálculos devido ao fato de termos um substrato, pois prendemos a amostra da seguinte maneira (Fig 23):

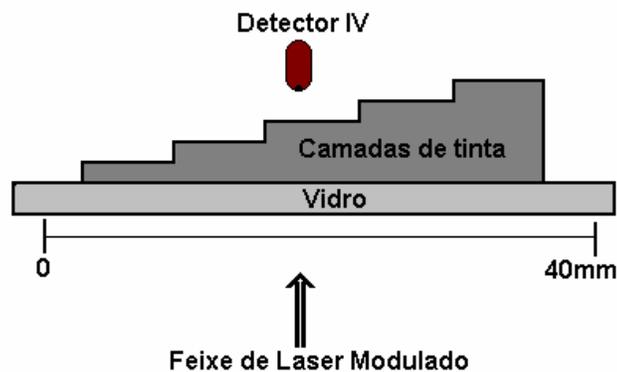


Figura 23 - Disposição do Laser, Amostra e Detector



A lâmina de vidro esta termicamente grossa, isso significa que mesmo o laser passando pelo vidro primeiro, esse não oferecera contribuição de Interferência na Amostra, além disso, o vidro possui uma baixa absorção e é totalmente transparente para o comprimento de onda que utilizamos, ou seja, a presença do vidro utilizado não traz nenhum inconveniente para o experimento em questão.

Prendemos a amostra nos transladores da maneira indicada na Fig. 5, e fizemos uma varredura sobre o comprimento da amostra. Utilizamos o laser de Argônio com uma potência de 700mW, uma frequência de modulação de 4Hz e um incremento de 0,25mm entre um ponto e outro. Para cada ponto obtivemos um sinal e uma fase, os resultados são mostrados nas Figs 24 e 25.

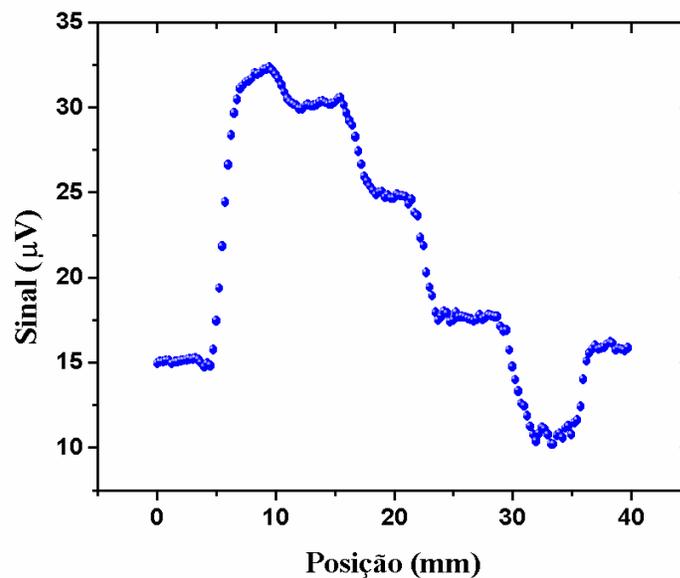


Figura 24 - Gráfico do Sinal x Posição

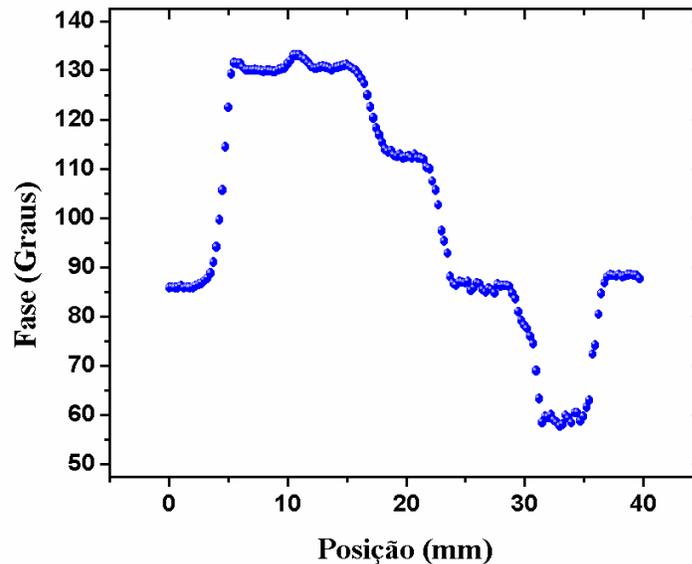


Figura 25 - Gráfico da Fase x Posição

Observando os gráficos tanto do sinal (Fig. 24) como o da fase (Fig. 25), verificamos que a nova configuração da técnica de Interferometria de Ondas Térmicas continua demonstrando uma ótima sensibilidade para a análise de espessuras de filmes, pois em ambos os gráficos, podemos constatar a detecção das cinco camadas de tinta existentes na amostra.

Podemos observar que tanto o sinal quanto à fase, diminuem com o aumento da espessura da camada de tinta, que é um fato que difere da TWI convencional, que enquanto o sinal aumenta, a fase diminui com o aumento da espessura, ou o sinal diminui enquanto a fase aumenta, dependendo do coeficiente  $R_b$  ser positivo ou negativo. Mas esta diferença já era esperada, pois comparando os gráficos teóricos para este novo modelo, podemos verificar que tanto a fase e o sinal decaem com o aumento da espessura independente do valor do coeficiente  $R_b$ , como visto nas Figs. 7 e 8.



Como os dados experimentais estão de acordo com a teórica, fizemos outras varreduras nas mesmas condições da primeira, variando a frequência de modulação. Utilizamos as seguintes frequências: 4, 5, 6, 8 e 10 Hz. Os resultados podem ser verificados na Fig. 26.

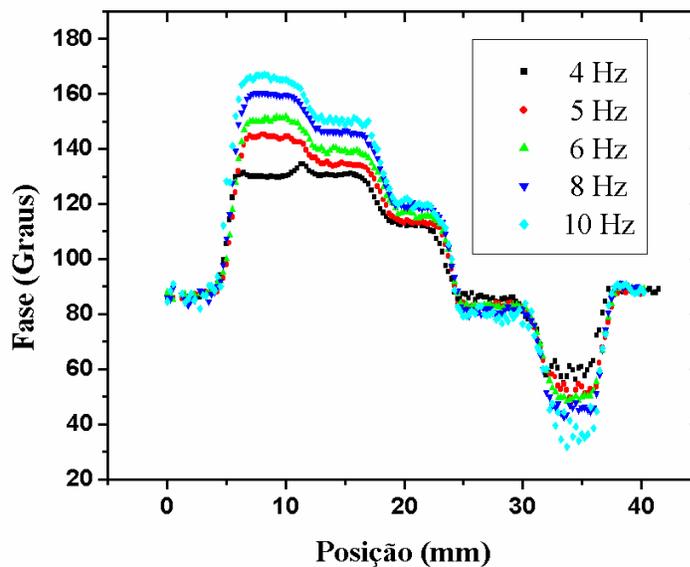


Figura 26 - Gráfico da Fase versus Posição para várias frequências

Calculamos o ponto médio de cada camada, para cada uma das frequências, da mesma forma que fizemos no experimento anterior. Assim com os dados da espessura (Tabela 4) e as frequências utilizadas, calculamos os valores de  $l\sqrt{f}$ , para todas as camadas com todas as frequências e colocamos os dados obtidos em uma Tabela, juntamente com os seus respectivos valores médios da Fase (Tabela 10).



Tabela 10 - Dados da diferença de fase

4,0 Hz		5,0 Hz		6,0 Hz	
$l\sqrt{f}$	$\Delta\phi$	$l\sqrt{f}$	$\Delta\phi$	$l\sqrt{f}$	$\Delta\phi$
0,0020	49,7463	0,00224	57,6448	0,00245	56,8332
0,0088	50,3007	0,00984	47,5992	0,01078	45,4585
0,0148	31,7470	0,01655	26,4739	0,01813	22,0913
0,0256	184,5664	0,02862	176,9278	0,03135	168,9528
0,0340	158,9456	0,03801	146,8108	0,04164	136,7238

8,0 Hz		10,0 Hz	
$l\sqrt{f}$	$\Delta\phi$	$l\sqrt{f}$	$\Delta\phi$
0,00283	61,32192	0,01	51,6702
0,01245	45,80786	0,044	37,8742
0,02093	15,3725	0,074	10,8621
0,03620	154,5321	0,128	153,3557
0,04808	115,9194	0,17	117,6927

Com os dados da Tabela 10, traçamos o seguinte gráfico (Fig. 27), onde a curva em vermelho corresponde ao ajuste feito pela equação (2.4.20).

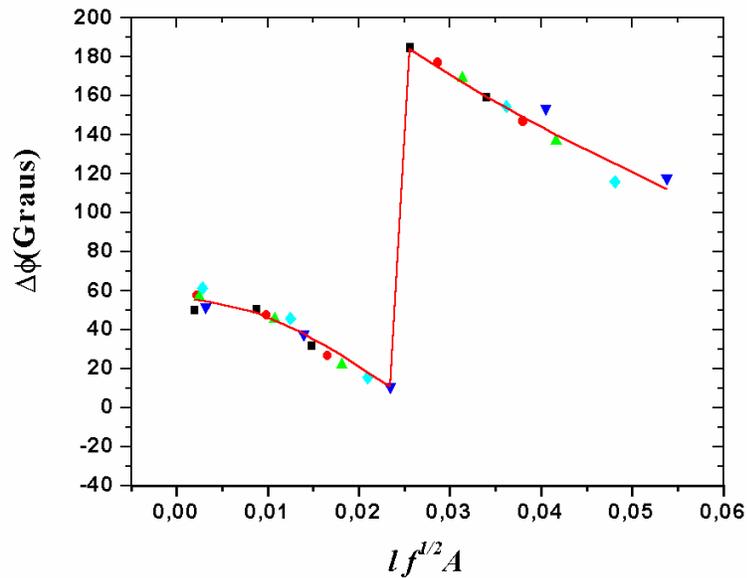


Figura 27 - Gráfico da Diferença da Fase x A espessura Térmica

Com o valor obtido do ajuste, calculamos a difusividade do filme acrílico:

$$\alpha = (1,94 \pm 0,08) \times 10^{-3} \text{ cm}^2 / \text{s}$$

O valor encontrado para a difusividade da tinta, usando o novo modelo é da mesma grandeza do valor encontrado para o mesmo material utilizando a técnica convencional.

TWI (convencional)

$$\alpha = (1,93 \pm 0,09) \times 10^{-3} \text{ cm}^2 / \text{s}$$

TWI (Transmissão)

$$\alpha = (1,94 \pm 0,08) \times 10^{-3} \text{ cm}^2 / \text{s}$$



Assim podemos comprovar a eficiência do modelo desenvolvido, desta forma seguiremos com os estudos partindo da equação geral da TWI, mais agora para uma amostra transparente, que é o caso das amostras a qual pretendemos analisar micro defeitos.

### 4.3 – Testes Iniciais (Imagem de Defeitos)

O objetivo desta seção é verificar se a TWI pode ser usada para verificação de defeitos em vidros. Analisaremos as bolhas de ar da amostra descrita na seção (3.2.2). Esta amostra foi escolhida para esta análise devido ao tamanho das bolhas de ar (aproximadamente 1mm de diâmetro), como estamos interessados em saber se a técnica esta apta a determinar defeitos em vidros, esta amostra se torna ideal para os nossos testes iniciais, pois assim podemos comparar os resultados obtidos experimentalmente com a estrutura dos defeitos da amostra.

Para nossa primeira medida, selecionamos uma área da amostra de exatamente (1,8 x 6 mm). Esta região está marcada na Fig. 28.

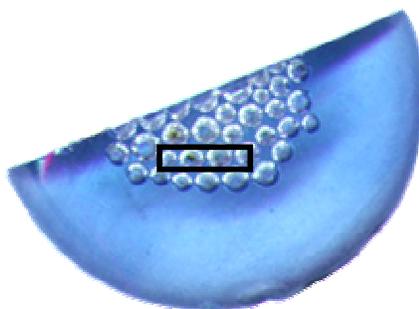


Figura 28 - Área analisada da amostra



Utilizamos para a medida o laser de argônio com uma potência de 1W, o laser foi focalizado sob a amostra através de uma lente convergente. O diâmetro do laser sob a amostra foi de aproximadamente  $200\mu\text{m}$ , a frequência de modulação usada é de 4Hz. Fizemos o experimento com um incremento de  $25\mu\text{m}$ , entre pontos. Obtendo-se assim uma densidade de 1600 pontos por  $\text{mm}^2$ . Os resultados tanto do sinal quanto da fase, são apresentados em dois tipos de gráficos, um em 3-D e outro planar.

No gráfico da amplitude (Fig. 29), é possível ver com grande clareza o contorno e as bordas das bolhas de ar, enquanto que no gráfico da fase (Fig. 30) é destacado o centro das bolhas.

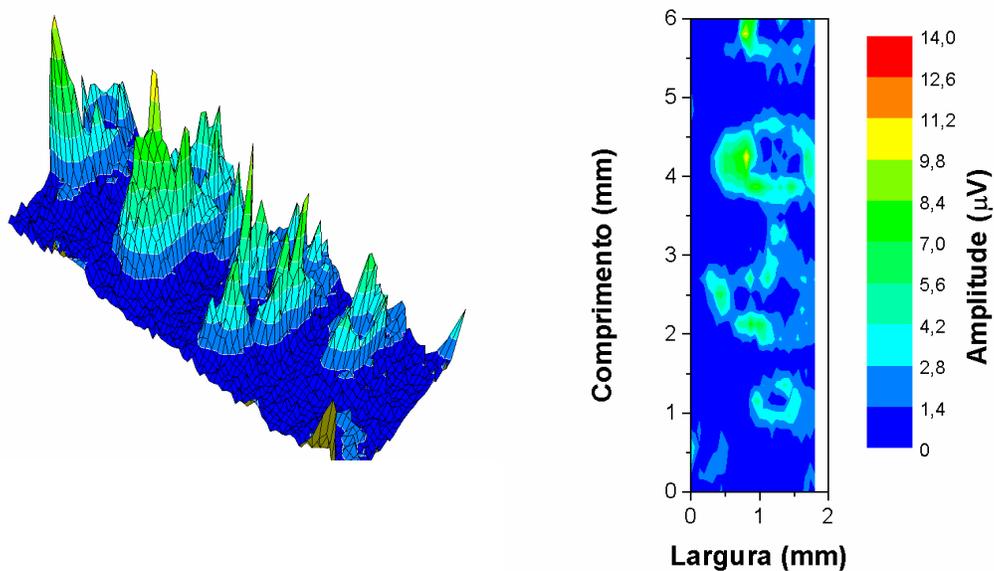


Figura 29 - Gráfico 3D e Planar da Amplitude (Teste1)

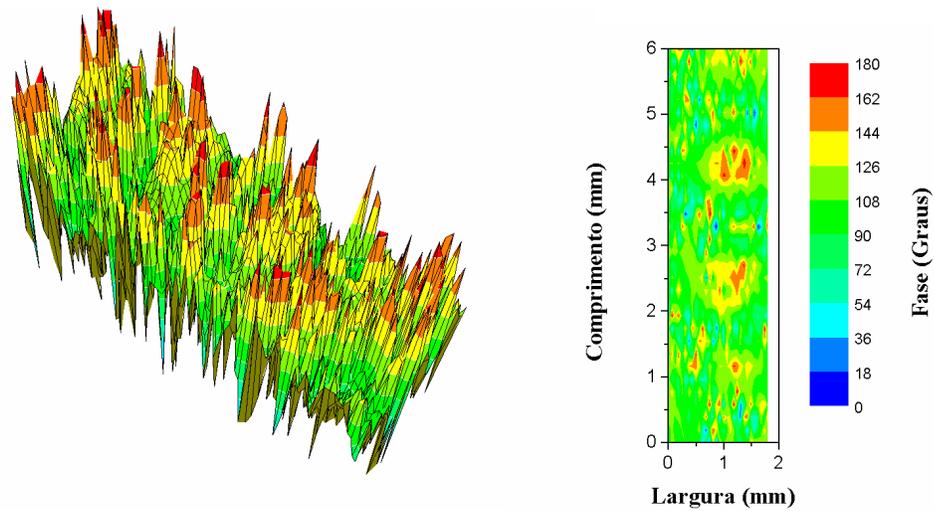


Figura 30 - Gráfico 3D e Planar da Fase (Teste 1)

A primeira vista, os resultados são satisfatórios, pois conseguimos mapear os contornos das bolhas, e o que achávamos que era um problema na medida (a amplitude fora da região da bolha ser igual a do centro da mesma), na verdade isso foi devido a usarmos uma alta resolução. Este fato é compreendido observando a Fig 31.

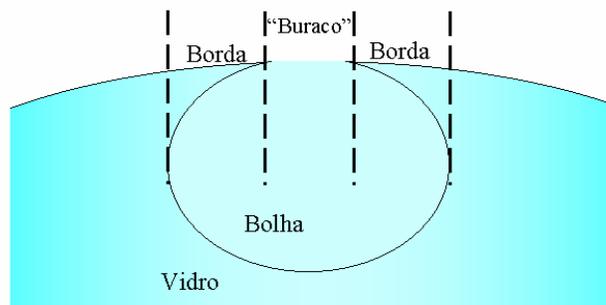


Figura 31 - Estrutura das bolhas de ar



As bolhas de ar, romperam-se na superfície da amostra, ou seja, os resultados mostrados nas Figs. 30 e 31 relatam exatamente o contorno das bolhas, a borda das bolhas e o contorno do “buraco” das bolhas.

Fizemos outra varredura com uma resolução menor do que a utilizada no experimento anterior (incremento de  $40\ \mu\text{m}$  entre os pontos, totalizando  $625$  pontos por  $\text{mm}^2$  na análise), e o feixe do laser na ordem de  $1\text{mm}$  de diâmetro, com isso pretendemos eliminar o efeito dos “buracos” nos resultados.

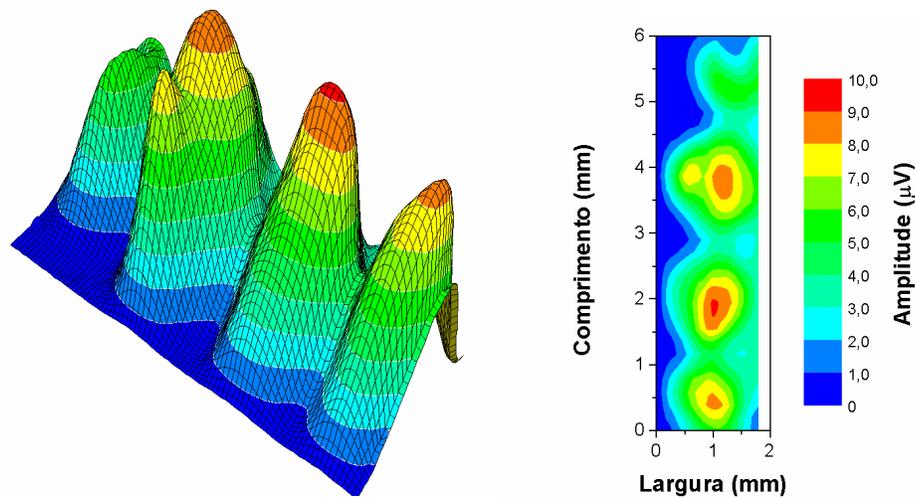


Figura 32 - Gráfico 3D e Planar da Amplitude (Teste 2)

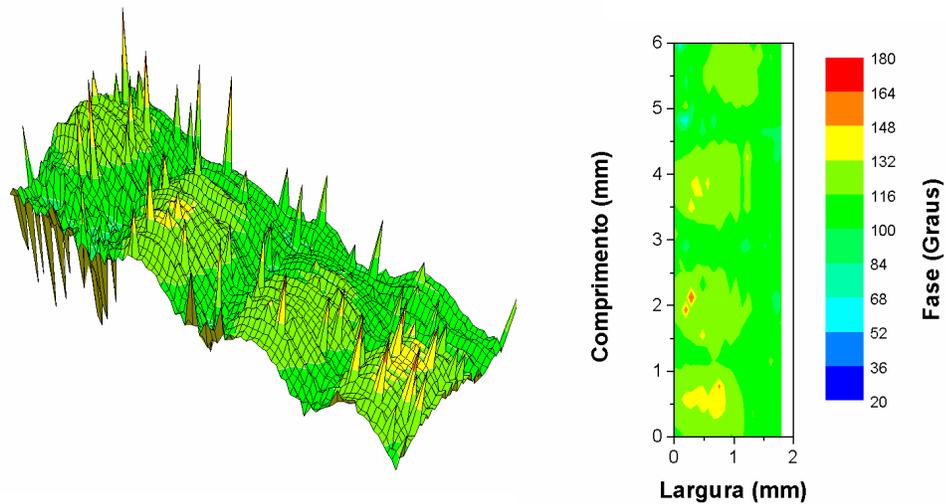


Figura 33 - Gráfico 3D e Planar da Fase (Teste 2)

Através dos resultados das Fig. 32 e 33 observamos que continuamos com resolução suficiente para mapear as bolhas de ar. Separando uma única linha de varredura (linha que passa pelo centro das bolhas). Podemos analisar o poder de resolução para a configuração utilizada. A linha de varredura escolhida é que passa sob a linha tracejada na Fig. 34. E o resultado desta varredura é mostrado na Fig. 35.

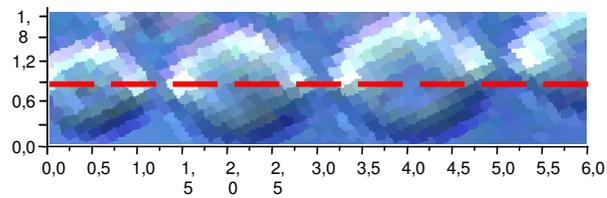


Figura 34 - Região central das Bolhas

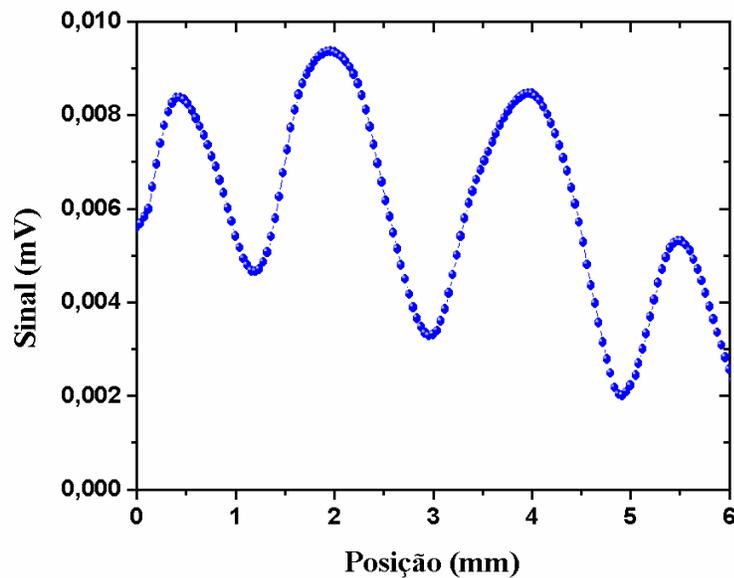


Figura 35 - Varredura da região central das bolhas

Na Fig 35, entre as posições 4 à 5 mm, a amplitude variou de 8,8 para 1,7 $\mu$ V, obtendo-se assim uma resolução de aproximadamente 7 $\mu$ V por milímetro.

A PTR além de apresentar excelentes resultados em análises de imagens de defeitos em placas de circuitos microeletrônicos<sup>[36]</sup>, metais<sup>[37]</sup>, semi condutores<sup>[38]</sup> e etc., também mostrou-se apta a analisar defeitos em vidros.



Como continuidade do trabalho, pretendemos diminuir o diâmetro do laser (utilizando lentes objetivas), com a finalidade de analisarmos outros tipos de defeito, tais como, rachaduras e cristalites em amostras vítreas.





## *Conclusões e Perspectivas*

A montagem da técnica de Interferometria de Ondas Térmicas foi concluída com grande sucesso. Essa nova montagem vem complementar as demais técnicas existentes no laboratório de fototérmica, ampliando assim as condições de análise de propriedades térmicas de materiais bem como a medida de espessura de filmes espessos.

Durante a caracterização da técnica, foi medida a difusividade térmica de um filme acrílico sob dois tipos de substratos diferentes. O resultado encontrado para a difusividade do filme acrílico esta na ordem de grandeza da difusividade dos polímeros. A difusividade foi praticamente a mesma (dentro da margem de erro) para ambos os substratos. Outras propriedades do filme acrílico como a efusividade e condutividade térmica, e o produto densidade versus calor específico, também foram calculadas.

O modelo desenvolvido para a TWI por transmissão, foi aplicado em uma amostra testada com a TWI convencional, em que o valor encontrado para a difusividade térmica, em ambos os modelos, foi exatamente o mesmo. Isto mostra que o novo modelo é igualmente aplicável.

O teste realizado em amostra vítrea mostrou que a técnica também está apta a detectar e mapear defeitos através da análise de imagens. Esses resultados deixam a perspectiva de se fazer um estudo mais aprofundado, através de uma modelagem 3-D da TWI, para a análise de propriedades térmicas e detecção de micro-defeitos (cristalites, rachaduras, etc) em vidros ópticos usados como meio ativo de lasers.

---



# *Apêndice*

---



---

## *Referências Bibliográficas*

- 1 – X-ICPPP – “*International Conference on Photoacoustic and Photothermal Phenomena*”, Book of abstracts, ed. Folco Scudieri, 23-27 Aug/98, Rome, Italy.
  - 2 – 11<sup>th</sup> ICPPP – “*International Conference on Photoacoustic and Photothermal Phenomena*”, Book of abstracts, ed. T. Sawada, 25-29 June/2000, Kyoto, Japan.
  - 3 – Cross, R. Jr., Gordon, R. G.; J. Chem. Phys. **45**, 3571, (1966).
  - 4 – ASTM C714-72 “*Standard test method for thermal diffusivity of carbon and graphite by a thermal pulse method*” (1972).
  - 5 – BS7134 – “*Method for the determination of thermal diffusivity by the laser flash (or heat pulse) method*” (British Standards Institution). Section 4.2, (1990).
  - 6 – JIS R 1611: - “*Testing methods of thermal diffusivity, specific heat capacity and thermal conductivity for high performance ceramics by laser flash method*” (Japanese Standards Association), (1991).
  - 7 – Bell, A. G., “*On the Production and Reproduction of sound by light*”, Am. J. Sci., **120**, 305, (1880).
  - 8 – Veingerov, M. L., Dokl. Akad. Nauk SSSR, **19** , 687, (1938).
  - 9 – Parker, J. G.; *Öptical Absorption in Glass: Investigation using an Acoustic Technique*”. Appl. Opt., **12** ,2974 (1973)
  - 10 – Rosencwaig A., Gersho A.; “*Photoacoustic Spectroscopy, A new tool for investigation of solids*”. **47**, 592, (1975).
-



- 11 – Rosencwaig A., Gersho A.; “*Theory of Photoacoustic Effect with Solids*”. J. of App. Phys., **47**, 64, (1976).
- 12 – Kanstad, S. O.; Nordal, P. E.; “*Photoacoustic and Photothermal Spectroscopy novel tools for the analysis of particulate mater*”. Powder Technol., **22**, 133, (1979).
- 13 – Santos, R., Miranda, L. C. M.; J. Appl. Phys. **52** (1981).
- 14 – Bento. A. C., Almond. D. P., Brown, S. R., Turner L.; “*Thermal wave nondestructive thickness measurements of hydroxyapatite coatings applied to prosthetic hip stems*”. J. Mater. Sci. **6**, 335, (1995).
- 15 – Almond, D. P., Patel, P. M.; “*Photothermal Science and Techniques*”. Phys. And its Appl. Series (Chapman and Hall, London),. **10**. (1996)
- 16 – Almond, D. P., Patel, P. M.; “*Thermal wave testing of plasma-sprayed coatings and a comparason of the effects of coating microestructure on the propagation of thermal and ultrasonic – waves*”. J. Mat. Sci., **3**, 955, (1985).
- 17 – Bento. A. C., Almond. D. P.; “*The accuracy of thermal wave interferometry for the evalyation of thermophysical properties of plasma-sprayed coatings*”. Meas. Sci. Technol. **6** ,1022, (1995).
- 18 – Fabbri, L., Cemuschi; F.; “*Finite laser beam size effects in thermal wave interferometry*”; J. Appl. Phys. **82**, 11, (1997).
- 19 – Bennet, C. A., Patty, R. R.; “*Thermal Wave Interferometry: a potential application of the photoacoustic effect*”. Appl. Opt. **21**, 49, (1982).
- 20 – Wang C., Mandelis A., Garcia J. A.; “*Pd/PVDF thin film hydrogen sensor system based on photopyroelectric purely-thermal-wave interference*”; Sensor and Actuations B , **60**, 228, (1999).
-



- 
- 21 –Lima J. A. P., Marin E., Correa O., Silva M. G., Cardoso S. L., Gatts C., Rezende C. E., Vargas H., Miranda L. C. M.; “*Measurement of the thermal properties of liquids using a thermal wave interferometer*”; Meas. Sci. Technol., **11** 1522, (2000).
- 22 –Mandelis A., Wang C.; “*A Novel PVDF Thin-Film Photopyroelectric Thermal-Wave Interferometry*”; Ferroelectrics, **236**, 235, (2000).
- 23 – Zarzycki, J.; “*Glasses and amorphous materials*”, Materials Science and Technology, **9**, 797, (1991).
- 24 –Florence, J. M., Glaze, F. W., Black, M. H. “*Infrared transmittance of some calcium and germanate glasses*”, J. Res. Nat. Bureau Standards, **55**, 231, (1955).
- 25 –Davy, J. R. “*Development of calcium aluminate glasses for use in the infrared spectrum to 5  $\mu\text{m}$* ”, Glass Technology, **19**, 32, (1978).
- 26 –Snitzer, E., Phys. Rev. Letter **7**, 276, (1959).
- 27 – Rosencwaig, A.; Gersho, A., “*Photoacoustics and Photoacoustic Spectroscopy*”. J. Wiley, New York, 309, (1980).
- 28 – Catálogo, “*Light Sources Monochromators Detection Systems*” ORIEL Corporation, Stratford, CT USA, **2**, 326, (1989).
- 29 – Baesso, M. L., Bento, A. C., Sampaio, J. A., Gama, S., Andrade, A. A., Catunda, T.; “*Neodymium concentration dependence of thermo-optical properties in low silica calcium aluminate glasses.*” J. Non-Cryst. Solids, **219**, 165, (1997).
- 30 – Cernuschi, F., Figara, A.; “*Thermal wave interferometry for measuring the thermal diffusivity of thin slabs*”. J. Mat. Sci, **35**, 5891, (2000).
- 31 – Perondi L. F., Miranda L. C. M.; “*Minimal-volume photoacoustic cell photoacoustic radiation detector*”. J. Appl. Phys. **62**, 2955, (1987).
-



- 32 – Leite N. F., Cella N., Vargas H., Miranda L. C. M.; “*Photoacoustic Measurements of thermal diffusivity of polimer foils*”. J. Appl. Phys. **61**, 3025, (1987).
- 33 – Olenka L. Silva É. N., Santos W. L. F., Muniz E. C., Medina A. N., Cardoso L. P., Baesso M. L., Miranda L. C. M., Bento A. C.; “*Evaluation of the thermaophysical properties of modified and dyed poly(ethylene terephthalate) films*”. J. Phys. D: Appl. Phys. **34**, 2248, (2001).
- 34 –Moskin M. M. , Almond D.P., Mater J.; “*Non-destructive examination of paint coatings using the thermal wave interferometry tecnique*”; Sci. **30**, 2251, (1995).
- 35 –Lachaine A., Poulet P.; “*Photoacoustic measurement of thermal properties of a thin polyester film*”; Appl. Phys. **45** , 9, (1984).
- 36 – Chen G., Borca-Tasciuc T.; “*Applicability of photothermal radiometry for temperature measurement of semiconductors*”; Int. J. Heart Mass Transfer. **41**, 15, (1998).
- 37 –Mandelis A., Munidasa M., Nicolaidis L.; “*Laser infrared photothermal radiometric depth profilometry of steels and its potential in rail track evaluation*”; NDT & E International **32**, 437, (1999).
- 38 – Rodriguez M. E., Mandelis A., Pan G., Garcia J. A., Riopel Y.; “*Microelectronic circuit characterization via photothermal radiometry of scribeline recombination lifetine*”; Solid-State Electronics **44**, 703, (2000).
-