

UNIVERSIDADE DE COIMBRA
FACULDADE DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA

**A INDENTAÇÃO DE MATERIAIS MACIÇOS E FILMES FINOS:
MODELAÇÃO E ANÁLISE INVERSA**

Jorge Manuel Afonso Antunes

COIMBRA
2006

UNIVERSIDADE DE COIMBRA
FACULDADE DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA

**A INDENTAÇÃO DE MATERIAIS MACIÇOS E FILMES FINOS:
MODELAÇÃO E ANÁLISE INVERSA**

Jorge Manuel Afonso Antunes

Dissertação para Doutoramento
em Engenharia Mecânica

COIMBRA
2006

AGRADECIMENTOS

A realização do presente trabalho só foi possível devido à contribuição daqueles a quem dirijo os meus mais sinceros agradecimentos.

Em primeiro lugar quero expressar especial gratidão ao Professor Valdemar Fernandes, por ter orientado e acompanhado a realização deste trabalho. A disponibilidade, enorme paciência e boa disposição, foram uma constante. Igualmente ao Professor Luís Filipe Menezes fico extremamente grato pela forma como de igual modo participou na orientação deste trabalho, deixando também demonstrada enorme prestabilidade e amizade, que muita valia teve em muitos momentos.

Aos restantes membros do Grupo de Tecnologia, deixo também um especial agradecimento pela sua colaboração e amizade.

Chaparro, desta vez até podia ter levado o carro à revisão.... a horas!

À Nela, começaria talvez pela paciência... bom... Obrigado!

À Maria e ao José, deixo aqui um eterno reconhecimento. À Élia, amiga de sempre, agradeço a amizade e o optimismo que sempre me transmitiu.

A todos os meus amigos, agradeço a amizade sempre manifestada, que em muito contribuiu para me incentivar a manter o optimismo e a confiança.

À Fundação para a Ciência e Tecnologia (FCT) pelo apoio prestado através do projecto: Avaliação de Propriedades Mecânicas de Filmes Finos por Nanoindentação; Simulação Numérica e Validação Experimental – POCTI/EME/57510/2004.

Acção financiada no âmbito da Medida 5 - Acção 5.3 – Formação Avançada de Docentes do Ensino Superior, integrada no Eixo 3, Sociedade de Aprendizagem da Intervenção Operacional da Educação (PRODEP III).



ÍNDICE

CAPÍTULO 1

ENQUADRAMENTO, OBJECTIVOS E GUIA DE LEITURA.....	1
1. Enquadramento.....	1
2. Objectivos.....	2
3. Guia de leitura.....	3

CAPÍTULO 2

ENSAIO DE DUREZA VICKERS.....	5
1. Introdução.....	5
1.1. Dureza e microdureza.....	5
1.2. Ultramicrodureza e nanodureza.....	8
1.3. Estudo da curva de carga-descarga.....	9
1.3.1. Curva de carga.....	11
1.3.2. Curva de descarga.....	12
1.3.2.1. Módulo de elasticidade.....	13
1.3.2.2. Complacência.....	16
2. Estudo desenvolvido.....	23
2.1. Modelação do ensaio de dureza.....	23
2.1.1. Modelação do indentador.....	24
2.1.2. Definição e optimização da malha de elementos finitos.....	25
2.1.3. Estudo do atrito no contacto entre o indentador e o corpo deformável.....	35
2.2. Estudo da curva de carga-descarga.....	39
2.2.1. Similitude das curvas.....	39
2.2.2. Curva de descarga.....	44

CAPÍTULO 3

ÁREA DE CONTACTO DA INDENTAÇÃO.....	47
1. Introdução.....	47
1.1. Determinação da área de contacto da indentação.....	47
1.2. Correção da área de contacto da indentação.....	52
1.3. Geometria da indentação.....	56
1.4. Geometria do indentador.....	60
2. Estudo desenvolvido.....	61
2.1. Estudo da geometria da indentação.....	61
2.1.1. Geometria da indentação.....	63

2.1.2. Área de contacto da indentação e módulo de elasticidade.....	69
2.1.3. Distribuição da deformação plástica equivalente.....	73
2.2. Estudo da influência da geometria do indentador.....	78
2.2.1. Curvas de carga-descarga.....	78
2.2.2. Distribuição da deformação plástica equivalente.....	80
2.2.3. Perfis da indentação.....	85
2.2.4. Resultados das propriedades mecânicas.....	87
2.2.4.1. Módulo de elasticidade.....	87
2.2.4.2. Dureza.....	88
2.2.5. Estudo complementar.....	90

CAPÍTULO 4

ANÁLISE INVERSA EM MATERIAIS MACIÇOS.....	95
1. Introdução.....	95
2. Estudo desenvolvido.....	104
2.1. Tensão e deformação plástica características.....	104
2.2. Coeficiente de encruamento e tensão limite de elasticidade	113
2.3. Aplicação do algoritmo de análise inversa a casos reais.....	117

CAPÍTULO 5

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE REVESTIMENTOS FINOS.....	123
1. Introdução.....	123
1.1. Dureza e módulo de elasticidade.....	125
1.1.1. Modelos de determinação da dureza.....	125
1.1.2. Modelos de determinação do módulo de elasticidade.....	126
2. Estudo desenvolvido.....	130
2.1. Compósito real.....	131
2.2. Compósitos fictícios.....	132
2.2.1. Distribuição da tensão e geometria da indentação.....	133
2.2.2. Módulo de elasticidade.....	142
2.3. Análise inversa em revestimentos.....	153
2.4. Validação experimental.....	158

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS DE TRABALHO.....	165
1. Conclusões.....	165
1.1. Curvas de carga-descarga.....	165
1.2. Geometria da indentação.....	166
1.3. Geometria do indentador.....	166
1.4. Análise inversa em materiais maciços.....	167

1.5. Modelação de revestimentos finos.....	168
1.6. Análise inversa em revestimentos.....	169
2. Perspectivas de trabalho.....	169
ANEXOS	
ANEXO I	
PROGRAMA DE ELEMENTOS FINITOS HAFILM.....	171
1. Modelo mecânico do programa HAFILM.....	171
1.1. Formulação elastoplástica.....	172
1.2. Contacto com atrito.....	173
1.3. Simulação numérica.....	173
1.4. Elementos finitos.....	173
ANEXO II	
FUNÇÕES ADIMENSIONAIS Π	175
BIBLIOGRAFIA.....	177

NOTAÇÕES MAIS UTILIZADAS

A	Área de contacto da indentação.
A_{Contorno}	Área de contacto da indentação avaliada com o contorno formado pelos nós da malha de elementos finitos em contacto com o indentador à carga máxima.
$A_{\text{Teórica}}$	Área de contacto da indentação correspondente à geometria ideal do indentador, na ausência de lábio ou afundamento dos bordos da indentação.
A_{hc}	Área de contacto da indentação avaliada com base na profundidade de contacto da indentação, h_c .
C	Complacência avaliada à carga máxima.
E	Módulo de elasticidade do material.
E_R	Módulo de elasticidade reduzido.
E_f	Módulo de elasticidade do material do revestimento.
E_i	Módulo de elasticidade do material do indentador.
E_s	Módulo de elasticidade do material do substrato.
E_{Contorno}	Módulo de elasticidade determinado com a área de contacto avaliada com o contorno formado pelos nós da malha de elementos finitos em contacto com o indentador à carga máxima (A_{Contorno}).
E_{Entrada}	Módulo de elasticidade utilizado como dado de entrada no programa de simulação numérica.
$E_{\text{Referência}}$	Módulo de elasticidade de referência, indicado na bibliografia.
E_{hc}	Módulo de elasticidade determinado com base na área de contacto da indentação (A_{hc}) avaliada a partir da profundidade de contacto da indentação, h_c .
E^*	Módulo de elasticidade reduzido do compósito.
E_f^*	Módulo de elasticidade reduzido do material do revestimento.
E_s^*	Módulo de elasticidade reduzido do material do substrato.
H	Dureza.
H_f	Dureza do material do revestimento.
H_s	Dureza do material do substrato.
H_{Contorno}	Dureza determinada com a área de contacto avaliada com base no contorno formado pelos nós da malha de elementos finitos em contacto com o indentador à carga máxima (A_{Contorno}).
H_{hc}	Dureza determinada com base na área de contacto da indentação (A_{hc}) avaliada com base na profundidade de contacto da indentação, h_c .
h	Profundidade de indentação ou profundidade de contacto à carga máxima (Capítulo 5).

h_c	Profundidade de contacto da indentação, determinada a partir da curva de descarga.
h_f	Profundidade de indentação residual após descarga.
$h_{m\acute{a}x}$	Profundidade máxima de indentação.
n	Coefficiente de encruamento.
$P_{m\acute{a}x}$	Carga máxima aplicada no ensaio de dureza.
S	Rigidez avaliada à carga máxima ($S = 1/C$).
t	Espessura do revestimento.
β	Coefficiente de correcção da geometria do indentador.
ϵ_r	Deformação plástica característica.
μ	Coefficiente de atrito.
ν	Coefficiente de Poisson.
ν_i	Coefficiente de Poisson do material do indentador.
σ_c	Tensão limite de elasticidade.
σ_f	Tensão limite de elasticidade do material do revestimento.
σ_r	Tensão característica à deformação plástica característica, ϵ_r .
σ_s	Tensão limite de elasticidade do material do substrato.

ENQUADRAMENTO, OBJECTIVOS E GUIA DE LEITURA

1. ENQUADRAMENTO

A caracterização mecânica dos materiais constitui um importante domínio de investigação. Os ensaios de tracção e de dureza são os mais habitualmente utilizados para tal efeito. A realização do ensaio de tracção requer a produção de provetes com geometria e tamanho específicos, o que limita muitas vezes a sua aplicação, como no caso de revestimentos finos. O ensaio de dureza, pelo seu carácter não destrutivo e simplista, torna apetecível a sua utilização na caracterização mecânica dos materiais.

O ensaio de dureza tradicional consiste em aplicar, durante algum tempo, uma carga sobre um indentedor de modo a este penetrar na amostra segundo a normal à superfície. A carga aplicada actua durante um tempo pré-estabelecido, após o qual é retirada, possibilitando a medição da indentação residual através de meios ópticos, o que permite efectuar a determinação da dureza. Contudo, este procedimento é limitado quando as cargas aplicadas são excessivamente pequenas e, conseqüentemente, as indentações resultantes têm dimensão reduzida. O desenvolvimento dos equipamentos de dureza nas últimas duas décadas permitiu não só eliminar esta limitação, entre outras, como também alargar o seu campo de aplicação. O aparecimento dos designados equipamentos dinâmicos de dureza (DSI – “*Depth Sensing Indentation*”), possibilitando o traçado de curvas de carga-descarga, estendeu a aplicação deste ensaio a escalas próximas da atómica. A determinação do módulo de elasticidade, características plásticas, tensões residuais e propriedades de fadiga e fractura em revestimentos, são alguns exemplos de aplicação dos ensaios dinâmicos de dureza.

A quantidade de estudos realizados neste domínio é volumosa, com o intuito de se esclarecerem os aspectos relacionados com a realização e interpretação dos resultados dos ensaios dinâmicos de dureza. Exemplo disso é o estudo dos aspectos

teóricos relacionados com as curvas de carga-descarga, com recurso à mecânica dos meios contínuos. Outros exemplos incluem análises sobre a avaliação das propriedades mecânicas em revestimentos de fraca espessura. Grande parte do sucesso alcançado nestes estudos deve-se à utilização de ferramentas numéricas. A simulação numérica do ensaio de dureza permitiu o esclarecimento, de forma bastante cómoda e precisa, de alguns aspectos que experimentalmente apresentavam compreensão difícil ou mesmo impossível.

A investigação desenvolvida indicia que, num futuro próximo, o ensaio dinâmico de dureza não será apenas uma ferramenta de caracterização mecânica dos materiais, mas também de estudo de fenómenos físicos à escala atómica. Provavelmente, esta investigação incluirá processos dependentes do tempo em pequenos volumes de material, fenómenos eléctricos, transformações de fase em metais, cerâmicos e semicondutores.

Neste contexto, o presente trabalho procura contribuir para a compreensão e desenvolvimento de aspectos e metodologias relacionados com o ensaio dinâmico de dureza. Os assuntos tratados centram-se no estudo das questões envolvidas com a utilização do ensaio de dureza Vickers na caracterização de materiais maciços e compósitos. O método dos elementos finitos é utilizado para efectuar a simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers. No sentido de aproximar as condições experimentais da simulação numérica, foi efectuada uma modelação cuidada do ensaio de dureza. O correcto desempenho da simulação numérica, no estudo do comportamento dos materiais, implica uma adequada formulação do modelo mecânico no qual se baseia o programa de simulação. No estudo realizado, foi utilizado o programa de elementos finitos tridimensional HAFILM, desenvolvido especificamente para efectuar a simulação numérica do ensaio de dureza.

2. OBJECTIVOS

O método dos elementos finitos foi utilizado para efectuar a simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers de materiais maciços e compósitos. Nesse sentido, a optimização da modelação do ensaio constituiu o primeiro objectivo do trabalho. A optimização da malha de elementos finitos e a modelação da geometria dos indentadores e do contacto com atrito foram objecto de estudo detalhado. Entretanto, no respeitante ao fundamental do presente trabalho, os objectivos principais foram os seguintes:

Materiais maciços:

Optimizar o processo de determinação da complacência através da curva de descarga.

Estudar a geometria da superfície das indentações e respectivas

implicações nos resultados obtidos para as propriedades mecânicas.

Estudar a influência do “*offset*” do indentador Vickers nos resultados das propriedades mecânicas.

Desenvolver uma metodologia de análise inversa para efectuar a previsão da curva de tensão-deformação plástica, com base nas curvas de carga-descarga.

Materiais compósitos:

Estudar a influência de parâmetros, como a espessura do revestimento e o valor relativo das propriedades mecânicas do substrato e revestimento, nos resultados das propriedades mecânicas, nomeadamente, do módulo de elasticidade.

Determinar o módulo de elasticidade em revestimentos. Analisar os resultados obtidos com recurso a modelos anteriormente propostos, na bibliografia, e a outros desenvolvidos para o efeito.

Desenvolvimento de uma metodologia de análise inversa, aplicada a revestimentos finos.

3. GUIA DE LEITURA

O presente trabalho está organizado em seis capítulos. De modo a melhor situar o leitor no tema abordado, cada capítulo contém uma breve revisão bibliográfica, seguindo-se o estudo desenvolvido. Resumem-se assim os conteúdos abordados em cada capítulo.

Capítulo 1 Este primeiro capítulo serve para introduzir o assunto desta tese, referir os objectivos e apresentar este guia de leitura.

Capítulo 2 Apresenta-se uma breve introdução histórica sobre os principais tipos de ensaios de dureza e respectivos domínios de aplicação. É dedicada uma atenção especial ao estudo das curvas de carga-descarga dos ensaios dinâmicos de dureza. Apresenta-se a modelação e simulação numérica efectuada do ensaio de dureza Vickers. A simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers é aplicada ao estudo da curva de carga-descarga de quatro materiais reais. É proposta uma metodologia de optimização da complacência.

Capítulo 3 Neste capítulo são motivo de especial atenção as principais metodologias de avaliação e de correcção da área de contacto das

indentações. Inclui-se o estudo da geometria da indentação e suas implicações no cálculo da área de contacto e do módulo de elasticidade. Apresenta-se o estudo da influência da geometria do indentador nos resultados das propriedades mecânicas. A influência do tamanho do “offset” do indentador Vickers nos resultados da dureza e do módulo de elasticidade é alvo de estudo detalhado.

Capítulo 4 Resumem-se metodologias de análise inversa propostas na bibliografia, para efectuar a previsão da curva de tensão-deformação plástica, com base nas curvas de carga-descarga do ensaio dinâmico de dureza. Estabelece-se uma nova metodologia de análise inversa, que permite resolver o problema da unicidade de solução do coeficiente de encruamento. Para tal foram considerados os resultados obtidos na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers de um conjunto de materiais maciços com diferentes propriedades mecânicas.

Capítulo 5 Abordam-se as questões relacionadas com a caracterização mecânica de revestimentos finos. A revisão bibliográfica considera os principais aspectos da aplicação dos ensaios dinâmicos de dureza na caracterização mecânica de revestimentos. A simulação numérica do ensaio de dureza Vickers é utilizada para estudar o comportamento à indentação de compósitos com diferentes propriedades mecânicas. É dedicada especial atenção ao estudo da distribuição das tensões e da geometria da superfície das indentações. Os resultados da simulação numérica são aplicados para testar diferentes modelos e metodologias, disponíveis na bibliografia e outras agora propostas, de determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos. A finalizar, é também proposta uma metodologia de análise inversa para efectuar a determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos.

Capítulo 6 Este capítulo resume as principais conclusões do estudo desenvolvido. Apresenta ainda algumas notas sobre propostas de trabalho neste domínio de investigação.

ENSAIO DE DUREZA VICKERS

Os aspectos tratados neste capítulo referem-se essencialmente ao ensaio dinâmico de dureza Vickers. As curvas de carga-descarga deste ensaio mereceram particular atenção. Apresenta-se a modelação efectuada do ensaio de dureza Vickers. A simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers é aplicada ao estudo da curva de carga-descarga.

1. INTRODUÇÃO

1.1. DUREZA E MICRODUREZA

A dureza de um material é um conceito de definição relativamente complexa. Por exemplo, segundo um dicionário, dureza é “qualidade ou propriedade daquilo que é duro”; duro, por sua vez, é definido como “difícil de penetrar ou de riscar, consistente, sólido”. No contexto da caracterização mecânica dos materiais, dureza pode ser definida como a capacidade de um material resistir à penetração por um indentador. Note-se contudo que a dureza não é uma propriedade intrínseca, pelo que só faz sentido falar em dureza quando se comparam materiais.

As primeiras avaliações de dureza de que há registo remontam ao século XVII, e consistiam na comparação da dureza de pedras preciosas quando friccionadas com um abrasivo. No século seguinte, foi desenvolvido um método de avaliação da dureza do aço baseado no riscado por diferentes minerais. Todavia, só no século XIX surgiu o primeiro método padronizado de ensaio de dureza. Desenvolvido por Friedrich Mohs, o método consiste numa escala, escala de Mohs, a qual ordena dez minérios padrão de acordo com a sua capacidade de riscar ou serem riscados pelos

restantes (Mohs, 1822). Na escala de Mohs, o talco ocupa o primeiro lugar e o diamante ocupa a última posição, correspondente ao mineral mais duro. A fraca funcionalidade e a ausência de quantificação numérica motivaram o desenvolvimento de outros métodos para caracterizar a dureza.

O mais antigo dos ensaios de dureza, baseado na avaliação da indentação residual deixada por um indentador de geometria fixa, é o ensaio Brinell (por exemplo: Tabor, 1951; Bhushan, 1999). Este ensaio remonta ao início do século passado e deve-se a Johan August Brinell. O ensaio Brinell consiste em aplicar uma carga sobre um indentador de geometria esférica, em aço ou carboneto de tungsténio, de forma a penetrar no material segundo a direcção normal à sua superfície. A carga aplicada actua durante um intervalo de tempo pré-estabelecido, após o qual é retirada de modo a possibilitar a medição, por microscopia óptica, da indentação residual (diâmetro da calote esférica). A determinação da dureza, H , é efectuada com base na relação:

$$H = \frac{P}{A}, \quad (2.1)$$

em que P é a carga aplicada e A a área da indentação residual.

A simplicidade de execução aliada à possibilidade de relacionar os valores de dureza com os resultados do ensaio de tracção, promoveu a larga aceitação do ensaio Brinell (Tabor, 1951). No entanto, a geometria esférica do indentador Brinell dificulta a sua construção em diamante, ficando impedida a sua aplicação em materiais de dureza elevada.

Outro método de avaliação da dureza, desenvolvido por Rockwell em 1922, utiliza um sistema de pré-carga permitindo atenuar a sensibilidade dos valores de dureza relativamente ao acabamento superficial dos materiais (Tabor, 1996). Este ensaio, designado de Rockwell, utiliza um indentador esférico em aço ou cónico em diamante, permitindo neste último caso a sua aplicação a materiais de dureza elevada. A avaliação da área de contacto da indentação, A , é efectuada a partir da profundidade de indentação à carga máxima, evitando deste modo os naturais erros associados à medição por microscopia óptica da indentação residual. As principais limitações apresentadas pelo ensaio Rockwell devem-se ao facto das suas 15 escalas (A, B, C, D, E, F, G, H, K, L, M, P, R, S e V, em que as A, C e D utilizam indentadores cónicos e as restantes indentadores esféricos de diferentes dimensões), não serem relacionáveis entre si, impossibilitando a comparação da dureza de diferentes materiais.

Em 1925, Smith e Sandland desenvolveram o primeiro equipamento de microdureza cujo ensaio ficou conhecido por ensaio de dureza Vickers (por exemplo: Voort e Lucas, 1998). O indentador Vickers em diamante apresenta uma geometria piramidal de base quadrangular com um ângulo apical entre faces

opostas de 136° . O ensaio Vickers utiliza uma escala de dureza contínua que fornece valores de dureza relacionáveis com os do ensaio Brinell. O ensaio Vickers reúne assim as principais vantagens inerentes aos ensaios Brinell e Rockwell. Além da avaliação da dureza, a utilização de indentadores Vickers no ensaio de materiais frágeis permite, desde que a carga máxima utilizada seja suficiente, produzir fractura nos bordos do contacto. Este procedimento constitui um método de análise da tenacidade e do estado de tensão à superfície de pequenos volumes de material, como é o caso, por exemplo, de revestimentos finos (Ponton e Rawlings, 1989; Niederhofer *et al.*, 1999).

O desenvolvimento dos equipamentos de dureza tem vindo a permitir a aplicação de cargas máximas de ensaio cada vez menores. No caso do ensaio Vickers, Bückle (1973) estudou a influência do valor da carga máxima nos resultados de dureza. Na figura 2.1 mostra-se esquematicamente o tipo de evolução obtida.

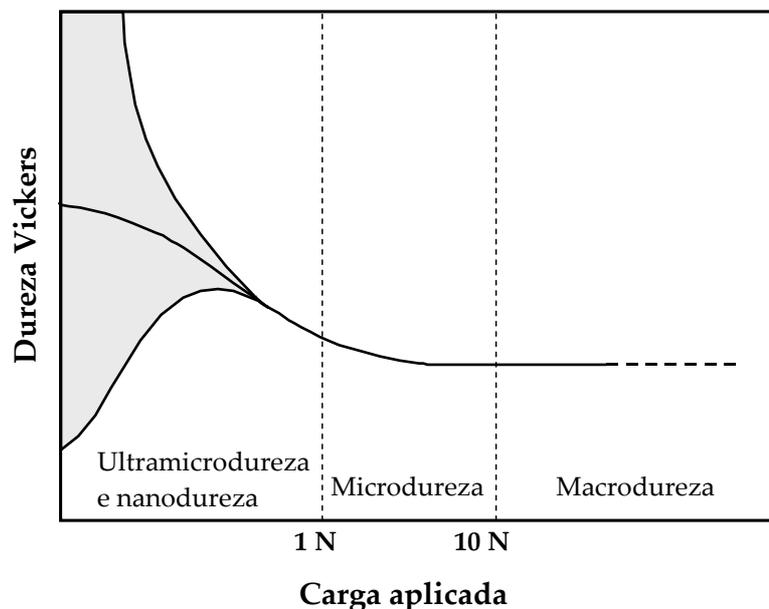


Figura 2.1 Resultados de dureza Vickers em função da carga máxima aplicada no ensaio. (Adaptado de Bückle (1973))

No domínio da macrodureza, onde as cargas aplicadas são elevadas, a dureza não depende da carga máxima. No entanto, nos ensaios de microdureza, os valores da dureza mostram tendência para aumentar com a diminuição da carga aplicada. Nos ensaios de ultramicro e nanodureza, esta tendência acentua-se, embora a dureza medida seja susceptível de apresentar grande dispersão de ensaio para ensaio, mesmo quando realizados no mesmo equipamento. A esta escala é necessário ter um cuidado redobrado em relação a factores como sejam, por exemplo: o isolamento de vibrações, o acabamento superficial das amostras e a

correcta avaliação da área de contacto das indentações (por exemplo: Zhang e Xu, 2002; Oliver e Pharr, 1992; Antunes *et al.*, 2002). No sentido de descrever a dependência da dureza em relação à carga máxima aplicada, vários modelos de previsão da dureza foram propostos para materiais maciços e revestidos (por exemplo: Jönsson e Hogmark, 1984; Burnett e Rickerby, 1987).

1.2. ULTRAMICRODUREZA E NANODUREZA

O desenvolvimento de novos materiais e a crescente aplicação de revestimentos de fraca espessura cria restrições à aplicação dos ensaios de dureza clássicos. A limitação das cargas máximas aplicáveis e, conseqüentemente, a reduzida dimensão das indentações, difíceis de medir pelos meios clássicos, constituem as principais dificuldades. Estas restrições motivaram nos últimos anos o crescente desenvolvimento das técnicas e equipamentos de dureza (por exemplo: Loubet *et al.*, 1984; Stone *et al.*, 1988; Li e Bhushan, 2002).

Os equipamentos dinâmicos de ensaio de dureza (DSI – “*Depth Sensing Indentation*”) representam um dos progressos mais marcantes do desenvolvimento deste tipo de ensaio. Estes permitem aplicar a carga, fazendo a sua medição em simultâneo com os deslocamentos, e têm sensibilidade para medir profundidades de indentações apenas com alguns nanómetros. Com base nestas medições é possível efectuar o traçado da curva de carga-descarga respeitante a cada ensaio, que permite ter acesso ao valor da área de contacto, necessária para calcular a dureza (equação (2.1)), dispensando a visualização para medição do tamanho da indentações. Além disso, com base nas curvas de carga-descarga é também possível determinar o módulo de elasticidade. A interpretação das curvas de carga-descarga permite ainda estudar as energias envolvidas no processo de indentações, definidas pelas áreas sob a curva de carga-descarga (por exemplo: Loubet *et al.*, 1986).

A principal dificuldade relacionada com a determinação das propriedades mecânicas nos ensaios dinâmicos de dureza reside na correcta avaliação da área de contacto da indentações. A área de contacto e, naturalmente, os resultados das propriedades mecânicas dependem de forma sensível das geometrias do indentador e da superfície das indentações. As geometrias de indentador normalmente utilizadas em ultramicro e nanodureza são a Berkovich, a Vickers e a esférica. A geometria Berkovich, piramidal de base triangular, apresenta vantagens relativamente às duas restantes quando as cargas aplicadas são de valor pequeno, dado que é menos susceptível de apresentar desvios em relação à ideal. A pirâmide Vickers, de base quadrangular, apresenta geralmente um desvio geométrico na sua ponta, designado “*offset*”, que obriga à sua calibração. A geometria esférica proporciona um contacto inicial homogéneo e puramente elástico. Contudo, para cargas pequenas de indentações em materiais com dureza elevada, resulta difícil a definição precisa da área de contacto da indentações.

A precisão das propriedades mecânicas depende também de forma sensível da correcta avaliação do valor da complacência do equipamento. Esta representa, de algum modo, o inverso da rigidez do sistema de aplicação de carga. Infelizmente, a determinação da complacência do equipamento apresenta-se como uma das maiores dificuldades do ensaio (Van Vliet *et al.*, 2004). A deriva térmica e eventuais erros na detecção do contacto do indentador com a superfície da amostra são também aspectos a ter em conta, quando se utiliza o ensaio dinâmico de dureza, na caracterização mecânica dos materiais. A importância da correcção da deriva térmica nos resultados das propriedades mecânicas depende do tipo de equipamento utilizado e do material testado (por exemplo: Simões *et al.*, 2002). Além disso, a curva de carga-descarga depende de forma sensível da detecção do contacto do indentador com a superfície da amostra, que se não for eficiente introduz um erro no valor da profundidade do primeiro ponto de medida que se repercute em toda a curva. A dificuldade em obter valores precisos para o primeiro ponto de carga aumenta com o aumento da rugosidade da superfície da amostra (por exemplo: Antunes *et al.*, 2002). No caso dos materiais compósitos, as questões relacionadas com a utilização do ensaio de dureza são ainda maiores, dado que a resposta destes materiais à indentação é uma função complexa das propriedades elásticas e plásticas do revestimento e do substrato.

Apesar das dificuldades envolvidas na realização dos ensaios dinâmicos de dureza, após longa discussão na comunidade científica, alguns parâmetros e procedimentos de ensaio foram normalizados com a elaboração, em 2002, da Norma Europeia ISO 14577 (2002).

1.3. ESTUDO DA CURVA DE CARGA-DESCARGA

A curva obtida no ensaio dinâmico de dureza, designada por curva de carga-descarga, representa a relação existente entre a carga aplicada e a profundidade de indentação registada durante o ensaio. É constituída por uma fase de carga seguida de uma fase de descarga. Entre as fases anteriores pode ainda existir um estágio de manutenção à carga máxima, cuja principal finalidade é estabilizar a deformação induzida durante a carga. Igualmente, é comum a realização de um estágio durante a fase de descarga, à última carga ou a uma carga relativamente pequena. Este período de manutenção tem por finalidade possibilitar a correcção da deriva térmica do equipamento (por exemplo: Antunes *et al.*, 2002).

A figura 2.2 apresenta uma curva de carga-descarga típica de um material elastoplástico. Na figura são indicadas as duas profundidades de indentação características, à carga máxima, $h_{máx}$, e a residual após descarga, h_f . No caso dos materiais com comportamento puramente elástico, não se regista deformação plástica após descarga, sendo a profundidade de indentação residual, h_f , igual a zero. Nos materiais com comportamento rígido-plástico, as profundidades de indentação, à

carga máxima e residual após descarga, são iguais devido à ausência de recuperação elástica durante a descarga.

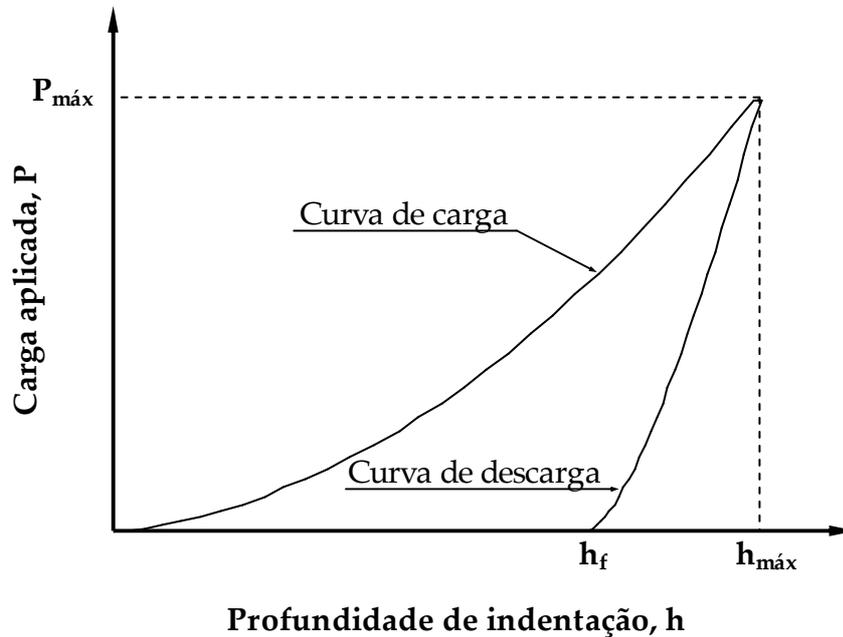


Figura 2.2 Curva de carga-descarga de um material elastoplástico obtida num ensaio dinâmico de dureza.

Nos finais do século XIX, Hertz (1882) estudou o problema do contacto entre um corpo rígido e a superfície de um corpo com comportamento elástico. No seu estudo, desenvolveu um método de análise para o contacto elástico entre duas superfícies esféricas de raio constante, mas diferente, o que permitiu considerar a deformação elástica de corpos não rígidos. Mais tarde, a solução proposta por Hertz, foi utilizada para derivar soluções para os indentadores de geometria cilíndrica e cónica (Love, 1929 e 1939). No entanto, só posteriormente foi estabelecida a solução analítica para o problema do contacto entre um indentador cilíndrico rígido de fundo plano e a superfície de um corpo com comportamento elástico. A expressão proposta, que relaciona a carga aplicada com a profundidade de indentação, foi (Sneddon, 1948 e 1965):

$$P = \frac{2E}{(1-\nu^2)} ah_e, \quad (2.2)$$

em que P é a carga aplicada, h_e é a deflexão elástica da superfície do material, a é o raio de contacto, E é o módulo de elasticidade e ν o coeficiente de Poisson.

No caso de materiais com comportamento elastoplástico o estudo da relação entre a carga aplicada, P , e a profundidade de indentação, h , é ainda hoje um problema bastante complexo. A difícil abordagem teórica do problema levou a que várias aproximações baseadas em estudos experimentais fossem propostas (por exemplo: Fröhlich *et al.*, 1977; Newey *et al.*, 1982; Johnson, 1985; Loubet *et al.*, 1986).

Neste contexto, considerando a importante informação que as curvas de carga-descarga disponibilizam para a compreensão do processo de indentação, é oportuno efectuar um estudo mais detalhado deste assunto.

1.3.1. CURVA DE CARGA

No estudo das curvas de carga-descarga, produzidas nos ensaios de dureza com indentadores de geometria cónica e piramidal, a curva de carga é habitualmente aproximada pela expressão (por exemplo: Lundberg, 1974; Larsson *et al.*, 1996; Cheng e Cheng, 1998; Malzbender e de With, 2000; Shan e Sitaraman, 2003; Mata e Alcalá, 2004):

$$P = k_1 h^2. \quad (2.3)$$

Nesta equação, habitualmente designada de lei de Kick (Kick, 1885), P é carga aplicada, h é a profundidade de indentação e k_1 é um factor geométrico, independente da carga aplicada (Fröhlich *et al.*, 1977; Suresh *et al.*, 1999).

A utilização da equação (2.3) na descrição das curvas de carga experimentais mostra a existência de desvios, particularmente para cargas máximas de valor pequeno. As discrepâncias foram relacionadas com a geometria imperfeita do indentador, que promove a alteração das condições de similaridade geométrica a pequenas profundidades (Oliver e Pharr, 1992; Hay e Pharr, 2000). As limitações da equação (2.3) em descrever a curva de carga, foram também atribuídas ao efeito designado de sensibilidade à profundidade de indentação, ISE (“*Indentation Size Effect*”) (por exemplo: Atkinson, 1991; McElhaney *et al.*, 1998; Swadener *et al.*, 2002). Nos finais do século XX foi observado que para cargas inferiores a 1 N o valor do expoente da equação da curva de carga surgia tipicamente inferior a 2, independentemente das condições de ensaio (Yost, 1983). Este facto foi posteriormente confirmado em vários estudos utilizando diferentes condições e geometrias de indentador, no ensaio dos mais diversos materiais (Ion *et al.*, 1990; Dwyer-Joyce *et al.*, 1998; Gong *et al.*, 1999; Kim e Kim, 2002; Zeng e Chiu, 2001; Andrews *et al.*, 2002; Xin Ma *et al.*, 2003).

Ao longo dos anos, diversas equações empíricas foram propostas para a curva de carga (por exemplo: Meyer, 1908; Fröhlich *et al.*, 1977; Ghosh *et al.*, 2003). Recentemente, o estudo das expressões propostas na bibliografia para descrever a curva de carga do ensaio de dureza mostrou que a equação proposta por Meyer

(1908), designada de lei de Meyer, era aquela que melhor descrevia o comportamento da generalidade dos materiais (Attaf, 2004). A lei de Meyer considera que a carga aplicada está relacionada com a profundidade de indentação através de:

$$P = k_2 h^q, \quad (2.4)$$

em que k_2 é um factor idêntico a k_1 na equação (2.3) e q é o coeficiente de sensibilidade à profundidade de indentação; para $q=2$ não há sensibilidade à profundidade de indentação. O facto da equação (2.4) não obrigar a que o expoente da profundidade de indentação, q , seja igual a 2 permite uma descrição da curva de carga melhor em relação à equação (2.3).

Originalmente, a equação (2.4) foi estabelecida para o caso de indentadores esféricos, contudo, estudos posteriores confirmaram a sua aplicabilidade a indentadores de geometria cónica e piramidal (por exemplo: Rother *et al.*, 1998; Hermann *et al.*, 2001).

1.3.2. CURVA DE DESCARGA

Um dos primeiros estudos sobre a curva de descarga foi efectuado por Stillwell e Tabor (1961). A investigação desenvolvida centrou-se no estudo da recuperação elástica após descarga de indentações produzidas por indentadores cónicos em materiais com comportamento elastoplástico. A observação das indentações residuais mostrou que estas mantinham a forma geral do indentador, embora distorcidas devido à recuperação elástica do material. Neste contexto, conhecida a solução elástica para a geometria de indentador (por exemplo: equação (2.2)) a deformação plástica pode ser separada da elástica. Stillwell e Tabor (1961) observaram também que o raio de contacto, entre o material da amostra e um indentador cónico, permanecia inalterado após sucessivos ciclos de carga-descarga. Deste modo, foi sugerido que com base nas curvas de descarga também se poderia efectuar a determinação do módulo de elasticidade.

A figura 2.3 apresenta a curva de descarga de um material com comportamento elastoplástico obtida com um indentador Vickers, e as soluções elásticas correspondentes aos indentadores plano e cónico. A figura mostra que na fase inicial da descarga existe coincidência entre as curvas associadas às três geometrias de indentador. De facto, o estudo das curvas de descarga mostrou que o declive da recta ajustada à parte inicial da curva de descarga (ou seja a rigidez), era o mesmo para as três curvas. Deste modo foi sugerido que a equação (2.2) pode ser aplicada a qualquer geometria de indentador (Loubet *et al.*, 1986).

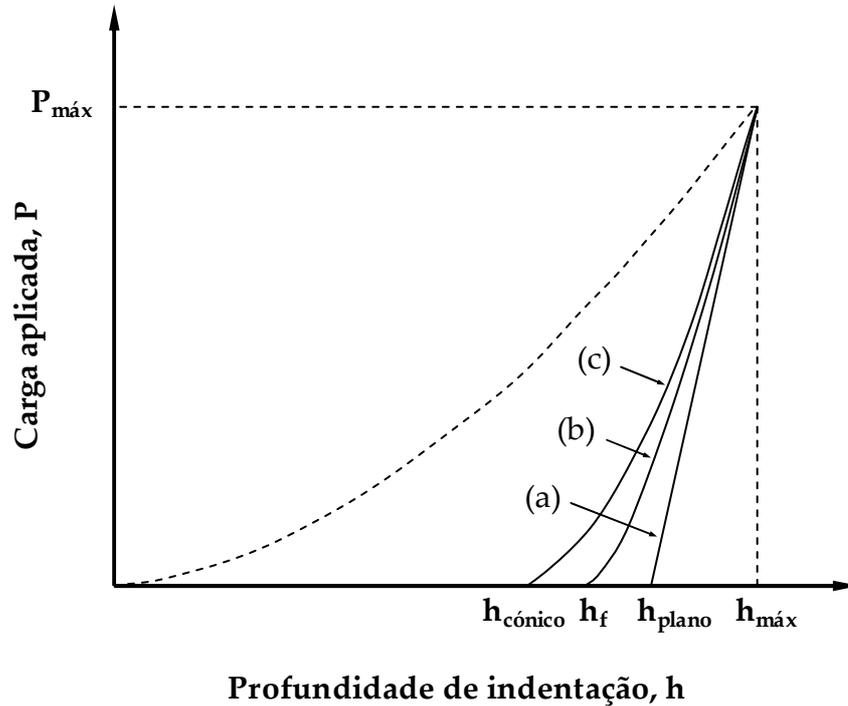


Figura 2.3 Curva de descarga de um material elastoplástico. (a) Solução elástica correspondente a um indentador plano circular a actuar numa superfície de um corpo com comportamento elástico. (b) Curva experimental obtida com um indentador Vickers. (c) Solução elástica correspondente a um indentador cônico numa superfície de um corpo com comportamento elástico. (Adaptado de Loubet *et al.* (1986))

1.3.2.1. MÓDULO DE ELASTICIDADE

O declive da curva de descarga, dP/dh , avaliado à carga máxima, pode ser obtido derivando a equação (2.2), em ordem à profundidade de indentação. Sendo A a área de contacto da indentação ($A = \pi a^2$, no caso de um indentador plano de geometria circular ou cônica), obtém-se a relação seguinte entre o declive da curva à carga máxima e o módulo de elasticidade:

$$\frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_R \sqrt{A}, \quad (2.5)$$

em que $E_R = E/(1-\nu^2)$ é designado de módulo de elasticidade reduzido do material (Tabor, 1948; Stillwell e Tabor, 1961; Johnson, 1985). O declive da curva de descarga à carga máxima representa a sua rigidez, $S = dP/dh$. O inverso da rigidez designa-se por complacência, $C = 1/S$, e representa a capacidade de deformação elástica do sistema, relativamente à carga aplicada. Em consequência da rigidez finita do material do indentador, o módulo de elasticidade reduzido, E_R , contém também informação referente à deformação elástica do material do indentador. Então, é habitual considerar:

$$\frac{1}{E_R} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i}, \quad (2.6)$$

em que E e ν são o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson, respectivamente, do material da amostra, e o índice i corresponde às propriedades do material do indentador.

Além disso, a complacência avaliada no ensaio, C , é considerada a soma de duas parcelas, uma relativa à amostra e outra ao equipamento de ensaio (Oliver e Pharr, 1992):

$$C = C_a + C_e, \quad (2.7)$$

em que C_a e C_e são a complacência dos materiais da amostra e do equipamento, respectivamente.

No caso de indentações de grande dimensão, realizadas em materiais com elevado módulo de elasticidade, uma parte significativa da complacência total corresponde à complacência do equipamento (Oliver e Pharr, 1992). Neste contexto, o conhecimento preciso da complacência do equipamento de ensaio representa um dos factores fundamentais na determinação do módulo de elasticidade. A equação (2.5) reescrita em função dos dois termos da complacência, tem a forma:

$$C = C_e + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_R} \frac{1}{\sqrt{A}}. \quad (2.8)$$

A equação (2.8) mostra uma relação de proporcionalidade entre a complacência, C , e o inverso da raiz quadrada da área de contacto da indentação, A . A sua representação para um dado material, isto é para um módulo de elasticidade constante, permite obter, por extrapolação, o valor de complacência do equipamento de ensaio: $C = C_e$ quando $(1/\sqrt{A}) \rightarrow 0$ (Doerner e Nix, 1986).

Bulychev *et al.* (1975) mostraram que apesar das equações (2.5) e posteriormente (2.8) terem sido originalmente obtidas para a geometria cónica, não se registam desvios significativos na previsão do módulo de elasticidade com indentadores esféricos e cilíndricos. Posteriormente, Pharr *et al.* (1992) concluíram que a equação (2.8) pode ser aplicada a qualquer geometria de indentador que possa ser descrita como um sólido de revolução. King (1987), recorrendo ao método dos elementos finitos estudou os efeitos elásticos do contacto com indentadores planos de geometria diferente da circular, nomeadamente a quadrada e a triangular. Os resultados do módulo de elasticidade, sistematicamente sobreavaliados, sugeriram a inclusão de um coeficiente de correcção, β , na equação (2.8) para considerar o efeito da geometria do indentador:

$$C = C_e + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_R} \frac{1}{\sqrt{A}} \frac{1}{\beta}, \quad (2.9)$$

em que os valores encontrados para β foram 1.012 e 1.034, para os indentadores planos de geometria quadrada e triangular, respectivamente (King, 1987).

Hendrix (1995), notando que a distribuição da tensão para a deformação elástica com um indentador plano não era representativa da obtida no problema real, envolvendo deformações elastoplásticas, sugeriu um β de 1.0055 e 1.0226 para os indentadores Vickers e Berkovich, respectivamente. Giannakopoulos *et al.* (1994) com base nos resultados da simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza, observaram uma dependência do coeficiente β em relação ao coeficiente de Poisson do material. No caso do indentador Vickers, este coeficiente de correcção foi relacionado com o coeficiente de Poisson do material, ν , através de:

$$\beta = 1.1784(1 - 0.1655\nu - 0.1737\nu^2 - 0.1862\nu^3). \quad (2.10)$$

Para um coeficiente de Poisson de 0.3, β é igual a 1.096.

Posteriormente, Hay *et al.* (1999) recorrendo ao método dos elementos finitos e a métodos analíticos, estudaram o problema da indentação de uma superfície elástica com um indentador cónico rígido. Os resultados obtidos confirmaram a necessidade de incluir o factor de correcção β na equação (2.8) de modo a considerar os deslocamentos radiais do material na zona da indentação. A aproximação analítica para o factor de correcção β , obtida com a solução elástica de Sneddon (1965), é expressa por (Hay *et al.*, 1999):

$$\beta = \pi \frac{\left[\frac{\pi}{4} + 0.1548 \cot g \phi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right]}{\left[\frac{\pi}{2} - 0.8312 \cot g \phi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right]^2}, \quad (2.11)$$

em que ϕ é o semi-ângulo apical do indentador e ν o coeficiente de Poisson do material. Para um semi-ângulo apical igual a 70.3° , a área de contacto da indentação produzida pelo indentador cónico é igual à produzida por um indentador Vickers ou Berkovich à mesma profundidade (por exemplo: Min *et al.*, 2004). Neste caso, para um coeficiente de Poisson de 0.3, β é igual a 1.067.

Recentemente, com base nos resultados da simulação numérica do ensaio de dureza de materiais com diferentes propriedades mecânicas, utilizando indentadores cônicos com semi-ângulo apical de 68° , foram sugeridos novos valores para o coeficiente β (Cheng e Cheng, 1998 e 1999). Um β igual a 1.085 foi sugerido para

materiais encruáveis e não encruáveis, independentemente do valor da razão entre o módulo de elasticidade e a tensão limite de elasticidade (Cheng e Cheng, 1998). Posteriormente, foi sugerido um β igual a 1.05 apenas para os materiais não encruáveis, independentemente do coeficiente de Poisson do material e da razão entre o módulo de elasticidade e a tensão limite de elasticidade (Cheng e Cheng, 1999). Em virtude da incoerência entre estes dois valores de β , no caso dos materiais não encruáveis, fica por esclarecer qual deles proporciona a melhor correcção. Também, Bolshakov e Pharr (1998) na simulação numérica do ensaio de dureza de materiais com diferente valor da razão entre o módulo de elasticidade e a tensão limite de elasticidade, utilizando indentadores cónicos (ângulo apical de 70.3°), encontraram um valor de β igual a 1.07. A diversidade de valores para o coeficiente β criou a natural dificuldade em eleger um valor único aplicável a todos os materiais. No entanto, existe a certeza de que deve ser considerado, e que terá um valor superior à unidade.

1.3.2.2. COMPLACÊNCIA

Na década de 80 do século passado, Doerner e Nix (1986) sugeriram um método para determinar a complacência com base na curva de descarga. Na sua base estava o pressuposto de que a parte inicial da curva de descarga, da maioria dos metais, apresentava um comportamento linear, podendo deste modo ser descrita pela teoria elástica do punção plano (figura 2.3) (Doerner e Nix, 1986). O declive da recta ajustada aos primeiros pontos da descarga fornece uma medida directa da rigidez do sistema, ou seja, do inverso da complacência. Contudo, é hoje largamente aceite o facto da parte inicial da curva de descarga, na maioria dos materiais, não apresentar comportamento linear, especialmente no caso de revestimentos com elevada dureza. Nestes casos, o declive da curva de descarga diminui progressivamente desde o início, devido à forte recuperação elástica do material.

Oliver e Pharr (1992), com base nos estudos de Loubet *et al.* (1984) e Doerner e Nix (1986), desenvolveram um procedimento, independente da teoria elástica do punção plano, que permite determinar a recuperação elástica do material no início da descarga, ou seja a complacência. A observação das curvas de descarga experimentais de diferentes materiais mostrou que estas, de um modo geral, são bem descritas por uma lei de potência do tipo (Oliver e Pharr, 1992):

$$P = K_1(h - h_f)^m, \quad (2.12)$$

em que h_f é a profundidade de indentaç o residual ap s descarga, m e K_1 s o coeficientes obtidos no ajuste da curva de descarga. O valor do declive inicial da

curva de descarga é obtido derivando a equação da curva ajustada em ordem à profundidade de indentação e determinando o seu valor à carga máxima.

A figura 2.4 apresenta a evolução da rigidez do tungsténio, determinada com o método linear proposto por Doerner e Nix (1986), considerando nos ajustes diferentes fracções da curva de descarga, e pela equação (2.12), considerando a totalidade da curva de descarga. No estudo experimental realizado por Oliver e Pharr (1992), os materiais foram sujeitos a ciclos de ensaio à carga máxima, constituídos por sucessivas cargas e descargas, com o objectivo de estabilizar a deformação plástica induzida durante a fase de carga. A aplicação deste tipo de metodologia permitiu que os deslocamentos recuperados durante a descarga fossem apenas elásticos, evitando assim imprecisões na avaliação das propriedades elásticas (Oliver e Pharr, 1992). Os resultados da rigidez determinados no ajuste linear são fortemente influenciados pela fracção da curva de descarga considerada no ajuste, assim como pela realização ou não de vários ciclos de carga-descarga. A rigidez determinada com a equação (2.12) depende também da realização ou não de ciclos de carga-descarga.

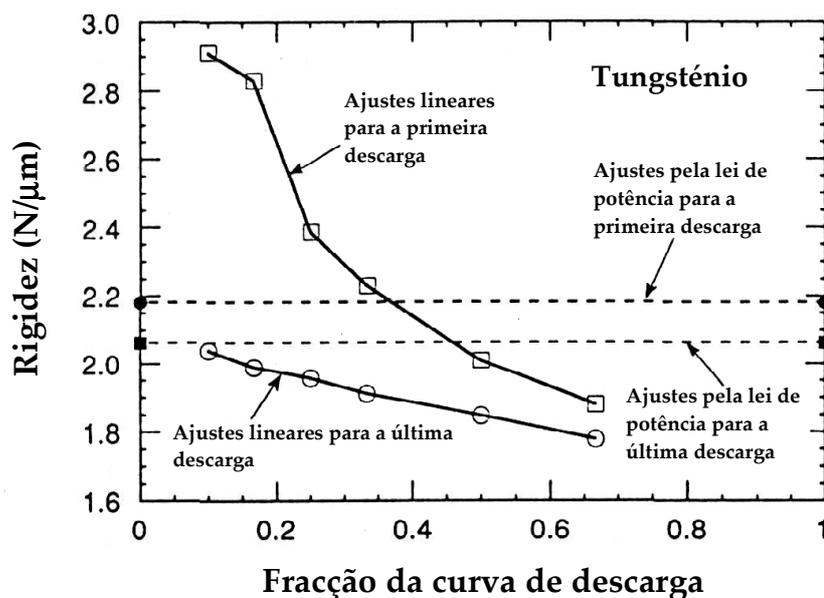


Figura 2.4 Rigidez do tungsténio avaliada pelo ajuste linear a diferentes fracções da curva de descarga e pelo ajuste da equação (2.12) à sua totalidade. Foram consideradas a primeira e a última curva de descarga após vários ciclos de carga-descarga). (Adaptado de Oliver e Pharr (1992))

No ensaio experimental de dureza de diversos materiais utilizando um indentador Berkovich, Oliver e Pharr (1992) obtiveram para o expoente m da equação (2.12) valores compreendidos entre 1.2 e 1.6. No entanto, contrariamente ao esperado, não se aproximaram de 2, valor previsto para um indentador de geometria parabólica de revolução (Sneddon, 1965). Procurando resposta para este facto, Pharr

e Bolshakov (2002) estudaram a curva de descarga utilizando o conceito denominado de geometria efectiva do indentador.

A definição do conceito de geometria efectiva do indentador resultou do estudo da evolução da geometria das indentações durante a descarga, obtidas na simulação numérica bidimensional do ensaio de dureza de materiais não encruáveis, utilizando indentadores cónicos, na ausência de atrito (Pharr e Bolshakov, 2002). No estudo realizado, foi observado que durante a fase de carga, em que deformação elástica e plástica ocorrem simultaneamente, a geometria da indentação apresenta perfeita correspondência com a do indentador (figura 2.5 (a)). Contudo, durante a fase de descarga a recuperação elástica altera a geometria da indentação residual, apresentando esta uma forma convexa (figura 2.5 (b)), cuja curvatura é tanto mais pronunciada quanto menor for o valor da razão entre o módulo de elasticidade e a dureza do material. Além disso, durante uma nova fase de carga, apenas foi observada deformação elástica, correspondente à componente recuperada durante a descarga anterior. Nesta segunda fase de carga, o valor da área de contacto apresenta um aumento gradual, atingindo o seu máximo à carga máxima, ou seja, apresentando o comportamento inverso do observado durante a descarga (figura 2.5 (c)).

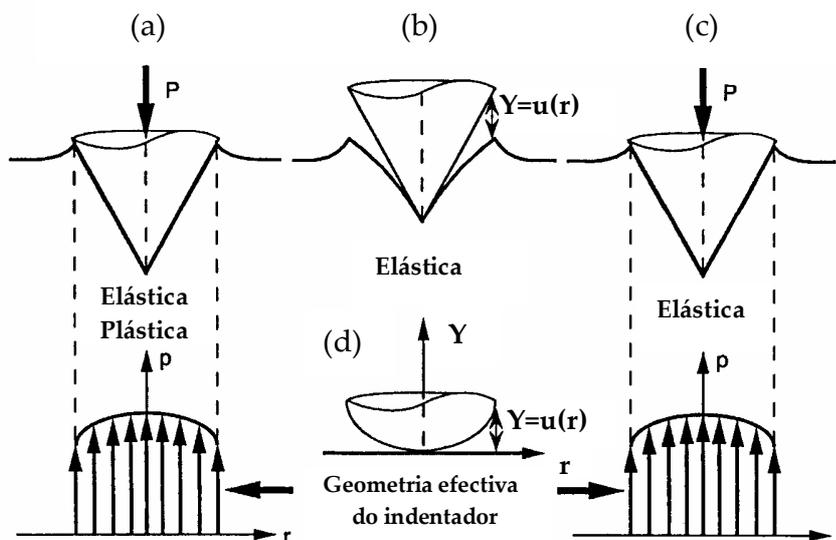


Figura 2.5 Definição da geometria efectiva do indentador. (a) Fase de carga. (b) Fase de descarga. (c) Segunda fase de carga. (d) Geometria efectiva do indentador. (Adaptado de Pharr e Bolshakov (2002))

Neste contexto, a ideia de base do conceito de geometria efectiva do indentador foi a de considerar a distorção elástica sofrida pela superfície de contacto entre o material e um indentador cónico, através de uma geometria equivalente, à qual fossem facilmente aplicáveis as leis do contacto elástico. Resumindo, a geometria equivalente é aquela que produz um deslocamento elástico numa

superfície plana igual ao provocado por um indentador cónico durante a fase de descarga (figura 2.5 (d)). O conceito de geometria efectiva do indentador é expresso analiticamente por (Pharr e Bolshakov, 2002):

$$Y = u(r), \quad (2.13)$$

em que Y é a distância vertical entre o indentador cónico e a superfície deformada após descarga, a qual é função da distância radial, r , medida na horizontal desde o eixo do indentador até à superfície da indentação residual (figura 2.5 (b) e (d)).

A equação (2.13), que depende de modo sensível das propriedades elásticas e plásticas dos materiais, representa geralmente a geometria de um perfil de curvatura suave. Com base nos resultados obtidos na simulação numérica do ensaio de dureza de diferentes materiais, foi estabelecida a seguinte aproximação para a geometria efectiva do indentador (Pharr e Bolshakov, 2002):

$$Y = Wr^v, \quad (2.14)$$

em que W e v são parâmetros obtidos no ajuste da representação da distância vertical, Y , em função da distância radial, r . O expoente v apresenta um intervalo de variação entre 2 e 6, função das propriedades mecânicas do material (Pharr e Bolshakov, 2002).

Sneddon (1965) mostrou que para o caso de uma indentação elástica produzida por um indentador rígido axissimétrico, cuja geometria possa ser descrita por uma lei de potência do tipo da equação (2.14), a carga aplicada e a profundidade de indentação estão relacionadas por:

$$P = \frac{2E_R}{(\sqrt{\pi}W)^{1/v}} \left(\frac{v}{v+1} \right) \left[\frac{\Gamma(v/2+1/2)}{\Gamma(v/2+1)} \right]^{1/v} h_e^{1+1/v}, \quad (2.15)$$

em que Γ é a função factorial gama, E_R é o módulo de elasticidade reduzido e h_e a deflexão elástica da superfície do material. A comparação das equações (2.12) e (2.15) permitiu relacionar os expoentes v e m , através de (Pharr e Bolshakov, 2002):

$$m = 1 + 1/v, \quad (2.16)$$

em que m e v são os expoentes das equações (2.12) e (2.14), respectivamente. A equação (2.16) permite concluir que o expoente m se situa entre cerca de 1.2 e 1.5, para o intervalo de variação do expoente v (2 a 6). Estes resultados aproximam-se dos obtidos por Oliver e Pharr (1992) (1.2 a 1.6) no ensaio experimental de diferentes materiais.

Em consequência da evolução dos equipamentos dinâmicos de dureza foi possível estabelecer uma nova metodologia de determinação da complacência do contacto. A técnica emergente, usualmente designada por medição contínua da rigidez (CSM – “*Continuous Stiffness Measurements*”), consiste na avaliação contínua da complacência durante a fase de carga do ensaio, através da imposição de uma oscilação dinâmica na força (ou deslocamento) e medindo através de um amplificador a resposta do sistema em termos de deslocamento (ou força). O estudo das duas componentes da resposta do sistema, em fase e em oposição de fase relativamente à excitação, permite efectuar a avaliação da rigidez do contacto como uma função contínua da profundidade de indentação (Pethica e Oliver, 1987; Pethica e Oliver, 1989; Oliver e Pharr, 1992; Lucas *et al.*, 1998).

A utilização da técnica CSM permite determinar com precisão a rigidez mesmo a pequenas profundidades de indentação, facto que representa uma importante vantagem quando se trata da caracterização mecânica de revestimentos finos. No caso de materiais não homogêneos, onde as propriedades mecânicas variam com a profundidade de indentação, a medição contínua da rigidez permite também efectuar a sua caracterização mecânica. A utilização de frequências elevadas na oscilação da força (ou deslocamento) permite igualmente reduzir o efeito de deriva térmica. Por outro lado, a técnica CSM permite utilizar o ensaio de dureza para avaliar o comportamento à fadiga de revestimentos finos. Esta última aplicação é consequência da sensibilidade apresentada pelo valor da rigidez do contacto ao aparecimento de dano nos revestimentos.

A determinação da rigidez do contacto entre o indentador e o corpo deformável requer a compreensão da resposta dinâmica do sistema de indentação. A figura 2.6 apresenta esquematicamente o modelo dinâmico deste sistema.

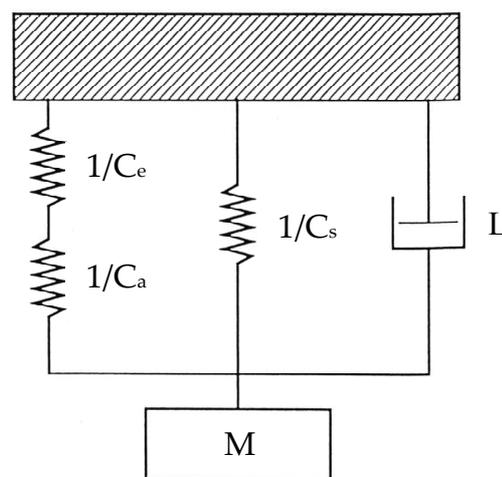


Figura 2.6 Modelo dinâmico do sistema de indentação.

As componentes relevantes do sistema representado na figura são a massa do indentador, M , a rigidez do material da amostra, $S_a = 1/C_a$, a rigidez do suporte do indentador, $S_s = 1/C_s$, (termo geralmente desprezado, consequência do seu baixo valor) a rigidez do braço de carga, $S_e = 1/C_e$, e o coeficiente de amortecimento, L , relativo ao ar armazenado nas folgas do sensor de deslocamento (ou força).

O estudo do sistema dinâmico da figura 2.6 necessita do conhecimento das constantes C_e , C_s e L . A complacência C_s , e o coeficiente de amortecimento L , são determinados na condição em que não existe contacto entre indentador e o corpo a testar ($1/C = 0$). A imposição de uma oscilação dinâmica na força durante a fase de carga, do tipo:

$$P = P_{os} \exp(i\omega t), \quad (2.17)$$

conduz a uma resposta do indentador em termos de deslocamento:

$$h(\omega) = h_o \exp(i\omega t + \varphi), \quad (2.18)$$

em que P_{os} é a amplitude da força, $h(\omega)$ é a amplitude do deslocamento resultante que é função da frequência de oscilação, ω . t é o tempo e φ é o ângulo de fase entre os sinais da força e do deslocamento. A rigidez e, consequentemente, a complacência do contacto pode então ser avaliada, através de (Oliver e Pharr, 1992):

$$\left| \frac{P_{os}}{h(\omega)} \right| = \sqrt{[(C_a + C_e)^{-1} + S_s - M\omega^2]^2 + \omega^2 L^2}, \quad (2.19)$$

ou alternativamente através da expressão do ângulo de fase entre os sinais da força aplicada e do deslocamento induzido:

$$\text{tg}(\varphi) = \frac{\omega L}{(C_a + C_e)^{-1} + S_s - M\omega^2}. \quad (2.20)$$

A aplicação das expressões anteriores necessita do conhecimento da complacência do equipamento (braço de carga), C_e . A metodologia mais usual de avaliação da complacência, C_e , utiliza a equação (2.8). A complacência do sistema C , é uma função linear da área de contacto, A , quando avaliada a diferentes profundidades máximas de indentação, em ensaios de dois materiais de referência com módulo de elasticidade constante, um duro e outro macio (por exemplo: sílica e alumínio (Oliver e Pharr, 1992) ou sílica e tungsténio (Meneve *et al.*, 1996)). A intercepção da recta obtida com o eixo das complacências fornece uma medida directa da complacência do

equipamento. Contudo, a definição de um valor único de complacência C_e , característica de um determinado equipamento, surge na maioria das vezes problemática. A experiência proveniente da utilização do método anterior mostrou que os valores da complacência do equipamento surgem em alguns casos bastante imprecisos. Efectivamente, as imprecisões intrínsecas ao ensaio de dureza, como sejam as imperfeições geométricas do indentador, e o tipo de geometria das indentações (formação de lábio ou afundamento dos bordos), condicionam os resultados da área de contacto e conseqüentemente o valor determinado da complacência do equipamento.

Num estudo recente, Oliver e Pharr (2004) propuseram um outro método de determinação da complacência do equipamento. A metodologia proposta, independente da área de contacto da indentação, considera a relação entre a razão da carga aplicada pelo quadrado da rigidez, P/S^2 , e a razão da dureza pelo quadrado do módulo de elasticidade reduzido, H/E_R^2 (deduzida a partir das equações (2.1) e (2.8)):

$$\frac{P}{S^2} = \frac{\pi}{4} \beta^2 \frac{H}{E_R^2}. \quad (2.21)$$

A representação da razão P/S^2 (em que $1/S = C = C_a + C_e$) em função da profundidade máxima de indentação será linear e paralela ao eixo das profundidades, quando for correcto o valor introduzido para a complacência do equipamento, C_e . Esta metodologia apresenta também uma importante limitação relacionada com o valor da dureza, que contrariamente ao módulo de elasticidade, depende da profundidade máxima de ensaio.

Van Vliet *et al.* (2004) sugeriram uma outra metodologia de determinação da complacência do equipamento de ensaio. A complacência do equipamento, C_e , é considerada função da taxa de carregamento $\dot{P} = dP/dt$, da carga máxima, $P_{m\acute{a}x}$, e do tempo de manutenção à carga máxima, t_m . O procedimento consiste na realização de múltiplos ciclos de carga-descarga, em regime elástico, utilizando um indentador plano de geometria circular. O indentador plano é colado ao corpo de prova, de forma a eliminar o amortecimento entre as superfícies. De modo a considerar diferentes condições de ensaio, testam-se vários perfis de carga, no que diz respeito à taxa de carga, à carga máxima aplicada e ao tempo de manutenção à carga máxima. Após estudos com diversas combinações dos parâmetros de ensaio, são ajustadas duas rectas à representação dos valores da complacência determinados nas fases de carga e descarga, em função da carga máxima. As ordenadas na origem das rectas representam os valores médios da complacência do equipamento, nas duas direcções de carga (carga e descarga, respectivamente). A principal vantagem desta metodologia reside na sua independência relativamente aos algoritmos utilizados para relacionar a resposta do material à indentação com as suas propriedades mecânicas. No entanto, a complacência determinada na fase de carga é ligeiramente

superior à obtida na descarga. Por outro lado, a complacência apresenta sensibilidade em relação à carga máxima atingida nos ensaios. A divergência nos valores de complacência relativos a cada uma das fases do ciclo de carga-descarga foi justificada pela influência da direcção de aplicação de carga no comportamento da estrutura do equipamento de ensaio (Van Vliet *et al.*, 2004).

2. ESTUDO DESENVOLVIDO

2.1. MODELAÇÃO DO ENSAIO DE DUREZA

O ensaio de dureza é muito utilizado na caracterização mecânica de materiais maciços e revestidos, devido à simplicidade da sua realização. Contudo, deverão ter-se em conta alguns cuidados, quando se pretende obter valores precisos das propriedades mecânicas. Para tal, é necessário possuir um bom conhecimento do processo de indentação.

A aplicação do método dos elementos finitos na simulação numérica do ensaio de dureza permitiu o estudo e a compreensão de aspectos que experimentalmente eram de análise difícil ou mesmo impossível. Nos últimos anos, registou-se um desenvolvimento significativo de programas de elementos finitos para a simulação numérica de processos envolvendo grandes deformações plásticas, nomeadamente do ensaio de dureza (por exemplo: Bhattacharya e Nix, 1988; Murakami e Yuang, 1992; Laursen e Simo, 1992; Bolshakov *et al.*, 1996; Bolshakov e Pharr, 1998; Taljat e Pharr, 1998; Pharr e Bolshakov, 2002; He e Veprek, 2003). A maioria dos estudos utiliza modelações bidimensionais do ensaio de dureza com indentadores axissimétricos, cónicos e esféricos, não considerando muitas vezes a existência de atrito, no contacto entre o indentador e o corpo deformável. Por outro lado, os programas de cálculo utilizados na simulação numérica, geralmente comerciais, apresentam um carácter generalista que, nalguns casos, limita os estudos realizados.

No presente trabalho o método dos elementos finitos foi utilizado para efectuar a simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers. O programa de elementos finitos utilizado, HAFILM, cujas siglas são a abreviatura de "*Hardness in thin Films*", foi desenvolvido no Centro de Engenharia Mecânica da Universidade de Coimbra, especificamente para simular este tipo de ensaio. Na sua base está um modelo mecânico que considera que o processo de indentação decorre no domínio das grandes transformações elastoplásticas. O modelo constitutivo do material permite utilizar o critério de plasticidade anisotrópico de Hill (1948) com encruamento isotrópico, definido pela lei de Swift (1952). No presente estudo foi utilizado o critério de plasticidade isotrópico de Von Mises, que constitui um caso particular do critério de Hill. O contacto com atrito entre o indentador e a amostra é simulado recorrendo à lei de Coulomb. De forma a possibilitar o tratamento simultâneo do problema da deformação e do contacto com atrito é aplicado o método do Lagrangeano aumentado. O problema assim formulado é contínuo e

diferenciável. Na sua resolução utiliza-se um algoritmo totalmente implícito, que permite resolver num único ciclo iterativo as não-linearidades relacionadas com o contacto com atrito e com o comportamento elastoplástico do material (Menezes e Teodosiu, 2000). O programa HAFILM comporta interfaces com programas de pré e pós-tratamento de dados, malhadores e interfaces gráficas, respectivamente. Em virtude do presente trabalho não se centrar no desenvolvimento do referido programa, apresentam-se de forma breve, no Anexo I, os principais aspectos relacionados com a sua formulação.

A seguir, apresentam-se as modelações da geometria dos indentadores e das malhas de elementos finitos, efectuadas no presente estudo. O contacto com atrito entre o indentador e o corpo deformável é também tratado.

2.1.1. MODELAÇÃO DO INDENTADOR

O indentador Vickers, a par do Berkovich, é um dos mais utilizados nos ensaios dinâmicos de dureza. A sua utilização permite determinar com precisão as propriedades mecânicas, mesmo quando as cargas aplicadas são relativamente pequenas. Além disso, a simplicidade da sua geometria facilita a sua produção em diamante, garantindo-lhe uma elevada dureza (aproximadamente 100 GPa) e, conseqüentemente, alargando-lhe o campo de aplicação a todos os materiais habitualmente utilizados em engenharia.

O indentador Vickers com geometria piramidal de base quadrangular apresenta um ângulo entre faces opostas (ângulo apical) de 136° . Porém, é susceptível de apresentar desvios na geometria em relação à sua forma ideal, resultantes de falhas de concepção e do desgaste decorrente da sua utilização. Entre os principais desvios geométricos o mais comum, designado “*offset*”, consiste na existência de uma aresta na ponta do indentador, em vez dum vértice pontiagudo, característico da geometria piramidal perfeita. Na prática, esta aresta é de facto um plano com geometria rectangular ou quadrada. Assim, a correcção por via analítica da geometria imperfeita do indentador é fundamental para obter resultados precisos da área de contacto da indentação e, conseqüentemente, das propriedades mecânicas (por exemplo: Oliver e Pharr, 1992; Antunes *et al.*, 2002). Neste contexto, na modelação do indentador Vickers foi considerada a existência de um plano de ponta de modo a aproximar o mais possível as condições da simulação numérica às experimentais.

A geometria do indentador Vickers foi modelada com o programa comercial de desenho, EuclidStyler®. Para isso, foram utilizadas superfícies paramétricas de Bézier do 6º grau, máximo admitido pelo programa de elementos finitos utilizado na simulação numérica do ensaio de dureza. As superfícies paramétricas de Bézier permitiram descrever com precisão a geometria do indentador Vickers e, em particular, a sua ponta. Na figura 2.7 apresenta-se o tipo de indentadores utilizado na simulação numérica. Em pormenor, a figura mostra o plano de ponta do indentador de geometria rectangular, em que um dos lados é o dobro do outro (figura 2.7 (b)). Em

consequência da simetria apresentada pelo indentador Vickers segundo os planos Oxy e Ozy, apenas um quarto da sua geometria foi utilizada na simulação numérica.

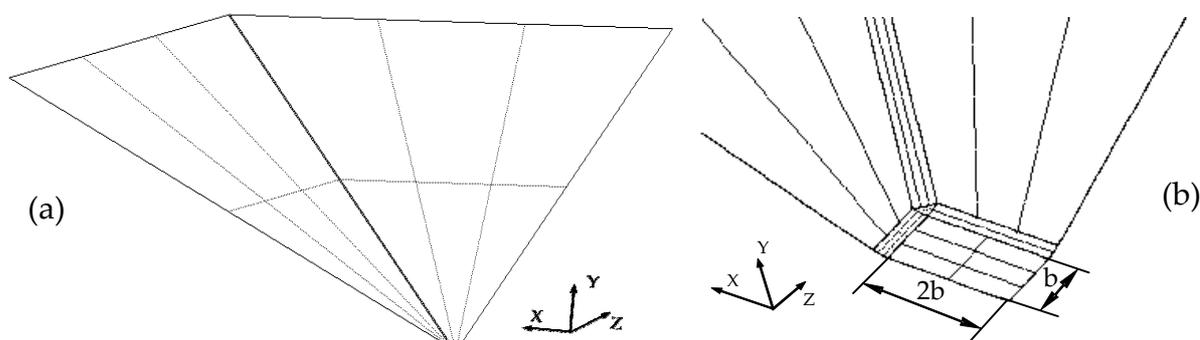


Figura 2.7 Indentador Vickers utilizado na simulação numérica. (a) Perspectiva global do indentador. (b) Pormenor de um quarto da ponta do indentador.

No sentido de possibilitar o estudo da influência da dimensão do plano de ponta do indentador Vickers nos resultados das propriedades mecânicas, foram modeladas cinco dimensões do defeito (“offset”). A tabela 2.1 apresenta as principais características dos cinco indentadores Vickers utilizados no presente estudo. A dimensão b corresponde a metade do lado menor do plano de ponta do indentador (figura 2.7 (b)). A função de área do indentador, A , considera dois valores de ângulo apical entre faces opostas da pirâmide Vickers. A utilização de dois valores para o ângulo apical é consequência da metodologia seguida na modelação do “offset”.

Tabela 2.1 Indentadores Vickers utilizados na simulação numérica.

Indentador Vickers	Dimensão b (μm)	Semi-ângulo apical ϕ ($^\circ$)	Função de área, A (μm^2)
V1	0.02	68 - 68.046	$24.561(h+0.008)^2 + 0.206(h+0.008)$
V2	0.04	68 - 68.090	$24.615(h+0.016)^2 + 0.405(h+0.016)$
V3	0.06	68 - 68.135	$24.671(h+0.024)^2 + 0.608(h+0.024)$
V4	0.08	68 - 68.179	$24.727(h+0.032)^2 + 0.811(h+0.032)$
V5	0.10	68 - 68.225	$24.784(h+0.040)^2 + 1.017(h+0.040)$

2.1.2. DEFINIÇÃO E OPTIMIZAÇÃO DA MALHA DE ELEMENTOS FINITOS

Para efectuar a simulação numérica do ensaio de dureza Vickers foram modeladas oito malhas de elementos finitos, três para materiais maciços e cinco para materiais revestidos. As amostras são de geometria circular, possuindo um raio e uma espessura de $40 \mu\text{m}$, figura 2.8 (a). Na figura 2.8 (b) mostra-se um detalhe da região central da malha. No caso das amostras revestidas foi adicionado um revestimento com o mesmo refinamento dos elementos da amostra maciça, figura 2.8 (c). À semelhança do indentador Vickers, também a malha de elementos finitos

apresenta simetria segundo os planos Oxy e Ozy , razão pela qual apenas um quarto das mesmas foi utilizado na simulação numérica.

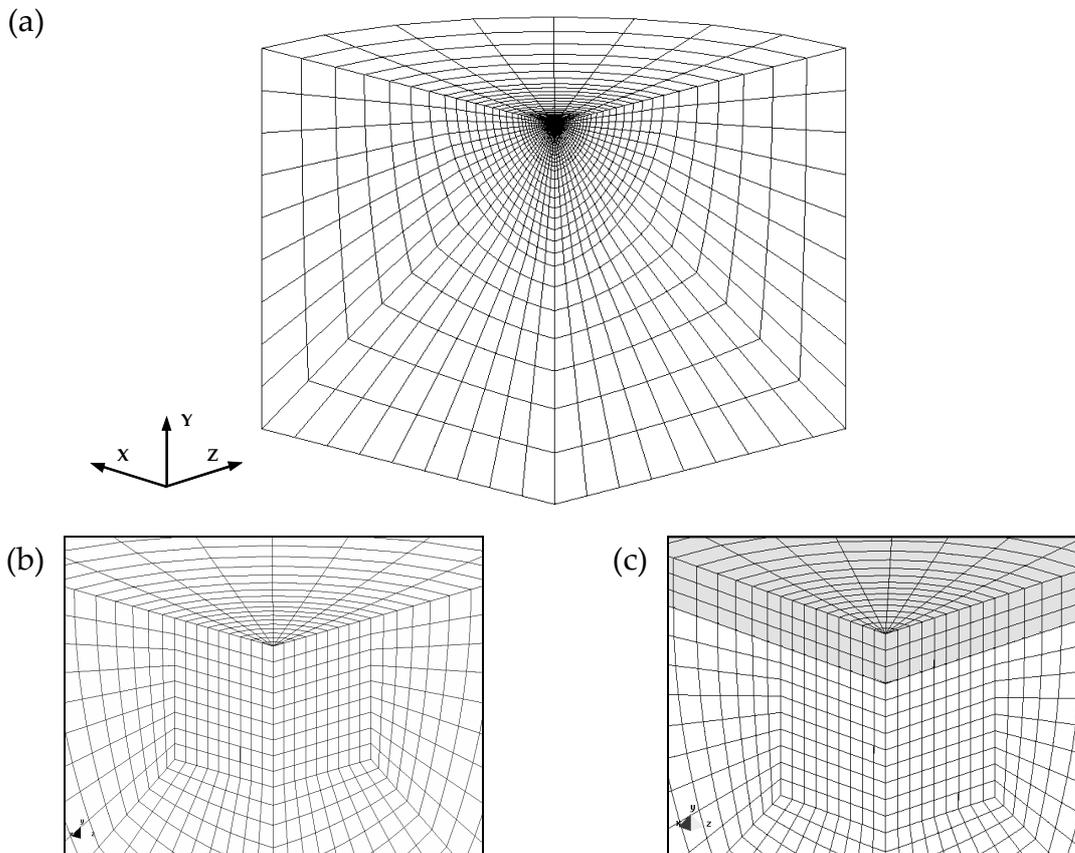


Figura 2.8 Malha de elementos finitos. (a) Sem revestimento. (b) Pormenor da zona da indentação sem revestimento (maciço). (c) Pormenor da zona da indentação com revestimento composto por três camadas de elementos finitos.

A aplicação do método dos elementos finitos necessita que seja efectuada a discretização espacial do corpo deformável em múltiplos elementos. A biblioteca de elementos finitos do programa HAFILM disponibiliza três tipos de elementos: tetraedros, pentaedros e hexaedros. No presente estudo foram utilizados os elementos hexaédricos de oito nós, dado estes apresentarem a melhor relação entre a precisão dos resultados e o tempo dispendido no cálculo (Menezes *et al.*, 1991; Alves e Menezes, 2001). A discretização espacial da amostra foi efectuada com o programa comercial SIMAIL[®]. Os elementos finitos que compõem a malha apresentam um aumento gradual da sua dimensão desde a zona da indentação até ao contorno exterior da amostra (figura 2.8 (a)). Na zona da indentação, para um raio e profundidade iguais a $0.5 \mu\text{m}$, os elementos apresentam na direcção vertical e na horizontal dimensões constantes, independentemente do refinamento considerado (figura 2.8 (b)). A tabela 2.2 apresenta as principais características das malhas de elementos finitos utilizadas na simulação numérica.

Tabela 2.2 Malhas de elementos finitos utilizadas na simulação numérica.

Malha de elementos finitos	Sem revestimento			Com revestimento				
	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8
Dimensão dos elementos na zona da indentação (μm)	0.380	0.055	0.045	0.055	0.055	0.055	0.055	0.055
Número de elementos	4680	5832	8008	6552	6912	7992	7992	9072
Espessura do revestimento (μm)	-	-	-	0.165	0.165	0.165	0.330	0.500
Camadas no revestimento	-	-	-	2	3	6	6	9

A qualidade dos resultados obtidos para as propriedades mecânicas na simulação numérica do ensaio de dureza depende da precisão com que é determinada a área de contacto da indentação. Neste sentido, o refinamento da malha de elementos finitos na zona da indentação deve ser escolhido de forma a garantir valores precisos da área de contacto. Por este motivo, foi efectuado o estudo da influência da dimensão dos elementos finitos na zona da indentação nos resultados da dureza. O desempenho das malhas de elementos finitos sem revestimento, M1, M2 e M3, foi avaliado na simulação numérica do aço AISI M2 utilizando os indentadores Vickers V1 e V3. A tabela 2.3 apresenta as propriedades mecânicas do aço AISI M2. Nesta tabela são também indicadas as propriedades mecânicas de outros materiais reais utilizados na simulação numérica: σ_c é a tensão limite de elasticidade, E o módulo de elasticidade, ν o coeficiente de Poisson, C a constante da lei de Swift (1952) (equação (I.5) – Anexo I) e n o coeficiente de encruamento.

Tabela 2.3 Propriedades mecânicas dos materiais reais¹.

Materiais	σ_c (GPa)	E (GPa)	ν	C (GPa)	n
Aço AISI M2	4.000	220.6	0.290	4.000	0.010
Aço AISI 304	0.306	190-200	0.300	1.444	0.424
Aço DC 06	0.124	200-210	0.300	0.543	0.268
DLC	6.000	137.0	0.200	6.000	0.010
Níquel	0.200	220.0	0.310	1.047	0.078
Tungsténio	2.000	410.0	0.289	2.100	0.010
Vidro BK7	3.500	81.9	0.203	3.500	0.010

Na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers do aço AISI M2 foi imposta uma carga máxima de 20 mN. No contacto entre o indentador Vickers e o aço foi considerado um coeficiente de atrito igual a 0.16. A figura 2.9 apresenta os

¹ As propriedades mecânicas dos aços AISI 304 e DC 06 foram avaliadas a partir de ensaios experimentais de tracção. As restantes aos demais materiais foram obtidas no âmbito do Projecto Europeu de normalização dos procedimentos do ensaio de dureza (INDICOAT, 1998).

resultados de dureza, obtidos na simulação numérica, do aço AISI M2 com as três malhas de elementos finitos sem revestimento e com os dois indentadores Vickers (V1 e V3). Os valores de dureza, H , da figura 2.9 foram determinados com a equação (2.1), em que a área de contacto da indentação foi avaliada com o contorno formado pelos nós da malha de elementos finitos em contacto com o indentador à carga máxima. Esta área do contorno foi estimada pelo método dos trapézios. A figura mostra que no caso dos ensaios realizados com o indentador Vickers V3, a dureza praticamente não depende da dimensão dos elementos finitos na zona da indentação. Contudo, quando é utilizado o indentador Vickers V1, a dureza obtida é significativamente inferior no caso dos ensaios realizados com a malha M1, com menor refinamento dos elementos finitos na região da indentação.

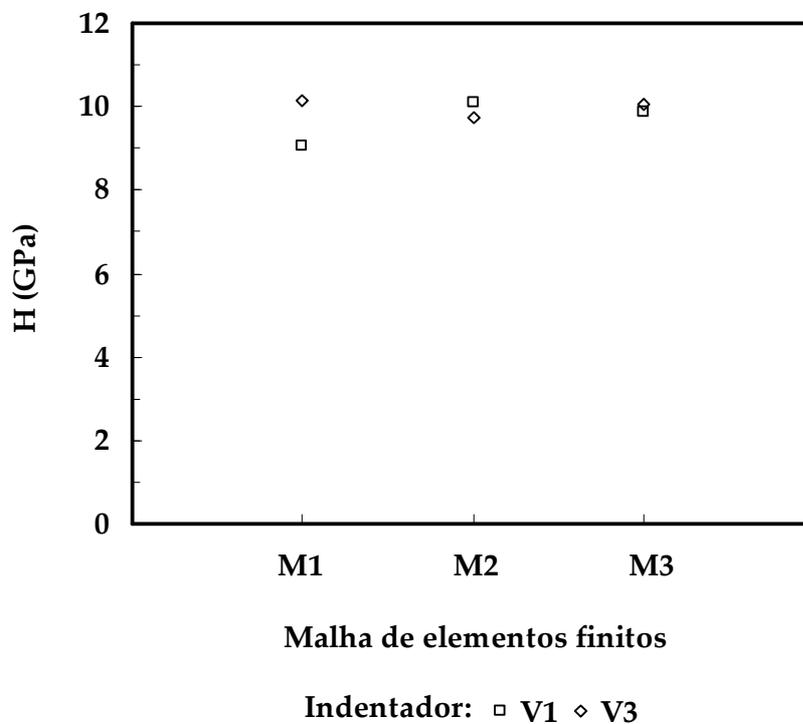


Figura 2.9 Resultados da dureza do aço AISI M2, obtidos na simulação numérica com as malhas de elementos finitos M1, M2 e M3 (tabela 2.2), e com os indentadores Vickers V1 e V3 (tabela 2.1).

Na figura 2.10 apresenta-se o tempo de cálculo consumido na simulação numérica com as três malhas de elementos finitos e com os dois indentadores Vickers. O computador utilizado no cálculo dispunha de um processador Pentium III a 1.6 GHz e uma memória RAM de 512 MB. Na figura observa-se que o tempo dispendido na simulação numérica com a malha de elementos finitos M1, não depende da dimensão do plano de ponta (“*offset*”) do indentador Vickers. Nas simulações numéricas realizadas com as malhas de elementos finitos M2 e M3, o

tempo de cálculo aumenta substancialmente com a diminuição da dimensão do plano de ponta do indentador Vickers. O tempo consumido na simulação numérica com a malha de elementos finitos M3 é aproximadamente três vezes superior ao necessário para a realização da simulação com a malha M2.

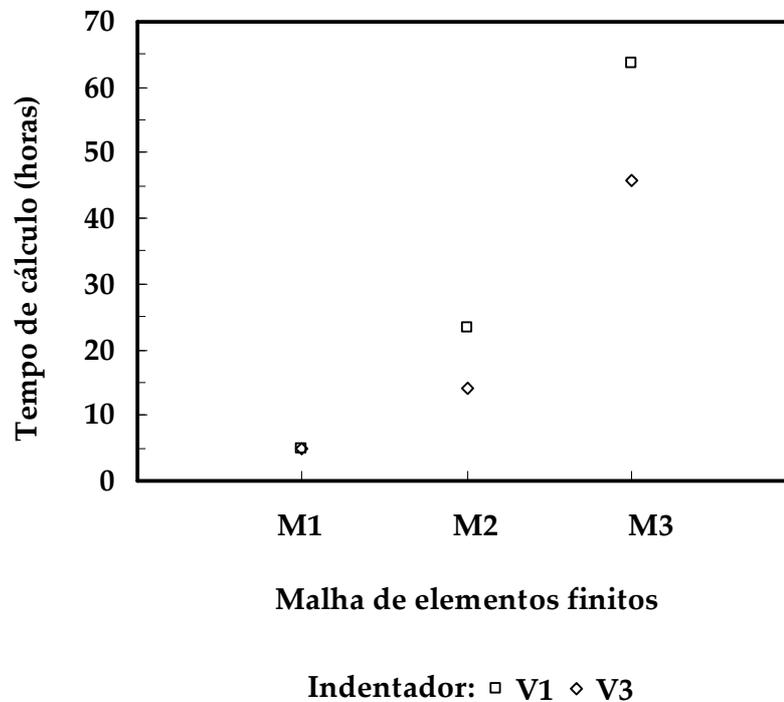
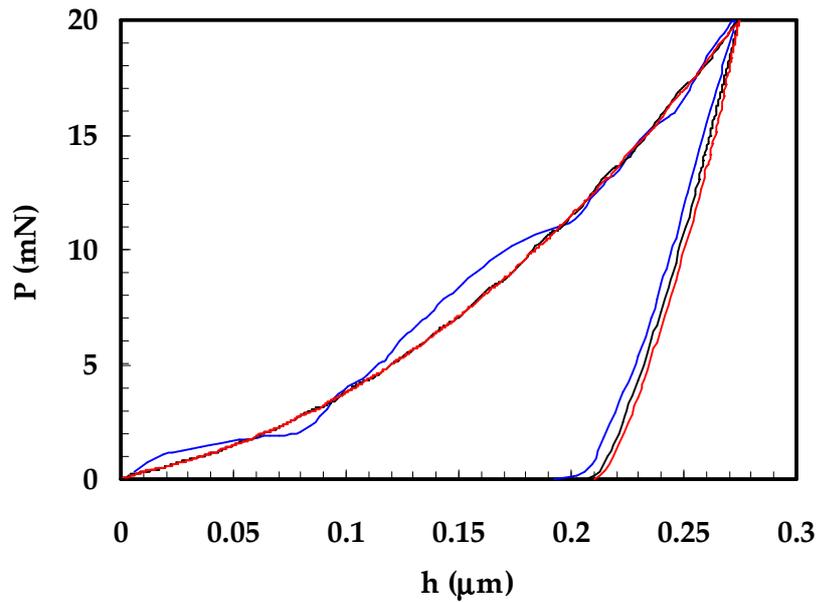


Figura 2.10 Tempo de cálculo gasto na simulação numérica com as malhas de elementos finitos M1, M2 e M3 (tabela 2.2), e com os indentadores Vickers V1 e V3 (tabela 2.1).

Na figura 2.11 apresentam-se as curvas de carga-descarga do aço AISI M2, obtidas na simulação numérica com as três malhas de elementos finitos e com o indentador Vickers V3. A figura mostra uma elevada oscilação da curva de carga obtida com a malha de elementos finitos de menor refinamento na zona da indentação, M1. Este facto está provavelmente relacionado com a dificuldade em descrever convenientemente o contacto entre o indentador e o corpo deformável. Por sua vez, as curvas de carga obtidas na simulação numérica com as malhas M2 e M3 apresentam uma estabilidade conveniente. Neste caso, a profundidade máxima de indentação obtida com as duas malhas é idêntica, mas ligeiramente superior à obtida com a malha M1. As curvas de descarga obtidas com as malhas de elementos finitos M2 e M3, inicialmente idênticas, afastam-se ligeiramente com a diminuição da carga.

Neste contexto, os resultados apresentados nas figuras 2.9, 2.10, 2.11 permitem sugerir que a malha de elementos finitos M2 é aquela que melhor compromisso apresenta entre a qualidade dos resultados e o tempo consumido no cálculo.



Malha de elementos finitos: — M1 — M2 — M3

Figura 2.11 Curvas de carga-descarga do aço AISI M2, obtidas na simulação numérica com as malhas de elementos finitos de diferente refinamento na zona da indentação. Estas curvas não foram corrigidas pela função de área do indentador.

Para testar a capacidade da malha de elementos finitos, M2, em descrever as condições reais do ensaio de dureza, foi efectuada a comparação entre as curvas de carga-descarga experimentais e as obtidas por simulação numérica dos aços AISI M2, AISI 304 e DC 06 (tabela 2.3). A figura 2.12 apresenta as curvas de carga-descarga obtidas para cargas máximas de 100 mN no caso do aço AISI M2 e de 500 mN para os dois restantes. As curvas foram corrigidas considerando a função de área dos indentadores experimental e numérico (Vickers V3 com um “offset” de dimensão semelhante à do indentador experimental). A curva numérica foi corrigida considerando que $h = \sqrt{A/24.5}$, em que A corresponde à área determinada com a função de área da tabela 2.1². De um modo geral, as curvas de carga experimentais são aproximadas pelas numéricas. Contudo, no caso dos aços AISI 304 e DC 06 as curvas experimentais apresentam uma curvatura superior à obtida na simulação numérica. Este facto está, certamente, relacionado com a existência, no caso experimental, do efeito designado de sensibilidade à profundidade de indentação (ISE – “*Indentation Size Effect*”). Além disso, as curvas de descarga, inicialmente próximas, tendem a afastar-se durante a descarga devido à maior recuperação elástica apresentada pelas curvas experimentais. Neste caso, como posteriormente será demonstrado, a rigidez finita do indentador e da estrutura do equipamento experimental permite justificar a maior inclinação apresentada pelas curvas de descarga experimentais.

² Daqui para a frente as curvas apresentadas encontram-se corrigidas com este procedimento.

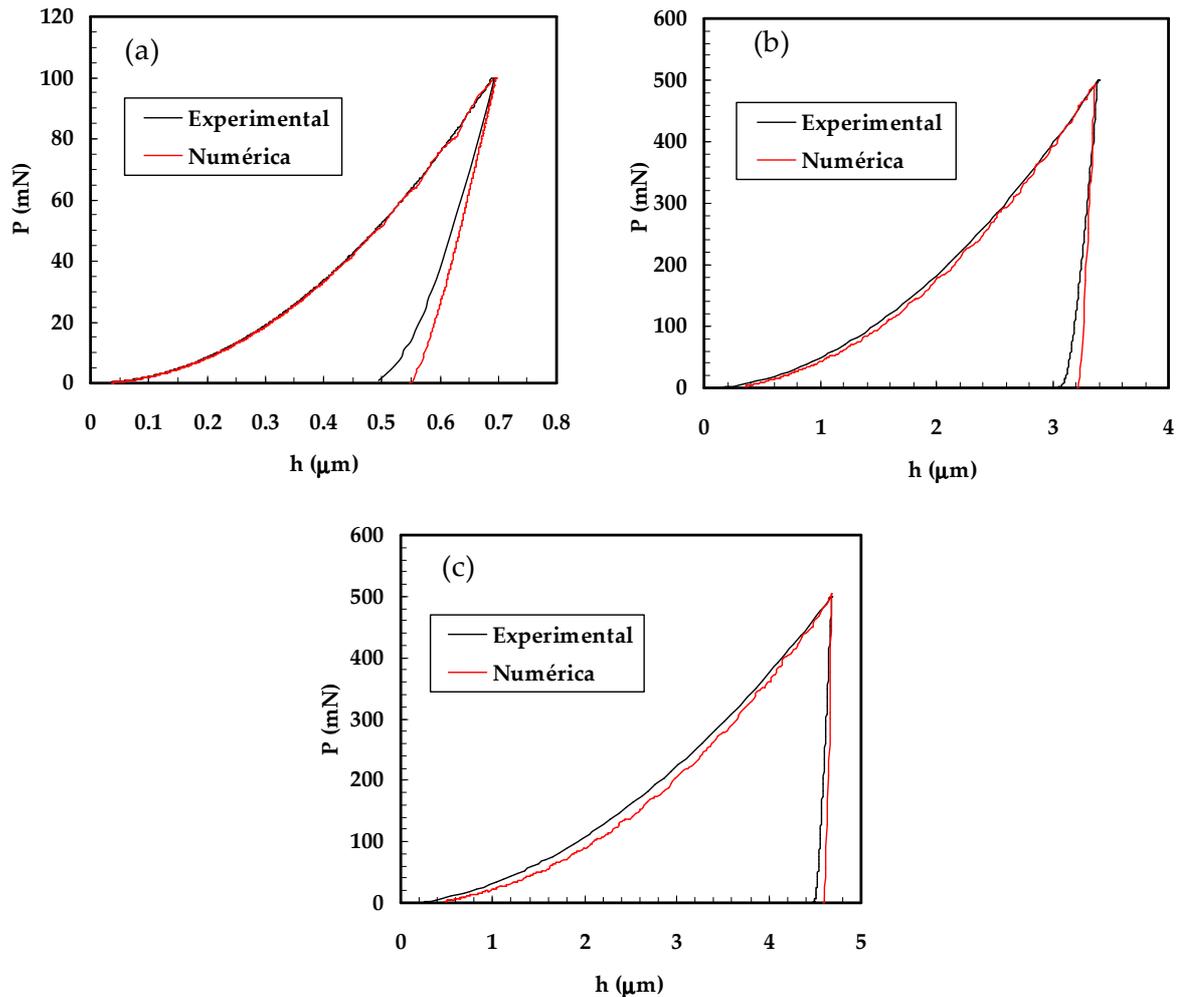


Figura 2.12 Curvas de carga-descarga obtidas no ensaio de dureza experimental e na simulação numérica³, utilizando a malha de elementos finitos M2 e o indentedor Vickers V3. (a) Aço AISI M2. (b) Aço AISI 304. (c) Aço DC 06.

Na simulação numérica dos materiais compósitos (revestimento/substrato) foram utilizadas malhas de elementos finitos modeladas com o mesmo nível de refinamento da malha M2. Nessas malhas, foi efectuado o estudo da influência do número de camadas de elementos finitos do revestimento nos resultados da dureza. As malhas de elementos finitos utilizadas foram as M4, M5 e M6, com 2, 3 e 6 camadas de elementos no revestimento, respectivamente, de espessura igual a 0.165 μm (tabela 2.2). Na simulação numérica foi utilizado o indentedor Vickers V3, impondo uma profundidade máxima de indentação igual a 0.3 μm . O compósito simulado foi o constituído por um substrato com as propriedades do aço AISI M2 e revestimento com as propriedades do DLC (“*Diamond Like Carbon*”) (tabela 2.3). No

³ As curvas numéricas foram inicialmente obtidas até profundidades máximas de indentação próximas de 0.3 μm , tendo sido posteriormente transformadas, multiplicando a profundidade por um factor escolhido (de modo a igualar os valores da profundidade máxima, experimental e numérica) e a carga pelo quadrado desse valor. A legitimidade deste procedimento é discutida à frente no parágrafo 2.2.1.

contacto entre o indentador e o corpo deformável foi considerado um coeficiente de atrito igual a 0.16. A figura 2.13 apresenta as curvas de carga-descarga e os resultados de dureza obtidos na simulação numérica com as três malhas, com diferente número de camadas de elementos finitos no revestimento. A figura mostra que as curvas de carga-descarga não dependem do número de camadas de elementos finitos no revestimento. Além disso, também os valores de dureza não dependem do número de camadas de elementos consideradas no revestimento (figura 2.13 (b)).

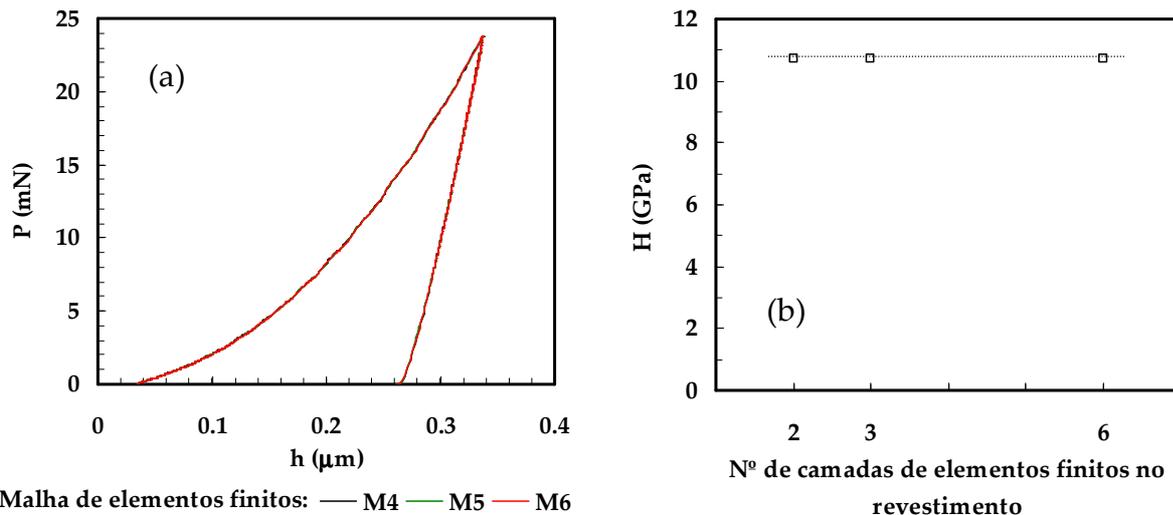


Figura 2.13 Resultados obtidos para o compósito DLC/aço AISI M2 na simulação numérica com as malhas de elementos finitos com 2, 3 e 6 camadas de elementos no revestimento, de espessura igual a $0.165 \mu\text{m}$. (a) Curvas de carga-descarga. (b) Dureza.

Nas figura 2.14 e 2.15 apresentam-se as distribuições da deformação plástica equivalente obtidas na simulação numérica, às profundidades de indentação de 0.1 e $0.3 \mu\text{m}$, respectivamente, com as malhas de elementos finitos M4, M5 e M6. As distribuições da deformação plástica equivalente obtidas para o compósito DLC/aço AISI M2 apresentam, às duas profundidades de indentação, níveis máximos semelhantes, independentemente do número de camadas de elementos finitos no revestimento. Os níveis máximos de deformação plástica equivalente situam-se por baixo da indentação e na zona em contacto com a aresta da pirâmide Vickers. Na zona da indentação em contacto com o plano de ponta do indentador não é observada deformação plástica, facto relacionado com a existência de um estado de tensão triaxial, o qual foi comprovado na simulação numérica, que inibe a deformação plástica. Os resultados apresentados nas figuras 2.13, 2.14 e 2.15 permitem concluir que, para a modelação efectuada dos revestimentos e às profundidades máximas de indentação atingidas nos ensaios, não existe influência significativa do número de camadas de elementos finitos do revestimento nos resultados do ensaio de dureza.

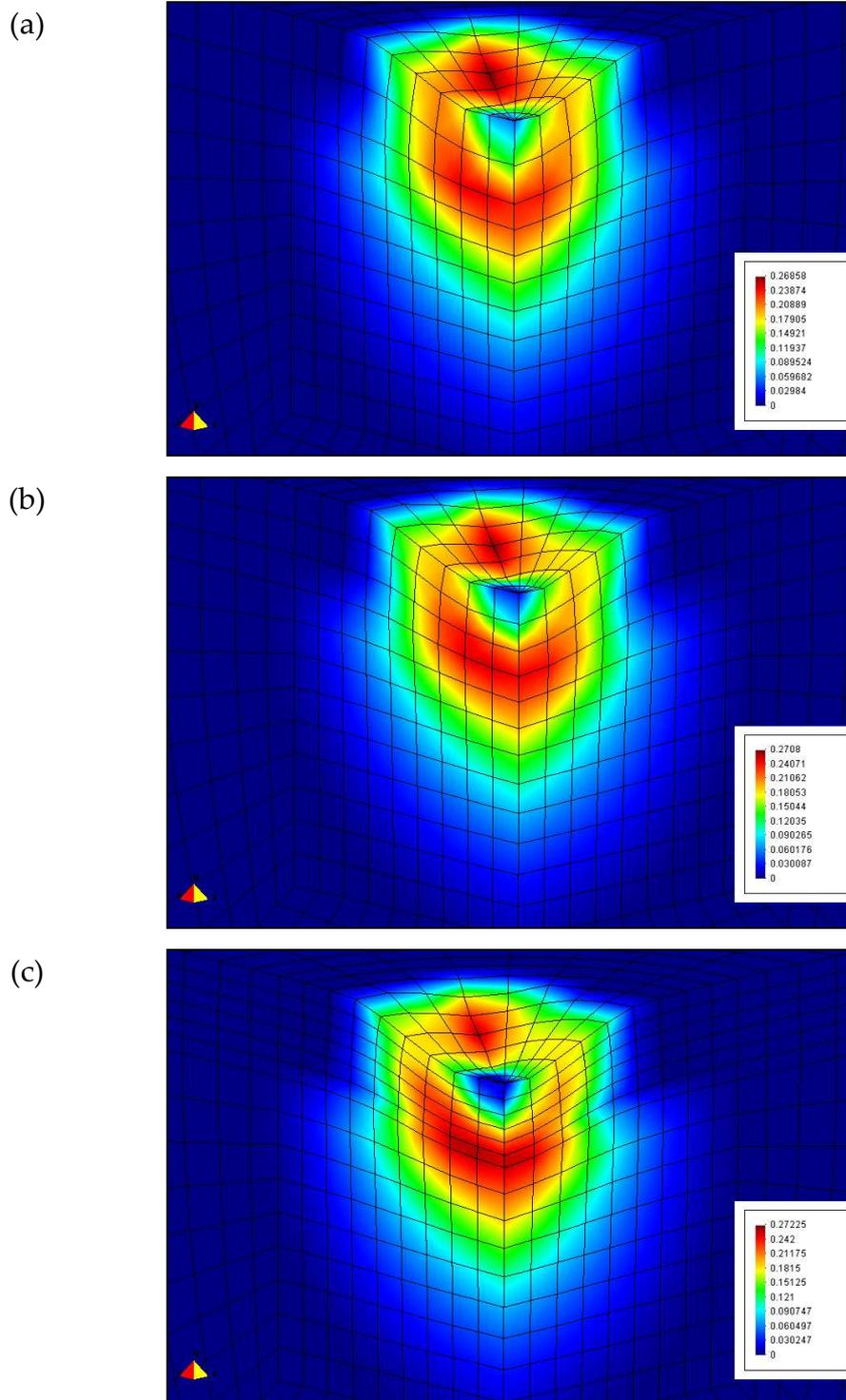


Figura 2.14 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida para o compósito DLC/aço AISI M2, na simulação numérica utilizando diferente número de camadas de elementos finitos no revestimento de espessura igual a $0.165 \mu\text{m}$ (profundidade de indentação, $h = 0.1 \mu\text{m}$). (a) Duas camadas. (b) Três camadas. (c) Seis camadas.

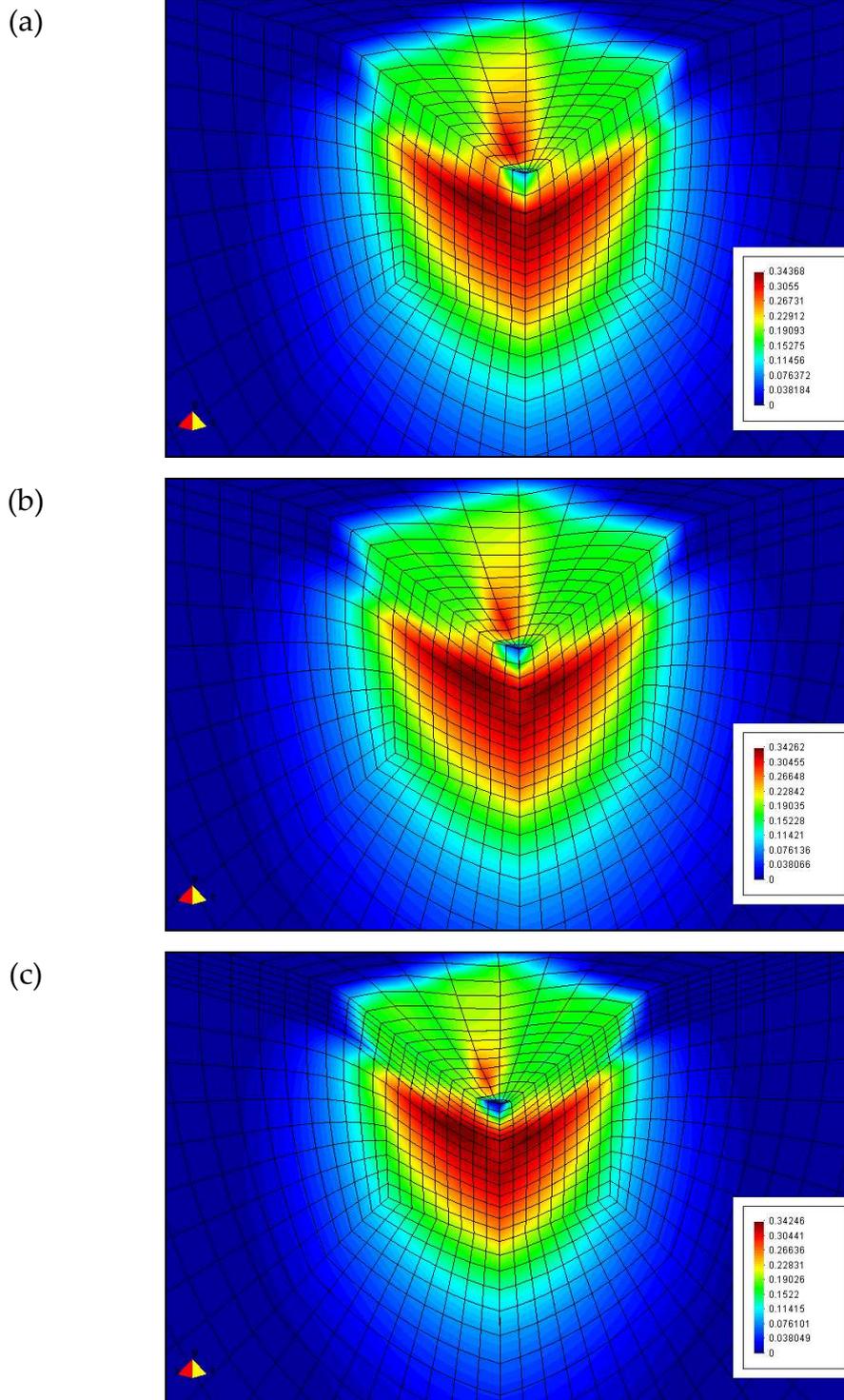


Figura 2.15 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida para o compósito DLC/aço AISI M2 à carga máxima, na simulação numérica utilizando diferente número de camadas de elementos finitos no revestimento de espessura igual a $0.165 \mu\text{m}$ (profundidade de indentação, $h = 0.3 \mu\text{m}$). (a) Duas camadas. (b) Três camadas. (c) Seis camadas.

2.1.3. ESTUDO DO ATRITO NO CONTACTO ENTRE O INDENTADOR E O CORPO DEFORMÁVEL

O modelo mecânico que está na base do programa de elementos finitos, utilizado neste trabalho para simular o ensaio de dureza, permite considerar a existência de atrito entre o indentador e o corpo deformável. Por este motivo, procurou estudar-se a influência do coeficiente de atrito, μ , nos resultados das propriedades mecânicas. Foram efectuadas simulações numéricas do ensaio de dureza considerando três valores do coeficiente de atrito. Os coeficientes de atrito testados foram 0.08, 0.16 e 0.24. A escolha dos coeficientes de atrito teve em conta o valor indicado na bibliografia para o contacto entre um indentador piramidal em diamante e a maioria dos materiais (0.16) (Bowden e Tabor, 1950; Lynch, 1980). Na simulação numérica foram utilizados o indentador Vickers V3 e a malha de elementos finitos M2 (tabelas 2.1 e 2.2, respectivamente). Os materiais utilizados foram o aço AISI M2 e o níquel cujas propriedades mecânicas estão indicadas na tabela 2.3. As cargas máximas aplicadas nos ensaios foram de 20 e de 10 mN para o aço e para o níquel, respectivamente. Estes valores de carga foram seleccionados de forma a obter profundidades máximas de indentação semelhantes em ambos os materiais (próximas de $0.3 \mu\text{m}$).

A figura 2.16 mostra as curvas de carga-descarga obtidas na simulação numérica do aço AISI M2 e do níquel para os três valores do coeficiente de atrito. Nesta figura constata-se que, em ambos os casos, as curvas de carga-descarga não dependem do coeficiente de atrito. Os resultados de dureza, avaliados com estas curvas, são mostrados na figura 2.17. Observa-se que a dureza diminui ligeiramente com a diminuição do coeficiente de atrito.

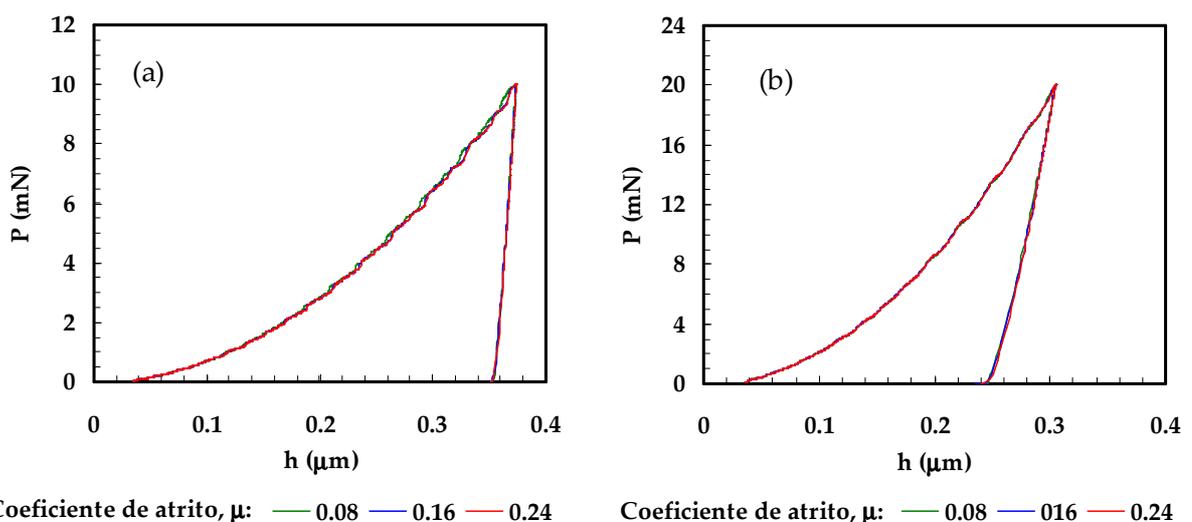


Figura 2.16 Curvas de carga-descarga obtidas por simulação numérica, considerando diferentes valores para o coeficiente de atrito. (a) Níquel. (b) Aço AISI M2.

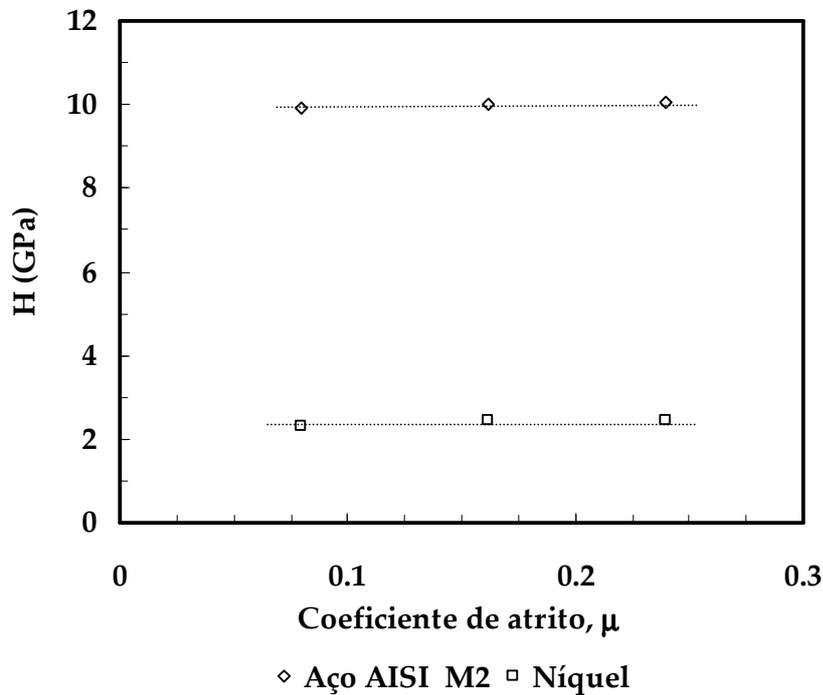


Figura 2.17 Resultados de dureza do aço AISI M2 e do níquel, obtidos por simulação numérica considerando diferentes valores do coeficiente de atrito.

Nas figuras 2.18 e 2.19 apresentam-se as distribuições da deformação plástica equivalente, obtidas à carga máxima na simulação numérica do ensaio de dureza do aço AISI M2 e do níquel com os três coeficientes de atrito. As figuras mostram que os níveis máximos de deformação plástica atingidos em cada material dependem do coeficiente de atrito. Quando o valor do coeficiente de atrito é pequeno (0.08), o nível máximo de deformação plástica equivalente é elevado e localizado na superfície da indentação, próximo da zona em contacto com a ponta do indentador (figuras 2.18 (a) e 2.19 (a)). Com o aumento do coeficiente de atrito, a deformação plástica evolui em profundidade e os seus níveis mais elevados estendem-se também pela superfície da indentação (figuras 2.18, 2.19 (b) e (c)).

Em conclusão, embora a distribuição da deformação plástica equivalente seja fortemente influenciada pelo valor do coeficiente de atrito, o andamento das curvas de carga-descarga e o valor da dureza não dependem de modo visível do coeficiente de atrito. Assim, optou-se por utilizar, nos estudos subsequentes, um valor de coeficiente de atrito igual a 0.16, como acontece na generalidade dos trabalhos publicados.

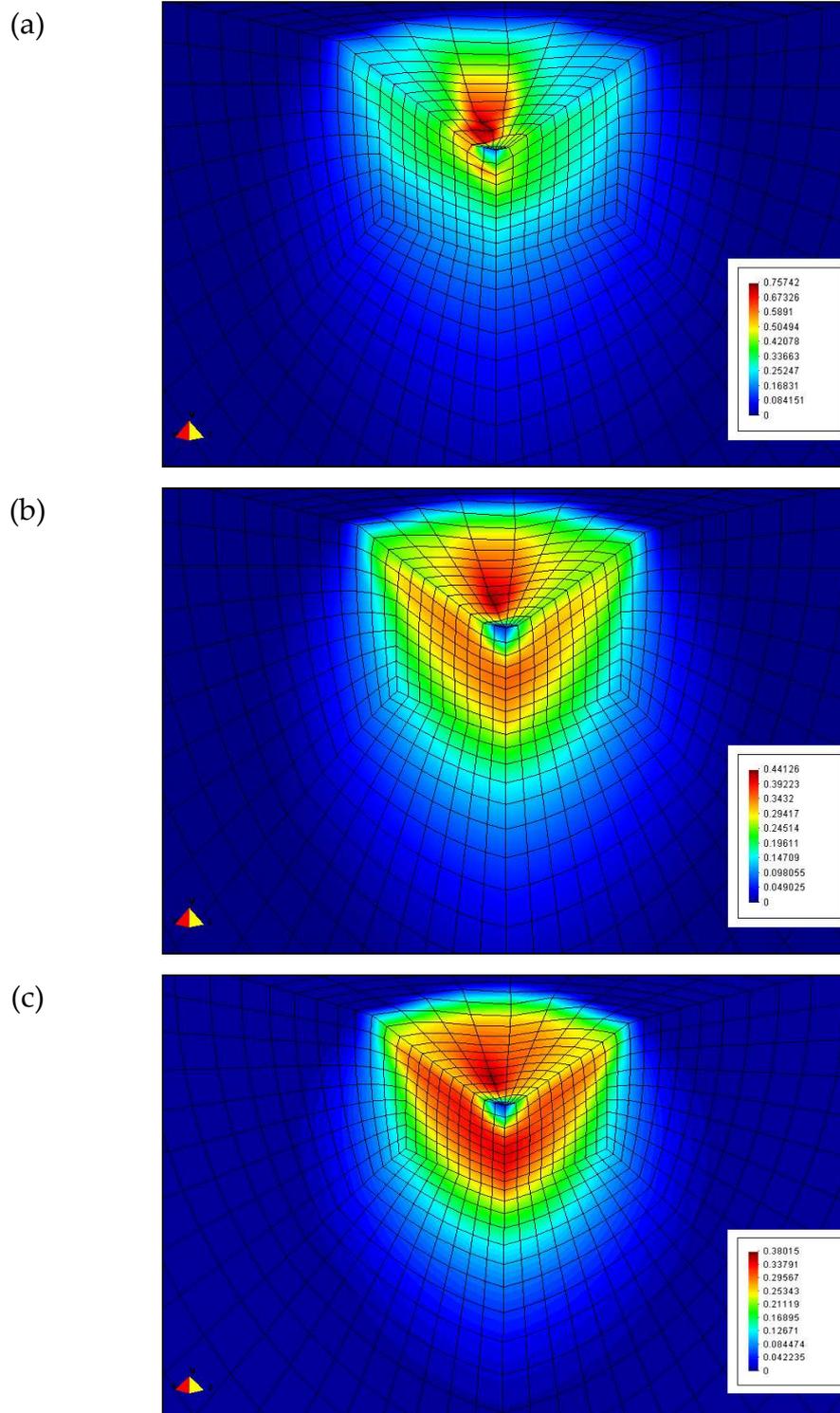


Figura 2.18 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima (20 mN) na simulação numérica do ensaio de dureza do aço AISI M2. Coeficiente de atrito, μ : (a) 0.08, (b) 0.16, (c) 0.24.

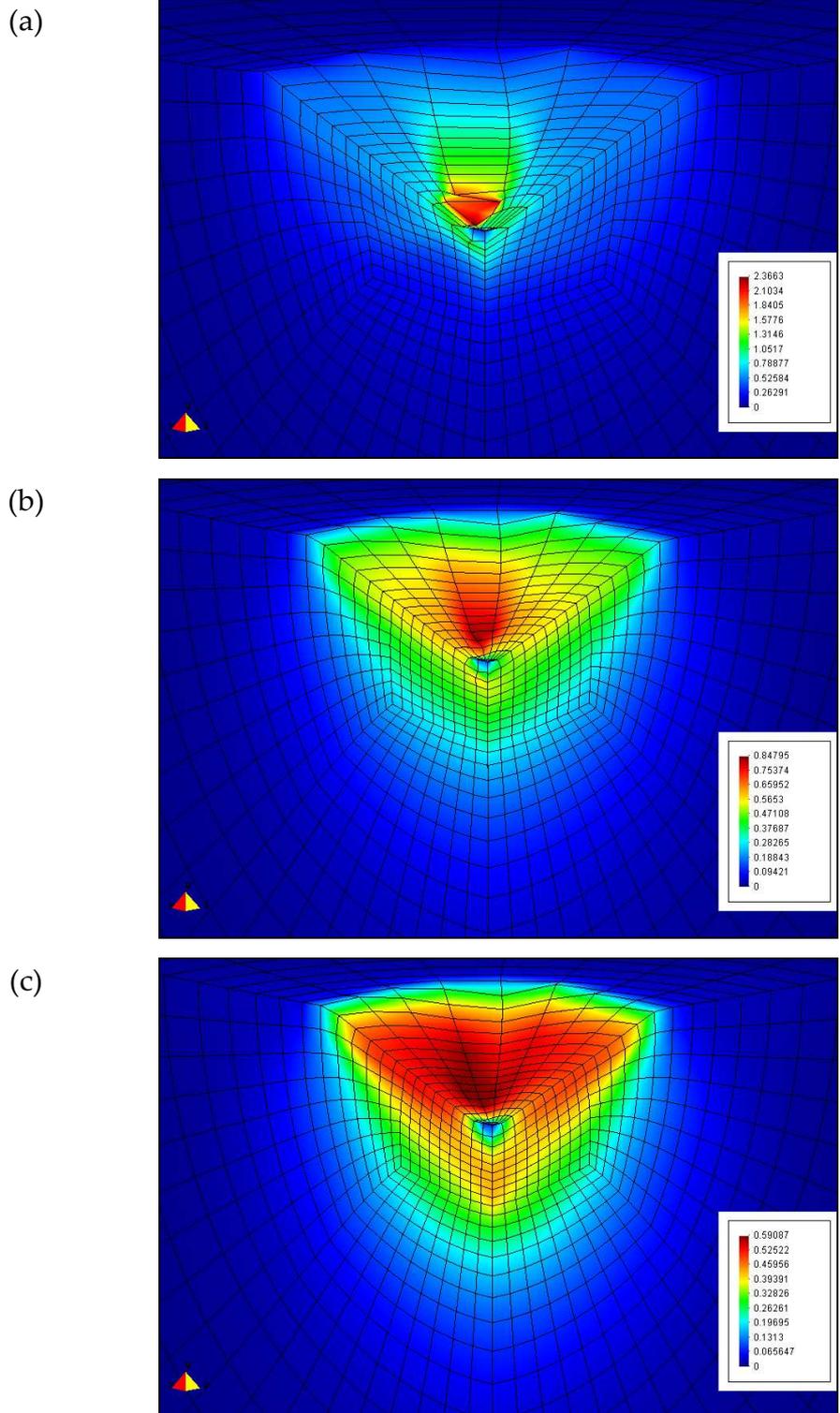


Figura 2.19 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima (10 mN) na simulação numérica do ensaio de dureza do níquel. Coeficiente de atrito, μ : (a) 0.08, (b) 0.16, (c) 0.24.

2.2. ESTUDO DA CURVA DE CARGA-DESCARGA

2.2.1. SIMILITUDE DAS CURVAS

No presente trabalho foi efectuado um estudo de semelhança entre as curvas de carga-descarga obtidas por simulação numérica para um determinado material, a diferentes profundidades de indentação. Deste modo, procurou mostrar-se que os resultados obtidos por simulação numérica não dependem da profundidade máxima de indentação. Para esse fim, foi efectuada a simulação numérica do ensaio de dureza do vidro BK7 e do tungsténio, cujas propriedades mecânicas estão indicadas na tabela 2.3. Na simulação numérica foram impostas profundidades máximas de indentação iguais a 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 e 0.5 μm . Foram utilizados o indentador Vickers V3 e a malha de elementos finitos M2 (tabelas 2.1 e 2.2, respectivamente). No contacto entre o indentador Vickers e o corpo deformável foi considerado um coeficiente de atrito igual a 0.16.

A figura 2.20 apresenta as curvas de carga-descarga obtidas para o vidro BK7 e para o tungsténio, com os cinco valores de profundidade máxima de indentação⁴ (linhas a traço interrompido). No ajuste destas curvas de carga, com a equação (2.4), foram obtidos valores do expoente q próximos de 2; por exemplo no caso da profundidade máxima de indentação igual a 0.3 μm , os valores obtidos para o expoente q foram 2.011 e 2.017 para o vidro e para o tungsténio, respectivamente, com coeficientes de correlação iguais a 0.9999. Este facto sugere que a equação (2.3) (igual à equação (2.4) com $q=2$) pode ser utilizada, sem grande erro, para descrever as curvas de carga obtidas por simulação numérica. A figura 2.20 apresenta também as curvas de carga-descarga obtidas a partir da curva com profundidade máxima de indentação igual a 0.3 μm , multiplicando a abcissa (profundidade) por um dado valor, e a ordenada (carga) pelo quadrado desse valor (linhas a traço contínuo). Desta figura ressalta uma similitude evidente entre as curvas a diversas cargas.

A figura 2.20 mostra que as curvas de carga, inicial e as transformadas com a equação (2.3) são, na generalidade, idênticas. Efectivamente, a razão $P/h^2 = k_1$ (em que k_1 é a constante da equação (2.3)), parece não depender da profundidade de indentação, quando esta é superior a 0.14 μm (figura 2.21). Contudo, para valores da profundidade de indentação inferiores a 0.14 μm , observa-se variação de k_1 , devida à presença do “*offset*” do indentador. Este faz com que ocorra uma fase transitória inicial na curva de carga, que deixa de se fazer sentir quando o valor da profundidade de indentação é elevado, relativamente ao da profundidade equivalente ao defeito. As pequenas irregularidades observadas na evolução das curvas, mais marcadas no caso do tungsténio, estão associadas à própria simulação do ensaio, nomeadamente do contacto entre o indentador e a amostra, que produz uma evolução não perfeitamente regular do valor da carga com a profundidade de indentação.

⁴ Estas curvas foram corrigidas com a função de área do indentador (tabela 2.1), motivo pelo qual os valores de profundidade máxima de indentação são superiores aos impostos na simulação numérica.

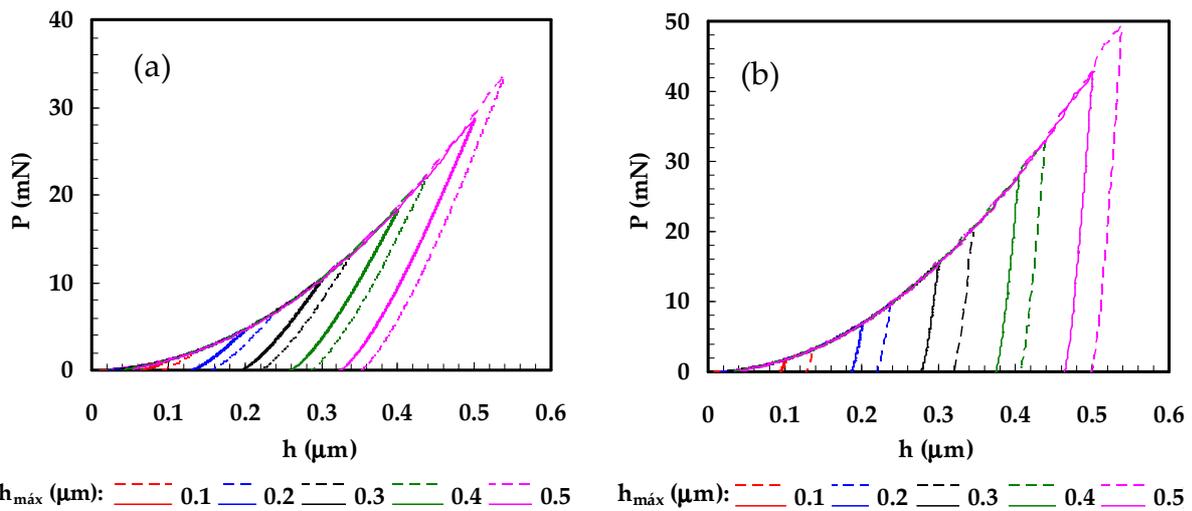


Figura 2.20 Curvas de carga-descarga obtidas por simulação numérica para diferentes profundidades máximas de indentação (linhas a traço interrompido) e por transformação de coordenadas (equação (2.3)) da curva com $h_{\text{máx}} = 0.3 \mu\text{m}$ (linhas a traço contínuo). (a) Vidro BK7. (b) Tungsténio.

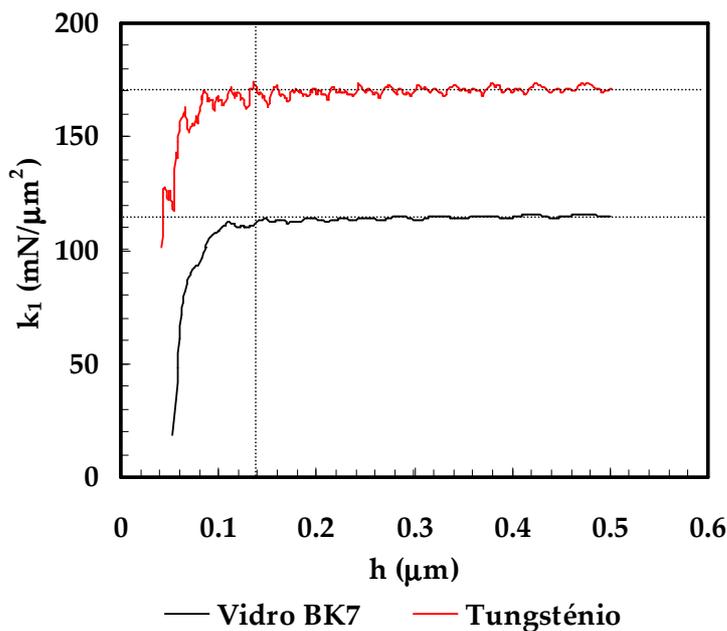


Figura 2.21 Evolução da constante $k_1 = P/h^2$ em função da profundidade de indentação, nos casos do vidro BK7 e do tungsténio.

Para os dois materiais, foi estudada a evolução da geometria da superfície da indentação com a profundidade máxima de indentação. Para isso, foi considerada a posição (altura) do último ponto de contacto entre o indentador e o material, Δh , em relação à superfície inicial da amostra, determinada com os resultados da simulação numérica obtidos para as profundidades máximas de indentação de 0.1,

0.2, 0.3, 0.4 e 0.5 μm . A figura 2.22 apresenta a definição da altura do último ponto de contacto, Δh , considerando as alterações do bordo da indentação, formação de lábio ($\Delta h > 0$) e afundamento ($\Delta h < 0$), respectivamente.

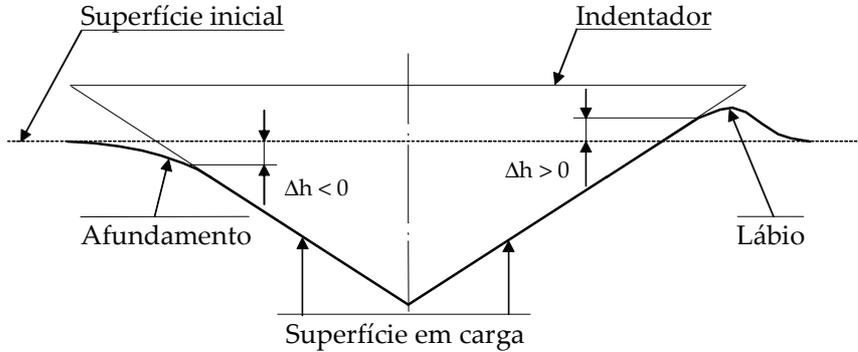


Figura 2.22 Altura do último ponto de contacto entre o indentador e a superfície da indentação, Δh , em relação à superfície inicial da amostra.

Na figura 2.23 apresenta-se a evolução da altura do último ponto de contacto em função da profundidade máxima, obtida na simulação do ensaio de dureza do vidro BK7 e do tungsténio. A altura do último ponto de contacto entre o indentador e o material evolui de forma linear com a profundidade máxima de indentação. No caso do vidro BK7 a superfície da indentação apresenta afundamento ($\Delta h < 0$); por sua vez, no tungsténio existe formação de lábio ($\Delta h > 0$).

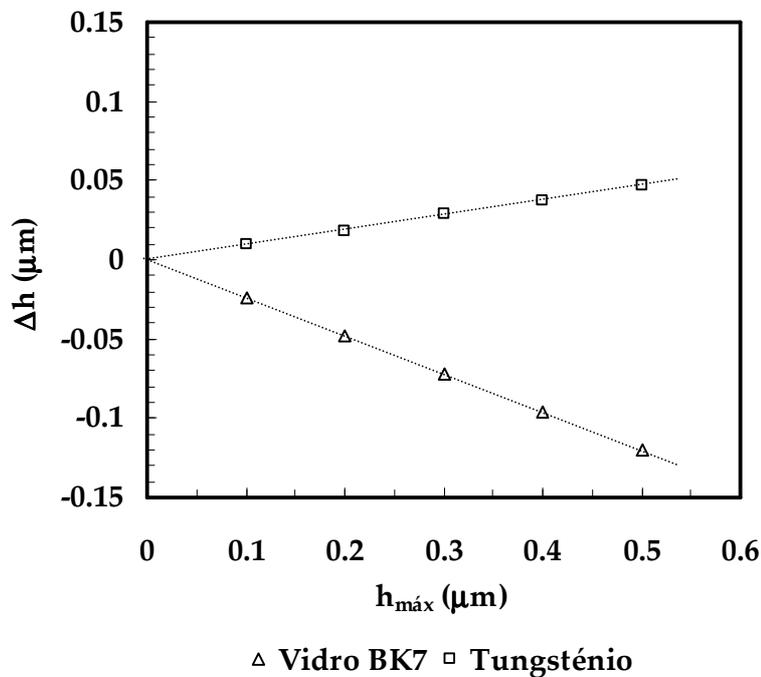


Figura 2.23 Evolução da altura do último ponto de contacto entre o indentador e a superfície da indentação, com a profundidade máxima de indentação.

A figura 2.24 apresenta as distribuições da deformação plástica equivalente obtidas na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers do vidro BK7, para as cinco profundidades máximas de indentação de 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 e 0.5 μm . Os níveis máximos de deformação plástica equivalente apresentam uma ligeira dependência do valor da profundidade máxima de indentação. Contudo, essa dependência tende a desaparecer com o aumento da profundidade máxima de indentação.

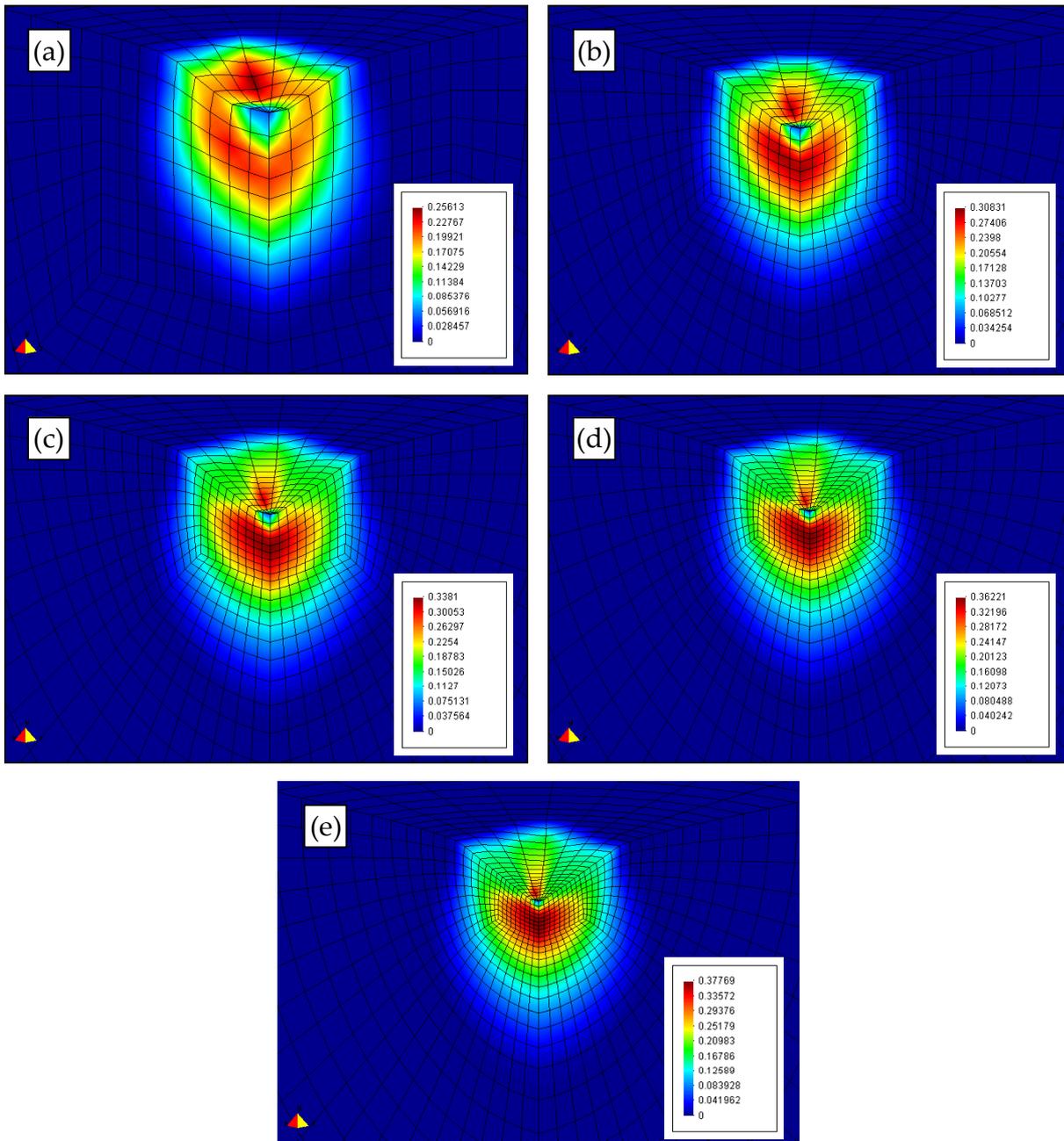


Figura 2.24 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima na simulação numérica do ensaio de dureza do vidro BK7. (a) $h_{\text{máx}} = 0.1 \mu\text{m}$. (b) $h_{\text{máx}} = 0.2 \mu\text{m}$. (c) $h_{\text{máx}} = 0.3 \mu\text{m}$. (d) $h_{\text{máx}} = 0.4 \mu\text{m}$. (e) $h_{\text{máx}} = 0.5 \mu\text{m}$.

A verificação da similitude das curvas de carga-descarga implica também que a dureza e o módulo de elasticidade, avaliados com a curva de descarga, sejam iguais, independentemente do valor da profundidade máxima de indentação. As figuras 2.25 e 2.26 apresentam os resultados destas duas propriedades mecânicas determinadas com as curvas de descarga obtidas por simulação numérica às profundidades máximas de indentação de 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 e 0.5 μm (linhas a traço interrompido na figura 2.20). Os resultados obtidos para a dureza (figura 2.25) e para o módulo de elasticidade (figura 2.26) não dependem da profundidade máxima de indentação atingida no ensaio.

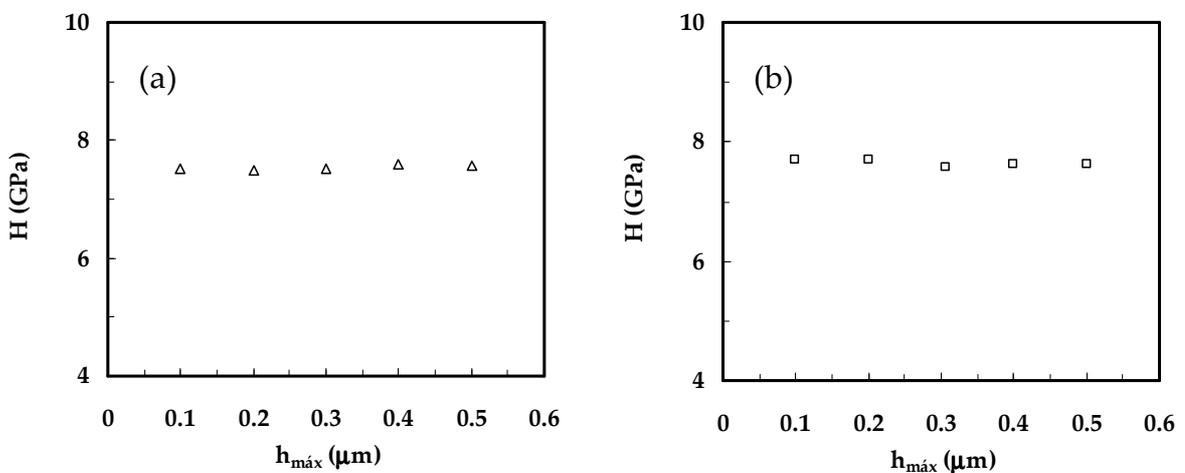


Figura 2.25 Resultados de dureza para várias profundidades máximas de indentação. (a) Vidro BK7. (b) Tungsténio.

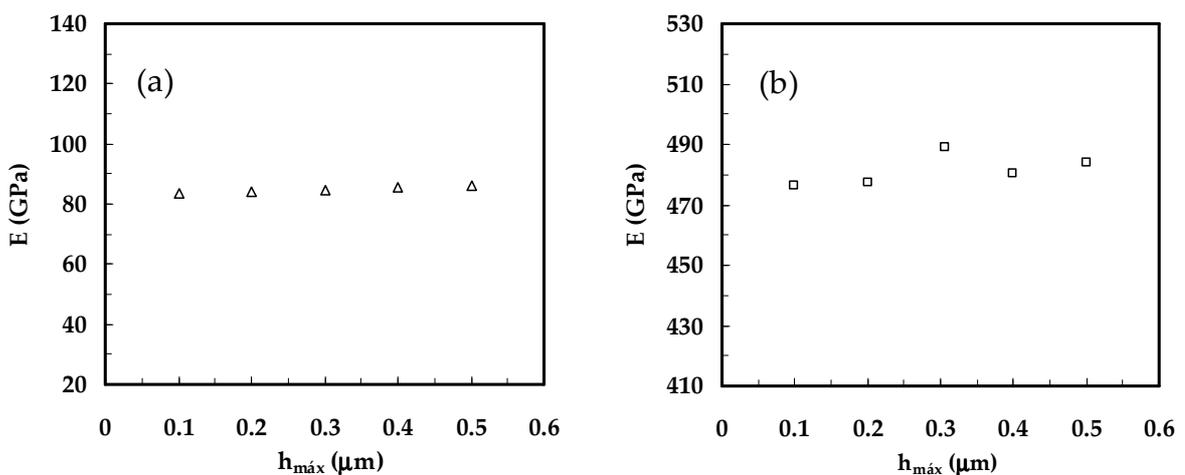


Figura 2.26 Resultados do módulo de elasticidade para várias profundidades máximas de indentação. (a) Vidro BK7. (b) Tungsténio.

Do exposto, pode concluir-se que as curvas de carga-descarga obtidas por simulação numérica, a diversas profundidades de indentação, podem ser deduzidas umas das outras multiplicando os valores da profundidade de indentação por um valor escolhido e, simultaneamente, multiplicando a carga pelo quadrado desse valor.

2.2.2. CURVA DE DESCARGA

O estudo da curva de descarga foi efectuado com recurso à simulação numérica do ensaio de dureza Vickers. A aptidão da equação (2.12) para descrever a curva de descarga, nomeadamente na avaliação da rigidez dos materiais e a sua comparação com uma equação agora proposta, constituiu o principal assunto deste estudo.

A rigidez, S , foi avaliada em quatro materiais com base no ajuste das curvas de descarga com a equação (2.12). Uma equação do mesmo tipo em que o último ponto de ajuste é agora h_0 (em vez de h_f) ao qual corresponde a carga P_0 (em vez de zero), foi também utilizada na determinação da rigidez. A equação proposta tem a forma (Antunes *et al.*, 2006):

$$P = P_0 + K_2(h - h_0)^T, \quad (2.22)$$

em que K_2 e T são os coeficientes obtidos por ajuste da fracção da curva de descarga acima de P_0 .

Os materiais considerados na simulação numérica do ensaio de dureza foram o vidro BK7, o níquel, o aço AISI M2 e o tungsténio, cujas propriedades mecânicas estão indicadas na tabela 2.3. As cargas máximas aplicadas nos ensaios foram de 10 mN, no caso do níquel e do vidro BK7, e de 20 mN no caso do aço AISI M2 e do tungsténio. Estas cargas permitiram obter profundidades máximas de indentação semelhantes nos quatro materiais. O indentador e malha de elementos finitos utilizados na simulação numérica foram o Vickers V3 e a malha M2, respectivamente (tabelas 2.1 e 2.2). O contacto com atrito entre o indentador Vickers e o corpo deformável foi simulado com um coeficiente de atrito igual a 0.16. A figura 2.27 apresenta a evolução dos valores da rigidez obtidos para os quatro materiais, considerando diferentes fracções da curva de descarga nos ajustes da equação (2.22). Os valores da rigidez avaliados com a equação (2.22) tendem para um patamar, quando são consideradas no ajuste porções da curva de descarga entre os 60 e os 90%. A figura 2.27 mostra ainda que, à excepção do caso do vidro BK7, os valores da rigidez avaliados com a equação (2.22), são ligeiramente inferiores aos obtidos com a equação (2.12) (que corresponde ao ajuste da totalidade da curva de descarga com a equação (2.22) – símbolos a cheio).

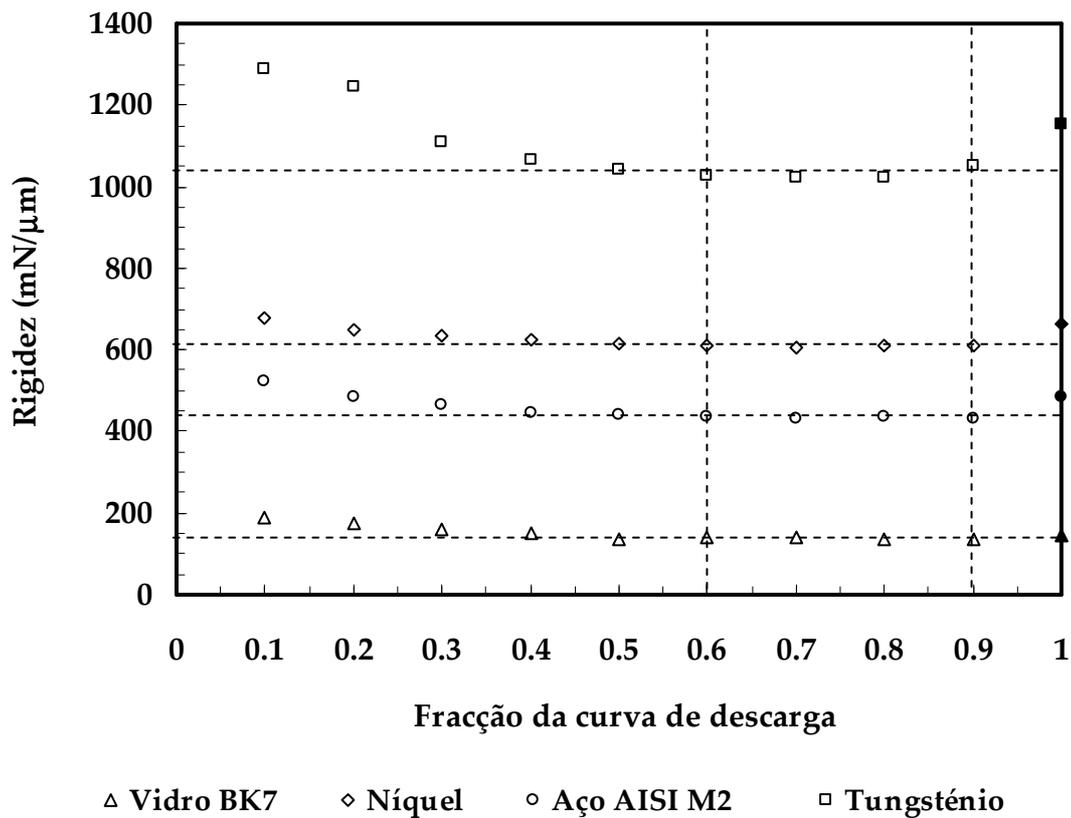


Figura 2.27 Resultados da rigidez do vidro BK7, níquel, aço AISI M2 e tungstênio obtidos no ajuste da equação (2.22) com diferentes frações da curva de descarga. Os símbolos a cheio correspondem ao ajuste da equação (2.12).

Os resultados apresentados na figura 2.27 não permitem concluir qual das equações, (2.12) ou (2.22), fornece o valor mais adequado da rigidez para efectuar o cálculo da área de contacto e do módulo de elasticidade. Para testar os valores de rigidez, foi efectuada a avaliação do módulo de elasticidade dos quatro materiais considerando os valores de complacência resultantes do ajuste das equações (2.12) e (2.22) às curvas de carga descarga, experimentais e numéricas. Os ensaios de dureza Vickers experimentais foram realizados com um ultramicrodurómetro FICHERSCOPE H100, controlado por computador. No ajuste da equação (2.12) às curvas de descarga experimentais e numéricas, foi utilizada a totalidade da curva de descarga. Por sua vez, no ajuste da equação (2.22) foi utilizada 70% da curva de descarga. Na tabela 2.4 apresentam-se os resultados obtidos para o módulo de elasticidade, experimentais e numéricos, dos quatro materiais. Na tabela, $P_{\text{máx}}$ é a carga máxima, E é o módulo de elasticidade e R^2 é o coeficiente de correlação obtido no ajuste da curva de descarga. O erro indicado corresponde aos desvios do módulo de elasticidade em relação aos valores de referência indicados na tabela 2.3, e de novo mencionados na tabela 2.4. No ajuste das equações (2.12) e (2.22) às curvas de descarga foi utilizado o programa comercial CurveExpert®.

Tabela 2.4 Comparação dos resultados do módulo de elasticidade determinados com os valores de complacência avaliados por ajuste das equações (2.12) e (2.22) às curvas de descarga experimentais e numéricas.

Resultados	Vidro BK7		Níquel		Aço AISI M2		Tungsténio	
	Equação ajustada à curva de descarga							
	(2.12)	(2.22)	(2.12)	(2.22)	(2.12)	(2.22)	(2.12)	(2.22)
Numéricos								
$P_{\text{máx}}$ (mN)	10		10		20		20	
E_{Entrada} (GPa)	81.9		220.0		220.6		410.0	
E (GPa)	105.9	100.3	261.0	239.3	279.4	249.2	511.4	451.7
Erro (%)	29.1	22.5	18.3	8.5	26.7	13.0	24.7	10.2
R^2	0.99968	0.99974	0.99968	0.99997	0.99914	0.99992	0.99887	0.99996
Experimentais								
$P_{\text{máx}}$ (mN)	42		42		100		42	
$E_{\text{Referência}}$ (GPa)	81.9		220.0		220.6		410.0	
E (GPa)	90.1	81.0	251.3	243.5	298.2	208.0	541.8	515.3
Erro (%)	10.0	-1.1	14.2	10.7	35.2	-5.7	32.1	25.7
R^2	0.99979	0.99982	0.99986	0.99991	0.99995	0.99996	0.99968	0.99985

Os resultados indicados na tabela 2.4 mostram que a precisão obtida no cálculo do módulo de elasticidade é maior no caso em que é utilizada a equação (2.22) no ajuste da curva de descarga (70% da curva foi ajustada). Também os coeficientes de correlação, R^2 , obtidos no ajuste das curvas de descarga dos quatro materiais, são ligeiramente melhores quando é utilizada a equação (2.22). Neste contexto, para o equipamento utilizado nos ensaios experimentais, pode concluir-se que a equação (2.22) é mais adequada para efectuar a avaliação da rigidez, quando ajustada a 60 – 90% da curva de descarga.

ÁREA DE CONTACTO DA INDENTAÇÃO

Este capítulo faz referência à determinação da área de contacto das indentações. A geometria da indentação e do indentador são assunto da revisão bibliográfica. A simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers é utilizada no estudo da geometria da indentação, e suas implicações nos resultados da área de contacto e das propriedades mecânicas. Numa segunda parte é apresentado um estudo sobre a influência da dimensão do “offset” do indentador Vickers nos resultados das propriedades mecânicas.

1. INTRODUÇÃO

1.1. DETERMINAÇÃO DA ÁREA DE CONTACTO DA INDENTAÇÃO

A aplicação do ensaio de dureza na caracterização mecânica de materiais frágeis, sensíveis à fissuração, e de revestimentos finos impôs restrições às cargas máximas utilizadas. Nestes casos, é aconselhável a utilização de pequenas cargas, sendo as profundidades de indentações resultantes de dimensão reduzida. Assim, o processo clássico de medição das indentações residuais por microscopia óptica revela-se ineficaz. No caso de equipamentos dinâmicos de dureza, a precisão da determinação da área de contacto e, conseqüentemente, das propriedades mecânicas é fortemente dependente de factores como, por exemplo, o estado superficial das amostras, a correcta fixação aos seus suportes e as vibrações no sistema de ensaio (por exemplo: Bobji e Biswas, 1998; Zhang e Xu, 2002; Shibutani e Koyama, 2004).

Pethica *et al.* (1983) sugeriram um método para efectuar a determinação da área de contacto baseado no conhecimento da função de área do indentador. O método pressupõe que, à carga máxima, a geometria da indentação é igual à geometria do indentador à mesma profundidade. Deste modo, identificando a profundidade máxima de indentações nas curvas de carga-descarga, a área de contacto da indentações pode ser estimada através da função de área do indentador:

$$A = F(h), \quad (3.1)$$

em que F é a função de área do indentador e h a profundidade de indentação.

A curva de carga-descarga de um material elastoplástico sugere, de imediato, duas possíveis escolhas para a profundidade de indentação a utilizar na determinação da área de contacto. A profundidade de indentação à carga máxima, $h_{\text{máx}}$, e a profundidade residual após descarga, h_f (ver figura 2.2). Oliver *et al.* (1986) sugeriram que a área de contacto era melhor aproximada pela profundidade de indentação residual, h_f . Por sua vez, Doerner e Nix (1986), com base na teoria elástica do punção plano, sugeriram a utilização da profundidade de indentação resultante da intercepção da recta ajustada aos primeiros pontos da curva de descarga com o eixo das profundidades de indentação (h_{plano} , na figura 2.3). Os resultados experimentais do material METGLAS® 2826, obtidos por Doerner e Nix (1986) mostraram que a profundidade de indentação, assim determinada, fornecia uma aproximação superior à obtida com a profundidade residual, h_f , sugerida anteriormente por Oliver *et al.* (1986).

Oliver e Pharr (1992) observaram experimentalmente que, à excepção de um pequeno número de materiais, a parte inicial da curva de descarga não seguia o comportamento linear característico do punção plano. Estes autores propuseram uma correcção para a profundidade de contacto da indentação que considera, em qualquer momento durante a fase de carga, que a profundidade total corresponde à soma de duas parcelas (figura 3.1):

$$h = h_c + h_s, \quad (3.2)$$

em que h_c é a profundidade até à qual existe contacto entre o indentador e o material, e h_s é o afundamento apresentado pela superfície do material, medido desde a superfície inicial até ao ponto em que entra em contacto com o indentador.

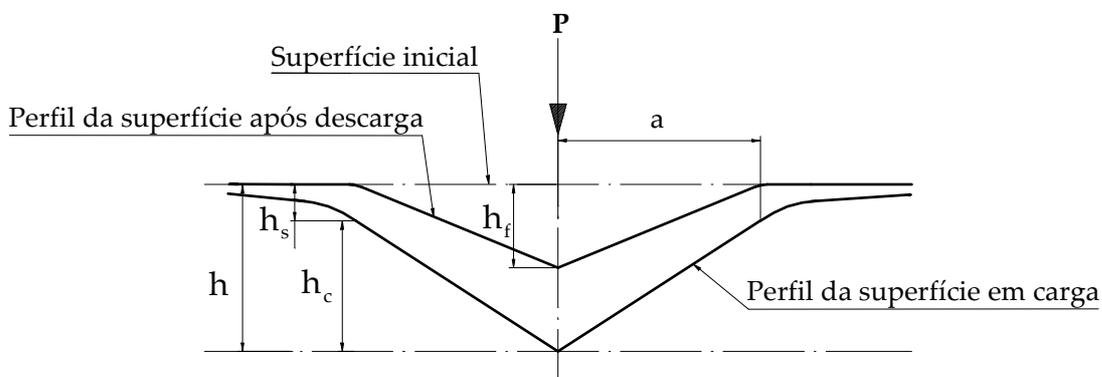


Figura 3.1 Representação esquemática da secção de uma indentação. A dimensão, a , designa o raio de contacto da indentação.

Nestas condições, considerando que o indentador não sofre deformação elástica significativa, a profundidade de contacto da indentação determinada no início da descarga pode ser obtida reescrevendo a equação (3.2):

$$h_c = h_{m\acute{a}x} - h_s, \quad (3.3)$$

em que $h_{m\acute{a}x}$ é a profundidade de indentação à carga máxima. Deste modo, para determinar a profundidade de contacto da indentação, h_c , é necessário conhecer a profundidade máxima de indentação, $h_{m\acute{a}x}$, e o afundamento h_s . Sneddon (1965) propôs uma expressão, função da geometria do indentador, que define o afundamento, h_s :

$$h_s = G_1(h - h_f), \quad (3.4)$$

em que G_1 é uma constante que depende da geometria do indentador e a diferença $(h - h_f)$ está relacionada com a carga, P , e com a complacência, C , através de (Sneddon, 1965):

$$(h - h_f) = G_2PC, \quad (3.5)$$

onde h_f é a profundidade de indentação residual e G_2 é uma constante que também depende da geometria do indentador. Substituindo a equação (3.5) em (3.4), têm-se no contacto à carga máxima (Oliver e Pharr, 1992):

$$h_s = \varepsilon P_{m\acute{a}x} C, \quad (3.6)$$

em que $\varepsilon = G_1G_2$ é um factor de correcção que depende da geometria do indentador. Os valores do factor de correcção, ε , para as geometrias de indentador mais habituais são os indicados na tabela 3.1.

Tabela 3.1 Parâmetro geométrico, ε (Oliver e Pharr, 1992).

Geometria do indentador	ε
Plano	1
Parabólico	0.75
Cónico	0.72

A figura 3.2 apresenta o intervalo de variação da profundidade de contacto da indentação, h_c , em função da geometria do indentador. No caso particular em que o

factor geométrico ϵ é igual a 1 (indentador plano), as profundidades de indentação, h_{plano} e h_c , são coincidentes.

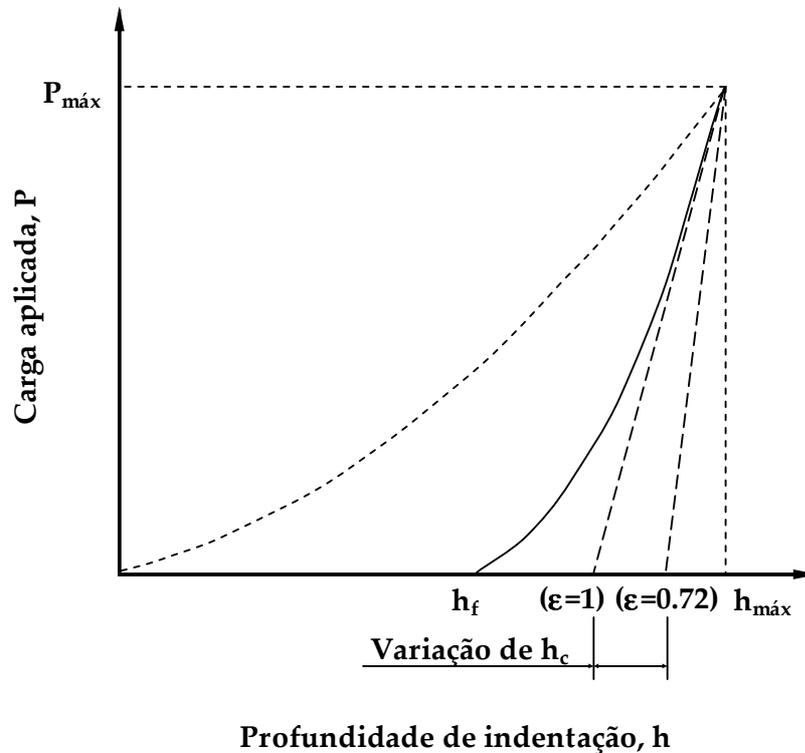


Figura 3.2 Representação esquemática da influência do factor geométrico ϵ , no valor da profundidade de contacto da indentação, h_c .

A substituição da equação (3.6) em (3.3) conduz à expressão:

$$h_c = h_{\text{máx}} - \epsilon P_{\text{máx}} C, \quad (3.7)$$

que permite determinar a profundidade de contacto, h_c , com base nas curvas de carga-descarga.

Quando se usam os indentadores Berkovich e Vickers, as melhores estimativas da profundidade de contacto da indentação, h_c , ocorrem quando o parâmetro geométrico, ϵ , é igual a 0.75, correspondente à geometria parabólica de revolução (tabela 3.1). Ou seja, a geometria piramidal é melhor aproximada pela geometria parabólica de revolução que pela geometria cónica (Oliver e Pharr, 1992). A introdução do conceito designado de geometria efectiva do indentador (Pharr e Bolshakov, 2002), permitiu justificar de modo mais preciso os valores do parâmetro ϵ . Assim, reescrevendo a equação (3.6), que traduz a deflexão elástica do material no bordo da indentação, em função do parâmetro geométrico ϵ , tem-se:

$$\varepsilon = \frac{h_s}{P_{\text{máx}} C}. \quad (3.8)$$

Substituindo na equação (3.8) a complacência, C , dada pela relação (2.5), obtém-se:

$$\varepsilon = \frac{h_s}{P_{\text{máx}}} 2E_R \sqrt{\frac{A}{\pi}}, \quad (3.9)$$

ou ainda ($A = \pi a^2$):

$$\varepsilon = \frac{h_s}{P_{\text{máx}}} 2E_R a, \quad (3.10)$$

em que a representa o raio de contacto da indentação (ver equação (2.2)). A definição precisa do parâmetro geométrico, ε , pode ser obtida utilizando a relação de Sneddon (1965) para a deflexão elástica da superfície, h_s , devida a uma indentação produzida por um indentador rígido com raio de contacto, a , cuja geometria pode ser descrita por uma lei de potência semelhante à da geometria efectiva do indentador (Sneddon, 1965). Considerando as equações (2.14), (2.15) e (3.10), a expressão do parâmetro geométrico, ε , resulta (Pharr e Bolshakov, 2002):

$$\varepsilon = \left(1 - \frac{2\Gamma(1/2 + \nu/2)}{\nu\sqrt{\pi}\Gamma(\nu/2)} \right) \frac{1 + \nu}{\nu}, \quad (3.11)$$

em que Γ é a função factorial gama e ν o expoente da equação (2.14), que traduz a geometria efectiva do indentador. Alternativamente, com auxílio da equação (2.16), que relaciona os expoentes m e ν , obtém-se:

$$\varepsilon = m \left(1 - \frac{2\Gamma\left(\frac{m}{2(m-1)}\right)}{\sqrt{\pi}\Gamma\left(\frac{1}{2(m-1)}\right)} \right) (m-1). \quad (3.12)$$

Esta equação mostra a existência de uma dependência do parâmetro geométrico, ε , em relação ao expoente m da equação (2.12), que descreve a curva de descarga. A figura 3.3 mostra essa dependência para a gama de variação teórica do expoente m (em que os limites 1 e 2 correspondem ao valor teórico de m para punções planos e cónicos, respectivamente (Sneddon, 1965)). A figura mostra que, no intervalo de variação geralmente observado para o expoente m (1.2 a 1.6, como

mencionado no Capítulo 2), o parâmetro geométrico, ε , assume valores compreendidos entre 0.74 e 0.79.

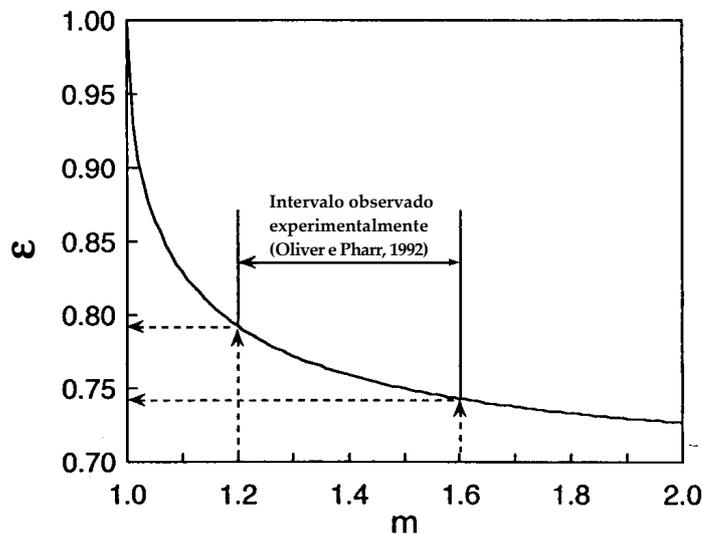


Figura 3.3 Relação entre o parâmetro geométrico ε e o expoente m da curva de descarga. (Adaptado de Pharr e Bolshakov (2002))

Neste contexto, tendo presente que o expoente m depende das propriedades elásticas e plásticas do material, um procedimento de fácil implementação para efectuar a determinação mais precisa de ε , consiste em substituir o valor de m , obtido no ajuste da equação (2.12) à totalidade da curva de descarga experimental, na equação (3.12) (Pharr e Bolshakov, 2002). Em alternativa, o parâmetro ε pode também ser determinado com a figura 3.3.

No entanto, constatou-se que os valores da área de contacto determinados com a profundidade de contacto, h_c , nem sempre apresentam a precisão adequada. Este facto, é na maioria das vezes justificado pela existência de afastamentos das geometrias do indentador e da indentação, em relação à ideal, os quais não são considerados no cálculo da profundidade de contacto da indentação, h_c (por exemplo: Oliver e Pharr, 1992; Herrmann *et al.*, 2000; Antunes *et al.*, 2002; Franco Jr. *et al.*, 2004).

1.2. CORRECÇÃO DA ÁREA DE CONTACTO DA INDENTAÇÃO

Um dos primeiros métodos de determinação da área de contacto, tomando em conta as imperfeições geométricas do indentador, foi proposto por Oliver e Pharr (1992). Na base do seu estabelecimento esteve o pressuposto que as propriedades mecânicas dos materiais, nomeadamente a dureza e o módulo de elasticidade, não dependiam do nível de cargas aplicadas no ensaio de dureza. O método proposto é

auto-consistente, no sentido em que não necessita à partida do conhecimento do valor do módulo de elasticidade do material.

Oliver e Pharr (1992) propuseram uma função de área em que as parcelas, para além da primeira, descrevem os desvios geométricos do indentador em relação à sua geometria ideal. A função de área obtida para o indentador Vickers (ou Berkovich) é expressa por (Oliver e Pharr, 1992):

$$A(h_c) = 24.5h_c^2 + C_1h_c + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128}, \quad (3.13)$$

em que os coeficientes C_i com $i=1$ até 8 (C_1 a C_8) são determinados no ajuste. A primeira parcela da equação (3.13) corresponde à área de contacto da geometria ideal de uma pirâmide Vickers (ou Berkovich).

Simultaneamente, Oliver e Pharr desenvolveram uma correcção para a complacência do equipamento de ensaio. Com base num processo iterativo é feita a determinação dos coeficientes C_i , da equação (3.13) e da complacência do equipamento, C_e . O processo iterativo inicia-se usando a função de área da geometria ideal, $A = 24.5h_c^2$, para fazer uma primeira estimativa da área das indentações realizadas a grandes profundidades num material macio (por exemplo, alumínio). O valor inicial da complacência do equipamento, C_e , e do módulo de elasticidade, E_R , são obtidos através da representação da complacência C em função de $(1/\sqrt{A})$, para as duas maiores indentações (ver equação (2.8)). Utilizando estes valores de C_e e E_R , determina-se a área de contacto, A , aplicando a equação (2.8) a todas as indentações. Os coeficientes C_i são então obtidos por ajuste da equação (3.13) à representação dos valores de A em função de h_c . Com base nos coeficientes, C_i , recalcula-se novamente a área e estimam-se novos valores de C_e e E_R , e o processo iterativo é repetido até que se verifique convergência para um valor de C_e e E_R . Uma vez efectuada a determinação de C_e , utilizando os valores da complacência, C , e da profundidade da indentação, h_c , obtidos para um material mais duro (por exemplo quartzo), refinam-se os valores dos coeficientes, C_i , para pequenas profundidades de indentação. O método proposto por Oliver e Pharr (1992) apresenta em alguns casos, dificuldades de convergência no processo iterativo. Além disso, não é definido o significado físico de algumas das constantes C_i da função de área utilizada (Seitzman, 1998; Antunes *et al.*, 2002).

Trindade *et al.* (1994) estabeleceram um método de correcção da profundidade de indentação que considera simultaneamente o tipo de geometria da indentação e a geometria imperfeita do indentador Vickers. No seu estudo, foi observada uma discrepância entre os valores da designada profundidade plástica, h_p (igual a h_c determinado pela equação (3.7) com $\varepsilon=1$ – ver figura 3.2), obtidos da curva de

descarga e os de $h_D = D/7$, avaliados na medição das diagonais das indentações, D , por microscopia óptica. A diferença foi justificada pela formação de um lábio junto aos bordos da indentação e pela presença de um “offset” no indentador. O método não pretende a obtenção da área de contacto no início da descarga, mas antes, determinar a área da indentação residual a partir das curvas de carga-descarga, embora sejam, geralmente, consideradas iguais. Deste modo, os resultados são directamente comparáveis com os obtidos pelos meios clássicos de determinação da dureza (medição da diagonal de indentação após descarga por meios ópticos). O método consiste em obter uma profundidade plástica corrigida ($h_{pc} \approx h_D$) a partir de uma recta ajustada a um conjunto de pontos relativos a diferentes materiais, colocando h_D em função de h_p . Para o equipamento utilizado¹ no seu estudo a equação da recta ajustada foi (Trindade *et al.*, 1994):

$$h_{pc} (\approx h_D) = 1.095h_p + 0.052, \quad (3.14)$$

em que h_p e h_{pc} são expressos em μm . O valor 0.052 μm foi relacionado com o tamanho do “offset” do indentador.

O estabelecimento da equação (3.14) foi efectuado utilizando um material metálico (aço AISI M2), em quatro estados de tratamento térmico, o que permitiu abranger um intervalo de dureza entre os 4 e os 10 GPa, aproximadamente (Trindade *et al.*, 1994). O método considera a formação de lábio no bordo da indentação e permite ainda de uma forma relativamente fácil determinar o valor de “offset” apresentado pelo indentador.

Herrmann *et al.* (2000) sugeriram uma outra metodologia de correcção da área de contacto baseada na anteriormente proposta por Oliver e Pharr (1992), fazendo ensaios a diversas profundidades em dois materiais. As principais diferenças situam-se na utilização de ciclos iterativos independentes para o cálculo da complacência do equipamento e para a área de contacto da indentação. A função de área estabelecida é expressa por (Herrmann *et al.*, 2000):

$$A = I_1 \left(\frac{h - I_2}{h_{\text{máx}}} \right)^{I_3}, \quad (3.15)$$

em que os coeficientes I_1 , I_2 e I_3 , são determinados no ajuste.

Nesta metodologia, após conhecida a complacência do equipamento, substitui-se o seu valor e o do módulo de elasticidade na equação (2.8) e determina-se a área de contacto. A função de área da equação (3.15) é então ajustada à representação dos valores da área em função da profundidade de indentação experimental. À semelhança

¹ Ultramicrodurómetro FICHERSCOPE H100, controlado por computador.

da função de área proposta por Oliver e Pharr (1992), também nesta expressão, os coeficientes de ajuste I_1 , I_2 e I_3 , não apresentam significado físico.

Antunes *et al.* (2002) propuseram dois outros métodos para efectuar a correcção da profundidade de contacto da indentação, h_c , e consequentemente da área de contacto da indentação. O primeiro dos métodos, designado de calibração linear, baseia-se no conhecimento prévio do módulo de elasticidade de diferentes materiais e da complacência do equipamento. A equação (2.8) e a função de área da geometria ideal do indentador ($A = 24.5h^2$) são utilizadas para determinar a profundidade de indentação teórica, h_L , a diversas cargas, em materiais com módulo de elasticidade conhecido. A calibração linear da profundidade de indentação utiliza o ajuste linear da evolução da profundidade, h_L , em função da profundidade, h_c , determinada experimentalmente para os materiais testados (sílica, cobre, vidro BK7, aço macio e alumínio), com recurso à equação (3.7). No estudo realizado, para o mesmo equipamento e indentador Vickers utilizado por Trindade *et al.* (1994), foi obtida a relação (Antunes *et al.*, 2002):

$$h_L = 1.041h_c + 0.051, \quad (3.16)$$

em que h_L e h_c são expressos em μm . Na equação, o valor do declive 1.041 está relacionado com o desvio do ângulo apical da pirâmide Vickers em relação à geometria ideal e eventualmente com a formação de lábio no bordo da indentação, a constante 0.051 representa o “offset” do indentador, valor bastante próximo do encontrado por Trindade *et al.* (1994), para o mesmo indentador.

O segundo método de calibração proposto por Antunes *et al.* (2002) é baseado na determinação da geometria do indentador Vickers recorrendo à microscopia de força atómica, AFM (“Atomic Force Microscopy”). A análise da topologia do indentador possibilitou identificar os desvios geométricos do indentador relativamente à geometria ideal, nomeadamente o “offset” e o ângulo apical. O tratamento dos dados provenientes das medições permitiu obter para cada profundidade de indentação a respectiva área de contacto, e relacioná-la com a correspondente à geometria ideal. Os resultados experimentais são depois ajustados por uma equação composta pela soma de dois termos, um linear e outro exponencial, com a forma (Antunes *et al.*, 2002):

$$h_{\text{AFM}} = -J_1 \left[e^{\left(-\frac{h_c J_2}{J_1} \right)} - 1 \right] + J_3 h_c, \quad (3.17)$$

em que h_{AFM} é a profundidade de contacto da indentação com correcção da geometria do indentador. A constante J_1 define a dimensão do “offset” do

indentador. O coeficiente J_2 indica a forma como a parte linear da curva é aproximada. Finalmente, J_3 está relacionado com o ângulo apical do indentador; valores diferentes da unidade indicam um ângulo apical diferente de 136° . No estudo realizado, os valores encontrados para as constantes da equação (3.17) foram: $J_1 = 0.050 \mu\text{m}$, $J_2 = 2.034 \mu\text{m}$ e $J_3 = 1.023 \mu\text{m}$ (Antunes *et al.*, 2002). Uma vez mais, o valor encontrado para representar o “offset” do indentador é da ordem de 50 nm.

1.3. GEOMETRIA DA INDENTAÇÃO

Em alguns materiais surgem desvios significativos nos valores obtidos para as propriedades mecânicas, facto que está muitas vezes relacionado com a alteração da geometria dos bordos da indentação, formação de lábio (“*pile-up*”) ou afundamento da superfície da indentação (“*sink-in*”) (por exemplo: Norbury e Samuel, 1928; Laursen e Simo, 1992; Bolshakov *et al.*, 1997; Bolshakov e Pharr, 1998; McElhaney *et al.*, 1998; Taljat e Pharr, 2004). A figura 3.4 ilustra as alterações típicas dos bordos de uma indentação Vickers.

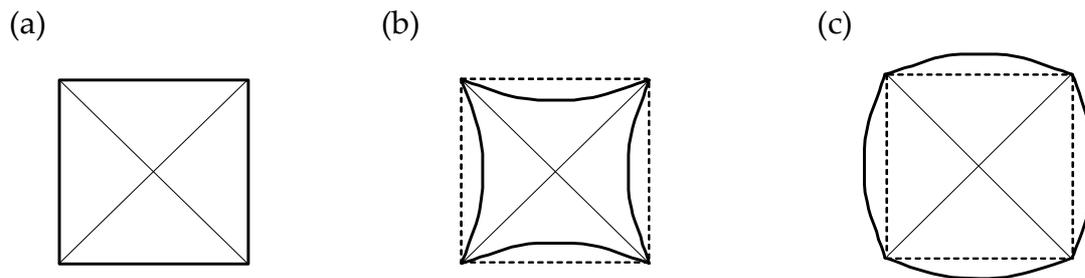


Figura 3.4 Geometria da indentação Vickers. (a) Geometria ideal da indentação. (b) Afundamento dos bordos da indentação (“*Sink-in*”). (c) Formação de lábio nos bordos da indentação (“*Pile-up*”).

Os métodos normalmente utilizados na determinação da área de contacto da indentação permitem obter resultados precisos para as propriedades mecânicas, nomeadamente no caso dos materiais de elevada dureza onde predomina o afundamento dos bordos da indentação. Contudo, no caso dos materiais macios, onde, geralmente, surge formação de lábio nos bordos da indentação, a dureza e o módulo de elasticidade surgem sobrestimados, consequência da subavaliação da área de contacto da indentação. Porém, estas considerações muito habituais merecem um tratamento mais rigoroso.

Bolshakov *et al.* (1997) estudaram a influência do tipo de geometria de indentação (afundamento ou formação de lábio) no cálculo da área de contacto. Recorrendo ao método dos elementos finitos, efectuaram uma análise bidimensional do processo de indentação utilizando um indentador cónico com semi-ângulo apical igual a 70.3° . Para este ângulo do cone, a área da secção transversal é igual à das pirâmides Vickers e

Berkovich à mesma distância do vértice (por exemplo: Min *et al.*, 2004). O contacto entre o indentador, considerado rígido, e a superfície do corpo deformável, foi modelado na ausência de atrito. Os materiais utilizados na simulação numérica apresentavam valores da tensão limite de elasticidade entre 0.114 e 26 GPa, e encruamento linear ($d\sigma/d\varepsilon = 0$ e $d\sigma/d\varepsilon = 10\sigma_c$, em que σ_c é a tensão limite de elasticidade). O módulo de elasticidade e coeficiente Poisson foram considerados constantes para todos os materiais, 70 GPa e 0.25, respectivamente (Bolshakov *et al.*, 1997).

Do ponto de vista puramente mecânico, os parâmetros do material que controlam a deformação plástica durante o processo de indentação, e conseqüentemente a geometria da indentação, são o módulo de elasticidade, o coeficiente de Poisson, a tensão limite de elasticidade e o coeficiente de encruamento. As diversas combinações possíveis destes parâmetros dificultam a sistematização dos estudos sobre a geometria da indentação. Neste contexto, Bolshakov *et al.* (1997) propuseram a utilização da razão entre a profundidade de indentação residual após descarga e a profundidade de indentação à carga máxima, $h_f/h_{m\acute{a}x}$, para prever o tipo de geometria de indentação. Esta relação, facilmente obtida na curva experimental de carga-descarga, é independente da profundidade máxima de indentação para determinado material. A figura 3.5 apresenta a evolução da razão entre a dureza e o módulo de elasticidade, H/E , em função da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$. Na figura, as profundidades de indentação, final após descarga, h_f , e à carga máxima, $h_{m\acute{a}x}$, foram obtidas directamente da curva de carga-descarga. A dureza, H , foi determinada com a área de contacto avaliada com o contorno formado pelos nós da malha de elementos finitos em contacto com o indentador à carga máxima. O módulo de elasticidade, E , corresponde ao utilizado como dado de entrada no programa de simulação numérica (Bolshakov *et al.*, 1997).

Os resultados da figura 3.5 permitem efectuar a previsão do valor da razão H/E , para um dado material, desde que se conheça a razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$. No entanto, no caso de materiais que apresentem valores da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ compreendidos entre 0.1 e 0.8, a estimativa efectuada depende do coeficiente de encruamento do material. Aos valores limite da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$, 0 e 1, correspondem os valores da razão H/E de 0.207 e 0, respectivamente. O primeiro limite ($H/E = 0.207$) está relacionado com materiais que apresentam comportamento puramente elástico. O segundo ($H/E = 0$), corresponde ao caso de materiais com comportamento rígido-plástico, que não apresentam recuperação elástica durante a descarga (Bolshakov *et al.*, 1997). Contudo, no caso dos materiais com comportamento puramente elástico, a razão $H/E = 0.207$ afasta-se da solução analítica prevista por Sneddon (1965) para uma indentação realizada com um indentador cónico, em que $H/E = 0.191$. A discrepância entre os valores da razão H/E , encontrados na análise efectuada por Sneddon (1965) e por Bolshakov *et al.* (1997), foi justificada pelo facto das áreas de contacto das indentações serem determinadas de modos diferentes (área da indentação residual no primeiro caso e área de contacto à carga máxima no segundo). Outra diferença nas abordagens feitas

tem a ver com a utilização de pequenas deformações na análise de Sneddon e grandes deformações na simulação numérica de Bolshakov.

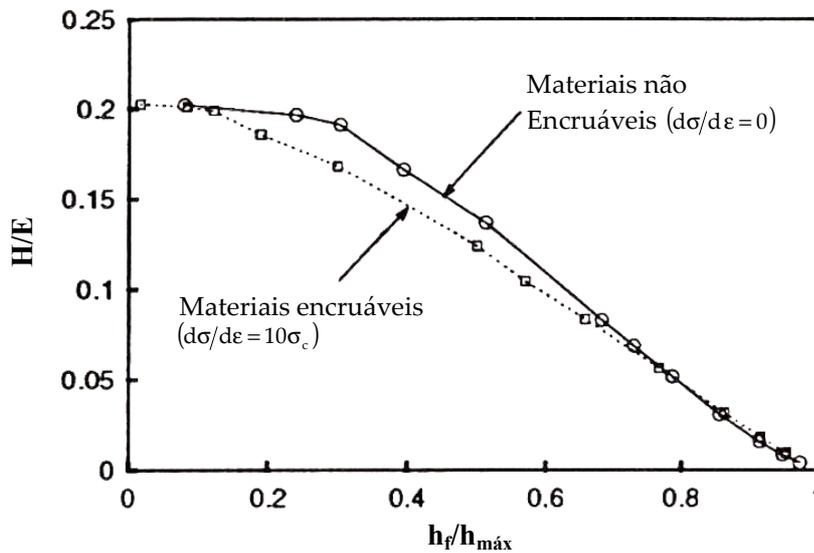


Figura 3.5 Evolução da razão H/E com a razão $h_f/h_{máx}$, obtida na simulação numérica dos materiais encruáveis e não encruáveis. (Adaptado de Bolshakov *et al.* (1997))

A figura 3.6 apresenta os perfis obtidos para a superfície das indentações dos dois tipos de materiais, encruáveis e não encruáveis, com diferentes valores da razão $h_f/h_{máx}$. Esta figura mostra que a formação de lábio no bordo da indentação surge fundamentalmente para valores da razão $h_f/h_{máx}$ próximos de 1, quando o material é não encruável. Para valores de $h_f/h_{máx}$ inferiores a 0,7, não se regista formação de lábio, qualquer que seja o tipo de encruamento (Bolshakov *et al.*, 1997).

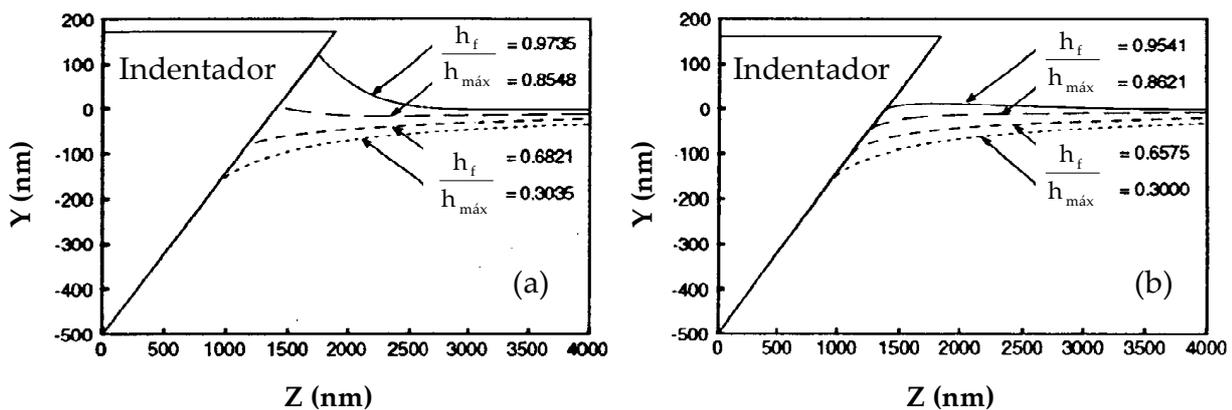


Figura 3.6 Perfis da superfície das indentações, obtidos na simulação numérica do ensaio de dureza de materiais com diferentes valores da razão $h_f/h_{máx}$. (a) Materiais não encruáveis ($d\sigma/d\varepsilon=0$). (b) Materiais encruáveis ($d\sigma/d\varepsilon=10\sigma_c$). (Adaptado de Bolshakov *et al.* (1997))

A figura 3.7 apresenta a evolução dos valores da área de contacto e do módulo de elasticidade obtidos para os dois tipos de materiais, encruáveis e não encruáveis, com a razão $h_f/h_{máx}$. Os valores da área de contacto e do módulo de elasticidade encontram-se normalizados em relação à área da geometria ideal do indentador Vickers, $A_{Teórica}$, na ausência de lábio (“pile-up”) ou afundamento (“sink-in”) do bordo da indentação, e ao módulo de elasticidade, $E_{Entrada}$, utilizado como dado de entrada na simulação numérica.

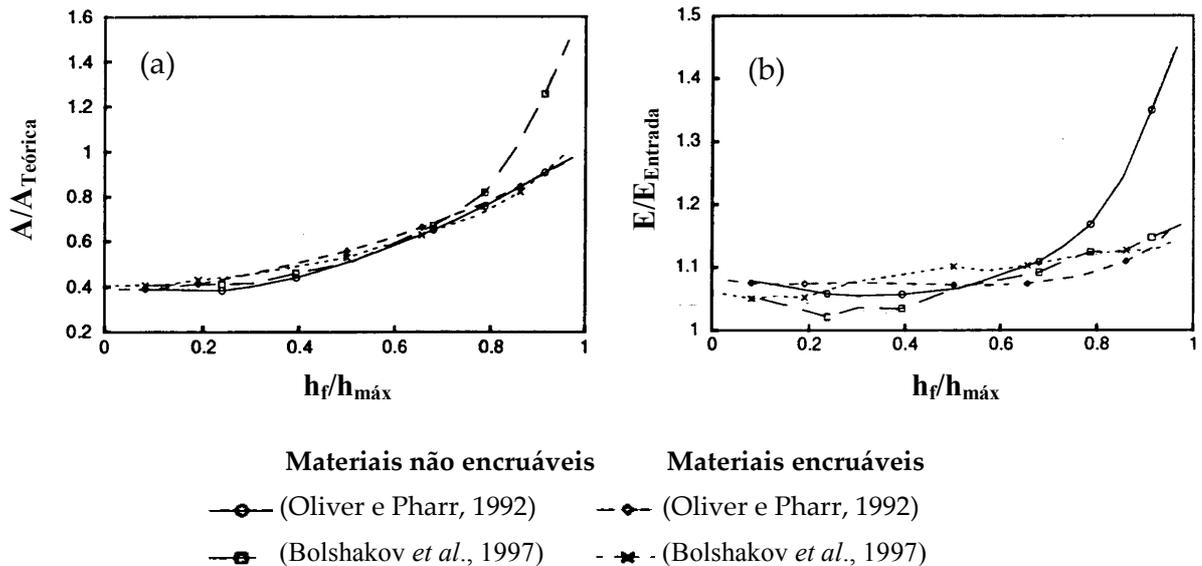


Figura 3.7 Evolução da área de contacto e do módulo de elasticidade, normalizados em função da razão $h_f/h_{máx}$. (a) Área de contacto. (b) Módulo de elasticidade. (Adaptado de Bolshakov *et al.* (1997))

Esta figura mostra que o método proposto por Oliver e Pharr (1992) para determinar a área de contacto, baseado na análise elástica da indentação, não permite obter valores precisos da área de contacto e, conseqüentemente, do módulo de elasticidade, quando surge formação de lábio no bordo da indentação ($h_f/h_{máx} > 0.7$ e coeficiente de encruamento nulo). No caso dos materiais com elevado encruamento, o método prevê para a área de contacto valores semelhantes aos avaliados com o contorno da malha de elementos finitos, independentemente do valor da razão $h_f/h_{máx}$ (Bolshakov *et al.*, 1997). Contudo, Bolshakov *et al.* (1997) constataram que mesmo no caso em que não existe formação de lábio nos bordos da indentação, o módulo de elasticidade é sobrestimado. Este facto foi estudado por Hay *et al.* (1999), que sugeriram que a sobreavaliação do módulo de elasticidade era uma consequência da solução de Sneddon (1965) para a curva de carga-descarga não descrever adequadamente o contacto entre o material e o indentador cónico. Hay *et al.* (1999) propuseram a

introdução de um factor de correcção, β , o qual é função da geometria do indentador, de forma a tomar em consideração os deslocamentos radiais do material na zona da indentação (ver Capítulo 2). Bolshakov *et al.* (1997) concluíram que a utilização do factor de correcção β reduz o valor do módulo de elasticidade, aproximando-o do valor esperado, quando não existe formação de lábio. No entanto, se existir formação de lábio a correcção anterior não se apresenta suficiente, dado que as curvas de carga-descarga são fortemente influenciadas pelas propriedades plásticas do material, facto que limita a utilização da solução elástica de Sneddon (1965) (Oliver e Pharr, 2004).

1.4. GEOMETRIA DO INDENTADOR

As geometrias de indentador geralmente utilizadas em ultramicro e nanodureza são a esférica e a piramidal. Devido à dificuldade em construir indentadores esféricos de reduzidas dimensões em diamante, a sua aplicação é limitada aos materiais de baixa dureza. As geometrias piramidais vulgarmente utilizadas são a Berkovich e a Vickers. A geometria piramidal de base triangular do indentador Berkovich permite uma concepção mais precisa da ponta do indentador, dado que possui apenas três faces, o que facilita a sua convergência num único ponto, formando o vértice. O indentador Vickers com geometria piramidal de base quadrangular obriga a que no seu vértice convirjam quatro faces, facto manifestamente complicado devido à elevada dureza do diamante e à consequente dificuldade em obter formas exactas. Por este motivo, é comum os indentadores Vickers apresentarem uma linha ou um plano de ponta em vez de um ponto de convergência das faces (figura 3.8). Este desvio geométrico do indentador Vickers é, geralmente, designado por “*offset*” (por exemplo: Rother *et al.*, 1998; Trindade *et al.*, 1994; Antunes *et al.*, 2002). A contínua utilização dos indentadores piramidais provoca o natural desgaste da ponta do indentador, amplificando o “*offset*” no caso da geometria Vickers e boleando a ponta no caso do indentador Berkovich. No ensaio de materiais com elevada dureza, surge também o arredondamento das arestas das pirâmides.

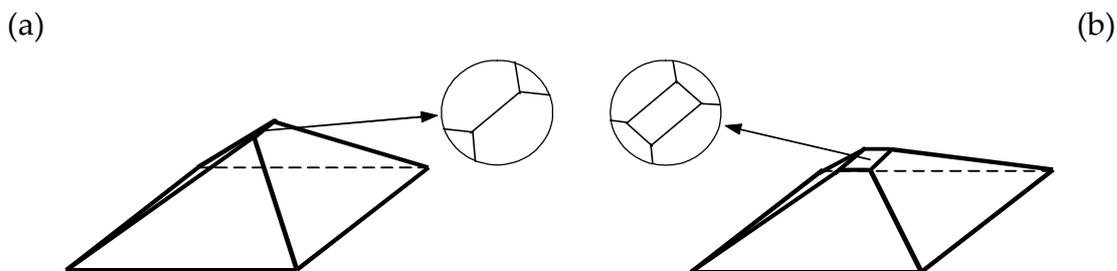


Figura 3.8 Desvios geométricos característicos do indentador Vickers. (a) Linha de contacto. (b) Plano de ponta.

Na ausência de correcção da geometria do indentador, a determinação precisa da área de contacto, e conseqüentemente das propriedades mecânicas, depende de forma sensível da sua geometria. Os procedimentos experimentais geralmente utilizados na determinação da área de contacto das indentações permitem considerar, directa ou indirectamente, os desvios na geometria do indentador em relação à ideal (Oliver e Pharr, 1992; Trindade *et al.*, 1994; Rother *et al.*, 1998; Herrmann *et al.*, 2000; Antunes *et al.*, 2002). No entanto, estes métodos de correcção exigem correcções periódicas de modo a considerar o desgaste ou a mudança de indentador, facto que os pode tornar bastante onerosos em tempo e custo. Neste contexto, é fundamental ter um conhecimento rigoroso acerca da influência da geometria dos indentadores nos resultados das propriedades mecânicas. Experimentalmente, este tipo de estudo é praticamente inviável dada a natural dificuldade de dispor de indentadores com diferentes dimensões dos desvios geométricos, por exemplo do “*offset*” no caso do indentador Vickers.

A aplicação do método dos elementos finitos no estudo do ensaio de dureza motivou a modelação das diversas geometrias de indentador. No entanto, a maioria das modelações efectuadas é bidimensional e considera o indentador de forma simplificada ou substituído por uma carga distribuída. As geometrias de indentador vulgarmente modeladas são do tipo axissimétrico, nomeadamente a esférica e a cónica (por exemplo: Bhattacharya e Nix, 1988; Laursen e Simo, 1992; Sun *et al.*, 1995; Cai e Bangert, 1995; Bolshakov *et al.*, 1997). As modelações tridimensionais do ensaio de dureza utilizam geralmente indentadores Vickers e Berkovich, considerados rígidos (por exemplo: Giannakopoulos *et al.*, 1994; Larsson *et al.*, 1996). A maioria dos estudos utiliza indentadores modelados com a geometria ideal, desprezando a existência de desvios, e conseqüentemente, a sua influência nos resultados das propriedades mecânicas. No entanto, existem estudos que consideram os desvios na geometria do indentador, como é exemplo a modelação efectuada das geometrias cónica e Vickers considerando o seu vértice semi-esférico ou com plano de ponta (por exemplo: Trindade, 2004; Antunes *et al.*, 2006).

2. ESTUDO DESENVOLVIDO

2.1. ESTUDO DA GEOMETRIA DA INDENTAÇÃO

Para melhorar o conhecimento acerca da influência do tipo de geometria da indentação no cálculo da área de contacto e, conseqüentemente, nos resultados do módulo de elasticidade, foi desenvolvido um estudo com recurso à simulação numérica do ensaio de dureza de materiais com diferentes propriedades mecânicas. Foram utilizados materiais, encruáveis e não encruáveis, modelados com a lei de encruamento isotrópico de Swift (1952) (equação (I.5) – Anexo I). A tabela 3.2 resume as propriedades mecânicas dos materiais utilizados na simulação numérica.

Tabela 3.2 Propriedades mecânicas dos materiais, encruáveis e não encruáveis, utilizados na simulação numérica.

Tipo de materiais	Nº de casos Estudados	n	σ_c (GPa)		E (GPa)	ϵ_0	ν
			mínimo	máximo			
Não encruáveis	10	≈ 0	0.25	25	100	0.005	0.29
	10		0.50	60	410		
Encruáveis	5	0.2	0.15	10	100	0.005	0.29
	5	0.4	0.15	6	100		
	6	0.6	0.05	6	100		
	6		0.15	6	410		

A tensão limite de elasticidade dos materiais, σ_c , foi escolhida de modo a obter para a razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ valores entre 0 e 1. A escolha do coeficiente de Poisson, igual para todos os materiais, deve-se ao facto do seu valor não influenciar significativamente os resultados (por exemplo: Mesarovic e Fleck, 1999).

Na simulação numérica foram utilizados o indentador Vickers V3 e a malha de elementos finitos M2 (tabelas 2.1 e 2.2, respectivamente). O contacto entre o indentador e o corpo deformável foi simulado com um coeficiente de atrito igual a 0.16. Em todos os ensaios foi imposta uma profundidade máxima de indentaço, cujo valor foi estabelecido aps estudar a sua influncia na razo $h_f/h_{m\acute{a}x}$. Assim, foram realizadas simulaçes numricas a diferentes profundidades mximas de indentaço de diversos materiais da tabela 3.2. A figura 3.9 apresenta um exemplo da evoluço dos valores da razo $h_f/h_{m\acute{a}x}$ em funço da profundidade mxima de indentaço, $h_{m\acute{a}x}$, obtida para um material no encruvel com uma tenso limite de elasticidade de 0.5 GPa e mdulo de elasticidade igual a 100 GPa. Esta figura mostra que para profundidades mximas de indentaço superiores a 0.05 μm , o valor da razo $h_f/h_{m\acute{a}x}$ permanece constante. Este mesmo resultado foi obtido para outros materiais. Neste contexto, nas simulaçes numricas seguintes foi imposta uma profundidade mxima de indentaço igual a 0.3 μm .

A figura 3.10 apresenta a evoluço dos valores da razo H/E em funço da razo $h_f/h_{m\acute{a}x}$, obtidos na simulaço numrica do ensaio de dureza dos materiais no encruveis e encruveis ($n=0.6$). Esta evoluço  semelhante  obtida por Bolshakov *et al.* (1997) (figura 3.5). As pequenas diferenças observadas provm do facto de, neste caso, o indentador ser Vickers enquanto que os resultados da figura 3.5 referem-se a um indentador cnico.

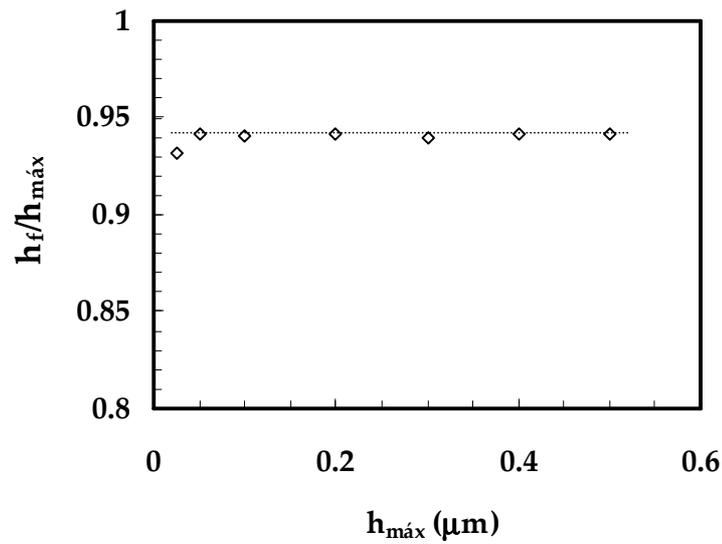


Figura 3.9 Influência da profundidade máxima de indentação, $h_{máx}$, na razão $h_f/h_{máx}$. Propriedades mecânicas do material: $\sigma_c = 0.5$ GPa, $n = 0$ e $E = 100$ GPa.

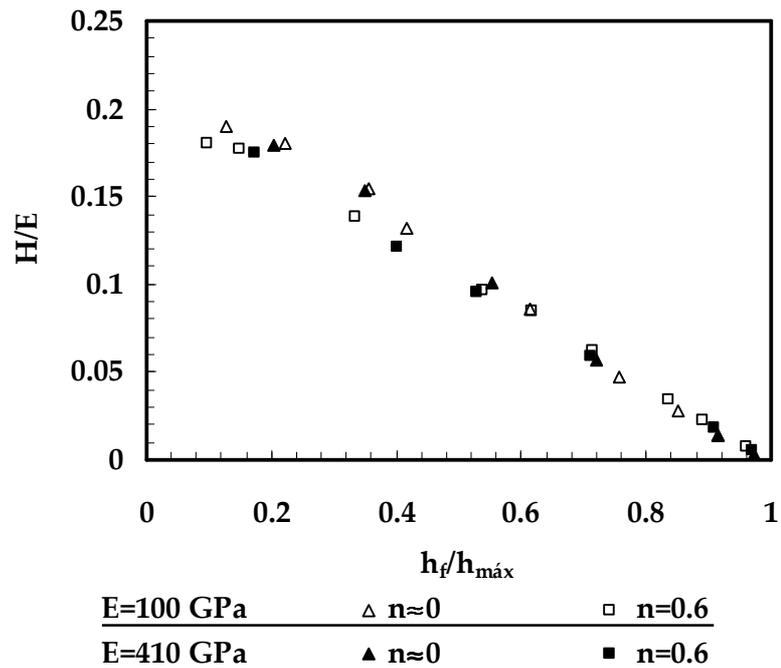


Figura 3.10 Evolução da razão H/E com a razão $h_f/h_{máx}$, obtida na simulação numérica dos materiais encruáveis ($n = 0.6$) e não encruáveis ($n \approx 0$).

2.1.1. GEOMETRIA DA INDENTAÇÃO

As figuras 3.11 e 3.12 apresentam os perfis da superfície das indentações obtidos à carga máxima, segundo o plano Oyz da malha de elementos finitos, o qual contém a linha de contacto no eixo de simetria de uma das faces do indentador Vickers (figura 2.8).

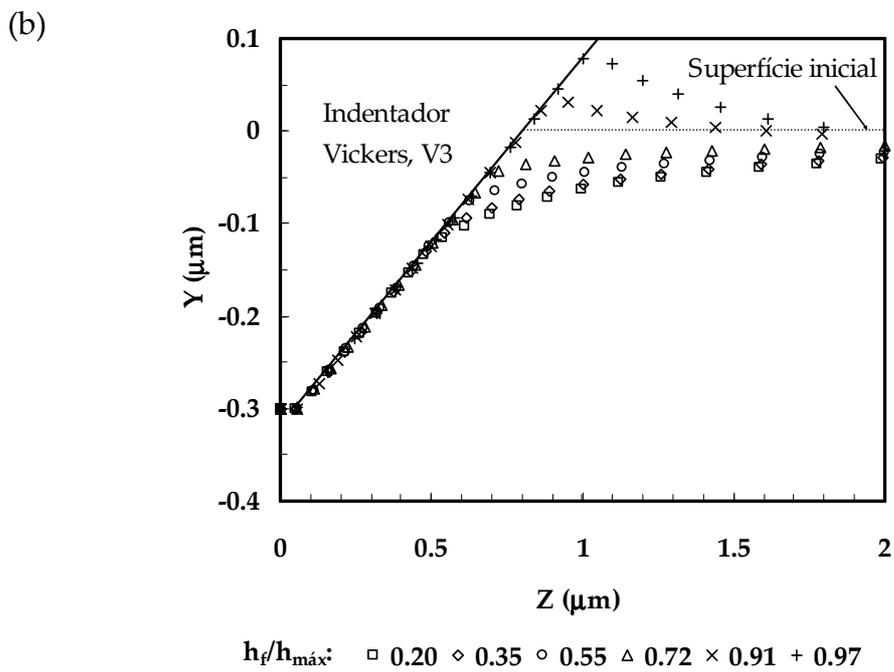
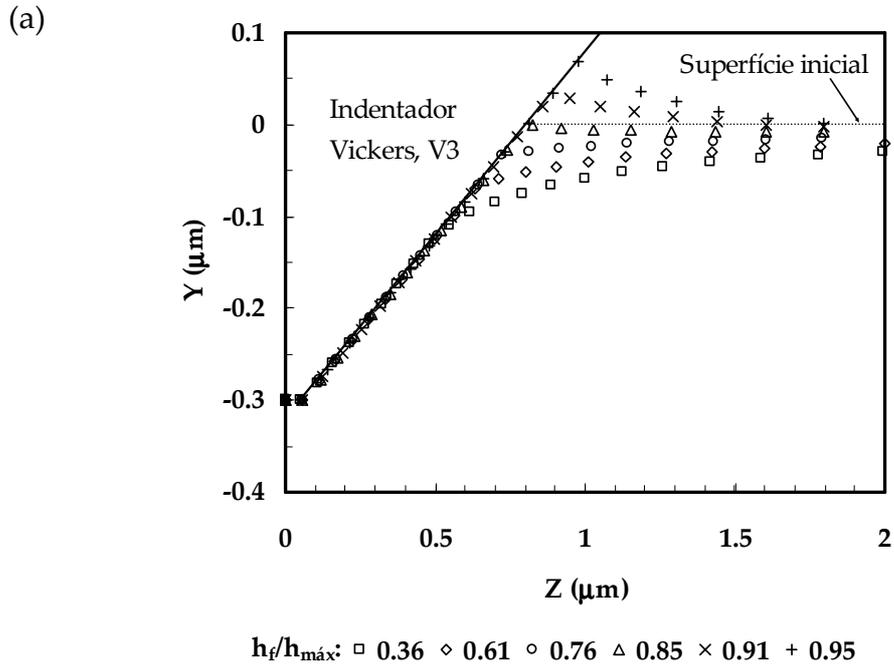


Figura 3.11 Perfis de indentação obtidos à carga máxima, na simulação numérica dos materiais com coeficiente de encruamento aproximadamente nulo. (a) Módulo de elasticidade igual a 100 GPa. (b) Módulo de elasticidade igual a 410 GPa.

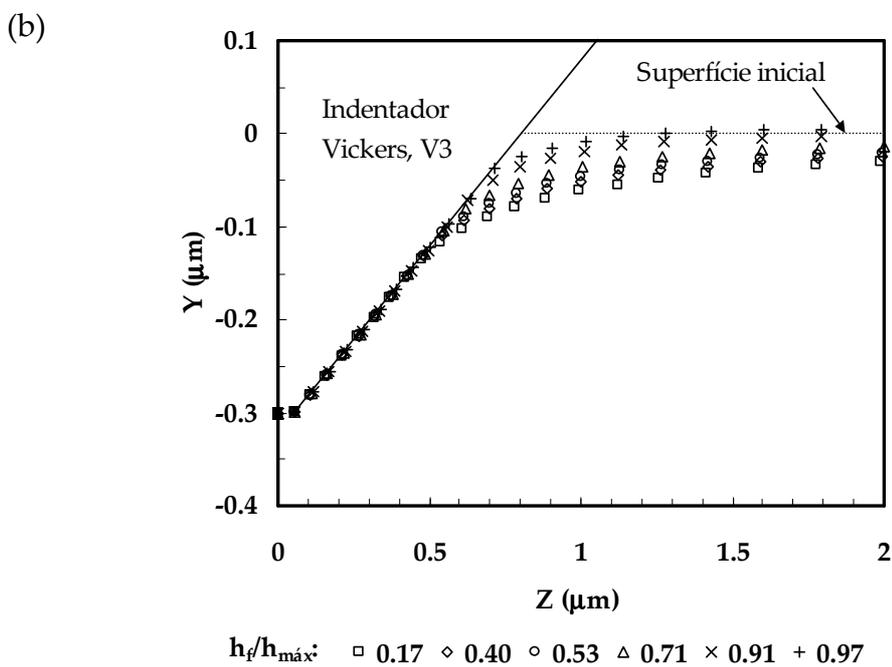
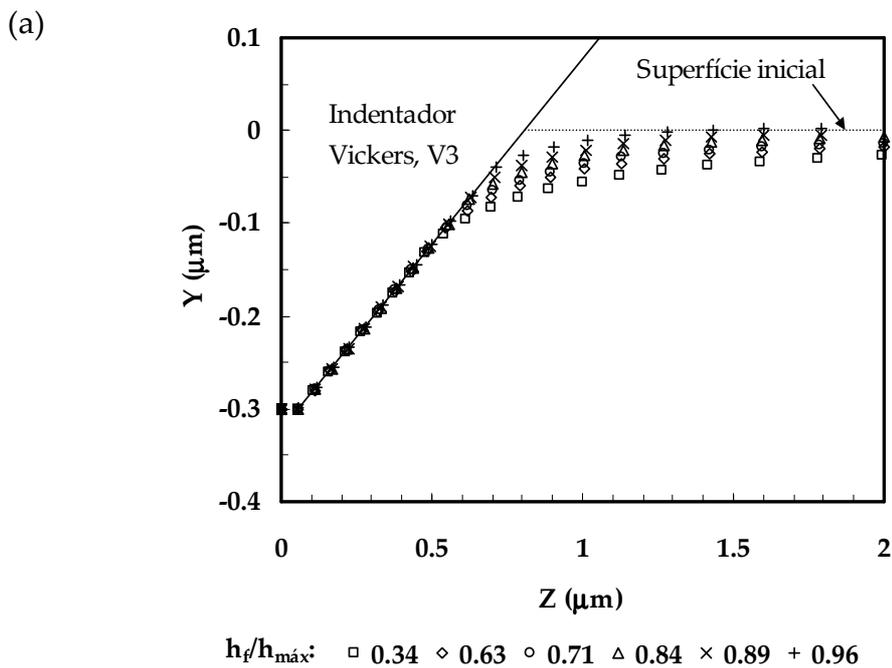


Figura 3.12 Perfis de indentação obtidos à carga máxima, na simulação numérica dos materiais com coeficiente de encruamento igual a 0.6. (a) Módulo de elasticidade igual a 100 GPa. (b) Módulo de elasticidade igual a 410 GPa.

Os perfis de indentação, obtidos para os materiais com coeficiente de encruamento aproximadamente nulo, mostram que a formação de lábio nos bordos da indentação está associada a razões $h_f/h_{m\acute{a}x}$ acima de, aproximadamente, 0.8, para os dois valores do módulo de elasticidade (figura 3.11). Por outro lado, no caso dos materiais encruáveis ($n=0.6$), independentemente do valor da razão entre as profundidades de indentação, $h_f/h_{m\acute{a}x}$, não se regista formação de lábio (figura 3.12).

No sentido de melhor compreender o comportamento dos materiais à indentação, nomeadamente no que respeita à geometria do bordo da indentação, foi efectuado o estudo da distribuição das tensões à carga máxima na zona em contacto com o indentador. Foram considerados três valores da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ para cada um dos módulos de elasticidade e coeficientes de encruamento.

As figuras 3.13 e 3.14 mostram a distribuição das tensões, σ_{yy} segundo a direcção de aplicação da carga, e σ_{xx} na direcção perpendicular, obtidas à carga máxima na zona de contacto da indentação, para os dois tipos de materiais, encruáveis ($n=0.6$) e não encruáveis, respectivamente. Nas figuras 3.13 e 3.14 os valores positivos correspondem a tensões de compressão.

As distribuições de tensão são semelhantes, para os dois valores do módulo de elasticidade. Para todos os materiais, com o aumento da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$, ou seja diminuindo a razão entre a dureza e o módulo de elasticidade, o perfil de tensões tende a evoluir de uma forma aproximadamente triangular para rectangular. Esta tendência é antecipada no caso dos materiais com coeficiente de encruamento aproximadamente nulo (figura 3.13). As figuras 3.13 e 3.14 mostram ainda que a extensão do contacto entre o indentador e o material aumenta com o aumento da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$. Por outro lado, a extensão do contacto é mais elevada no caso dos materiais com coeficiente de encruamento aproximadamente nulo (figura 3.13). Este facto deve-se, provavelmente, à forte tendência que estes materiais têm para formar lábio no bordo da indentação, o que faz aumentar a área de contacto.

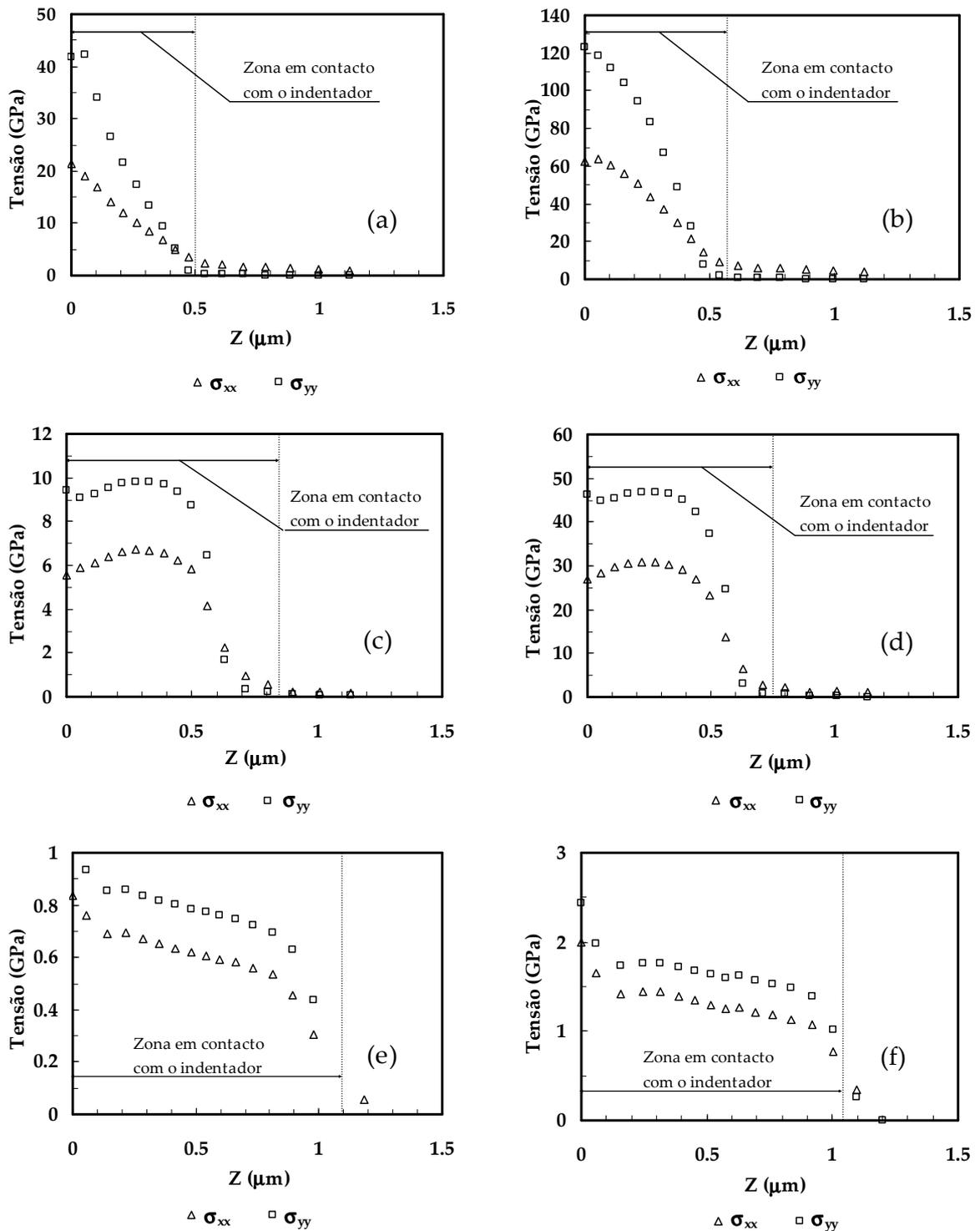


Figura 3.13 Distribuição das tensões, σ_{yy} e σ_{xx} , obtidas à carga máxima na simulação numérica dos materiais com coeficiente de encruamento aproximadamente nulo ($n \approx 0$). (a) $E = 100$ GPa e $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.21$. (b) $E = 410$ GPa e $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.28$. (c) $E = 100$ GPa e $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.65$. (d) $E = 410$ GPa e $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.60$. (e) $E = 100$ GPa e $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.95$. (f) $E = 410$ GPa e $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.89$. Na figura os valores positivos de tensão correspondem a tensões de compressão.

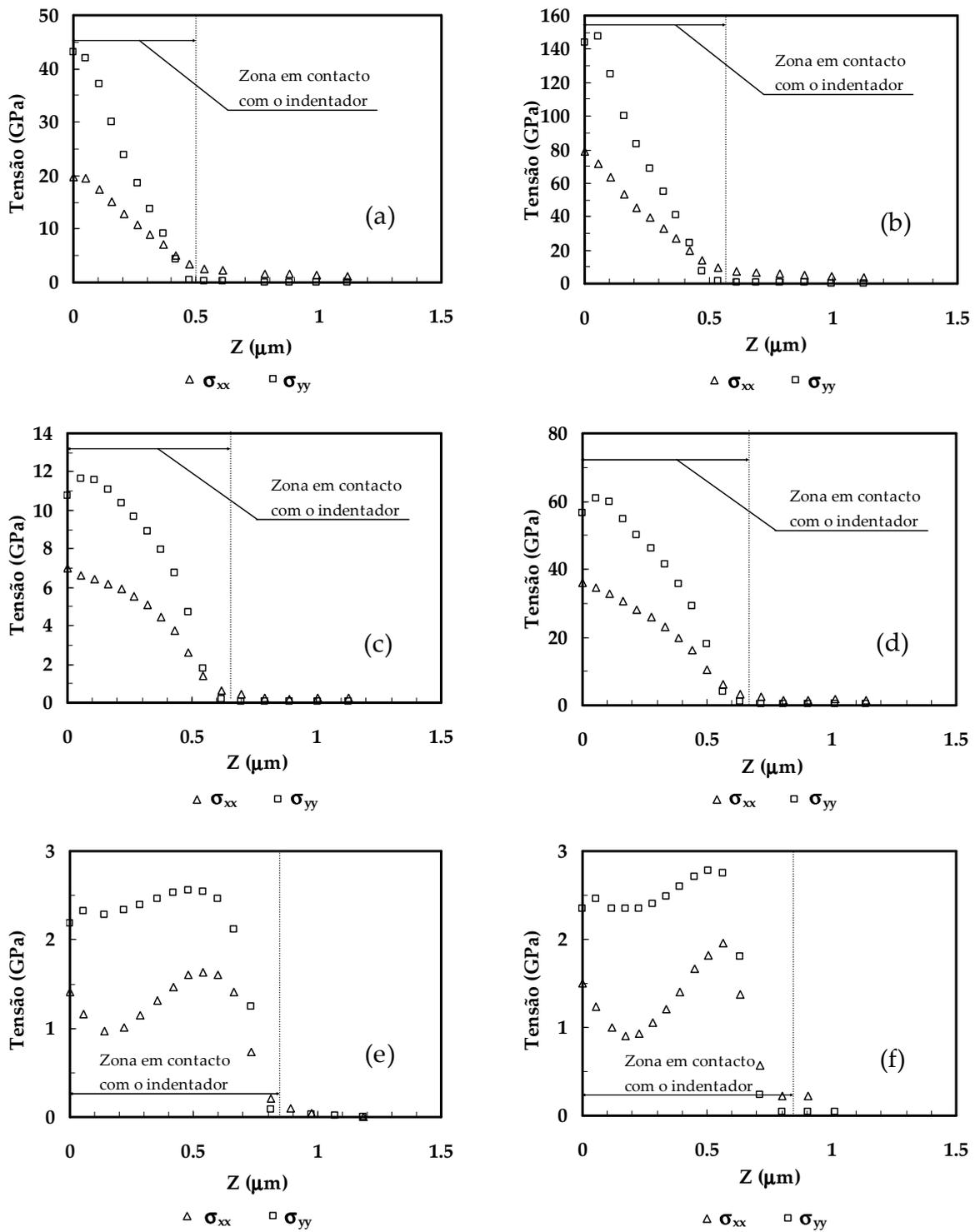


Figura 3.14 Distribuição das tensões, σ_{yy} e σ_{xx} , obtidas à carga máxima na simulação numérica dos materiais com coeficiente de encruamento, $n=0.6$. (a) $E = 100 \text{ GPa}$ e $h_f/h_{\text{máx}} = 0.20$. (b) $E = 410 \text{ GPa}$ e $h_f/h_{\text{máx}} = 0.25$. (c) $E = 100 \text{ GPa}$ e $h_f/h_{\text{máx}} = 0.65$. (d) $E = 410 \text{ GPa}$ e $h_f/h_{\text{máx}} = 0.58$. (e) $E = 100 \text{ GPa}$ e $h_f/h_{\text{máx}} = 0.97$. (f) $E = 410 \text{ GPa}$ e $h_f/h_{\text{máx}} = 0.97$. Na figura os valores positivos de tensão correspondem a tensões de compressão.

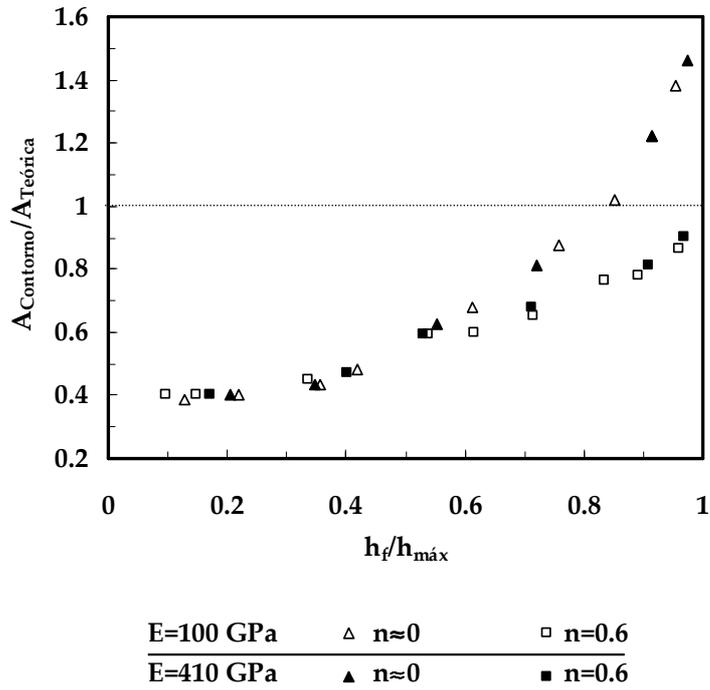
2.1.2. ÁREA DE CONTACTO DA INDENTAÇÃO E MÓDULO DE ELASTICIDADE

A figura 3.15 apresenta os resultados da área de contacto das indentações obtidos para materiais com diferentes razões $h_f/h_{m\acute{a}x}$. A área de contacto $A_{Contorno}$ foi avaliada pelo contorno dos nós da malha de elementos finitos em contacto com o indentador à carga máxima. No sentido de aproximar as condições experimentais de determinação da área de contacto, foi também considerada a área A_{hc} , determinada com a profundidade de contacto da indentação, h_c . A profundidade de contacto, h_c , foi avaliada com a equação (3.7), em que o factor geométrico, ϵ , foi determinado com recurso à equação (3.12). Os resultados das áreas de contacto $A_{Contorno}$ e A_{hc} estão normalizados em relação à área correspondente à geometria ideal do indentador Vickers, $A_{Teórica}$, na ausência de lábio (“*pile-up*”) ou afundamento (“*sink-in*”) dos bordo da indentação.

A figura mostra que as áreas de contacto $A_{Contorno}$ e A_{hc} não dependem do módulo de elasticidade. No caso dos materiais com coeficiente de encruamento aproximadamente nulo, a área de contacto $A_{Contorno}$ é superior à ideal, $A_{Teórica}$, quando a razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ apresenta valores superiores a 0.8, ou seja quando surge formação de lábio no bordo da indentação (figura 3.15 (a)). Para os materiais com coeficiente de encruamento igual a 0.6, a área de contacto $A_{Contorno}$ é inferior à ideal, $A_{Teórica}$, em todo o intervalo. Neste caso, existe afundamento dos bordos da indentação (figura 3.12). Para valores da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ inferiores a aproximadamente 0.6, a área de contacto não depende do coeficiente de encruamento.

Considerando como referência a área de contacto $A_{Teórica}$, a área de contacto A_{hc} é inferior qualquer que seja o coeficiente de encruamento e o valor da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ (figura 3.15 (b)). Deste modo, para materiais não encruáveis, com valores da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ superiores a 0.8, a área de contacto A_{hc} não considera a formação de lábio nos bordos da indentação. Além disso, para valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$ inferiores a 0.9, a área de contacto A_{hc} é ligeiramente inferior no caso dos materiais encruáveis ($n = 0.6$) do que no caso dos não encruáveis ($n \approx 0$).

(a)



(b)

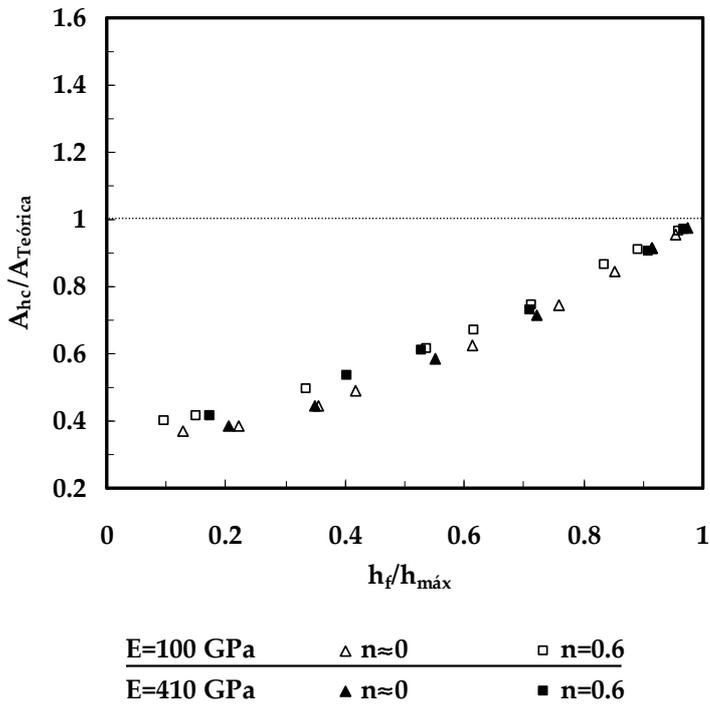


Figura 3.15 Resultados da área de contacto das indentações obtidos na simulação numérica dos materiais com diferente módulo de elasticidade, tensão limite de elasticidade e coeficiente de encruamento. (a) Área de contacto A_{Contorno} . (b) Área de contacto A_{hc} .

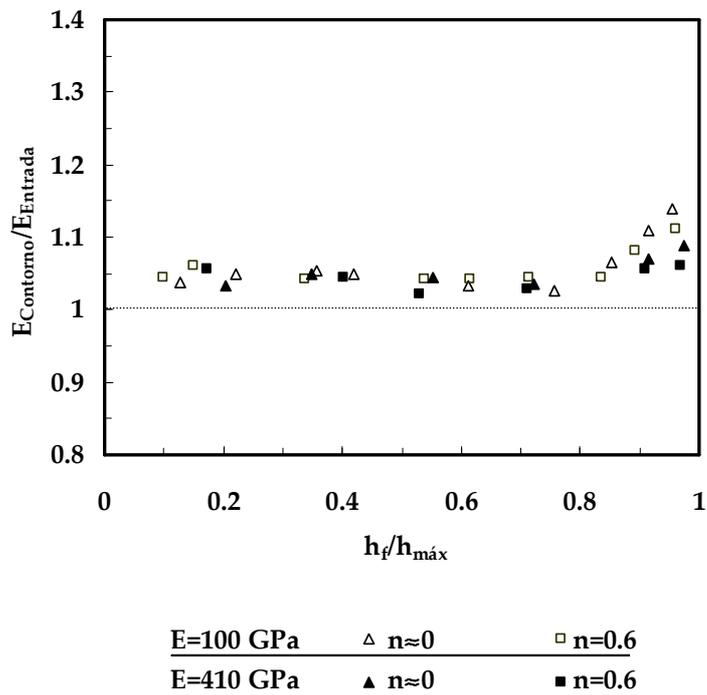
A figura 3.16 apresenta os resultados do módulo de elasticidade E_{Contorno} e E_{hc} , determinados com as áreas de contacto A_{Contorno} e A_{hc} , respectivamente. Os resultados do módulo de elasticidade E_{Contorno} e E_{hc} encontram-se normalizados em relação aos módulos de elasticidade, E_{Entrada} , 100 e 410 GPa, utilizados como dado de entrada no programa de simulação numérica. Os valores do módulo de elasticidade foram estimados com a equação (2.8) em que o termo correspondente à complacência, C , foi obtido no ajuste da equação (2.22) com 70% da curva de descarga.

O módulo de elasticidade E_{Contorno} não depende do coeficiente de encruamento. Contudo, o seu valor surge sobreavaliado aproximadamente em 5%, relativamente ao valor de referência. Além disso, para valores da razão $h_f/h_{\text{máx}}$ próximos de 1, observa-se alguma dispersão dos resultados do módulo de elasticidade, E_{Contorno} , surgindo sobreavaliados em cerca de 10%, provavelmente devido ao carácter fundamentalmente plástico da deformação destes materiais.

Os resultados do módulo de elasticidade E_{hc} apresentam dependência em relação ao coeficiente de encruamento, excepção feita para pequenos valores de $h_f/h_{\text{máx}}$ (figura 3.16 (b)). No caso dos materiais não encruáveis os resultados do módulo de elasticidade E_{hc} surgem em média sobreavaliados em aproximadamente 7%, para valores de $h_f/h_{\text{máx}}$ inferiores a 0.8. Para valores superiores, a forte sobreavaliação do módulo de elasticidade está relacionada com a formação de lábio no bordo da indentação. Os resultados do módulo de elasticidade dos materiais encruáveis ($n=0.6$) apresentam alguma dispersão, mas os valores médios aproximam-se do previsto para razões $h_f/h_{\text{máx}}$ entre 0.4 e 0.9. Para valores de $h_f/h_{\text{máx}}$ inferiores a 0.4 os resultados do módulo de elasticidade aproximam-se dos obtidos para os materiais não encruáveis.

Os resultados apresentados na figura 3.16 (a) permitem sugerir para o indentador Vickers um coeficiente de correcção β igual a 1.05, para materiais com razão $h_f/h_{\text{máx}}$ inferior a 0.9. Na bibliografia são referidos alguns valores do coeficiente β para diferentes geometrias de indentador, a maioria dos quais foram obtidos em estudos utilizando a simulação numérica bidimensional, desprezando o atrito no contacto entre o indentador e o corpo deformável (ver Capítulo 2). Recentemente, Oliver e Pharr (2004) resumiram os valores encontrados em diferentes estudos para o coeficiente β , tendo concluído que estes se encontram num intervalo entre 1.0226 e 1.085, para os indentadores cónico e piramidais.

(a)



(b)

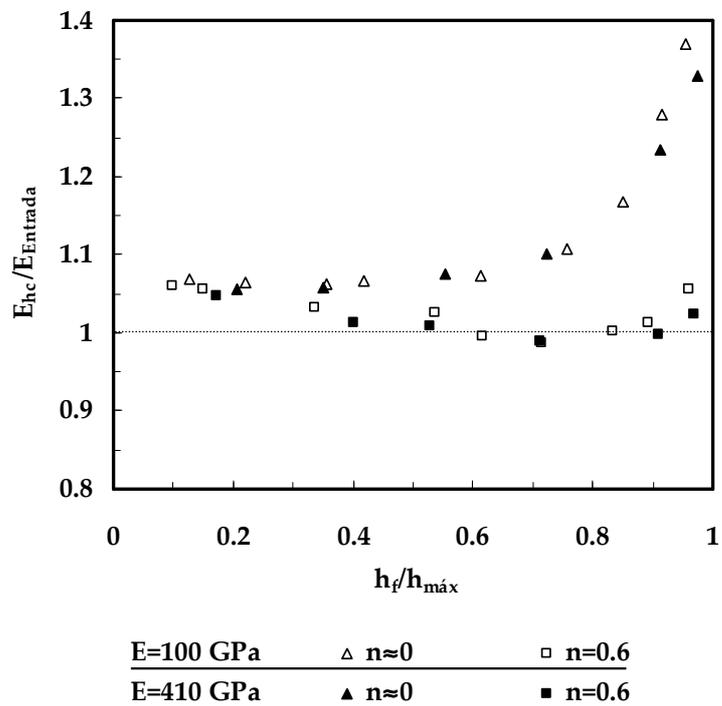


Figura 3.16 Resultados do módulo de elasticidade obtidos na simulação numérica dos materiais com diferente módulo de elasticidade, tensão limite de elasticidade e coeficiente de encruamento. (a) $E_{\text{Contorno}}/E_{\text{Entrada}}$. (b) $E_{\text{hc}}/E_{\text{Entrada}}$.

Procurou detalhar-se melhor a influência do coeficiente de encruamento, quando o módulo de elasticidade é determinado a partir da área de contacto A_{hc} . Para isso, foi efectuada a comparação dos resultados obtidos para alguns dos materiais da tabela 3.2, com coeficientes de encruamento de 0, 0.2, 0.4 e 0.6, na simulação numérica com o indentador Vickers V3. Este indentador apresenta um plano de ponta com dimensão semelhante ao utilizado nos ensaios experimentais. A figura 3.17 apresenta os resultados do módulo de elasticidade, $E_{hc}/E_{Entrada}$ (utilizando no cálculo de E_{hc} , um β igual a 1.05) em função da razão $h_f/h_{máx}$. A figura mostra que à excepção dos materiais com coeficiente de encruamento igual a 0.6, os resultados do módulo de elasticidade são relativamente precisos quando a razão $h_f/h_{máx}$ é inferior a 0.8. Contudo, para valores da razão $h_f/h_{máx}$ superiores a 0.8 inicia-se a formação de lábio no bordo das indentações dos materiais com menor coeficiente de encruamento (0 e 0.2), facto que promove a sobreavaliação do módulo de elasticidade, E_{hc} .

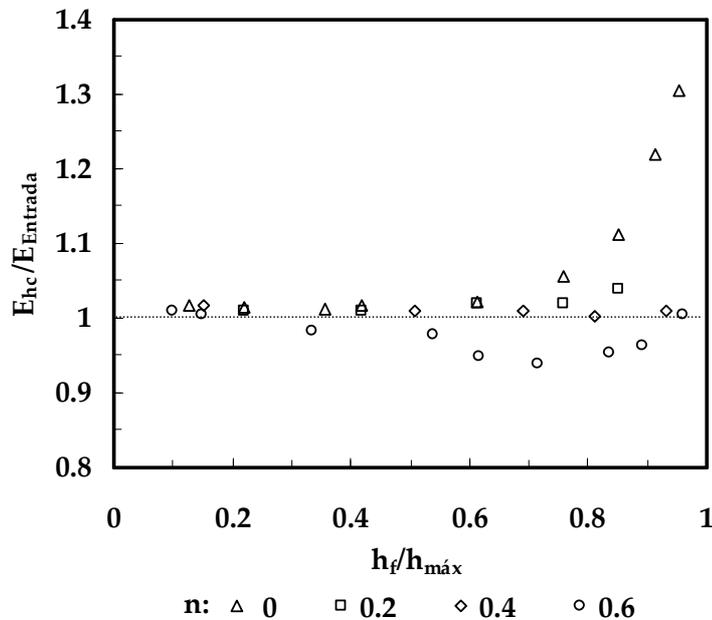


Figura 3.17 Resultados do módulo de elasticidade, E_{hc} , dos materiais com diferente coeficiente de encruamento e tensão limite de elasticidade ($E = 100$ GPa), obtidos na simulação numérica com o indentador Vickers V3.

2.1.3. DISTRIBUIÇÃO DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA EQUIVALENTE

As figuras 3.18, 3.19 e 3.20 apresentam as distribuições da deformação plástica equivalente, para materiais com razão $h_f/h_{máx}$ próxima de 0.2, 0.65 e 0.95, respectivamente. Estas distribuições foram obtidas à carga máxima na simulação numérica dos materiais com módulo de elasticidade igual a 100 GPa e valores do coeficiente de encruamento iguais a 0 e 0.6. Resultados semelhantes foram obtidos para os materiais com módulo de elasticidade igual a 410 GPa.

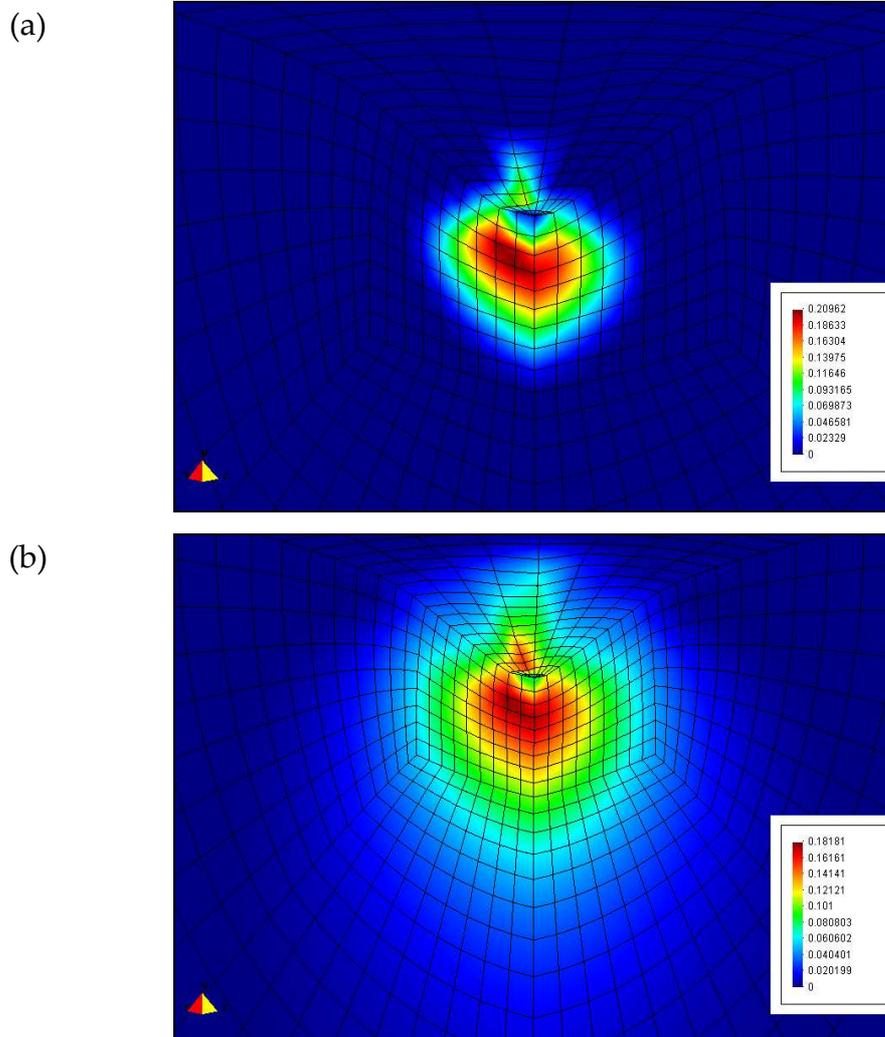


Figura 3.18 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima na simulação numérica de: (a) Material com tensão limite de elasticidade de 20 GPa, $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.22$ e coeficiente de encruamento aproximadamente nulo, (b) Material com tensão limite de elasticidade de 5 GPa, $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.19$ e coeficiente de encruamento igual a 0.6.

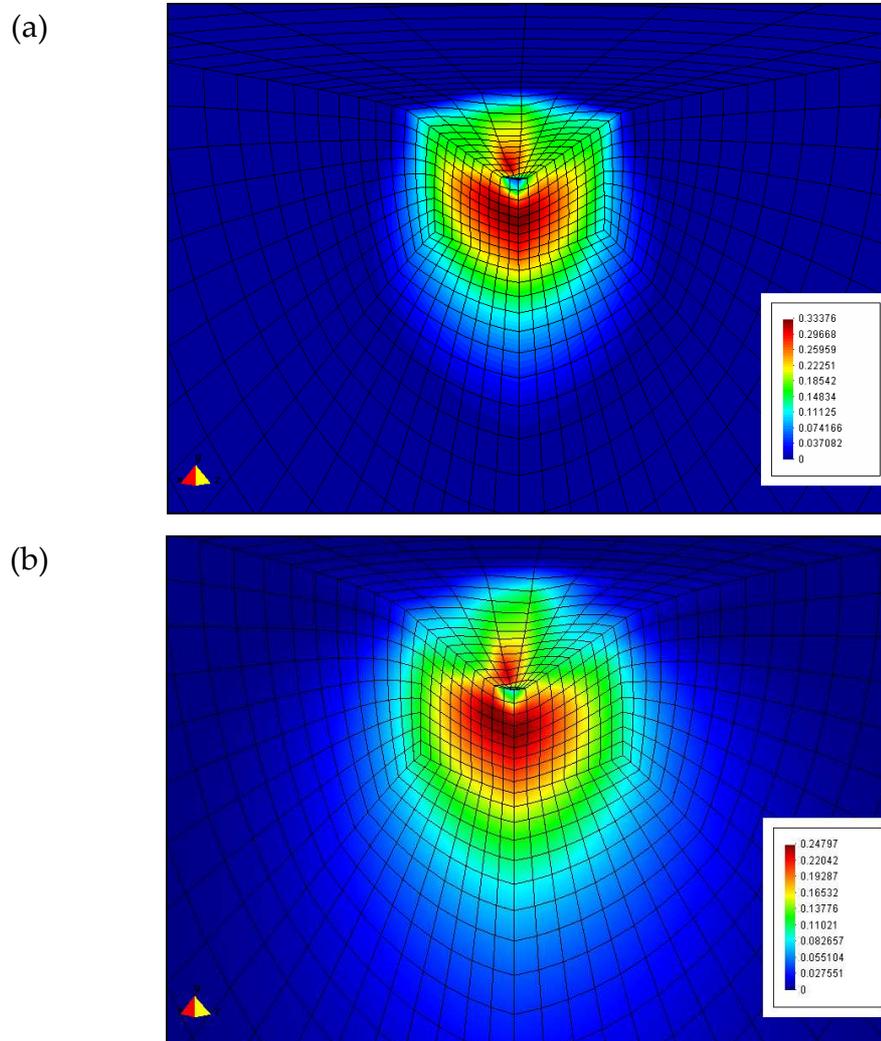


Figura 3.19 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima na simulação numérica de: (a) Material com tensão limite de elasticidade de 4 GPa, $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.65$ e com coeficiente de encruamento aproximadamente nulo, (b) Material com tensão limite de elasticidade de 0.75 GPa, $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.65$ e coeficiente de encruamento igual a 0.6.

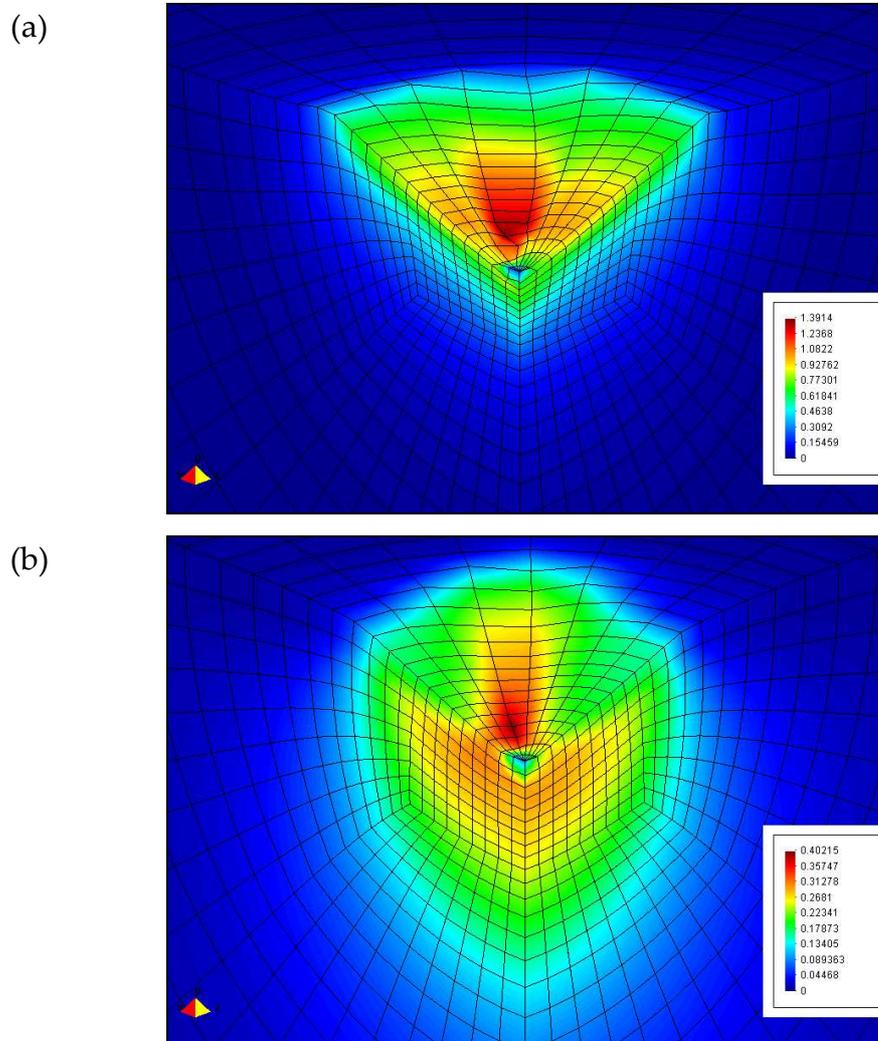


Figura 3.20 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima na simulação numérica de: (a) Material com tensão limite de elasticidade de 0.25 GPa, $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.95$ e coeficiente de encruamento aproximadamente nulo, (b) Material com tensão limite de elasticidade de 0.05 GPa, $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.96$ e coeficiente de encruamento igual a 0.6.

A figura 3.18 ($h_f/h_{m\acute{a}x} \approx 0.2$) mostra, para os materiais encruáveis e não encruáveis, um acentuado afundamento dos bordos da indentação. No caso dos materiais não encruáveis, figura 3.18 (a), a dimensão da região com deformação plástica é menor que a observada para os materiais encruáveis. Para ambos os materiais, encruáveis e não encruáveis, os níveis máximos de deformação plástica equivalente situam-se numa região relativamente profunda por baixo da indentação. A diferença entre os valores máximos de deformação plástica equivalente obtidos para os dois coeficientes de encruamento situa-se na ordem dos 0.03. A figura 3.19 ($h_f/h_{m\acute{a}x} = 0.65$) apresenta também afundamento da superfície do material para os dois tipos de material. Os níveis máximos de deformação plástica equivalente atingidos são superiores aos observados na figura 3.18, localizando-se também numa região debaixo da indentação. No entanto, a dimensão da região deformada é superior à observada na figura 3.18. A diferença entre os níveis máximos de deformação plástica equivalente situa-se em cerca de 0.08. A figura 3.20 refere-se a materiais com a razão $h_f/h_{m\acute{a}x} \approx 0.95$. A figura 3.20 (a), relativa ao material não encruável mostra formação de lábio, com a região deformada plasticamente próxima da superfície de indentação e não em profundidade como nos casos anteriores. Por sua vez, na figura 3.20 (b), relativa ao material encruável, observa-se o afundamento dos bordos da indentação. Em ambos os casos, contrariamente ao observado nas figuras 3.18 e 3.19, o nível máximo de deformação plástica equivalente regista-se na superfície em contacto com a ponta do indentador e não numa região mais profunda por baixo da ponta do indentador. No caso do material não encruável o valor máximo de deformação plástica atingido é cerca de 3 vezes superior ao obtido para o material com coeficiente de encruamento igual a 0.6.

Em resumo, as figuras 3.18, 3.19 e 3.20 permitem concluir que os níveis máximos de deformação plástica equivalente aumentam com o aumento do valor da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$, qualquer que seja o coeficiente de encruamento. Para a mesma razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$, os níveis máximos de deformação plástica equivalente são atingidos nos materiais com menor coeficiente de encruamento. Contudo, estes níveis máximos de deformação aproximam-se para os dois tipos de encruamento, quando diminui o valor da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$. Infelizmente, não existem estudos anteriores que possam ser comparados com os aqui apresentados, pelo menos de nosso conhecimento.

2.2. ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA GEOMETRIA DO INDENTADOR

No âmbito do presente trabalho foi estudada a influência da geometria do indentador Vickers nos resultados das propriedades mecânicas, nomeadamente da dureza e do módulo de elasticidade. Na simulação numérica foram utilizados cinco indentadores Vickers (V1, V2, V3, V4 e V5) modelados com diferentes dimensões do plano de ponta (ver tabela 2.1). A malha de elementos finitos utilizada foi a M2, cujas principais características estão indicadas na tabela 2.2. O coeficiente de atrito utilizado para o contacto entre o indentador Vickers e o corpo deformável foi igual a 0.16.

Os materiais simulados foram o vidro BK7, o níquel, o aço AISI M2 e o tungsténio, cujas propriedades mecânicas estão indicadas na tabela 2.3. No sentido de complementar o estudo, foram efectuadas simulações numéricas do ensaio de dureza de um conjunto de materiais fictícios, encruáveis e não encruáveis, com diferentes valores da tensão limite de elasticidade e do coeficiente de encruamento.

Não foi encontrado na bibliografia nenhum estudo numérico ou experimental respeitante à influência do tamanho do defeito (“*offset*”) do indentador nos resultados do ensaio.

2.2.1. CURVAS DE CARGA-DESCARGA

Na simulação numérica do ensaio de dureza foram impostas cargas máximas de 10 mN para o vidro BK7 e níquel, e de 20 mN para o aço AISI M2 e tungsténio. Estas cargas conduziram a profundidades máximas de indentação semelhantes nos quatro materiais, da ordem de 0.3 μm . A figura 3.21 apresenta as curvas de carga-descarga dos quatro materiais, obtidas na simulação numérica com os cinco indentadores Vickers. A figura mostra que para cada material, a profundidade máxima de indentação aumenta com a diminuição da dimensão do plano de ponta do indentador Vickers (de V1 para V5). As curvas de descarga obtidas para o vidro BK7 e para o aço AISI M2 apresentam significativa recuperação elástica durante a fase de descarga (figuras 3.21 (a) e (c)). No caso do níquel e do tungsténio (figuras 3.21 (b) e (d)), a recuperação elástica durante a fase de descarga é reduzida, sendo a profundidade de indentação residual pouco inferior à registada à carga máxima.

A figura 3.22 apresenta as curvas de carga-descarga após, correcção com a função de área correspondente a cada indentador (tabela 2.1). As curvas de carga-descarga são praticamente coincidentes após correcção com a função de área. Neste contexto, pode concluir-se que a utilização da função de área do indentador é suficiente para deixar de sentir-se a influência da geometria do indentador nas curvas de carga-descarga. Isto é, a curva corrigida é independente do tamanho do defeito, dentro dos limites aqui estudados.

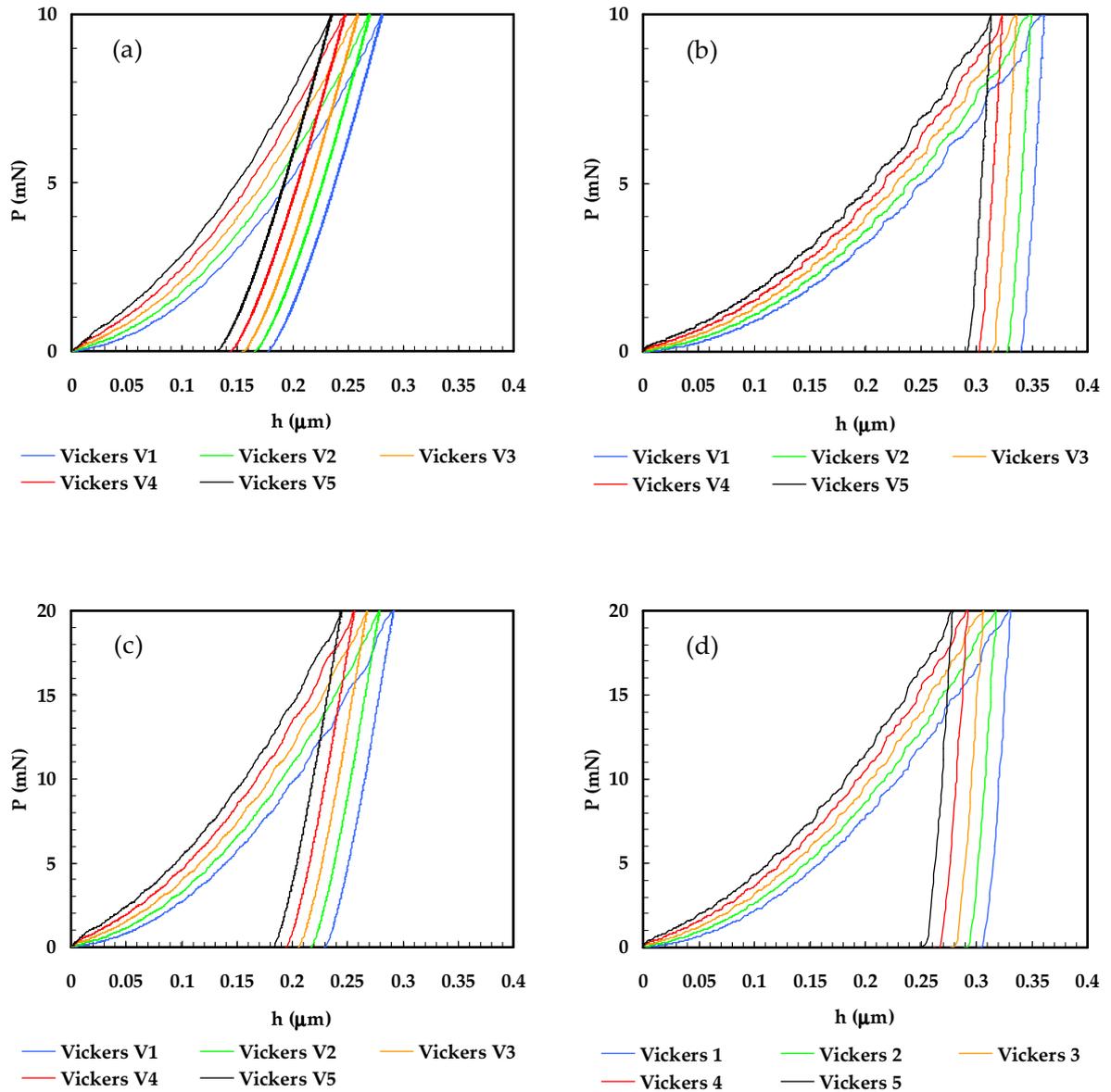


Figura 3.21 Curvas de carga-descarga obtidas por simulação numérica com os cinco indentadores Vickers. (a) Vidro BK7. (b) Níquel. (c) Aço AISI M2. (d) Tungsténio.

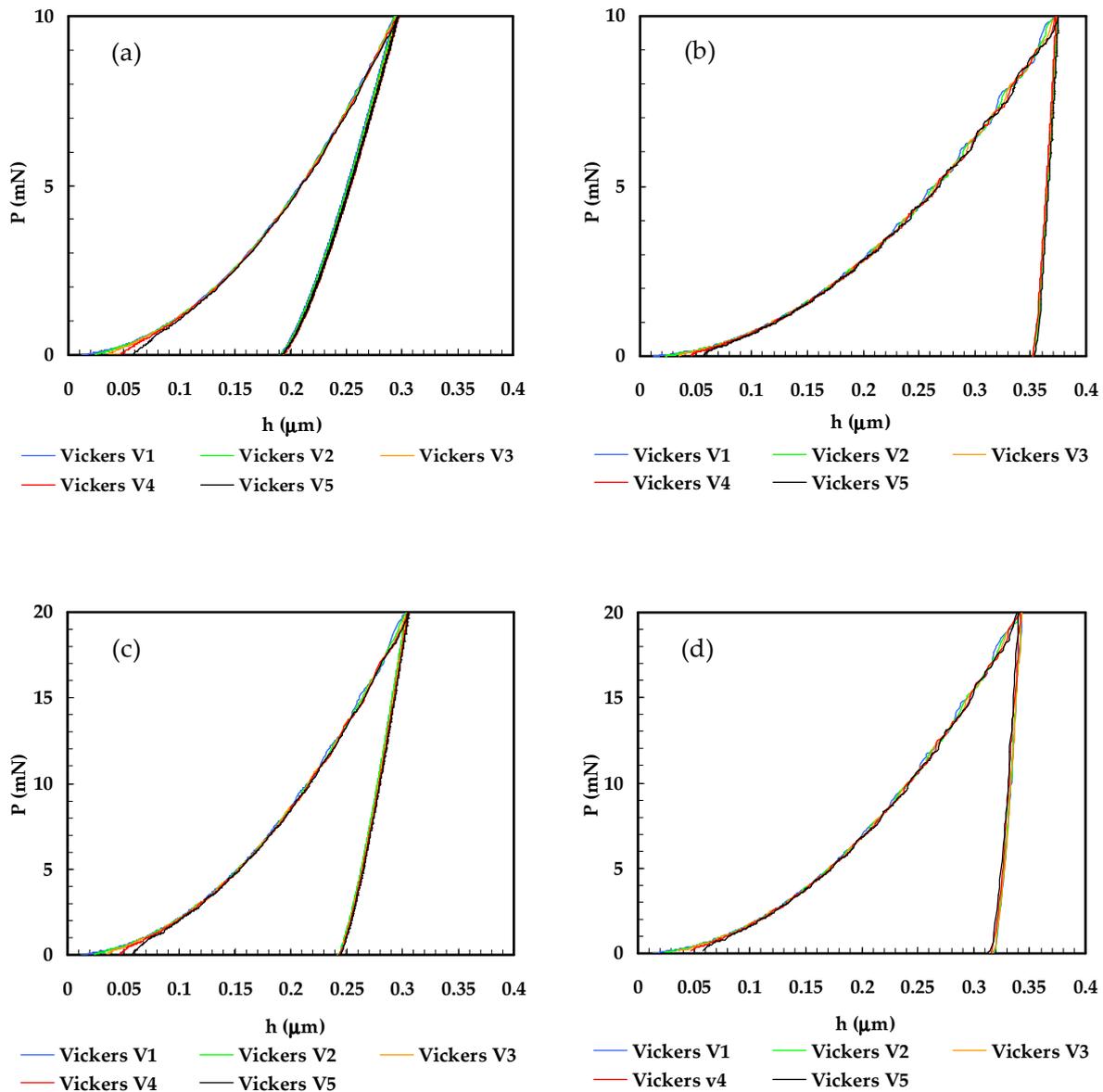


Figura 3.22 Curvas de carga-descarga obtidas por simulação numérica com os cinco indentadores Vickers, corrigidas com a função de área dos indentadores. (a) Vidro BK7. (b) Níquel. (c) Aço AISI M2. (d) Tungsténio.

2.2.2. DISTRIBUIÇÃO DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA EQUIVALENTE

Para os quatro materiais reais foi efectuado o estudo da influência da dimensão do plano de ponta do indentador Vickers na distribuição da deformação plástica equivalente. As figuras 3.23, 3.24, 3.25 e 3.26 mostram as distribuições da deformação plástica equivalente, obtidas à carga máxima na simulação numérica do vidro BK7, níquel, aço AISI M2 e tungsténio, respectivamente, com os indentadores Vickers V1, V3 e V5.

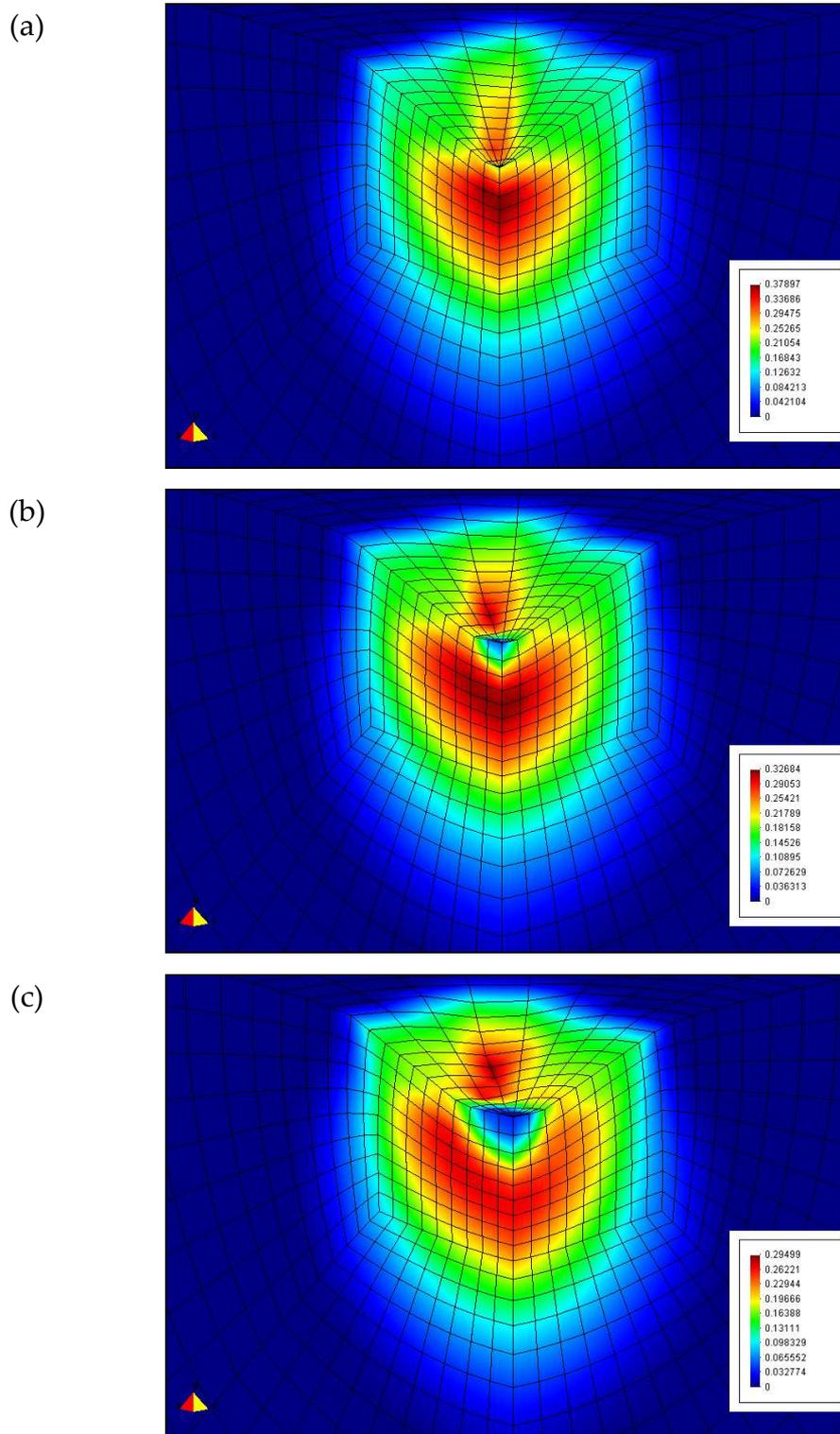


Figura 3.23 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima na simulação numérica do ensaio de dureza do vidro BK7, utilizando indutores Vickers com diferente dimensão do plano de ponta. (a) Vickers V1. (b) Vickers V3. (c) Vickers V5.

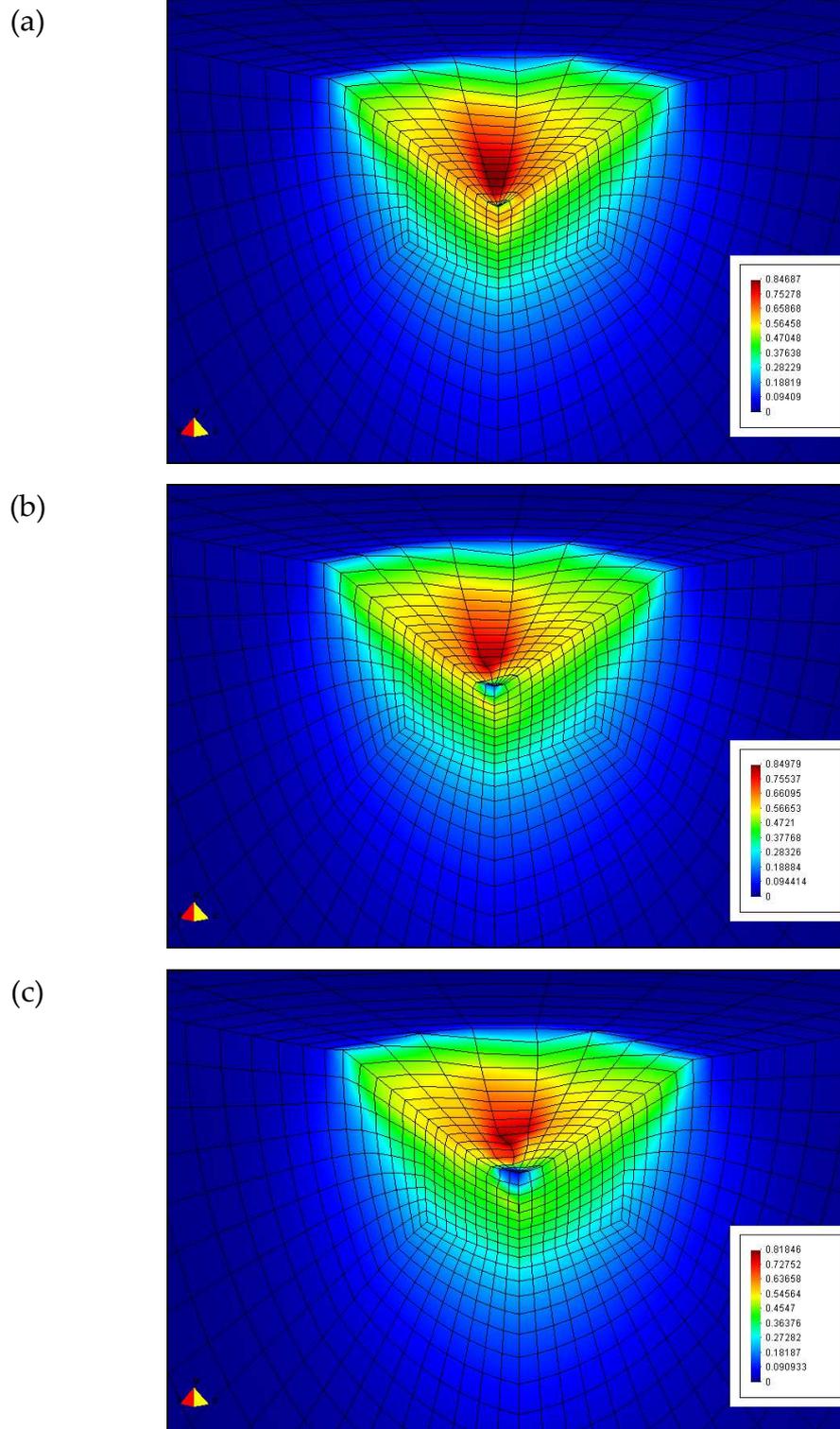


Figura 3.24 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima na simulação numérica do ensaio de dureza do níquel, utilizando indentadores Vickers com diferente dimensão do plano de ponta. (a) Vickers V1. (b) Vickers V3. (c) Vickers V5.

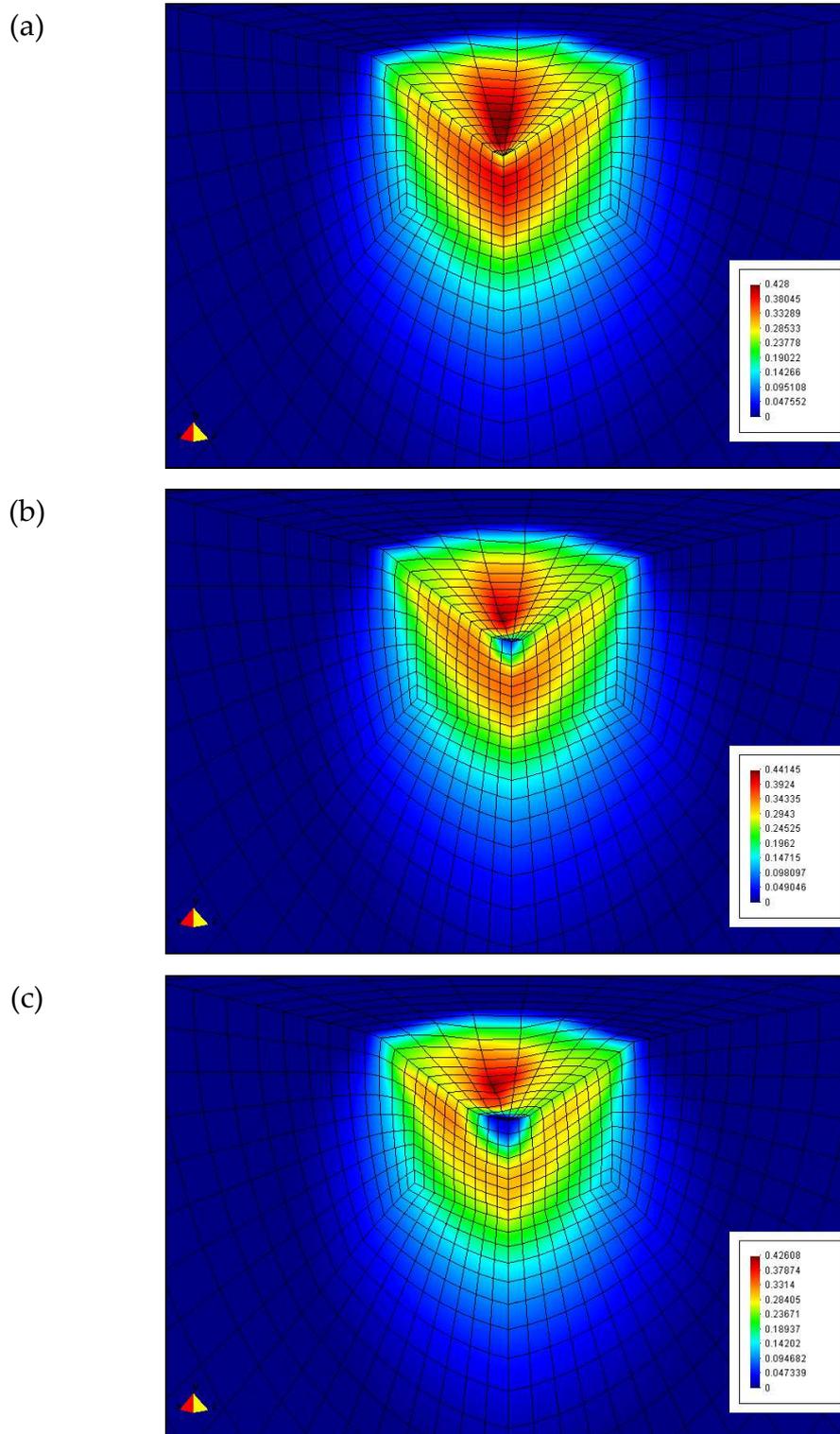


Figura 3.25 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima na simulação numérica do ensaio de dureza do aço AISI M2, utilizando indutores Vickers com diferente dimensão do plano de ponta. (a) Vickers V1. (b) Vickers V3. (c) Vickers V5.

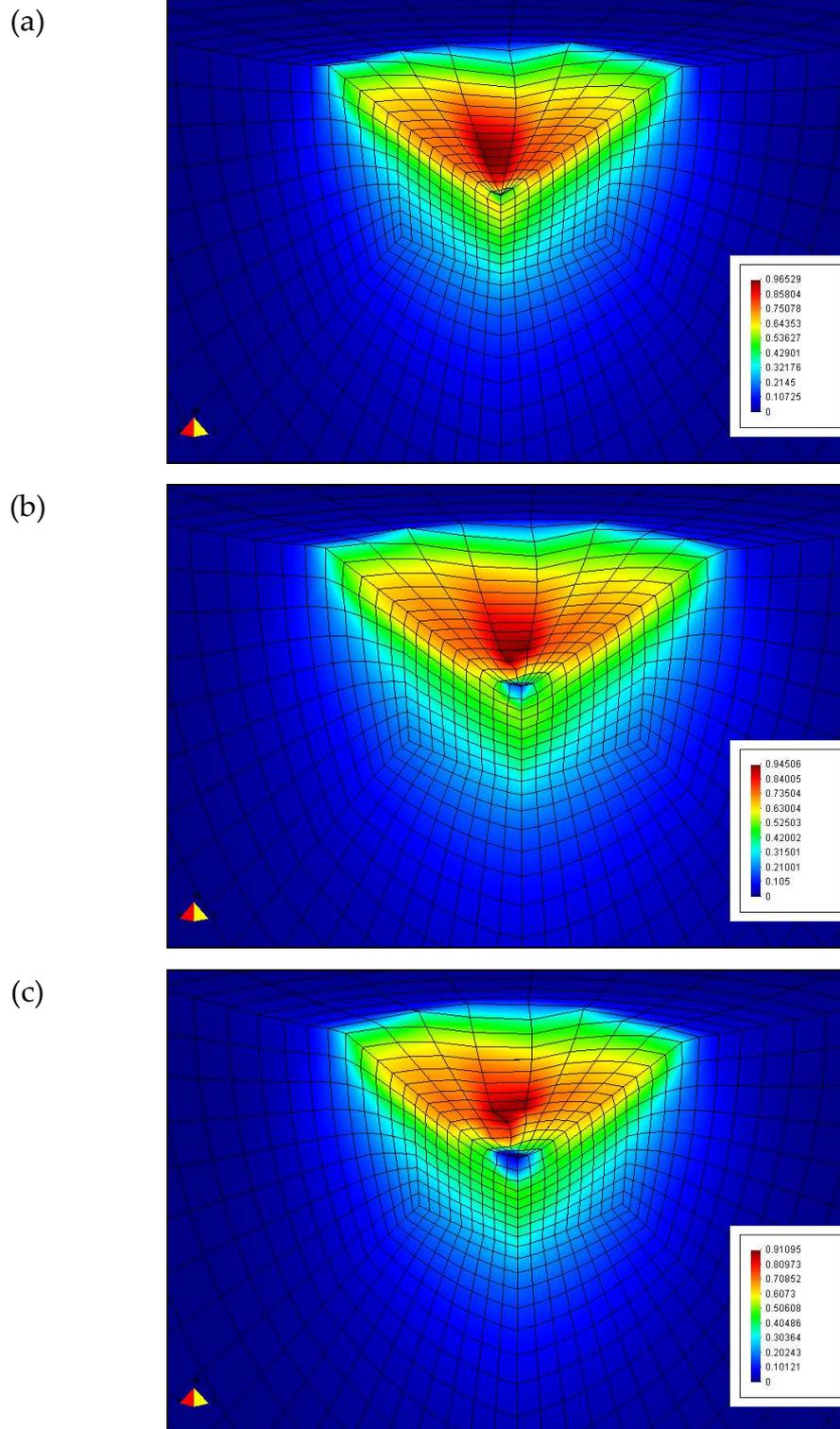


Figura 3.26 Distribuição da deformação plástica equivalente obtida à carga máxima na simulação numérica do ensaio de dureza do tungstênio, utilizando indentadores Vickers com diferente dimensão do plano de ponta. (a) Vickers V1. (b) Vickers V3. (c) Vickers V5.

As distribuições da deformação plástica equivalente, das figuras 3.23, 3.24, 3.25 e 3.26, mostram que o nível máximo de deformação plástica atingido em cada material não depende de forma significativa da dimensão do plano de ponta do indentador. Contudo, o aumento da dimensão do plano de ponta do indentador promove o aparecimento de uma região não deformada plasticamente, sob a ponta do indentador. Este facto está relacionado com a presença de um estado triaxial de tensão, que inibe a deformação plástica nesta região. As distribuições da deformação plástica equivalente do vidro e do aço, estendem-se em profundidade e os seus níveis máximos localizam-se numa região debaixo da superfície da indentação (figuras 3.23 e 3.25). No caso do níquel e do tungsténio a distribuição da deformação plástica equivalente não tende a distribuir-se em profundidade, situando os seus níveis máximos junto à superfície da indentação (figuras 3.24 e 3.26).

2.2.3. PERFIS DA INDENTAÇÃO

A figura 3.27 apresenta os perfis da superfície das indentações obtidos à carga máxima na simulação numérica do vidro BK7, níquel, aço AISI M2 e tungsténio, com os cinco indentadores Vickers (V1 a V5). Os perfis da superfície das indentações correspondem aos obtidos segundo o plano Oyz da malha de elementos finitos (figura 2.8). A figura 3.27 mostra os dois tipos de geometria da indentação, afundamento do bordo da indentação no caso do vidro BK7 ($h_f/h_{máx}$ igual a 0.60) e do aço AISI M2 ($h_f/h_{máx}$ igual a 0.77) (figura 3.27 (a) e (c), respectivamente) e a formação de lábio no caso do níquel ($h_f/h_{máx}$ igual a 0.91) e do tungsténio ($h_f/h_{máx}$ igual a 0.94) (figura 3.27 (b) e (d)). O lábio formado nas indentações do níquel, com uma altura máxima igual a 0.026 μm , apresenta reduzida variação com a dimensão do plano da ponta do indentador ($\approx 0.001 \mu\text{m}$). No caso do tungsténio, a altura do lábio formado (0.037 μm) é superior à observada para o níquel, e apresenta uma ligeira tendência em aumentar com a diminuição do plano de ponta do indentador Vickers. A diferença entre o valor máximo e mínimo é de aproximadamente 0.012 μm . A figura 3.27 mostra que a profundidade máxima de indentação diminui com o aumento da dimensão do plano de ponta do indentador, apresentando conformidade com o observado para as curvas de carga-descarga (figura 3.21). Assim, os perfis de indentação dos quatro materiais distribuem-se da direita para a esquerda com o aumento do plano de ponta do indentador.

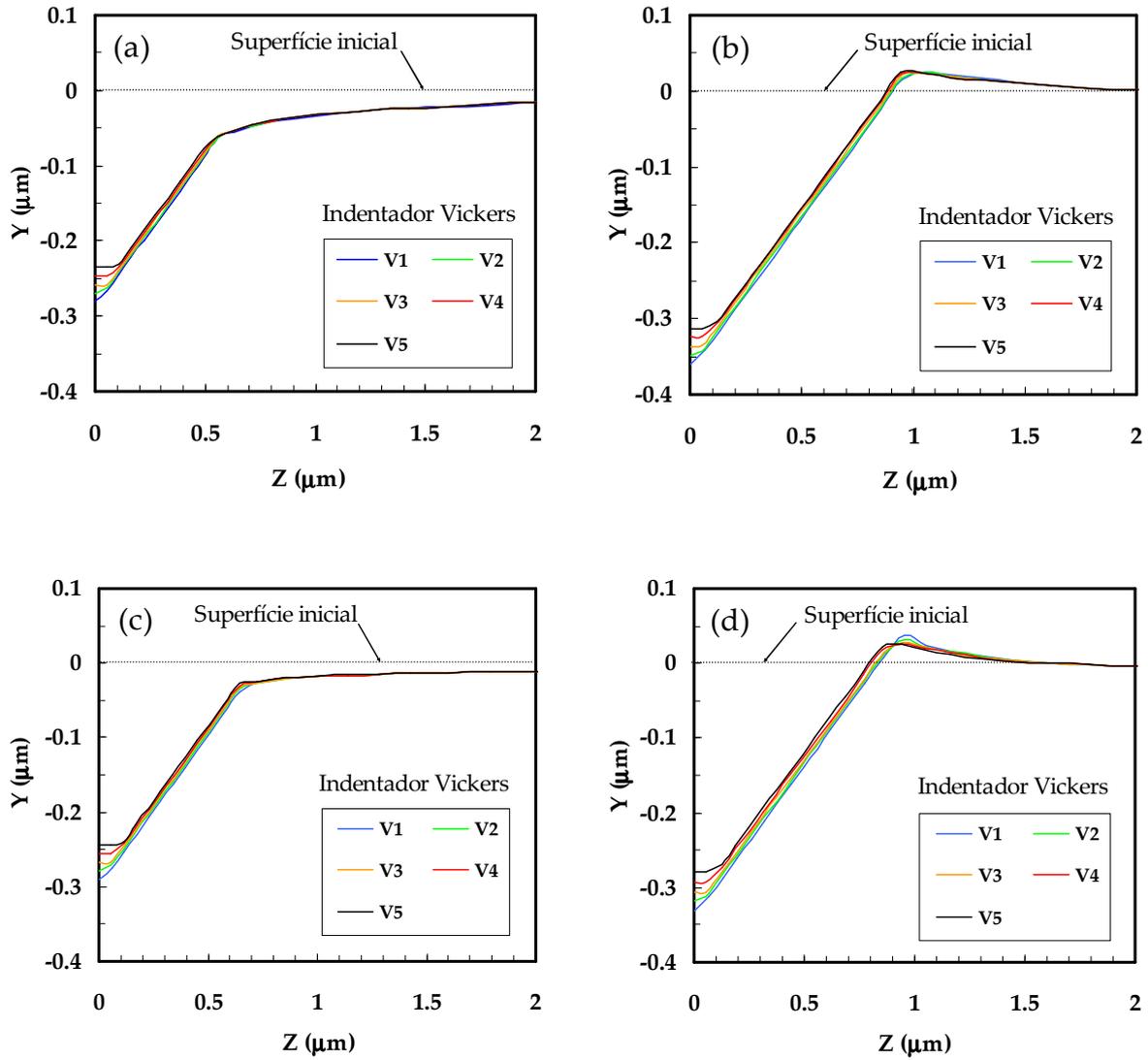


Figura 3.27 Perfis da superfície da indentação obtidos à carga máxima nas simulações numéricas com os cinco indetadores Vickers. (a) Vidro BK7. (b) Níquel. (c) Aço AISI M2. (d) Tungsténio.

2.2.4. RESULTADOS DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

As simulações anteriores permitiram estudar a influência da geometria da indentação nos resultados do módulo de elasticidade e da dureza. O módulo de elasticidade e a dureza dos quatro materiais reais foram determinados, considerando as áreas de contacto da indentação A_{Contorno} e A_{hc} , avaliadas para as cinco dimensões do defeito (“offset”) atrás mencionadas. A área de contacto A_{Contorno} foi avaliada com o contorno formado pelos nós da malha de elementos finitos em contacto com o indentador à carga máxima. A área A_{hc} foi determinada segundo o procedimento experimental que utiliza a profundidade de contacto da indentação, h_c , corrigida com a função de área do indentador.

2.2.4.1. MÓDULO DE ELASTICIDADE

O módulo de elasticidade foi avaliado com a equação (2.9), considerando um coeficiente de correcção β igual a 1.05. A complacência, C , foi estimada através do ajuste da equação (2.22) a 70% da curva de descarga. A figura 3.28 apresenta os resultados do módulo de elasticidade obtidos na simulação numérica com os cinco indentadores Vickers. Os valores do módulo de elasticidade E_{Contorno} e E_{hc} correspondem aos avaliados com as áreas de contacto A_{Contorno} e A_{hc} , respectivamente.

A figura 3.28 mostra que os resultados do módulo de elasticidade E_{Contorno} não dependem da dimensão do plano de ponta do indentador Vickers. À excepção do tungsténio, em que o módulo de elasticidade E_{Contorno} surge sobreavaliado em 5%, os restantes três materiais apresentam resultados bastante próximos dos valores utilizados como dado de entrada no programa de simulação numérica, E_{Entrada} . Este facto indica que a utilização de um coeficiente β igual a 1.05 permite obter resultados precisos do módulo de elasticidade quando é utilizado o indentador Vickers, independentemente da dimensão do plano de ponta (“offset”). A figura 3.28 mostra que os resultados do módulo de elasticidade E_{hc} determinados com a área de contacto A_{hc} também não dependem da dimensão do plano de ponta do indentador. No caso do vidro BK7 os módulos de elasticidade E_{hc} e E_{Contorno} são semelhantes (figura 3.28 (a)). No caso do aço AISI M2 o módulo de elasticidade E_{hc} surge sobreavaliado em aproximadamente 6%. No entanto, no caso do níquel e do tungsténio, a forte formação de lábio no bordo da indentação condiciona sobremaneira os resultados do módulo de elasticidade. A sobreavaliação do módulo de elasticidade E_{hc} é, no caso do tungsténio (20%), superior à observada para o níquel (14%), facto que pode ser justificado com base na maior altura de lábio formado no tungsténio.

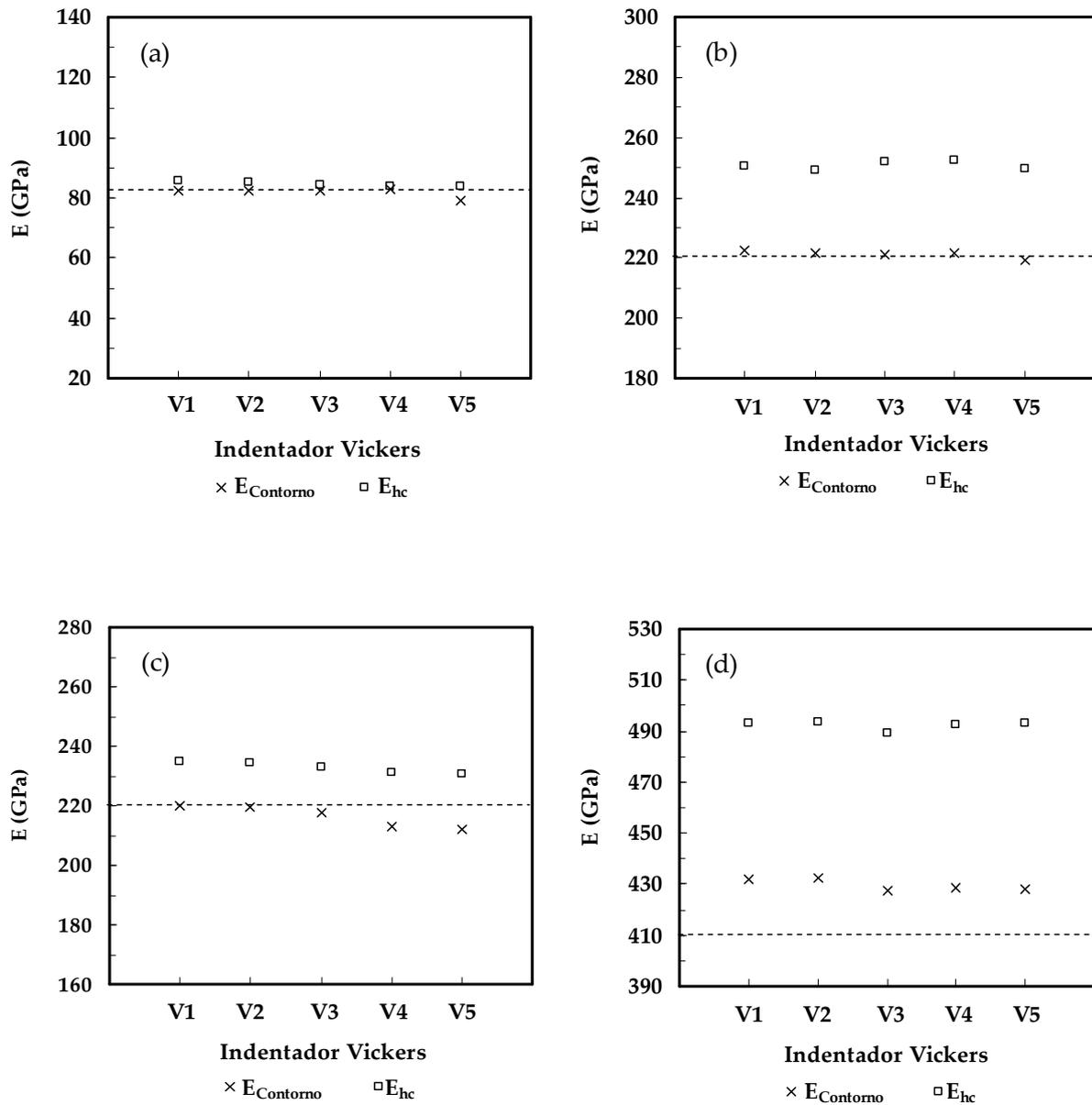


Figura 3.28 Resultados do módulo de elasticidade avaliados na simulação numérica com os cinco indentadores Vickers. As linhas a tracejado correspondem aos valores do módulo de elasticidade utilizados como dado de entrada na simulação numérica. (a) Vidro BK7. (b) Níquel. (c) Aço AISI M2. (d) Tungstênio.

2.2.4.2. DUREZA

A dureza dos materiais, $H_{Contorno}$ e H_{hc} , foi determinada com a equação (2.1) considerando as áreas de contacto $A_{Contorno}$ e A_{hc} , respectivamente. A figura 3.29 apresenta os valores de dureza, obtidos na simulação numérica com os cinco indentadores Vickers.

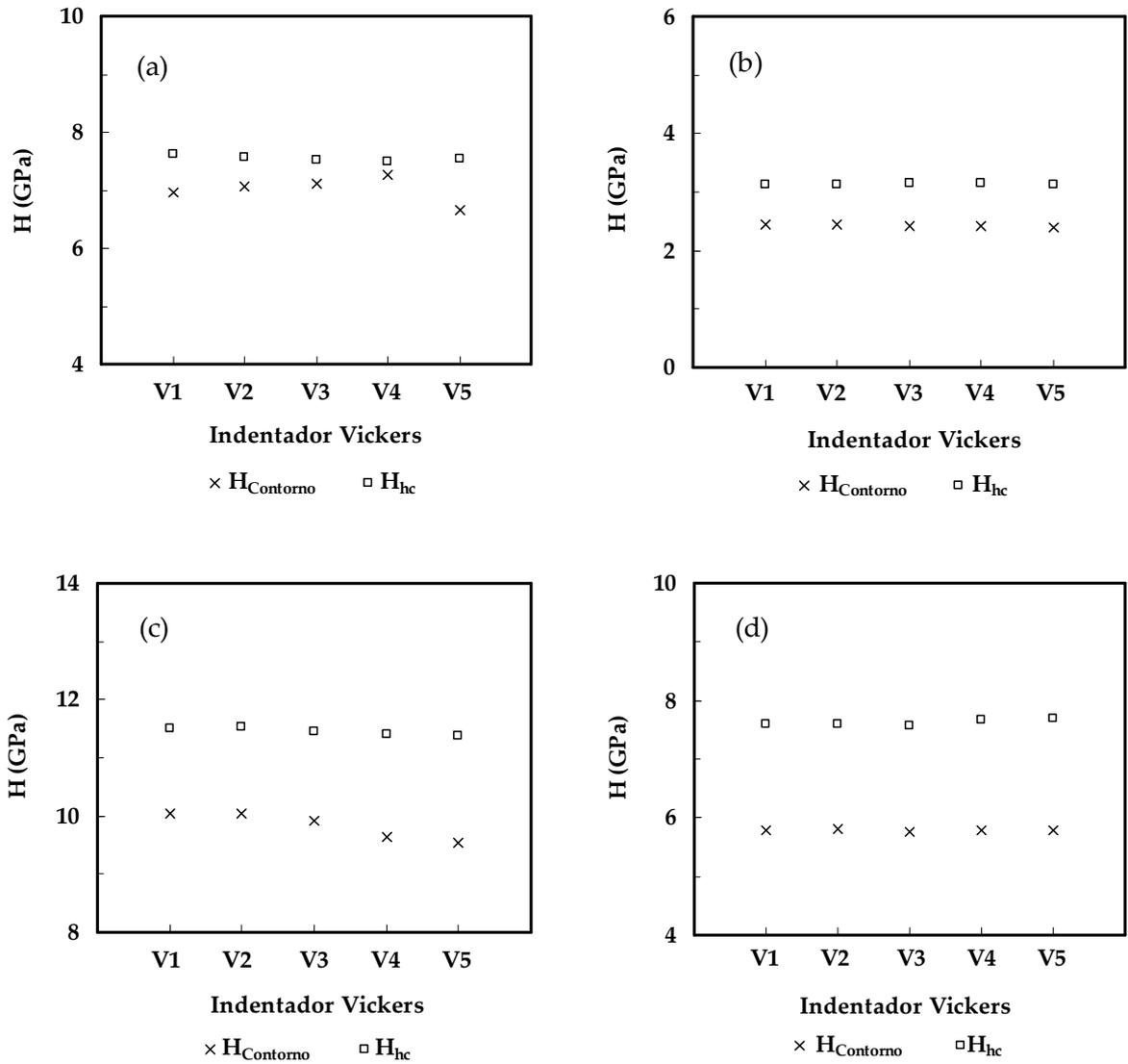


Figura 3.29 Resultados de dureza avaliados na simulação numérica com os cinco indentadores Vickers. (a) Vidro BK7. (b) Níquel. (c) Aço AISI M2. (d) Tungsténio.

De modo semelhante ao observado para o módulo de elasticidade, os valores das durezas H_{hc} e $H_{Contorno}$ também não dependem da dimensão do plano de ponta do indentador. Contudo, a diferença relativa entre as durezas H_{hc} e $H_{Contorno}$ é superior à observada para os módulos de elasticidade ($E_{Contorno}$ e E_{hc}). A explicação para este facto está relacionada com as diferentes dependências da dureza e do módulo de elasticidade em relação à área de contacto. Efectivamente, a dureza é directamente proporcional ao inverso da área de contacto, enquanto que o módulo de elasticidade varia linearmente com o inverso da sua raiz quadrada.

Neste contexto, pode concluir-se que a dimensão do defeito do indentador não tem influência nos resultados obtidos para as propriedades mecânicas, desde que seja considerada a função de área do indentador.

2.2.5. ESTUDO COMPLEMENTAR

No sentido de complementar este estudo sobre o tamanho do defeito do indentador, foram realizadas simulações numéricas do ensaio de dureza Vickers utilizando materiais modelados com diferentes valores do coeficiente de encruamento e da tensão limite de elasticidade. A tabela 3.3 resume as propriedades mecânicas dos materiais utilizados na simulação numérica.

Tabela 3.3 Propriedades mecânicas dos materiais utilizados na simulação numérica.

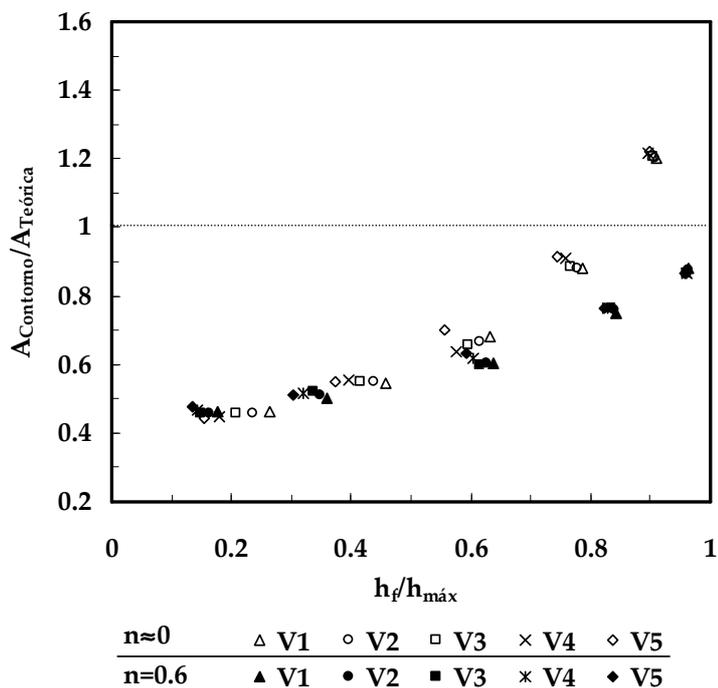
Tipo de materiais	Nº de casos Estudados	n	σ_c (GPa)		E (GPa)	ϵ_0	ν
			mínimo	máximo			
Não encruáveis	5	≈ 0	0.20	15	100	0.005	0.29
Encruáveis	5	0.6	0.05	4			

A figura 3.30 apresenta a evolução da área de contacto das indentações com a razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$. A figura 3.30 (a) mostra que a área de contacto $A_{Contorno}$, depende ligeiramente da dimensão do plano de ponta do indentador e do coeficiente de encruamento. Igualmente, a área de contacto A_{hc} depende ligeiramente da dimensão do plano de ponta do indentador.

A figura 3.31 apresenta os resultados dos módulos de elasticidade $E_{Contorno}$ e E_{hc} (determinados com as áreas de contacto $A_{Contorno}$ e A_{hc} , respectivamente, e com $\beta=1.05$), normalizados em relação ao valor utilizado como dado de entrada na simulação numérica, $E_{Entrada}$. Os resultados do módulo de elasticidade $E_{Contorno}$ não dependem do coeficiente de encruamento do material nem da dimensão do plano de ponta do indentador (figura 3.31 (a)). Este facto confirma que a utilização de um coeficiente de correcção β igual a 1.05 permite obter resultados precisos para o módulo de elasticidade (excepção feita para materiais com $h_f/h_{m\acute{a}x}$ próximos de 1), independentemente da dimensão do plano de ponta do indentador. Os resultados do módulo de elasticidade E_{hc} apresentam dependência em relação ao coeficiente de encruamento, qualquer que seja o indentador.

A precisão obtida para o módulo de elasticidade $E_{Contorno}$, para a quase totalidade dos valores da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$, indica que a área de contacto ($A_{Contorno}$) e a complacência são avaliadas com precisão. Assim sendo, a imprecisão dos resultados do módulo de elasticidade E_{hc} provém de erros no cálculo da área de contacto, A_{hc} (comparar as figuras 3.31 (a) e 3.31 (b)). Efectivamente, o método de cálculo da área de contacto A_{hc} parece não separar convenientemente os comportamentos dos materiais, por exemplo no que diz respeito ao encruamento (comparar as figuras 3.30 (a) e 3.30 (b)).

(a)



(b)

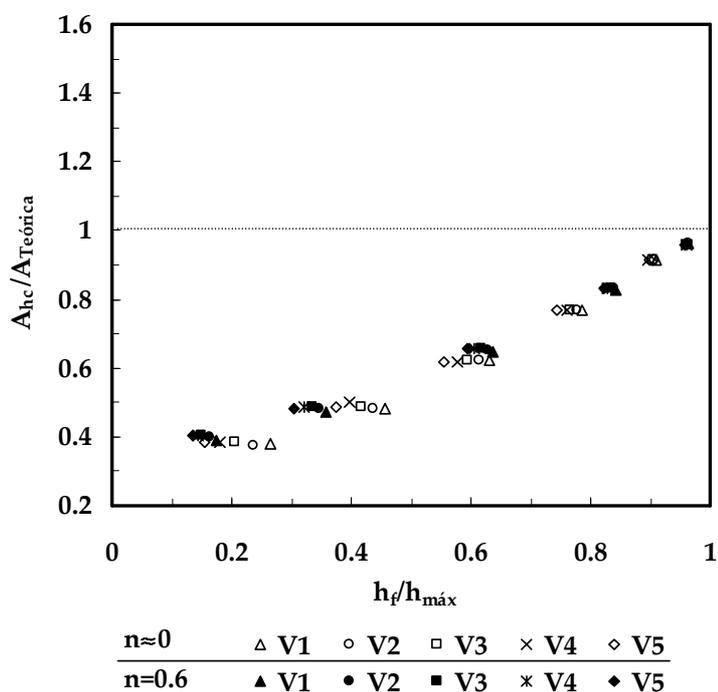
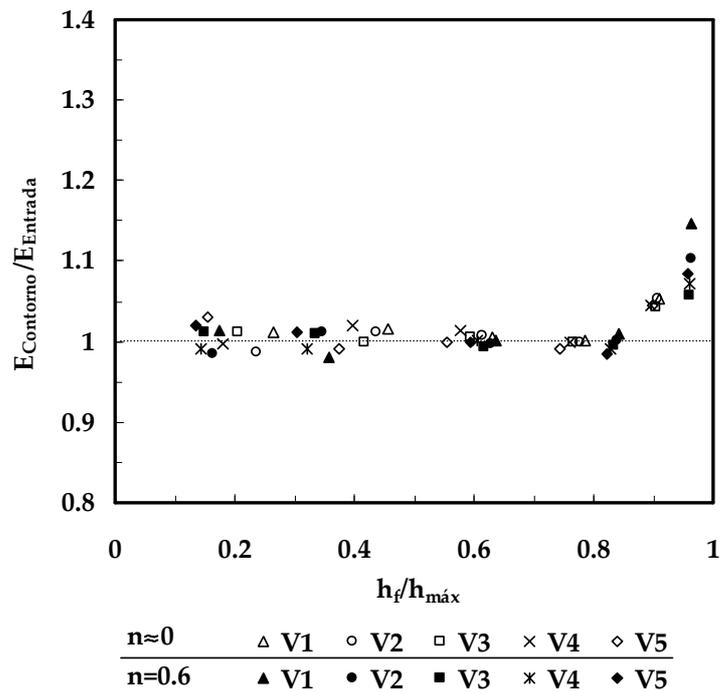


Figura 3.30 Resultados da área de contacto das indentações obtidos na simulação numérica dos materiais com diferente coeficiente de encruamento e tensão limite de elasticidade, utilizando os cinco indentadores Vickers. (a) Área de contacto A_{Contorno} . (b) Área de contacto A_{hc} .

(a)



(b)

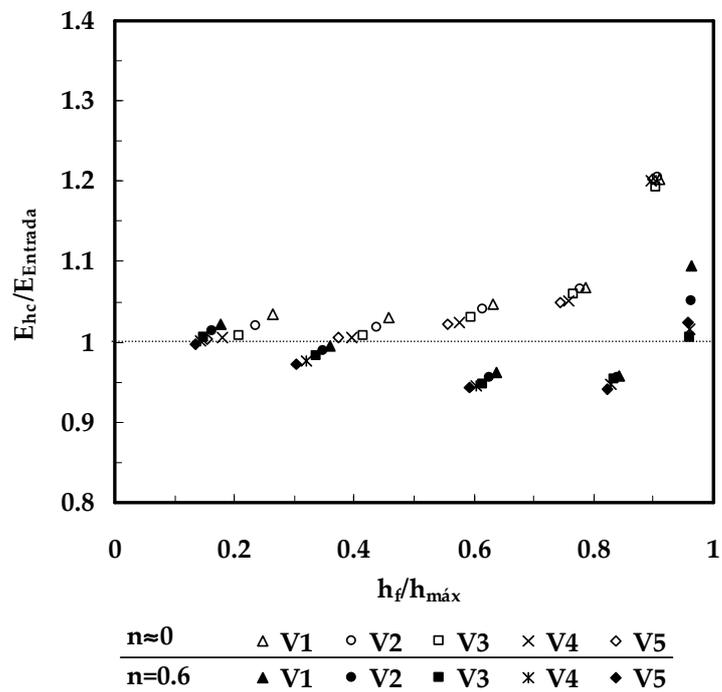


Figura 3.31 Resultados do módulo de elasticidade obtidos na simulação numérica dos materiais com diferente coeficiente de encruamento e tensão limite de elasticidade, utilizando os cinco indentadores Vickers. (a) Módulo de elasticidade $E_{Contorno}$. (b) Módulo de elasticidade E_{hc} .

O estudo apresentado permitiu evidenciar que o procedimento experimental de correcção da área de contacto da indentação é um problema complexo. Efectivamente, a metodologia de correcção da área de contacto deverá considerar a geometria do indentador e da indentação. Se por um lado, a geometria do indentador pode ser facilmente corrigida através da função de área do indentador, o mesmo não acontece com a geometria da indentação, uma vez que esta depende das propriedades mecânicas do material (coeficiente de encruamento e da razão entre a dureza e o módulo de elasticidade).

ANÁLISE INVERSA EM MATERIAIS MACIÇOS

Neste capítulo, são abordadas as principais metodologias de análise inversa para obter a curva de tensão-deformação plástica, a partir da curva de carga-descarga do ensaio dinâmico de dureza. O estudo desenvolvido permitiu propor uma metodologia de análise inversa, assente na utilização da curva de carga-descarga obtida com um único indentador.

1. INTRODUÇÃO

O estado de desenvolvimento actual dos equipamentos e metodologias relacionadas com o ensaio dinâmico de dureza permite a sua utilização na determinação de propriedades mecânicas, classicamente avaliadas no ensaio de tracção, nomeadamente a tensão limite de elasticidade e o coeficiente de encruamento.

A ambição de utilizar o ensaio de dureza na caracterização dos materiais em termos de tensão resistente remonta aos anos 20 do passado século. Prandtl (1920) foi um dos pioneiros nesta área ao relacionar a dureza do material com a sua resistência à entrada no regime plástico, utilizando o método das linhas de deslizamento (“*slip-line*”), para o caso de um punção plano. Posteriormente, o estudo da indentação de materiais dúcteis, recorrendo ao modelo de expansão de uma cavidade esférica, num material elastoplástico sujeito a uma pressão hidrostática, permitiu determinar uma relação entre a dureza e a tensão limite de elasticidade (Bishop e Mott, 1945).

Tabor (1951), com base nos resultados de ensaios experimentais de dureza, realizados em amostras de aço macio e cobre pré-deformadas, propôs uma relação linear entre a dureza e a designada tensão característica, que está associada a um determinado valor de deformação plástica em tracção (deformação plástica característica). A relação estabelecida entre a dureza e a tensão característica, que

encontra fundamentação teórica no estudo desenvolvido por Hill *et al.* (1947), é expressa por (Tabor, 1951):

$$H = \eta \sigma_r, \quad (4.1)$$

em que H é a dureza, η é uma constante de proporcionalidade (3.3 no caso do indentador Vickers) e σ_r é a tensão característica correspondente a uma deformação plástica característica, ϵ_r , igual a 0.08.

Johnson (1970), com base em estudos anteriores (Bishop e Mott, 1945; Hill, 1950; Marsh, 1964; Hirst e Howse, 1969), propôs para os materiais elastoplásticos uma relação entre a dureza, H , e a tensão característica, σ_r :

$$\frac{H}{\sigma_r} = \frac{2}{3} \left[1 + \ln \left(\frac{E}{6\sigma_r(1-\nu)} \operatorname{tg}\alpha + \frac{2(1-2\nu)}{3(1-\nu)} \right) \right], \quad (4.2)$$

em que E é o módulo de elasticidade, ν é o coeficiente de Poisson e α é o ângulo formado entre a superfície do material que é perpendicular ao eixo da carga, e a face do indentador. A deformação plástica característica, ϵ_r , foi relacionada com o semi-ângulo apical do indentador, $\phi = (\pi/2 - \alpha)$, através de (Johnson, 1970):

$$\epsilon_r = 0.2 \cot g\phi. \quad (4.3)$$

Jayaraman *et al.* (1998) estabeleceram também uma relação entre a dureza, H , e a tensão característica, σ_r . Recorrendo ao método dos elementos finitos, realizaram simulações numéricas bidimensionais do ensaio de dureza de um conjunto de materiais com diferentes propriedades mecânicas (coeficientes de encruamento iguais a 0.1, 0.2, 0.3 e 0.4, tensão limite de elasticidade de 1.45 e 2.45 GPa e módulos de elasticidade de 207 e 315 GPa). Foram utilizados dois indentadores cónicos com semi-ângulo apical de 42.3° e 70.3°. O contacto entre o indentador e o corpo deformável foi modelado na ausência de atrito. Na estimativa da deformação plástica característica, foi utilizado um modelo de expansão de uma cavidade esférica, num material elastoplástico sujeito a uma pressão hidrostática. Para cada valor do ângulo apical do indentador foi proposta uma equação relativa aos materiais testados, ligando a razão H/E à razão σ_r/E , do tipo (Jayaraman *et al.*, 1998):

$$\frac{H}{E} = N_1 \left(\frac{\sigma_r}{E} \right)^{N_2}, \quad (4.4)$$

em que N_1 e N_2 são constantes obtidas por ajuste.

O valor da deformação plástica característica, independente do coeficiente de encruamento, foi associado ao melhor coeficiente de correlação obtido no ajuste da equação (4.4) à representação da razão H/E em função de σ_r/E (Jayaraman *et al.*, 1998). Os valores encontrados para a deformação plástica característica foram 0.07 e 0.225, para os indentadores com semi-ângulo apical de 70.3° e 42.3° , respectivamente. A equação (4.4) tem representações diferentes, para os dois indentadores, excepto para valores de H/E inferiores a 0.16, para os quais as duas curvas se aproximam; neste caso os coeficientes N_1 e N_2 são idênticos para qualquer valor de ângulo apical do indentador. Nestas condições, os coeficientes N_1 e N_2 encontrados foram 1.7 e 0.92, respectivamente (para $H/E \leq 0.16$) (Jayaraman *et al.*, 1998).

Giannakopoulos e Suresh (1999), com base nos resultados da simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers e Berkovich de diversos materiais, propuseram uma equação para a curvatura da curva de carga, k_1 (constante da lei de Kick – equação (2.3)), em função da tensão limite de elasticidade, σ_c , e da tensão característica, σ_r , a uma deformação plástica, ϵ_r , igual a 0.29 (valor estabelecido com base nos resultados da simulação numérica de materiais dúcteis):

$$k_1 = U_1 \left(\sigma_{0.29} + \frac{\sigma_c}{\sigma_{0.29}} \right) \left(U_2 + \ln \frac{E_R}{\sigma_c} \right), \text{ no intervalo } 0.5 \leq \frac{H}{\sigma_c} \leq 3.0. \quad (4.5)$$

Nesta equação, E_R é o módulo de elasticidade reduzido e U_1 e U_2 são constantes que dependem da geometria do indentador (para o indentador Vickers, $U_1 = 7.143$ e $U_2 = -1$ (Giannakopoulos e Suresh, 1999)). Com o objectivo de determinar as tensões σ_c e $\sigma_{0.29}$, a partir do ensaio de dureza, Giannakopoulos e Suresh (1999) propuseram outra equação que relaciona as tensões anteriores com a razão entre as profundidades de indentação, à carga máxima, $h_{m\acute{a}x}$, e residual após descarga, h_f :

$$\frac{(\sigma_{0.29} - \sigma_c)}{0.29E_R} = 1 - 0.142 \left(\frac{h_f}{h_{m\acute{a}x}} \right) - 0.957 \left(\frac{h_f}{h_{m\acute{a}x}} \right)^2. \quad (4.6)$$

As constantes 0.142 e 0.957 foram obtidas no ajuste dos resultados da simulação numérica (Giannakopoulos e Suresh, 1999). Contudo, a simulação numérica realizada tratou o processo de indentação no domínio das pequenas deformações, simplificação altamente penalizadora no caso de materiais com baixo coeficiente de encruamento (Dao *et al.*, 2001).

Dao *et al.* (2001), com base nos resultados da simulação numérica bidimensional e tridimensional do ensaio de dureza de diversos materiais estabeleceram seis funções Π , de carácter adimensional, para caracterizar as indentações produzidas por um

indentador cónico com semi-ângulo apical de 70.3° , na ausência de atrito. No Anexo II apresentam-se estas funções Π na sua forma explícita. Na simulação numérica foram considerados 76 materiais, agrupados em 4 conjuntos com coeficientes de encruamento de 0, 0.1, 0.3 e 0.5. Cada conjunto de materiais continha 19 combinações diferentes de módulo de elasticidade (10 a 210 GPa) e tensão limite de elasticidade (0.3 a 3 GPa).

As funções adimensionais Π permitiram estabelecer uma metodologia de análise inversa para determinar as propriedades mecânicas: módulo de elasticidade, dureza, tensão característica, tensão limite de elasticidade e coeficiente de encruamento, a partir da curva de carga-descarga do ensaio de dureza. O procedimento de análise inversa inicia-se com o traçado da curva experimental de carga-descarga, que permite conhecer os parâmetros característicos desta curva: k_1 , h_f , $h_{m\acute{a}x}$, $P_{m\acute{a}x}$ e C . Em seguida procede-se à determinação do módulo de elasticidade reduzido, como se mostra no algoritmo da figura 4.1. Estas propriedades são determinadas com as funções Π_4 e Π_6 (Anexo II). Em alternativa, o módulo de elasticidade pode ser determinado recorrendo à equação (2.9); neste caso a área de contacto, A , é avaliada com a profundidade de contacto, h_c , estimada com a curva de descarga. Para a tensão característica foi estabelecida a seguinte função adimensional (Dao *et al.*, 2001):

$$\frac{k_1}{\sigma_r} = \Pi_1\left(\frac{E_R}{\sigma_r}, n\right), \quad (4.7)$$

em que k_1 é a constante da lei de Kick (equação (2.3)), σ_r é a tensão característica, E_R é o módulo de elasticidade reduzido e n o coeficiente de encruamento. A forma específica da função Π_1 depende do coeficiente de encruamento. No entanto, a representação da razão k_1/σ_r em função de E_R/σ_r é idêntica para os materiais com diferentes coeficientes de encruamento, quando a tensão característica corresponde a uma deformação plástica característica igual a 0.033; a este valor da deformação plástica característica corresponde o melhor coeficiente de correlação no ajuste da equação (4.7) à evolução de k_1/σ_r em função de E_R/σ_r . A equação (4.7) reescrita numa forma independente do coeficiente de encruamento tem a forma (Dao *et al.*, 2001):

$$\frac{k_1}{\sigma_{0.033}} = \Pi_1\left(\frac{E_R}{\sigma_{0.033}}\right), \quad (4.8)$$

em que $\sigma_{0.033}$ é a tensão para uma deformação plástica característica igual a 0.033. Conhecidos os valores do módulo de elasticidade e da tensão característica, o coeficiente de encruamento é determinado com a função Π_2 (Dao *et al.*, 2001):

$$\frac{1}{E_R h_{\text{máx}} C} = \Pi_2 \left(\frac{E_R}{\sigma_{0.033}}, n \right), \quad (4.9)$$

em que $h_{\text{máx}}$ é a profundidade de indentação à carga máxima e C é a complacência.

As propriedades mecânicas determinadas com o algoritmo da figura 4.1 apresentaram valores precisos para o módulo de elasticidade e para a tensão característica (Dao *et al.*, 2001). Contudo, esta metodologia de análise inversa apresenta limitações no que respeita à unicidade de solução para o coeficiente de encruamento, nomeadamente no caso de materiais em que $\sigma_c / E_R \geq 0.03$ e $0.3 < n \leq 0.5$ (Dao *et al.*, 2001). O problema da multiplicidade de soluções para o coeficiente de encruamento, quando apenas um indentador é utilizado, foi constatado em diversos estudos utilizando resultados experimentais e da simulação numérica (por exemplo: Tho *et al.*, 2004; Alkorta *et al.*, 2005). Em geral, este problema surge associado à existência de diferentes combinações de propriedades mecânicas, módulo de elasticidade, coeficiente de encruamento e tensão limite de elasticidade, que conduzem à mesma curva de carga-descarga.

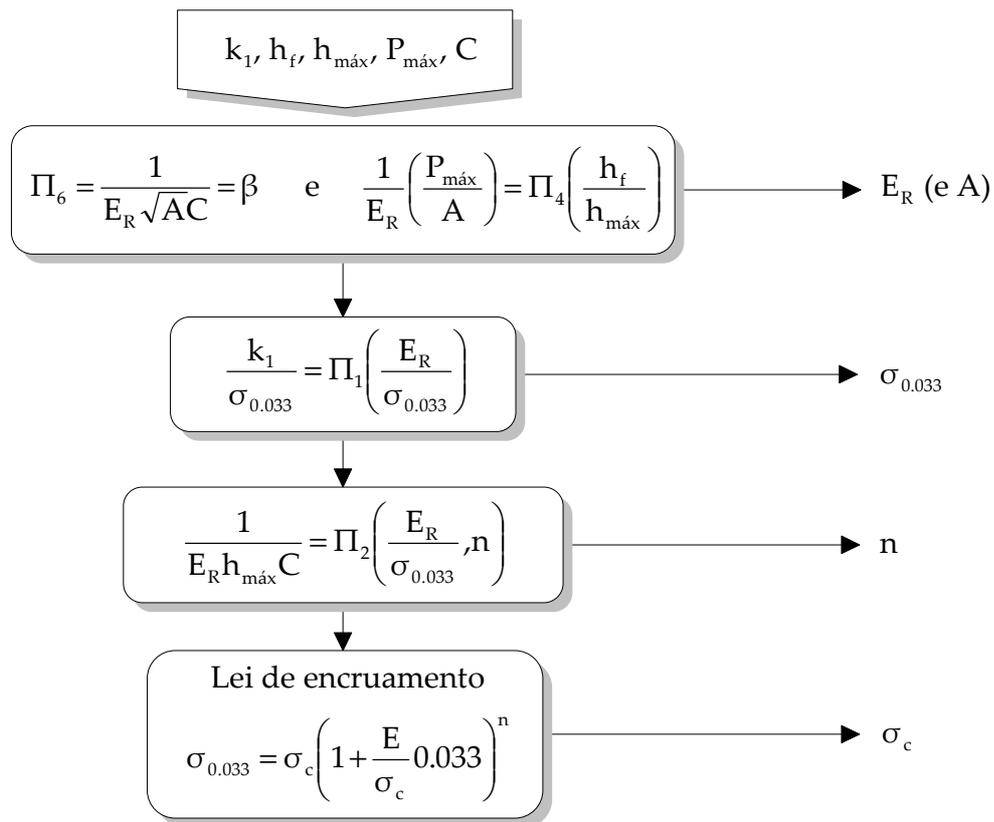


Figura 4.1 Algoritmo de análise inversa para determinação das propriedades mecânicas com base na curva de carga-descarga do ensaio de dureza. (Adaptado de Dao *et al.* (2001))

No estudo realizado por Dao *et al.* (2001) ficou também demonstrado que as aparentes disparidades dos valores indicados na bibliografia para a deformação plástica característica, provêm de diferenças na sua definição funcional, isto é, da forma como são relacionados certos parâmetros da indentação com as propriedades mecânicas. Por exemplo, através da dureza, H , ou da constante k_1 da lei de Kick (equação (2.3)) são obtidos valores diferentes de deformação plástica característica que, no entanto, são relacionáveis. Efectivamente, apesar de apresentarem valores diferentes, a constante k_1 relaciona-se com a dureza, H .

O estudo da geometria das indentações resultantes do ensaio de dureza Vickers motivou a proposta de um outro tipo de metodologia para relacionar as curvas de carga-descarga e de tensão-deformação plástica (Matsuda, 2002). A simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers, de diferentes materiais, permitiu a construção de ábacos que relacionam a geometria das indentações com as propriedades mecânicas dos materiais. Na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers foram utilizados materiais com seis valores da razão entre o módulo de elasticidade e a tensão limite de elasticidade, E/σ_c , no intervalo 25 a 25600. Os materiais considerados de encruamento linear apresentavam nove valores da razão entre a taxa de encruamento e a tensão limite de elasticidade, $(d\sigma/d\varepsilon)/\sigma_c$, no intervalo 0.0625 a 64. O contacto entre o indentador Vickers e o corpo deformável foi modelado na ausência de atrito.

A representação da altura máxima do lábio formado no bordo das indentações, $h_{\text{Lábio}}$, em função da distância, d , medida entre lábios opostos, permitiu definir um domínio para os valores das razões E/σ_c e $(d\sigma/d\varepsilon)/\sigma_c$ (figura 4.2). Além disso, foi efectuada a representação da razão entre a dureza e a tensão limite de elasticidade, H/σ_c , em função da razão entre a taxa de encruamento e a tensão limite de elasticidade, $(d\sigma/d\varepsilon)/\sigma_c$, para diferentes valores da razão E/σ_c (figura 4.3).

O método inicia-se com a determinação da altura máxima do lábio, $h_{\text{Lábio}}$, e da distância d , de uma indentação Vickers com diagonal D . A introdução dos valores da altura de lábio, $h_{\text{Lábio}}$, e da distância d , na figura 4.2 permite efectuar a estimativa das razões E/σ_c e $(d\sigma/d\varepsilon)/\sigma_c$. Conhecidos os valores das razões E/σ_c e $(d\sigma/d\varepsilon)/\sigma_c$, com a figura 4.3 é possível estimar a razão, H/σ_c , que permite determinar a tensão limite de elasticidade, σ_c , uma vez conhecida a dureza, H . Substituindo o valor da tensão limite de elasticidade nas razões E/σ_c e $(d\sigma/d\varepsilon)/\sigma_c$ determina-se o módulo de elasticidade e o coeficiente de encruamento, respectivamente (Matsuda, 2002).

As principais desvantagens do procedimento descrito estão relacionadas com as imprecisões na determinação das propriedades mecânicas devido à natureza gráfica do método. Existe também a dificuldade experimental de avaliar com precisão a altura máxima do lábio e da distância d . Este problema adquire

proporções críticas no caso de indentações com reduzida dimensão ou em superfícies com alguma rugosidade. Além disso, considera a formação de lábio no bordo da indentação, qualquer que seja o material testado, facto que restringe enormemente o seu domínio de aplicação.

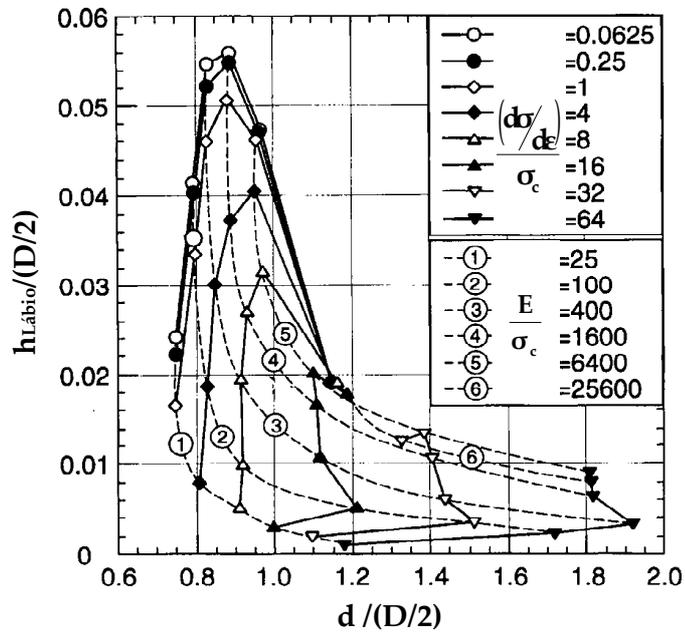


Figura 4.2 Representação da altura máxima do lábio formado no bordo das indentações, $h_{\text{lábio}}$, em função da distância entre lábios opostos, d , normalizados com $D/2$, onde D é a diagonal da indentação. (Adaptado de Matsuda (2002))

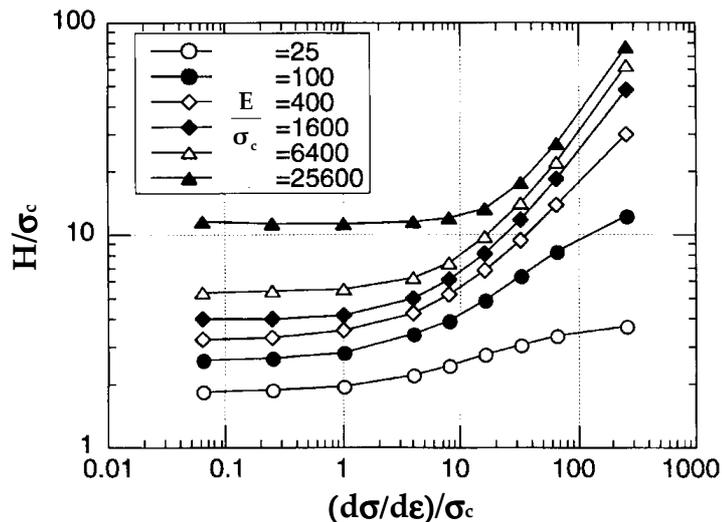


Figura 4.3 Representação da razão, H/σ_c , em função da razão, $(d\sigma/d\varepsilon)/\sigma_c$, para diferentes valores de E/σ_c . (Adaptado de Matsuda (2002))

Bucaille *et al.* (2003), com base no estudo realizado por Dao *et al.* (2001), propuseram uma metodologia de análise inversa que considera a influência do ângulo apical do indentador no valor da deformação plástica característica. A metodologia proposta utiliza as curvas de carga-descarga obtidas com indentadores de diferente ângulo apical, o que permite obter solução única para o coeficiente de encruamento (Bucaille *et al.*, 2003). No estudo desenvolvido foram efectuadas simulações numéricas utilizando indentadores cónicos com semi-ângulo apical de 42.3° , 50° , 60° e 70.3° . Os materiais simulados apresentavam coeficientes de encruamento e módulos de elasticidade semelhantes aos utilizados por Dao *et al.* (2001), tendo, no entanto, uma menor gama de valores para a tensão limite de elasticidade (0.3 a 1.8 GPa).

Para os semi-ângulos apicais de 42.3° , 50° , 60° e 70.3° os valores encontrados para a deformação plástica característica, ϵ_r , foram: 0.126, 0.082, 0.0537 e 0.033, respectivamente. Os valores da deformação plástica característica apresentaram uma tendência para aumentar de forma aproximadamente linear com a diminuição do ângulo apical do indentador, facto que apresentou correspondência com o já observado em outros estudos (por exemplo: Johnson, 1970; Chaudhri, 1998; Cheng e Li, 2000). A relação linear entre a deformação plástica característica e o semi-ângulo apical do indentador foi expressa por (Bucaille *et al.*, 2003):

$$\epsilon_r = 0.105 \cot \phi, \quad (4.10)$$

em que ϕ é o semi-ângulo apical do indentador.

Para resolver o problema da unicidade de solução do coeficiente de encruamento, foi sugerida a utilização de um sistema composto pela função adimensional Π_1 (equação (4.7)), definida para um indentador com semi-ângulo apical de 70.3° ($\epsilon_r = 0.033$), e por uma outra $\Pi_{1\phi}$ estabelecida para um indentador de menor ângulo apical ($\epsilon_r = 0.105 \cot \phi$), do tipo (Bucaille *et al.*, 2003):

$$\frac{k_{1\phi}}{\sigma_{r\phi}} = \Pi_{1\phi} \left(\frac{E_R}{\sigma_{r\phi}} \right), \quad (4.11)$$

em que $k_{1\phi}$ e $\sigma_{r\phi}$ são a curvatura da curva de descarga e a tensão característica, respectivamente, determinadas no ensaio de dureza com um indentador de semi-ângulo apical inferior a 70.3° .

Estas considerações permitiram estabelecer um algoritmo de análise inversa para determinar a dureza, o módulo de elasticidade, o coeficiente de encruamento e a tensão limite de elasticidade, com base nas curvas de carga-descarga obtidas com dois ou mais indentadores de diferente ângulo apical (figura 4.4).

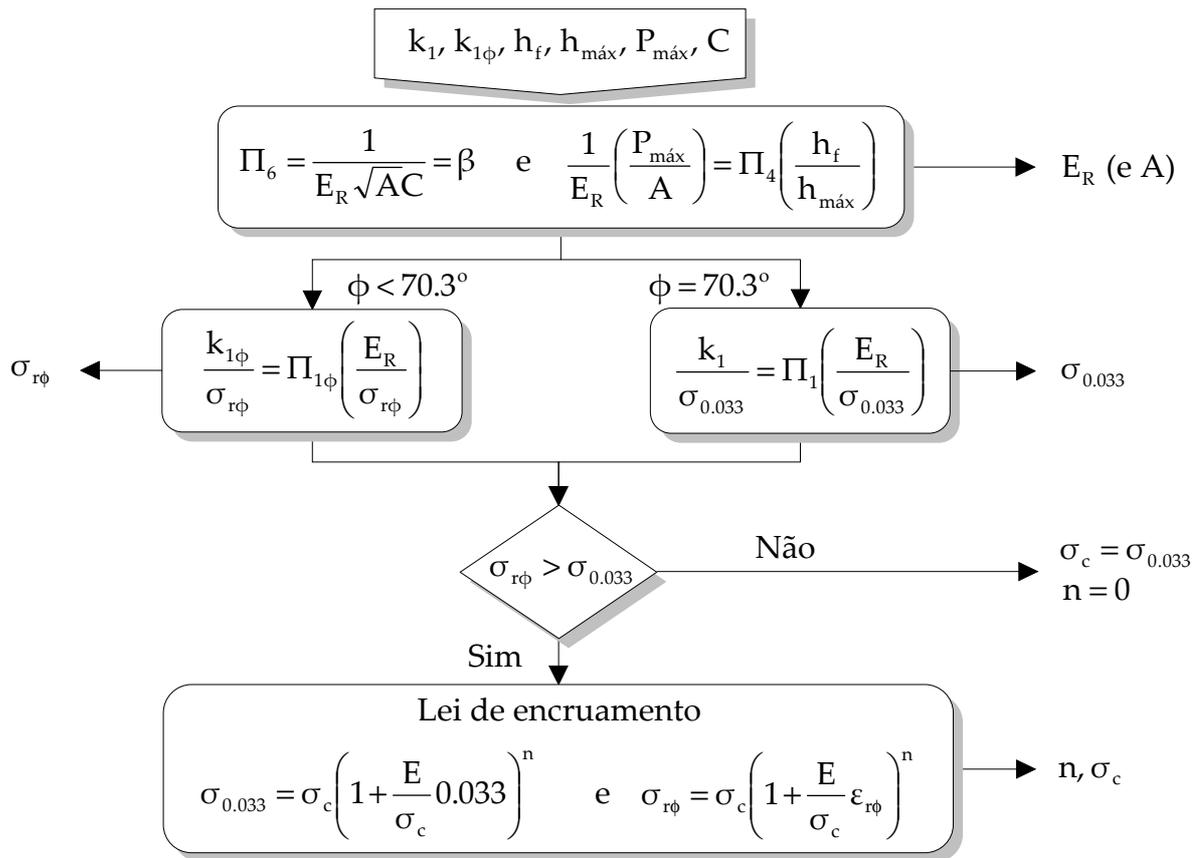


Figura 4.4 Algoritmo de análise inversa para determinação das propriedades mecânicas com base nos parâmetros característicos das curvas de carga-descarga do ensaio de dureza, obtidas com indentadores de diferente ângulo apical. (adaptado de Bucaille *et al.* (2003))

Quase em simultâneo, Chollacoop *et al.* (2003) desenvolveram um estudo idêntico ao anterior, tomando também por base o trabalho de Dao *et al.* (2001). Foram realizadas simulações numéricas bidimensionais dos mesmos materiais utilizados por Dao *et al.* (2001), mas considerando indentadores cónicos com semi-ângulo apical igual a 50° , 60° , 70.3° e 80° . À semelhança do observado por Bucaille *et al.* (2003) a deformação plástica característica, ε_r , apresentou dependência em relação ao ângulo apical do indentador. Neste estudo, foram sugeridas duas aproximações, uma linear e outra quadrática, para descrever a deformação plástica característica em função do ângulo apical do indentador (Chollacoop *et al.*, 2003):

$$\varepsilon_r = -0.002185\phi + 0.1894, \quad (4.12)$$

ou em alternativa:

$$\varepsilon_r = 2.397 \times 10^{-5} \phi^2 - 5.311 \times 10^{-3} \phi + 0.2884. \quad (4.13)$$

O restante processo de definição das funções adimensionais Π e de determinação das propriedades mecânicas é idêntico ao proposto anteriormente por Bucaille *et al.* (2003). A análise inversa utiliza também as curvas de carga-descarga de dois ou mais indentadores.

Outras metodologias de análise inversa semelhantes às anteriores, que utilizam as curvas de carga-descarga obtidas com indentadores de diferente ângulo apical, foram propostas na bibliografia (por exemplo: Cao *et al.*, 2005; Casals e Alcalá, 2005; Swaddiwudhipong *et al.*, 2005). A principal diferença entre as metodologias reside no tipo de funções adimensionais utilizadas. Apesar de permitirem determinar o coeficiente de encruamento e tensão limite de elasticidade, este tipo de metodologias apresenta importantes desvantagens. O seu principal inconveniente está relacionado com o facto de não ser prático dispor de indentadores experimentais com diferente ângulo apical.

2. ESTUDO DESENVOLVIDO

A revisão bibliográfica evidencia o esforço de investigação desenvolvido no sentido de relacionar as curvas de carga-descarga do ensaio de dureza com as de tensão-deformação plástica. Também testemunha o papel desempenhado pela simulação numérica e pelo método dos elementos finitos nos avanços alcançados nesta área. A actualidade do tema e o seu inquestionável interesse no domínio da caracterização mecânica dos materiais, motivou o estudo apresentado neste capítulo. A simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza foi utilizada com o objectivo de desenvolver uma nova metodologia de análise inversa para materiais maciços, com base nas curvas de carga-descarga obtidas com uma única geometria de indentador. A metodologia de análise inversa desenvolvida é aplicada e testada na determinação das curvas de tensão-deformação plástica de três materiais, com base nos respectivos resultados experimentais do ensaio de dureza Vickers.

2.1. TENSÃO E DEFORMAÇÃO PLÁSTICA CARACTERÍSTICAS

As metodologias de determinação da tensão característica consideram, geralmente, para a deformação plástica associada (característica) um valor que depende do ângulo apical do indentador (por exemplo: Johnson, 1970; Bucaille *et al.*, 2003; Ogasawara *et al.*, 2006). Além disso, o valor da deformação plástica característica depende da abordagem utilizada na sua determinação, por exemplo através da curva de carga ou da dureza (Dao *et al.*, 2001). Actualmente, a quase totalidade dos estudos nesta área, tratam esta questão em termos de curva de carga. No caso da geometria de indentador cónica, com semi-ângulo apical de 70.3° (geometria que produz à mesma profundidade de indentação uma área de contacto idêntica à Vickers e à Berkovich), o valor proposto e amplamente aceite para a

deformação plástica característica é 0.033 (por exemplo: Dao *et al.*, 2001; Bucaille *et al.*, 2003; Chollacoop *et al.*, 2003). No caso do indentador Vickers foi recentemente proposto por Casals e Alcalá (2005) um valor de deformação plástica característica igual a 0.037. Este valor foi estabelecido com base numa metodologia do tipo da proposta por Dao *et al.* (2001) (que identifica o valor da deformação plástica característica como sendo aquele que conduz ao melhor ajuste da equação (4.7) à representação de k_1/σ_r em função de E_R/σ_r), aplicada aos resultados da simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers.

No presente trabalho procurou aprofundar-se o estudo da deformação plástica característica associada às indentações produzidas pelo indentador Vickers. Neste sentido, foi efectuada a simulação numérica de um conjunto de materiais com valores do módulo de elasticidade reduzido entre 55 e 660 GPa e diferentes valores da tensão característica, σ_r , entre 0.3 e 10 GPa. Na simulação numérica do ensaio de dureza foram utilizados o indentador Vickers V3 e a malha de elementos finitos M2 (tabelas 2.1 e 2.2, respectivamente). No contacto entre o indentador e o corpo deformável foi considerado um coeficiente de atrito igual a 0.16. A profundidade máxima de indentação, $h_{m\acute{a}x}$, foi imposta igual a 0.3 μm . O comportamento dos materiais foi modelado pela lei de encruamento isotrópico de Swift (1952) (equação (I.5) – Anexo I), considerando quatro valores do coeficiente de encruamento (0, 0.2, 0.4 e 0.6) e a constante ϵ_0 igual a 0.005. A figura 4.5 esquematiza as curvas de tensão-deformação plástica dos materiais utilizados na simulação numérica.

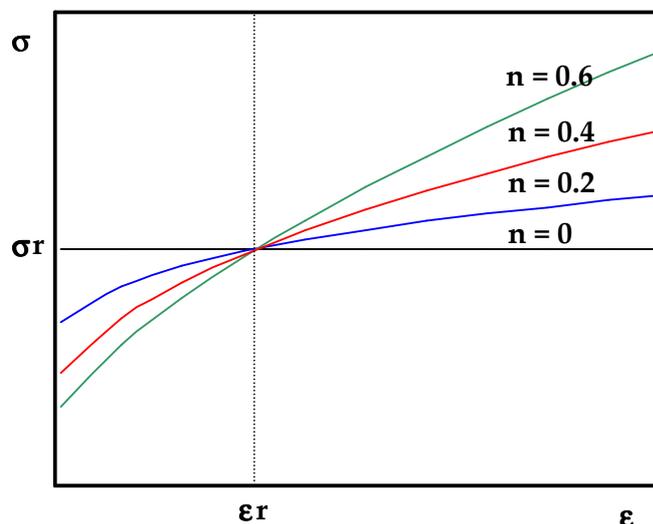


Figura 4.5 Representação das curvas de tensão-deformação plástica dos materiais modelados com a mesma tensão e deformação plástica características e diferentes valores do coeficiente de encruamento.

Este estudo iniciou-se com materiais modelados no pressuposto de a deformação plástica característica ser igual a 0.033 (valor indicado por Dao *et al.*

(2001)). Neste caso, as curvas de carga de materiais com o mesmo módulo de elasticidade e a mesma tensão característica não são idênticas para os diferentes coeficientes de encruamento (figura 4.6 (a)). A melhor aproximação entre as curvas de carga dos materiais com diferente coeficiente de encruamento, foi conseguida para uma deformação plástica característica igual a 0.042 (figura 4.6 (b)). A discrepância entre este valor e o proposto por Dao *et al.* (2001) está, eventualmente, relacionada com a utilização da geometria Vickers e com a modelação do contacto com atrito. Efectivamente, o valor 0.033 foi estabelecido na simulação numérica utilizando um indentador cónico na ausência de atrito. Notar que, mesmo utilizando um valor de deformação plástica característica igual a 0.037 (valor proposto por Casals e Alcalá (2005) para o indentador Vickers), não foi obtida coincidência para as curvas de carga. A figura 4.6 (b) mostra ainda que as curvas de descarga, inicialmente idênticas, apresentam uma recuperação elástica distinta e crescente com o coeficiente de encruamento. Este tipo de comportamento foi observado para os materiais com tensão limite de elasticidade superior a 2.5 GPa. No caso dos materiais com valores da tensão limite de elasticidade inferiores, as curvas de descarga são aparentemente idênticas, independentemente do coeficiente de encruamento.

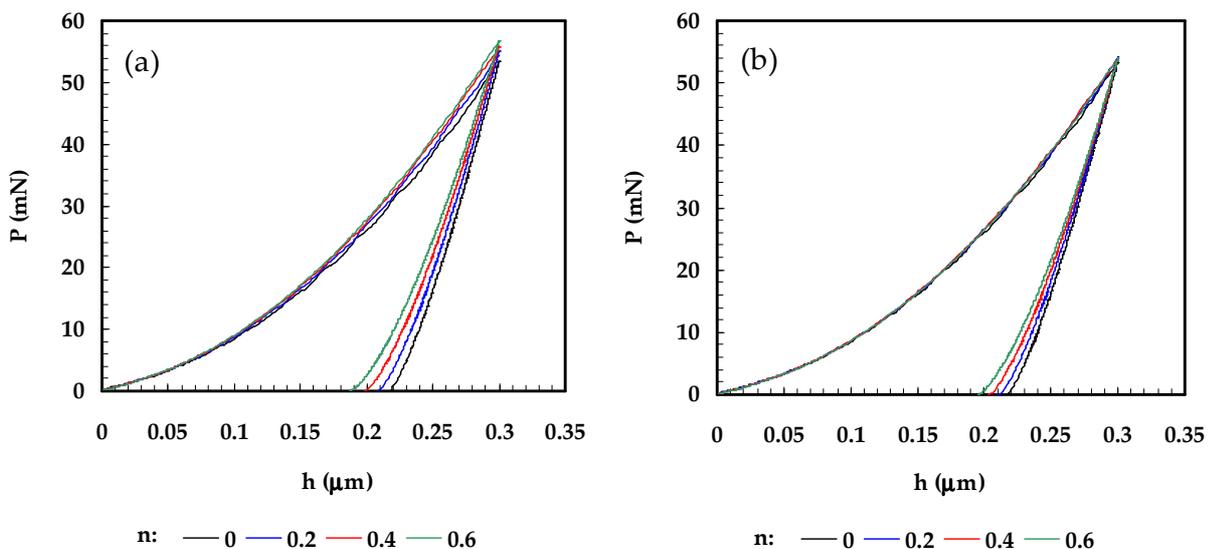


Figura 4.6 Curvas de carga-descarga obtidas na simulação numérica dos materiais com tensão característica igual a 10 GPa, módulo de elasticidade igual a 410 GPa e diferente coeficiente de encruamento. (a) Deformação plástica característica igual a 0.033. (b) Deformação plástica característica igual a 0.042.

O estudo detalhado das curvas de carga, obtidas na simulação numérica dos materiais com diferentes valores do módulo de elasticidade reduzido e da tensão característica, mostrou a existência de uma ligeira dependência da deformação plástica característica em relação a estas duas propriedades mecânicas. A figura 4.7 apresenta a evolução da deformação plástica característica com o módulo de elasticidade reduzido,

para diversos valores da tensão característica. Esta figura mostra que, para cada valor da tensão característica, a deformação plástica associada evolui de forma aproximadamente linear com o módulo de elasticidade reduzido, para valores deste módulo inferiores a 450 GPa. Neste caso, a deformação plástica característica aumenta ligeiramente de um valor próximo de 0.034 até valores que dependem da tensão característica, alcançando o máximo de 0.042 quando esta tensão é igual ou superior a 3 GPa. Para valores do módulo de elasticidade reduzido superiores a 450 GPa, a deformação plástica característica apenas depende da tensão característica do material.

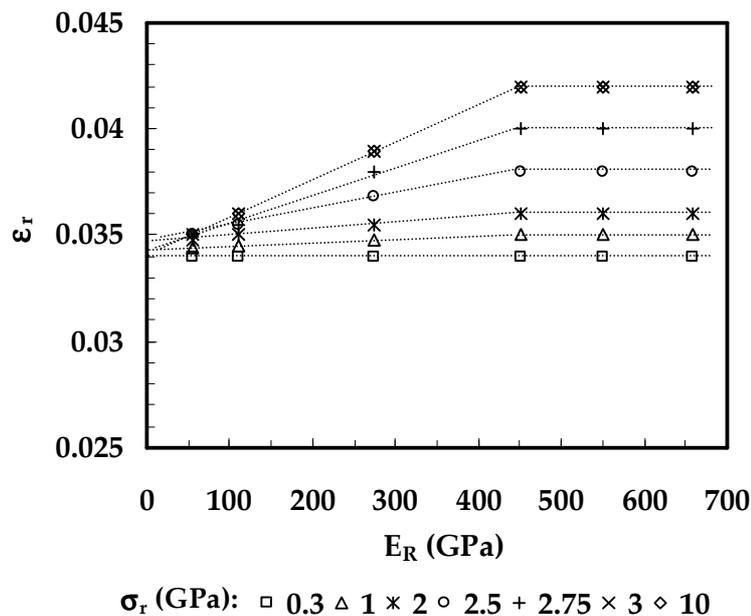


Figura 4.7 Evolução da deformação plástica característica com o módulo de elasticidade reduzido, para diversos valores da tensão característica.

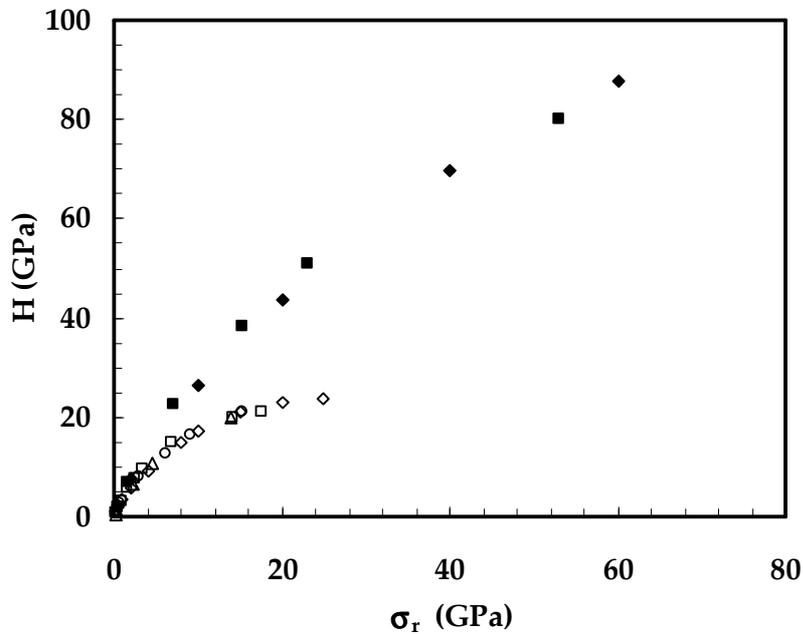
Com base no estudo anterior, foi estabelecida uma nova metodologia de avaliação da tensão característica, a partir dos resultados do ensaio de dureza, que considera a dependência da deformação plástica característica em relação ao módulo de elasticidade reduzido e à própria tensão característica. Para isso, foram utilizados os resultados obtidos na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers de um conjunto de materiais, com diferentes propriedades mecânicas. Na tabela 4.1 são indicadas as propriedades mecânicas dos materiais utilizados na simulação numérica.

A figura 4.8 apresenta a evolução da dureza, H , com a tensão característica, σ_r . A dureza, H , foi determinada com base na área de contacto, A , calculada segundo o procedimento experimental que utiliza a profundidade de contacto da indentação, h_c . A tensão característica, σ_r , foi determinada com a lei de encruamento isotrópico de Swift (1952) (equação (I.5) – Anexo I), com base nos valores da deformação plástica característica indicados na figura 4.7. A figura 4.8 mostra que a evolução da dureza com a tensão característica, é

independente do coeficiente de encruamento, para cada valor do módulo de elasticidade reduzido.

Tabela 4.1 Materiais utilizados na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers.

Tipo de materiais	Nº de casos Estudados	n	σ_c (GPa)		E (GPa)	ϵ_0	ν
			mínimo	máximo			
Não encruáveis	10	≈ 0	0.25	25	100		
	6		0.50	60	410		
Encruáveis	6	0.2	0.15	10	100	0.005	0.29
	6	0.4	0.05	6	100		
	10	0.6	0.05	6	100		
	6		0.15	410			



$E_R = 110 \text{ GPa}$ $\diamond n \approx 0$ $\circ n = 0.2$ $\triangle n = 0.4$ $\square n = 0.6$
 $E_R = 450 \text{ GPa}$ $\blacklozenge n \approx 0$ $\blacksquare n = 0.6$

Figura 4.8 Evolução da dureza, H , com a tensão característica, σ_r , para diversos valores do módulo de elasticidade reduzido, E_R .

A normalização da dureza e da tensão característica com o módulo de elasticidade reduzido permite obter uma evolução única para H/E_R em função de σ_r/E_R , como se mostra na figura 4.9. Isto é, esta função já não depende do módulo de elasticidade reduzido. Nos resultados da figura 4.9, o módulo de elasticidade reduzido é calculado com base nos dados de entrada no programa de simulação numérica.

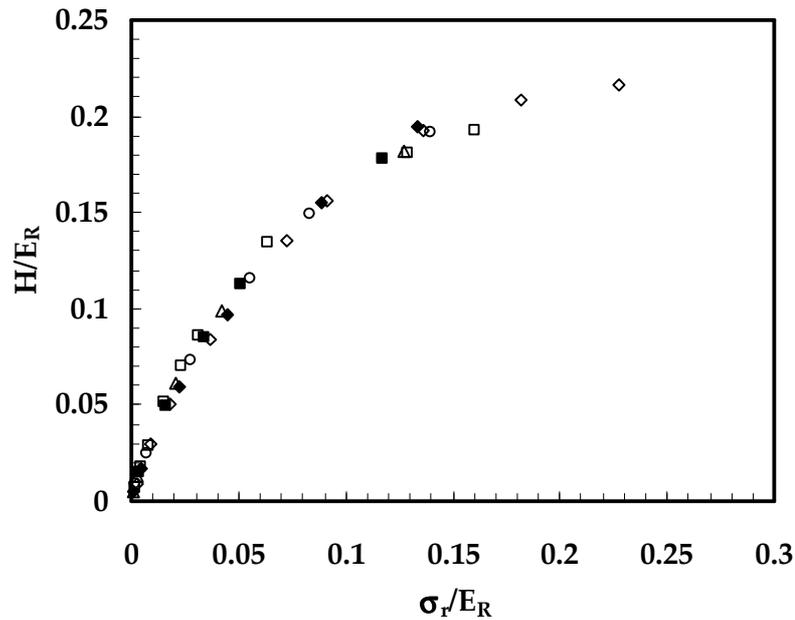


Figura 4.9 Evolução da razão entre a dureza e o módulo de elasticidade reduzido, H/E_R , em função da razão entre a tensão característica e o módulo de elasticidade reduzido, σ_r/E_R .

A representação da figura 4.9 permite efectuar uma estimativa da tensão característica, desde que sejam conhecidos os valores da dureza e do módulo de elasticidade reduzido do material, os quais são facilmente determinados no ensaio experimental de dureza. Além disso, a representação dos inversos das razões consideradas na figura 4.9, isto é E_R/H versus E_R/σ_r , apresenta uma evolução aproximadamente linear. Esta evolução está representada na figura 4.10 e pode ser expressa analiticamente por:

$$\frac{E_R}{H} = 0.231 \left(\frac{E_R}{\sigma_r} \right) + 4.910. \quad (4.14)$$

Esta equação constitui uma alternativa à representação da figura 4.9 para efectuar a estimativa da tensão característica. Além disso, pressupondo que a evolução de E_R/H com E_R/σ_r é linear para qualquer geometria de indentador, os coeficientes da equação (4.14) podem ser facilmente determinados com base nos resultados de um reduzido número de ensaios experimentais, realizados em materiais com diferentes propriedades mecânicas.

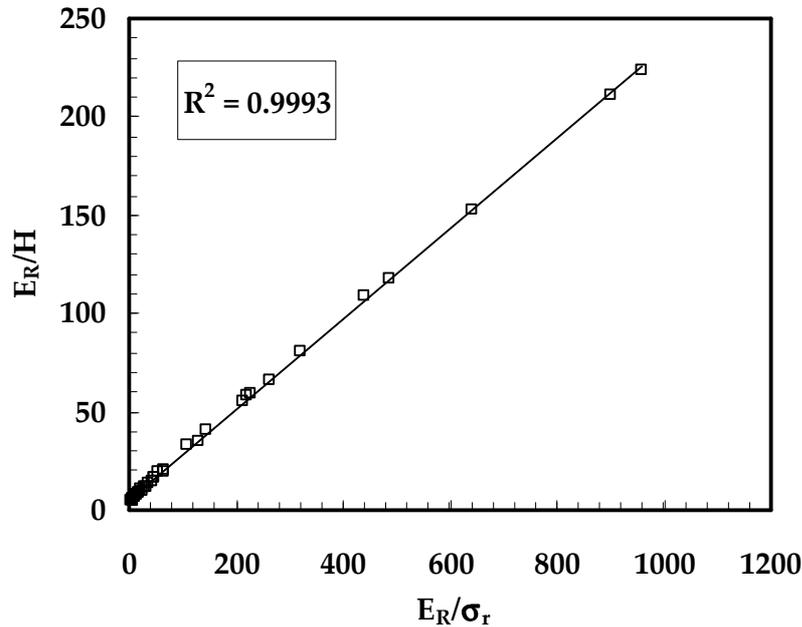


Figura 4.10 Evolução da razão entre o módulo de elasticidade reduzido e a dureza, E_R/H , com a razão entre o módulo de elasticidade reduzido e a tensão característica, E_R/σ_r .

A precisão obtida para a tensão característica quando se utiliza a equação (4.14) pode ser, em alguns casos, insuficiente. Assim, procurou desenvolver-se uma metodologia de otimização da tensão característica. O método proposto assenta na coincidência prevista para as curvas de carga dos materiais com o mesmo módulo de elasticidade e tensão característica, independentemente do coeficiente de encruamento. Nestas condições, a otimização da tensão característica pode ser conseguida através da comparação dos valores de carga máxima obtidos experimentalmente, $P_{m\acute{a}x}$ (Experimental), e na simulação numérica, $P_{m\acute{a}x}$ (Numérica), de materiais modelados com o mesmo módulo de elasticidade e diferentes valores da tensão característica. O processo de otimização inicia-se com a comparação dos valores de carga máxima atingidos, nos ensaios de dureza experimental e por simulação numérica do material modelado com: (i) a estimativa inicial da tensão característica dada pela equação (4.14); (ii) o módulo de elasticidade reduzido determinado experimentalmente; (iii) um coeficiente de encruamento arbitrário. Caso não se verifique a aproximação desejada entre os valores de carga máxima, experimental e numérica, efectua-se nova estimativa para a tensão característica. No presente estudo, a estratégia de otimização utiliza a razão entre as cargas máximas, $P_{m\acute{a}x}$ (Experimental)/ $P_{m\acute{a}x}$ (Numérica), para actualizar o valor da tensão característica:

$$\sigma_r(i+1) = \sigma_r(i) \left[\frac{P_{\text{máx}}(\text{Experimental})}{P_{\text{máx}}(\text{Numérica})} \right], \quad (4.15)$$

em que $\sigma_r(i+1)$ é a nova estimativa, otimizada, da tensão característica $\sigma_r(i)$. À estimativa actualizada da tensão característica segue-se a simulação numérica da curva de carga (material modelado com a tensão característica, $\sigma_r(i+1)$), seguida de nova comparação dos valores de carga máxima (experimental e numérico). O processo iterativo termina quando a diferença entre os valores de carga máxima for igual ou inferior ao considerado admissível. A figura 4.11 apresenta o algoritmo descrito para efectuar a determinação da tensão característica.

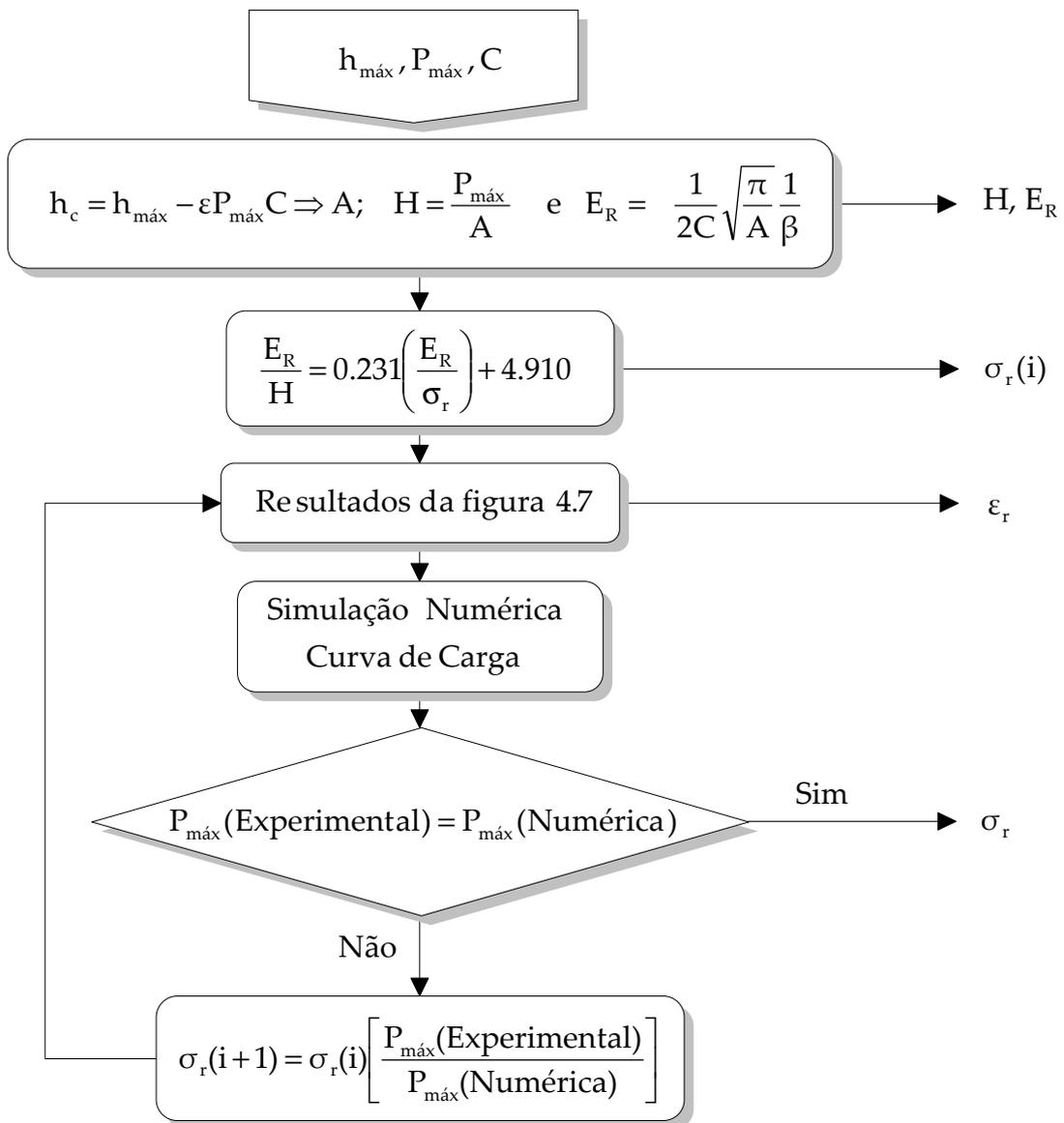


Figura 4.11 Algoritmo de determinação da tensão característica.

A seguir, apresenta-se um exemplo de aplicação do algoritmo da figura 4.11. Este algoritmo foi utilizado no estudo da curva de carga-descarga de um material com módulo de elasticidade igual a 200 GPa e um coeficiente de Poisson de 0.3. O material foi modelado com a lei de encruamento isotrópico de Swift (1952) (equação (I.5) – Anexo I), em que: $C = 0.6$ GPa, $n = 0.3$ e $\epsilon_0 = 0.005$. Na simulação numérica foram utilizados o indentedor Vickers V3 e a malha de elementos finitos M2. No contacto entre o indentedor e corpo deformável foi considerado um coeficiente de atrito igual a 0.16. A curva de descarga obtida na simulação numérica com estas propriedades mecânicas (“experimental”) foi utilizada para determinar a dureza e o módulo de elasticidade (erro inferior a 1% em relação ao valor de referência: 201.6 GPa). A figura 4.12 apresenta as curvas de carga-descarga “experimental”, e as numéricas obtidas durante o processo de otimização da tensão característica com o algoritmo da figura 4.11.

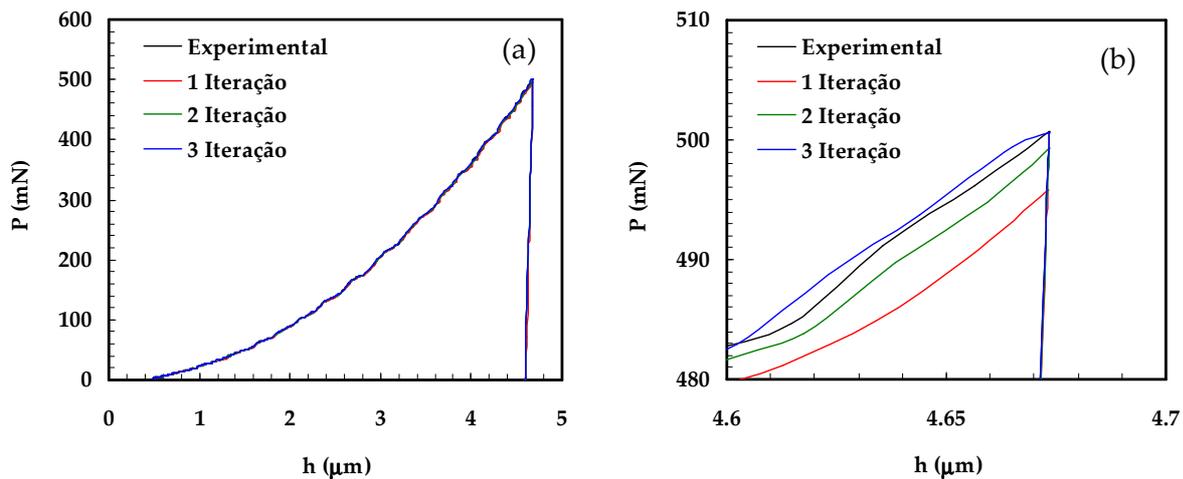


Figura 4.12 Curvas de carga-descarga, “experimental” e numéricas obtidas no processo de otimização da tensão característica. (a) Totalidade das curvas de carga-descarga. (b) Detalhe da região próxima da carga máxima.

Na figura 4.12 (a) as curvas de carga-descarga, “experimental” e numéricas, são aparentemente idênticas. A estimativa inicial da tensão característica (1ª iteração), obtida com a equação (4.14) foi de 0.227 GPa, o que corresponde a um erro na carga máxima de cerca de 1%. A figura 4.12 (b) mostra que na 3ª iteração do procedimento de otimização da tensão característica, foram obtidos valores idênticos de carga máxima (erro inferior a 0.1%) para as curvas, “experimental” e numérica (material com tensão característica, $\sigma_r = 0.229$ GPa).

2.2. COEFICIENTE DE ENCRUAMENTO E TENSÃO LIMITE DE ELASTICIDADE

A maioria das metodologias de análise inversa propostas para determinar a curva de tensão-deformação plástica com base nas curvas de carga-descarga do ensaio dinâmico de dureza, utiliza funções complexas na avaliação do coeficiente de encruamento. Como referido anteriormente, a sua utilização surge por vezes limitada, nomeadamente em termos de unicidade de solução, quando é utilizado apenas um indentador (por exemplo: Dao *et al.*, 2001; Bucaille *et al.*, 2003; Tho *et al.*, 2004 e 2005). A solução proposta para este problema passa na maioria das vezes por considerar as curvas de carga-descarga obtidas com indentadores de diferente ângulo apical. Contudo, este tipo de procedimento apresenta-se pouco prático devido à necessidade de dispor experimentalmente de indentadores com diferente ângulo apical. Neste contexto, procurou desenvolver-se uma metodologia de análise inversa que utilize apenas a curva de carga-descarga obtida com um indentador. Na base da metodologia de análise inversa desenvolvida esteve o estudo detalhado das curvas de descarga obtidas na simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers.

O estudo realizado mostrou que materiais modelados com diferente coeficiente de encruamento, mas com o mesmo módulo de elasticidade e tensão característica, exibem diferentes comportamentos da curva de descarga. Para materiais com elevado valor da tensão limite de elasticidade ($\sigma_c \geq 2.5$ GPa), a recuperação elástica durante a descarga aumenta visivelmente com o aumento do coeficiente de encruamento. Neste caso, a comparação das curvas de descarga, experimental e as obtidas na simulação numérica, pode ser suficiente para efectuar a determinação do coeficiente de encruamento (figuras 4.6 (b) e 4.13 (a)). Inversamente, materiais com menor valor da tensão limite de elasticidade ($\sigma_c < 2.5$ GPa), apresentam curvas de descarga idênticas, independentemente do coeficiente de encruamento (figura 4.13 (b)). Neste caso, a comparação das curvas de descarga (experimental e numérica) é insuficiente para determinar o coeficiente de encruamento.

Contudo, o estudo das curvas de descarga, obtidas para materiais com $\sigma_c < 2.5$ GPa e coeficiente de encruamento diferente, mostrou a existência de uma variação aproximadamente linear da rigidez, S , avaliada à carga máxima, com o coeficiente de encruamento, n . Assim sendo, apesar de idênticas, as curvas de descarga têm valores de rigidez capazes de serem diferenciados. A figura 4.14 apresenta para os dois materiais da figura 4.13, a evolução da rigidez com o coeficiente de encruamento.

Neste contexto, é possível desenvolver uma metodologia de cálculo para o coeficiente de encruamento e para a tensão limite de elasticidade, através da comparação dos valores da rigidez avaliados com as curvas de descarga, experimental e as obtidas na simulação numérica com materiais modelados com o módulo de elasticidade e tensão característica do material experimental, considerando diferentes valores do coeficiente de encruamento.

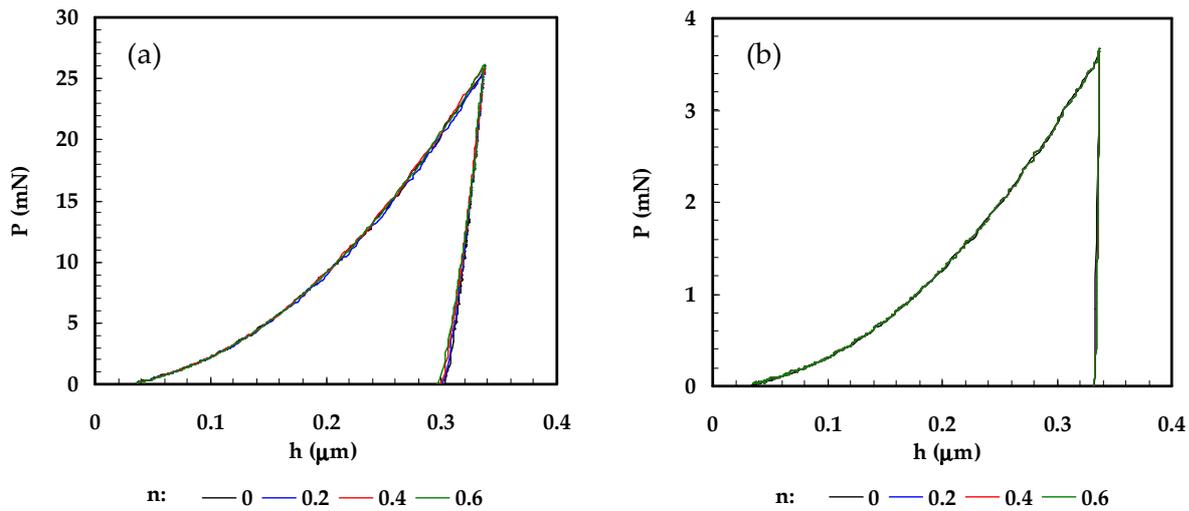


Figura 4.13 Curvas de carga-descarga obtidas na simulação numérica de materiais com módulo de elasticidade igual a 410 GPa e coeficientes de encruamento: 0, 0.2, 0.4 e 0.6. (a) Tensão característica igual a 3 GPa. (b) Tensão característica igual a 0.3 GPa.

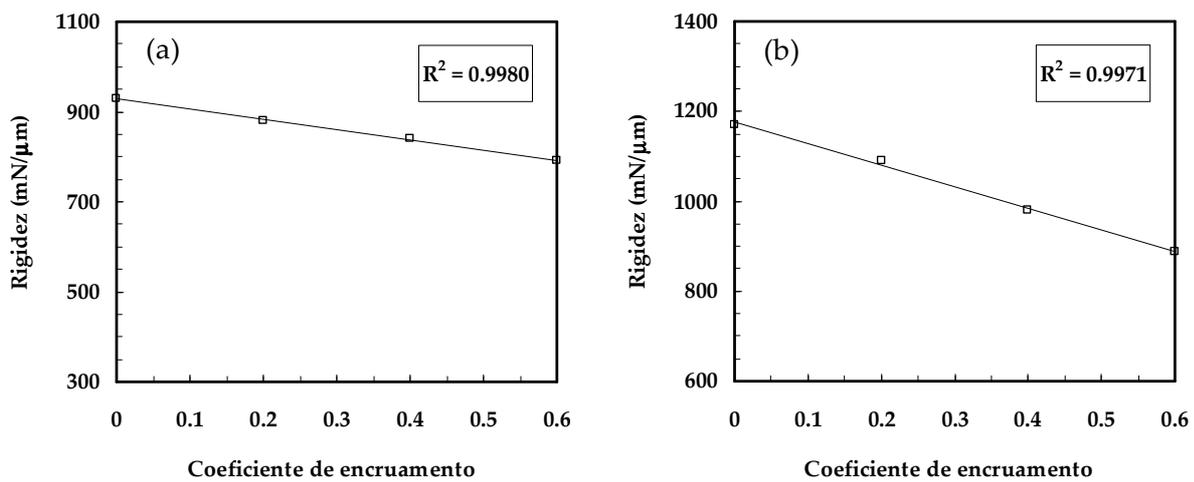


Figura 4.14 Evolução da rigidez com o coeficiente de encruamento. (a) Tensão característica igual a 3 GPa. (b) Tensão característica igual a 0.3 GPa.

Esta metodologia de análise inversa necessita à partida do conhecimento do módulo de elasticidade, E , e da rigidez, S , avaliadas no ensaio experimental de dureza. Carece igualmente do conhecimento da tensão característica, a qual pode ser determinada com o algoritmo da figura 4.11, após determinação dos parâmetros característicos da curva de carga-descarga experimental ($h_{\text{máx}}$, $P_{\text{máx}}$ e C). O processo de análise inversa inicia-se com a escolha de um valor arbitrário para o coeficiente de encruamento, situado entre limites pré-estabelecidos. Em seguida, utilizando a lei de encruamento isotrópico de Swift (1952) (equação (I.5) – Anexo I) efectua-se a estimativa inicial da tensão limite de elasticidade ($\sigma_c = C\varepsilon_0^n$, em que $C = \sigma_r / (\varepsilon_0 + \varepsilon_r)^n$). As propriedades mecânicas determinadas são posteriormente

utilizadas para efectuar a simulação numérica do ensaio de dureza. A rigidez avaliada com a curva de descarga da simulação numérica, $S(\text{Numérica})$, é depois comparada com a experimental, $S(\text{Experimental})$. Caso os valores da rigidez, experimental e numérica, apresentem a aproximação desejada, conforme o erro pré-estabelecido, o processo finaliza, e as propriedades mecânicas utilizadas na simulação numérica aproximam as do material testado experimentalmente. Caso contrário, o processo prossegue com a atribuição de novo valor para o coeficiente de encruamento. No presente estudo, o método da bissecção foi o eleito para efectuar a actualização do coeficiente de encruamento. A figura 4.15 apresenta o algoritmo de análise inversa descrito.

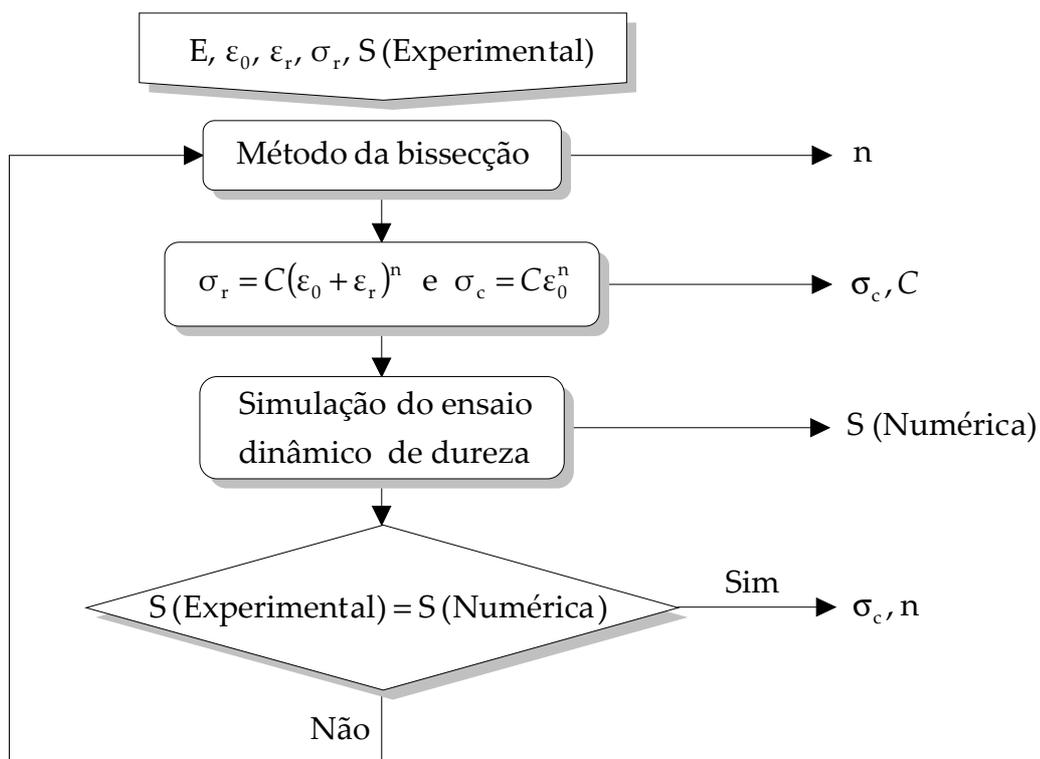


Figura 4.15 Algoritmo de análise inversa para determinar o coeficiente de encruamento e a tensão limite de elasticidade.

Ao exemplo tratado na figura 4.12 foi aplicado o algoritmo de análise inversa da figura 4.15. A figura 4.16 (a) apresenta as curvas de carga-descarga obtidas nas sucessivas iterações do algoritmo de análise inversa. Para comparação é ainda mostrada a curva de carga-descarga “experimental”, obtida na simulação numérica com as propriedades mecânicas de referência do material. As curvas de carga-descarga aparentemente não dependem do coeficiente de encruamento. Contudo, a figura 4.16 (b) mostra uma evolução aproximadamente linear da rigidez com o coeficiente de encruamento. Esta figura mostra também a comparação entre o valor

da rigidez da curva de carga “experimental” (símbolo a cheio) e os obtidos em cada iteração do algoritmo de análise inversa (símbolos ocios). A figura 4.17 apresenta o corolário do processo de análise inversa, a aproximação da curva de tensão-deformação plástica obtida nas sucessivas iterações. Os valores do coeficiente de encruamento e da tensão limite de elasticidade, após convergência do algoritmo de análise inversa (6ª iteração), apresentaram um erro de 6 e 0.73% (≈ 0.0180 e 0.0009 GPa), respectivamente.

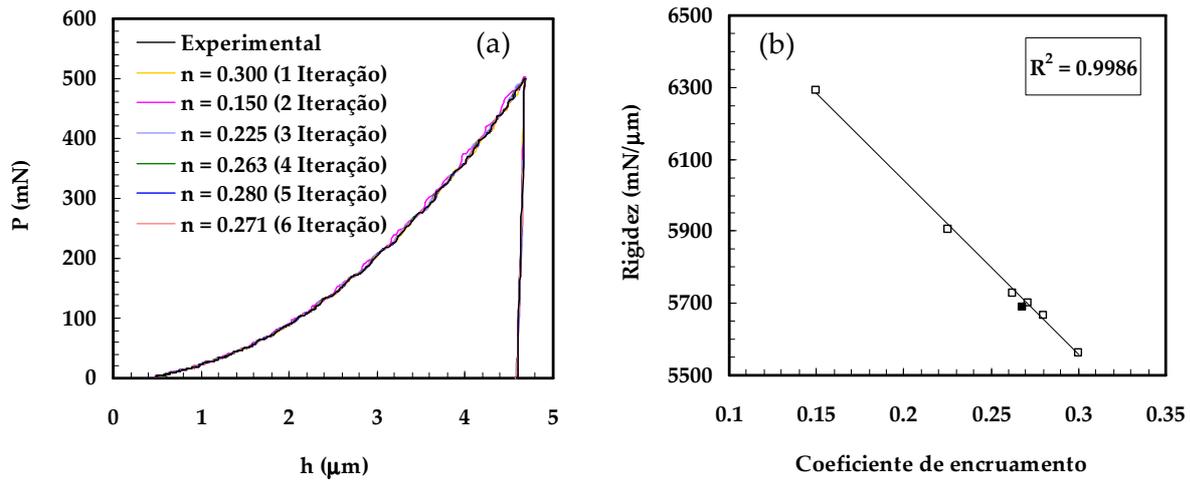


Figura 4.16 Resultados do algoritmo de análise inversa. (a) Curvas de carga-descarga, “experimental” e numéricas obtidas com as propriedades mecânicas estimadas em cada iteração do algoritmo de análise inversa. (b) Evolução da rigidez com o coeficiente de encruamento.

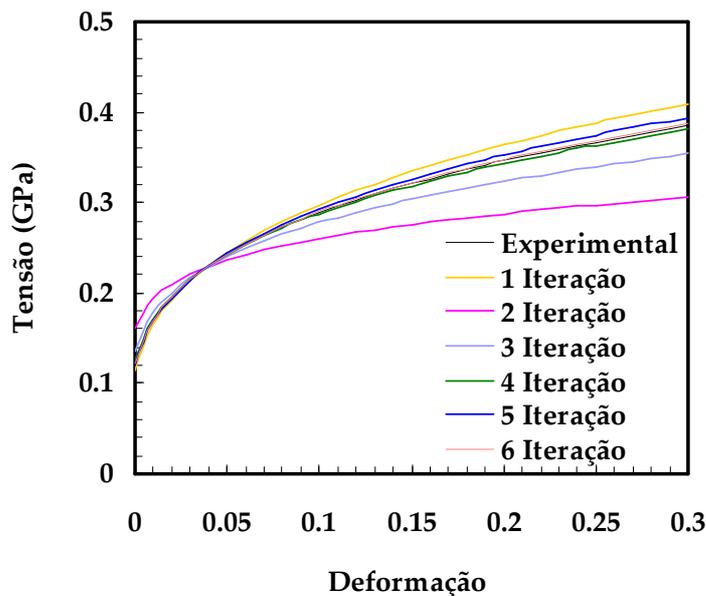


Figura 4.17 Aproximação da curva de tensão-deformação plástica obtida em cada iteração do algoritmo de análise inversa.

2.3. APLICAÇÃO DO ALGORITMO DE ANÁLISE INVERSA A CASOS REAIS

O procedimento de análise inversa desenvolvido foi utilizado para efectuar a determinação das curvas de tensão-deformação plástica de três materiais (aços AISI 304 e DC 06 e vidro BK7), a partir das curvas experimentais de carga-descarga do ensaio de dureza Vickers. Neste sentido, foram realizados ensaios experimentais de dureza Vickers utilizando um ultramicrodurómetro FICHERSCOPE H100, controlado por computador. Para cada material foram realizados 25 ensaios, sendo as cargas máximas utilizadas nos ensaios de 500 e 100 mN, para os aços e vidro, respectivamente. As curvas de carga-descarga foram corrigidas no que diz respeito ao desvio do primeiro ponto de carga e ao efeito da deriva térmica (Antunes *et al.*, 2002). Os desvios da geometria do indentador experimental em relação à ideal foram considerados através da correcção da profundidade de indentação, h , com a função de área experimental (equação (3.17)).

Os parâmetros característicos das curvas de carga-descarga, como sejam a carga máxima, $P_{\text{máx}}$, e profundidade máxima de indentação, $h_{\text{máx}}$, utilizados como dados de entrada no algoritmo da figura 4.11, correspondem aos valores médios das 25 curvas experimentais, obtidas para cada material. Para a rigidez experimental foram considerados três valores como dados de entrada no algoritmo da figura 4.15. Um primeiro respeitante à média dos valores obtidos nos ensaios experimentais. Os outros dois correspondem aos limites, inferior e superior, da barra de erro da rigidez avaliada nos ensaios experimentais. Os valores limites, inferior e superior, foram obtidos subtraindo e somando, respectivamente, o valor $(1.96\hat{\sigma}/\sqrt{z})$ (onde $\hat{\sigma}$ é o desvio padrão e z o número de medições; este valor representa a incerteza aleatória sobre a média, para um risco de 5%) ao valor médio da rigidez. A variação da rigidez avaliada nos ensaios experimentais em relação ao valor médio, foi de $\pm 1.82\%$ e $\pm 1.09\%$ para os aços DC06 e AISI 304, respectivamente, e de $\pm 0.29\%$ para o vidro BK7.

A figura 4.18 apresenta a comparação das curvas de carga-descarga experimentais (médias) e as obtidas na simulação numérica com as propriedades mecânicas estimadas em cada iteração do algoritmo de análise inversa (figura 4.15). No algoritmo de análise inversa, foi considerado para o coeficiente de encruamento um intervalo de variação compreendido entre 0.001 e 0.6. A figura mostra que no caso dos aços (figura 4.18 (a) e (b)) a curvatura das curvas de carga experimentais é ligeiramente inferior à obtida na simulação numérica, o que pode ser justificado pelo facto de nos ensaios experimentais, surgir o chamado efeito do tamanho da indentação (ISE – “*Indentation Size Effect*”), o que não acontece nos ensaios numéricos. A recuperação elástica durante a descarga nos ensaios experimentais é superior à registada na simulação numérica. Além disso, as curvas de descarga obtidas na simulação numérica dos aços são aparentemente idênticas, independentemente do coeficiente de encruamento. No caso do vidro, a

recuperação elástica na descarga aumenta de modo visível com o coeficiente de encruamento (figura 4.18 (c)).

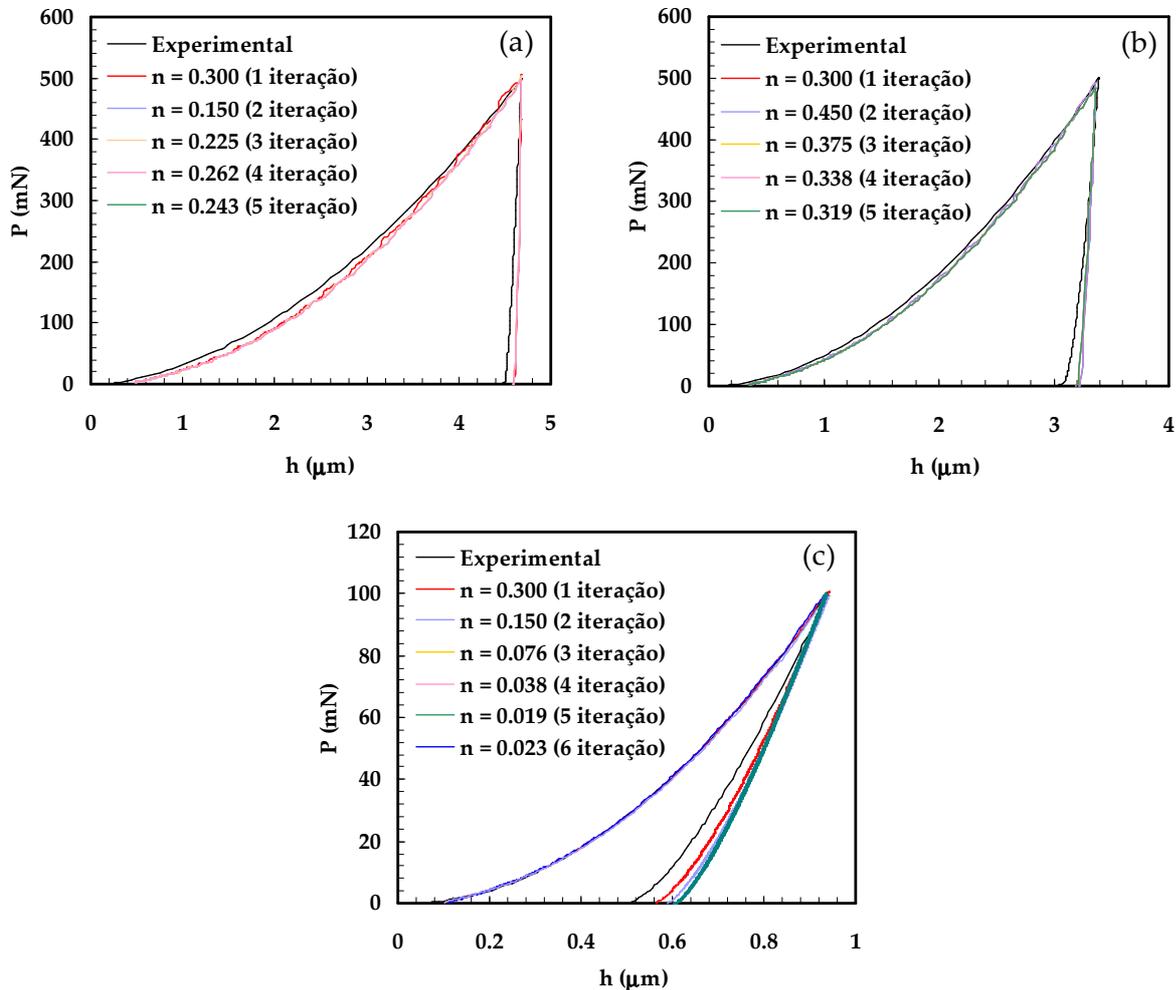


Figura 4.18 Curvas de carga-descarga, experimentais e numéricas. (a) Aço DC 06. (b) Aço AISI 304. (c) Vidro BK7.

A maior recuperação elástica observada na descarga experimental pode ser relacionada com a rigidez finita do equipamento de ensaio e do indentedor. Nos ensaios experimentais a complacência total é igual à soma dos termos, C_a e C_e (equação (2.7)), que são a complacência da amostra e do equipamento, respectivamente. Na determinação experimental do módulo de elasticidade, a rigidez finita do indentedor é considerada pelo termo $(1-\nu_i^2)/E_i$ na equação (2.6). Na simulação numérica o termo da complacência do equipamento não existe ($C_e = 0$), e no caso particular do presente estudo o indentedor foi considerado perfeitamente rígido (isto é: $1/E_r = (1-\nu^2)/E$).

Neste contexto, a aplicação do algoritmo de análise inversa (figura 4.15) requer o estabelecimento da equivalência entre os valores da complacência (rigidez)

avaliados nos ensaios experimentais e na simulação numérica. Para esse fim, pode ser utilizada a igualdade entre os módulos de elasticidade, E (ou mais precisamente a igualdade entre os valores $(1-\nu^2)/E$), considerando o caso experimental (rigidez finita do equipamento e do indentador) e o da simulação numérica (rigidez infinita do equipamento e do indentador). Nas condições experimentais a complacência, $C_{\text{Experimental}}$, é dada por (equações (2.6) e (2.9)):

$$C_{\text{Experimental}} = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\sqrt{A_{\text{Experimental}}}} \left[\frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \right] + C_e, \quad (4.16)$$

em que C_e é a complacência do equipamento de ensaio experimental, $A_{\text{Experimental}}$ é a área de contacto da indentação determinada com a curva de descarga experimental, β é o factor de correcção que considera a geometria do indentador, ν é o coeficiente de Poisson do material; ν_i e E_i são o coeficiente de Poisson e o módulo de elasticidade do material do indentador, respectivamente. Contudo, na simulação numérica, com rigidez infinita do equipamento e indentador, os dois últimos termos da equação (4.16) são nulos ($C_e = 0$ e $E_i \rightarrow \infty$), tomando a equação a forma:

$$C_{\text{Numérica}} = \frac{(1-\nu^2)}{E} \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\sqrt{A_{\text{Numérica}}}}, \quad (4.17)$$

em que $C_{\text{Numérica}}$ e $A_{\text{Numérica}}$ são a complacência e a área de contacto, respectivamente, determinadas com a curva de descarga da simulação numérica. A equivalência entre os valores da complacência, numérica ($C_{\text{Numérica}}$) e experimental ($C_{\text{Experimental}}$) (ou dos valores de rigidez correspondentes: $S_{\text{Numérica}} = 1/C_{\text{Numérica}}$ e $S_{\text{Experimental}} = 1/C_{\text{Experimental}}$), pode então ser estabelecida com base nas equações (4.16) e (4.17):

$$C_{\text{Numérica}} = \left(\sqrt{\frac{A_{\text{Experimental}}}{A_{\text{Numérica}}}} \right) \left(C_{\text{Experimental}} - C_e - \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\sqrt{A_{\text{Experimental}}}} \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \right), \quad (4.18)$$

A figura 4.19 mostra a evolução da rigidez com o coeficiente de encruamento, obtida com o algoritmo da figura 4.15, para os três materiais reais. Na figura, os pontos a cheio correspondem à rigidez determinada com a equação (4.18), equivalente ao valor médio da rigidez experimental. As barras de erro indicadas na figura consideram os valores limite da variação da rigidez experimental. À semelhança do observado nas figuras 4.14 e 4.16 (b), os valores da rigidez evoluem de forma aproximadamente linear com o coeficiente de encruamento.

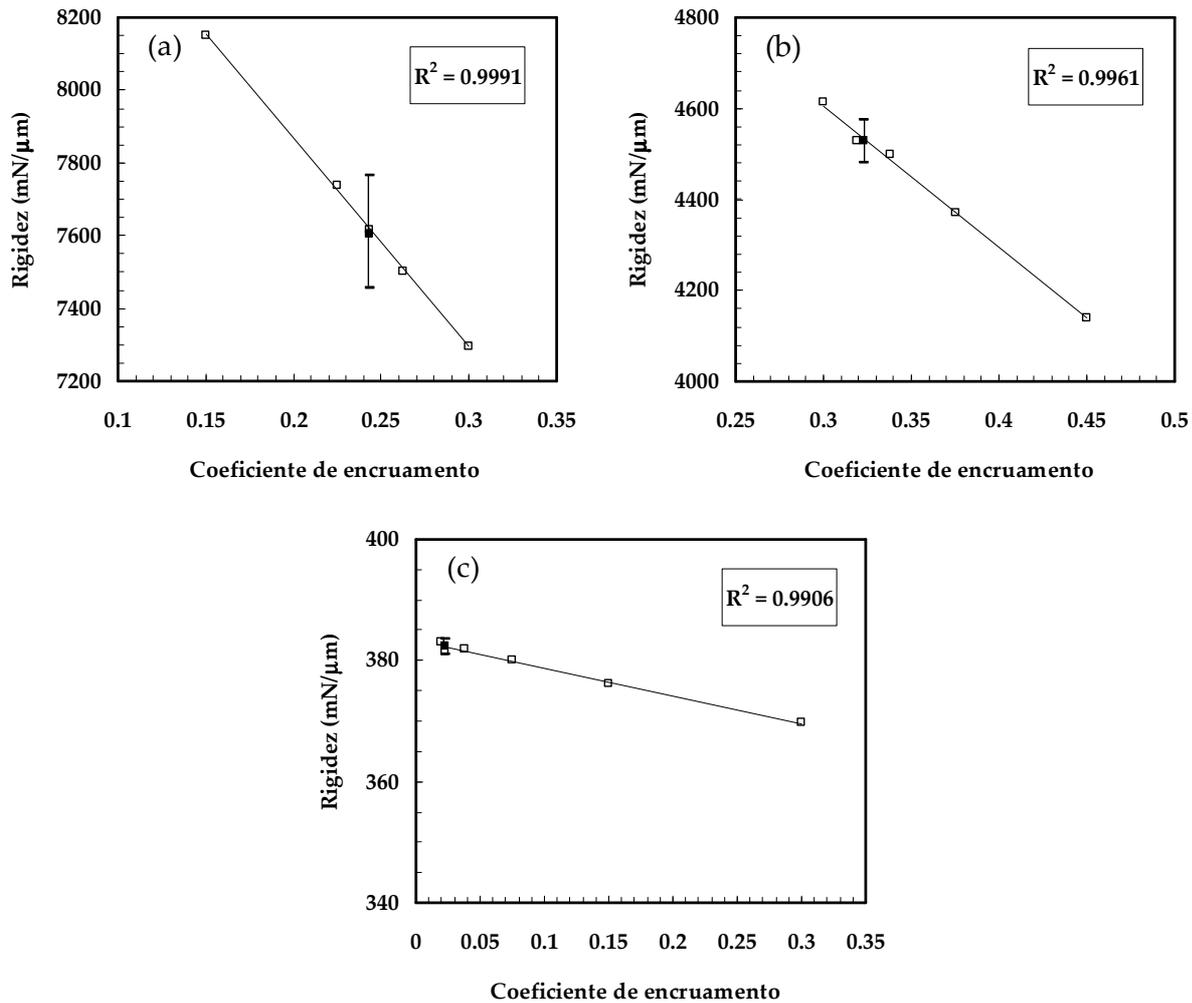


Figura 4.19 Evolução da rigidez com o coeficiente de encruamento. (a) Aço DC 06. (b) Aço AISI 304. (c) Vidro BK7.

A figura 4.20 apresenta a comparação entre as curvas experimentais de tensão-deformação plástica e as correspondentes às propriedades mecânicas estimadas com o algoritmo da figura 4.15. As curvas identificadas como “Limite superior” e “Limite inferior” são consequência da incerteza nos resultados experimentais da rigidez e correspondem às modeladas com os valores limites da barra de erro associada à rigidez experimental dos materiais. As curvas “Média” correspondem às obtidas com os valores médios da rigidez experimental. A figura 4.20 mostra que as curvas experimentais de tensão-deformação plástica dos três materiais se situam no domínio definido pelas curvas “Limite inferior” e “Limite superior”. Além disso, as curvas experimentais de tensão-deformação plástica aproximam-se das curvas “Média”, estimadas com o coeficiente de encruamento correspondente ao valor médio da rigidez experimental, avaliada para cada material.

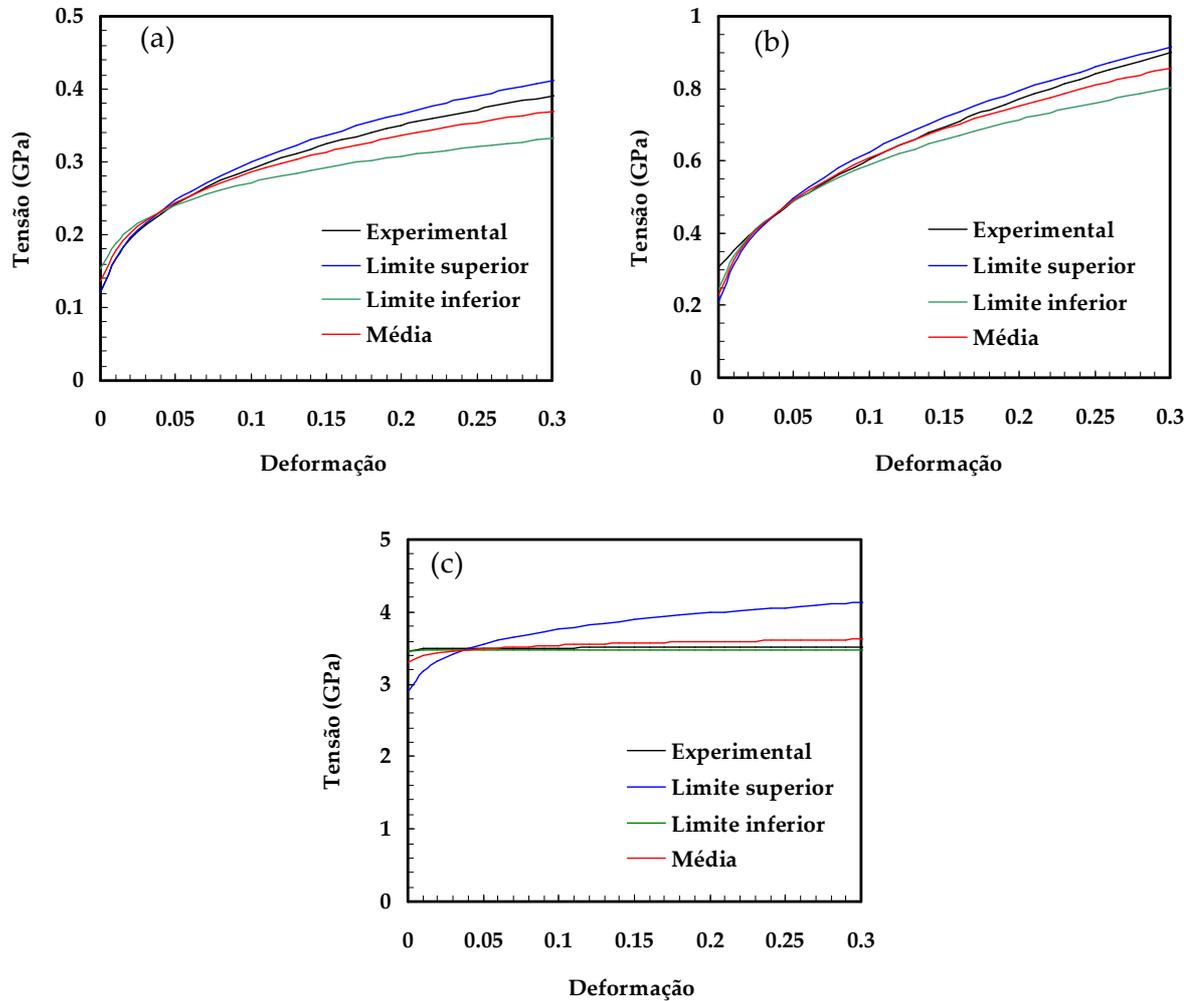


Figura 4.20 Curvas de tensão-deformação plástica. (a) Aço DC 06. (b) Aço AISI 304. (c) Vidro BK7.

A tabela 4.2 resume os resultados do coeficiente de encruamento e da tensão limite de elasticidade obtidos para os dois aços e para o vidro no processo de análise inversa. Os resultados indicados mostram que, de um modo geral, o algoritmo de análise inversa proposto permite determinar com razoável precisão o coeficiente de encruamento e a tensão limite de elasticidade.

Tabela 4.2 Propriedades mecânicas determinadas para os aços DC 06 e AISI 304, e para o vidro BK7.

Materiais	Aço DC 06		Aço AISI 304		Vidro BK7	
Deformação e tensão características						
Algoritmo da figura 4.11						
ϵ_r	0.034		0.034		0.036	
σ_r (GPa)	0.230		0.455		3.464	
Coeficiente de encruamento e tensão limite de elasticidade						
Valores de referência (tabela 2.3)	n	σ_c (GPa)	n	σ_c (GPa)	n	σ_c (GPa)
	0.268	0.124	0.424	0.306	0.010	3.500
Algoritmo da figura 4.15						
Limite superior	0.298	0.121	0.357	0.227	0.087	2.886
Limite inferior	0.188	0.153	0.289	0.244	0.000	3.460
Média	0.243	0.136	0.323	0.211	0.022	3.308

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE REVESTIMENTOS FINOS

A revisão bibliográfica deste capítulo resume as questões essenciais sobre a caracterização mecânica dos revestimentos finos, através do ensaio dinâmico de dureza. A simulação numérica do ensaio de dureza Vickers é utilizada no estudo da geometria da indentação, das distribuições de tensão e deformação, em compósitos com diversas combinações de propriedades mecânicas. É também avaliado o desempenho de diferentes modelos e metodologias de determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos. A finalizar, é apresentada uma metodologia de análise inversa para efectuar a determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos.

1. INTRODUÇÃO

Os revestimentos de fraca espessura, geralmente designados de filmes finos (espessuras inferiores a $10\ \mu\text{m}$), têm sido utilizados desde há quatro milénios. Os egípcios foram os primeiros a obter folhas de ouro de espessuras muito finas (inferiores a $0.3\ \mu\text{m}$) para aplicação em ornamentação e protecção contra a corrosão. Porém, só recentemente esta tecnologia começou a ser intensamente estudada em virtude da necessidade adquirida de obter materiais com características e propriedades mecânicas particulares. O desenvolvimento dos filmes finos, aplicados no revestimento de materiais clássicos de baixo custo, possibilitou a obtenção de materiais compósitos de elevado desempenho e versatilidade. Actualmente, os revestimentos finos encontram aplicação nos mais diversos domínios, nomeadamente: medicina, informática, telecomunicações, óptica. A figura 5.1 apresenta dois exemplos de aplicação dos revestimentos finos.

A crescente utilização de revestimentos nos diversos domínios, criou a necessidade de desenvolver metodologias que permitam efectuar a sua caracterização mecânica, de modo a prever o seu desempenho em serviço. O ensaio

dinâmico de dureza é o mais utilizado na caracterização mecânica dos revestimentos finos. A dureza e o módulo de elasticidade são as propriedades normalmente avaliadas. No entanto, a utilização de ensaios dinâmicos de dureza na caracterização mecânica dos revestimentos envolve precauções e tratamento suplementares. Efectivamente, a resposta do compósito à indentação é uma função complexa das propriedades elásticas e plásticas do revestimento e do substrato, pelo que os resultados das propriedades mecânicas dos revestimentos surgem condicionados pela presença do substrato (por exemplo: Jönsson e Hogmark, 1984; Doerner *et al.*, 1986; Burnett e Rickerby, 1987; Fabes *et al.*, 1992; Page e Hainsworth, 1993; Chechenin *et al.*, 1995; Fernandes *et al.*, 2000; Saha e Nix, 2002).

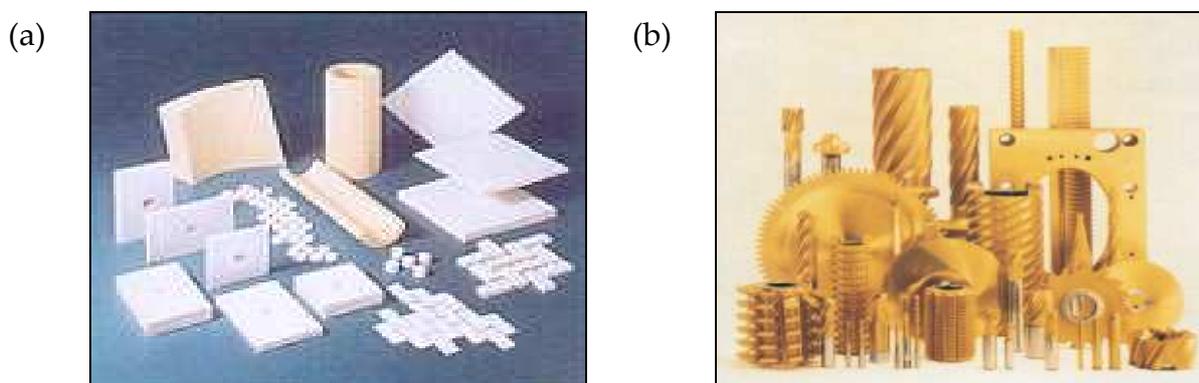


Figura 5.1 Exemplos de aplicação de revestimentos finos. (a) Componentes diversos expostos ao desgaste, revestidos de material cerâmico de elevada percentagem de alumina. (b) Ferramentas de corte revestidas com nitreto de titânio.

A determinação das propriedades mecânicas dos revestimentos exige que as cargas máximas aplicadas nos ensaios sejam de valor pequeno, de modo que os resultados apenas dependam do revestimento. Em geral, é assumido que a profundidade máxima de indentação não deverá ultrapassar os 10% da espessura do revestimento, para evitar o efeito do substrato nos resultados das propriedades mecânicas, especialmente quando o revestimento apresenta uma dureza superior à do substrato (por exemplo: Bückle, 1973; Pharr e Oliver, 1992; Persch *et al.*, 1994). Em alternativa, podem ser efectuados ensaios a maiores profundidades de indentação, separando posteriormente as contribuições do substrato e do revestimento nos resultados das propriedades mecânicas. Neste contexto, numerosos estudos foram realizados considerando os efeitos do substrato nos resultados das propriedades mecânicas do compósito (por exemplo: Burnett e Page 1984; King, 1987; Joslin e Oliver, 1990; Gao *et al.*, 1992; Korsunsky *et al.*, 1998; Hay e Pharr, 1998; Tang e Arnell, 1999; Ichimura *et al.*, 2000; Chen e Vlassak, 2001; Puchi-Cabrera *et al.*, 2002; Chudoba *et al.*, 2004). A maioria dos trabalhos é experimental e centram o seu estudo num número limitado de sistemas revestimento/substrato, pelo que é restrito o domínio de aplicação das metodologias estabelecidas.

Por tudo isto, torna-se evidente a necessidade de conhecer em detalhe os fenómenos envolvidos na indentação de materiais compósitos. A utilização do método dos elementos finitos, no estudo do ensaio de dureza, veio permitir análises de difícil ou mesmo impossível realização em ensaios experimentais. Algumas das vantagens inerentes à utilização do método dos elementos finitos são, por exemplo, a possibilidade de utilizar, quase sem limite, diferentes valores para as propriedades mecânicas relativas do substrato e do revestimento e permitir a determinação precisa da área de contacto da indentação.

1.1. DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE

A avaliação das propriedades mecânicas dos compósitos é, geralmente, efectuada à custa de modelos analíticos e semi-empíricos. Os modelos analíticos são, geralmente, utilizados para descrever a componente elástica da deformação. A sua implementação passa pela resolução de equações da elasticidade, considerando condições de fronteira apropriadas e geometrias de indentador simplificadas. Os modelos do tipo semi-empírico pretendem representar o comportamento do compósito, com funções que permitem caracterizar o revestimento, em termos de dureza e módulo de elasticidade, através do conhecimento dos comportamentos do compósito e do substrato. Estes modelos, que se caracterizam pela simplicidade e facilidade de aplicação, têm por objectivo separar as contribuições do revestimento e do substrato nos resultados obtidos para as propriedades mecânicas do compósito.

1.1.1. MODELOS DE DETERMINAÇÃO DA DUREZA

Para determinar a dureza dos revestimentos, um número significativo de modelos foram propostos (por exemplo: Bückle, 1973; Jönsson e Hogmark, 1984; Chicot e Lesage, 1995; Korsunsky *et al.*, 1998; Ichimura *et al.*, 2000; Tuck *et al.*, 2001; Puchi-Cabrera *et al.*, 2002). De um modo geral, os modelos propostos para extrair a dureza dos revestimentos podem ser resumidos a uma formulação do tipo:

$$\frac{H - H_s}{H_f - H_s} = F\left(\frac{h}{t}\right), \quad (5.1)$$

em que H , H_s e H_f representam a dureza do compósito, substrato e revestimento, respectivamente, t é a espessura do revestimento e h a profundidade de contacto da indentação. A função F toma formas diferentes, mais ou menos complexas, dependendo do tipo de modelo. Esta função varia no intervalo $[0, 1]$: $F=1$ corresponde a um valor crítico da profundidade de contacto relativa (h/t), abaixo do qual apenas ocorre deformação plástica do revestimento, e $F=0$ corresponde a indentações de grande profundidade ($h \rightarrow \infty$). Independentemente da forma da

função F , os parâmetros intervenientes deverão depender de factores como a geometria e dimensão da indentação e das propriedades mecânicas dos materiais que compõem o revestimento e o substrato. Contudo, a compreensão destas dependências nem sempre é conseguida, pelo que muitas vezes a função F é formulada de forma empírica.

Estudos realizados mostraram que o parâmetro que mais influencia o comportamento do compósito é o tamanho da zona deformada plasticamente (por exemplo: Korsunsky *et al.*, 1998). O comportamento do compósito é também influenciado pelas relações de dureza revestimento/substrato e dos respectivos coeficientes de encruamento (por exemplo: Fernandes *et al.*, 1998). Neste contexto, torna-se difícil, e muitas vezes impossível, obter para o revestimento valores de dureza precisos com os modelos do tipo da equação (5.1), uma vez que os parâmetros da função $F(h/t)$ são geralmente considerados iguais para todos os materiais.

A determinação precisa da área de contacto da indentação é também uma tarefa difícil no caso dos materiais compósitos. À semelhança do observado para os materiais macios, na indentação de materiais compósitos podem surgir diversos tipos de geometria da superfície da indentação. Por exemplo, nos compósitos com revestimentos mais macios que o substrato, a altura do lábio formado no bordo das indentações, para determinada profundidade de indentação, é superior à observada no caso do material macio com as mesmas propriedades do revestimento (Tsui *et al.*, 1997; Chen e Vlassak, 2001). Este facto foi justificado pela presença do substrato mais duro, que limita a distribuição da deformação plástica em profundidade promovendo elevados gradientes de deformação plástica no revestimento (Gao *et al.*, 1992; Huang *et al.*, 2000; Saha *et al.*, 2001).

1.1.2. MODELOS DE DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE

A determinação do módulo de elasticidade em revestimentos é significativamente mais afectada pela presença do substrato do que a dureza. Efectivamente, a região da indentação em domínio elástico não está apenas confinada ao revestimento, estendendo-se ao substrato particularmente no caso de espessuras pequenas, quase desde o início da indentação. Neste caso, a determinação do módulo de elasticidade do revestimento é problemática, especialmente quando existe diferença significativa entre os valores do módulo de elasticidade do revestimento e do substrato. De um modo geral, os modelos propostos para determinar o módulo de elasticidade dos revestimentos podem ser resumidos a uma formulação do tipo:

$$\frac{E^* - E_s^*}{E_f^* - E_s^*} = \Psi\left(\frac{h}{t}\right), \quad (5.2)$$

em que $E^* = E/(1-\nu^2)$, $E_s^* = E_s/(1-\nu_s^2)$ e $E_f^* = E_f/(1-\nu_f^2)$ são os módulos de elasticidade reduzidos do compósito, substrato e revestimento, respectivamente. As

funções propostas necessitam de resultados do módulo de elasticidade do compósito, determinados a várias profundidades máximas de indentação (por exemplo: Doerner e Nix, 1986; King, 1987; Gao *et al.*, 1992; Menčík *et al.*, 1997; Saha e Nix, 2002). A seguir, são apresentadas quatro funções propostas na bibliografia e uma outra agora proposta para extrair o módulo de elasticidade dos revestimentos.

Uma primeira função, vulgarmente designada por modelo exponencial, tem a forma (Menčík *et al.*, 1997):

$$\frac{|E^* - E_s^*|}{|E_f^* - E_s^*|} = e^{\left(-\alpha_1 \frac{h}{t}\right)}, \quad (5.3)$$

em que E^* , E_s^* e E_f^* são os módulos de elasticidade reduzidos do compósito, substrato e revestimento, respectivamente, t é a espessura do revestimento e α_1 é uma constante. Esta função pode ser utilizada nos casos $E_f^* > E_s^*$ e $E_f^* < E_s^*$, como é mostrado na figura 5.2. A equação (5.3) pode ser desenvolvida numa forma linear: $y = A + B(h/t)$, onde $y = \ln|E^* - E_s^*|$. As constantes, $A = \ln|E_f^* - E_s^*|$ e $B = -\alpha_1$, podem ser determinadas utilizando, por exemplo, o método dos mínimos quadrados. Conhecida a constante A e o módulo de elasticidade do substrato, E_s^* , o módulo do revestimento, E_f^* , pode ser determinado através de $E_f^* = E_s^* + Ke^A$, em que $K = 1$ se $E_f^* > E_s^*$, e $K = -1$ se $E_f^* < E_s^*$ (Menčík *et al.*, 1997).

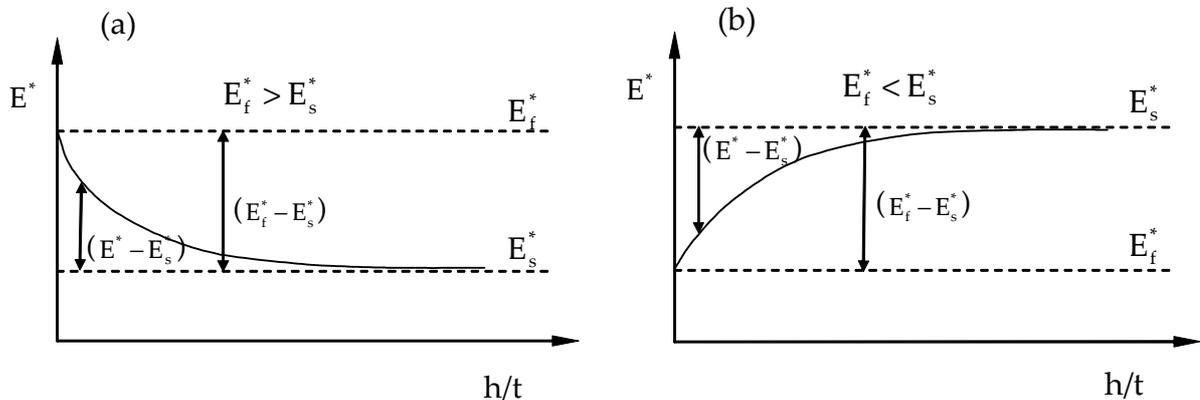


Figura 5.2 Representação da função exponencial, expressa analiticamente pela equação (5.3). (a) $E_f^* > E_s^*$. (b) $E_f^* < E_s^*$.

Foi também proposta a função recíproca da exponencial, que considera o inverso dos módulos de elasticidade em substituição dos módulos que surgem no primeiro membro da equação (5.3) (Menčík *et al.*, 1997):

$$\frac{|1/E^* - 1/E_s^*|}{|1/E_f^* - 1/E_s^*|} = e^{\left(-\alpha_2 \frac{h}{t}\right)}, \quad (5.4)$$

em que α_2 é uma constante. Esta função pode também ser utilizada nos dois casos, $E_f^* > E_s^*$ e $E_f^* < E_s^*$, como é mostrado na figura 5.3. O procedimento de determinação do módulo de elasticidade do revestimento é idêntico ao utilizado com a função exponencial.

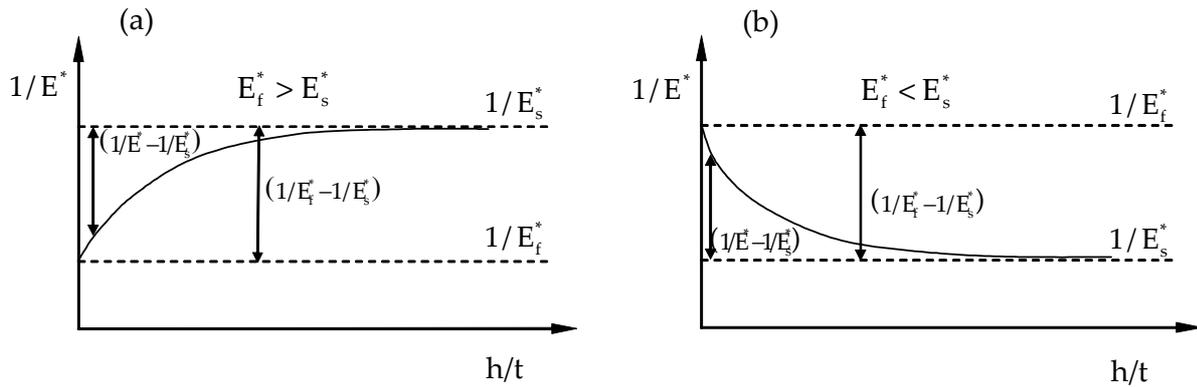


Figura 5.3 Representação da função recíproca da exponencial, expressa analiticamente pela equação (5.4). (a) $E_f^* > E_s^*$. (b) $E_f^* < E_s^*$.

Doerner e Nix (1986), propuseram também um modelo do tipo exponencial, mas em que h/t é substituída por t/h . A equação proposta pode ser escrita na seguinte forma (Doerner e Nix, 1986):

$$\frac{|1/E^* - 1/E_f^*|}{|1/E_s^* - 1/E_f^*|} = e^{\left(-\alpha_3 \frac{t}{h}\right)}, \quad (5.5)$$

em que α_3 é uma constante. A representação da equação (5.5) para os compósitos com $E_f^* > E_s^*$ e $E_f^* < E_s^*$, é mostrada na figura 5.4. Ao contrário do que acontece com as duas funções anteriores, a linearização da equação (5.5) não permite determinar as incógnitas, α_3 e E_f^* , por ajuste a um grupo de resultados do módulo de elasticidade do compósito, avaliados a diferentes profundidades máximas de indentação. Neste caso, é necessário recorrer a um procedimento de optimização para obter a combinação de α_3 e E_f^* . Como procedimento de optimização, pode ser utilizado, por exemplo, a minimização do somatório do quadrado das diferenças entre os valores do módulo de elasticidade do compósito avaliados no ensaio de dureza e os obtidos com a equação (5.5) para diferentes combinações de α_3 e E_f^* (Menčík *et al.*, 1997).

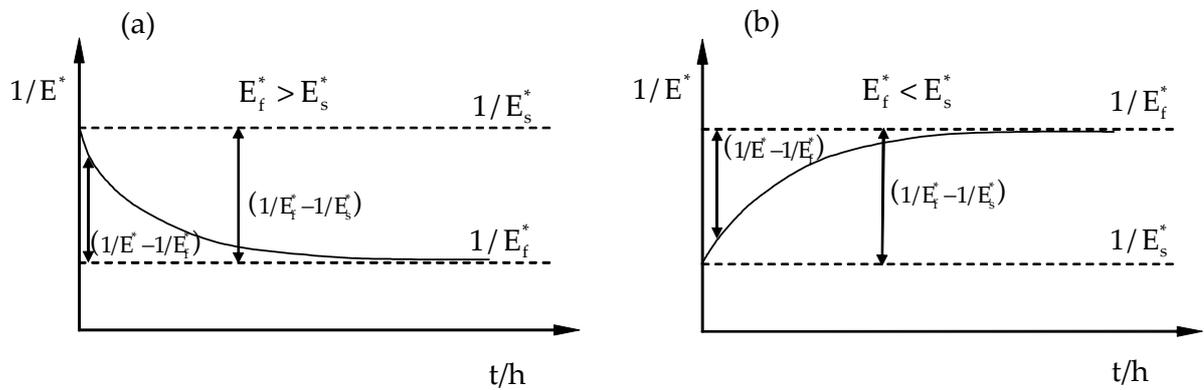


Figura 5.4 Representação da função de Doerner e Nix (1986), expressa analiticamente pela equação (5.5). (a) $E_f^* > E_s^*$. (b) $E_f^* < E_s^*$.

Uma outra possibilidade de função exponencial, que de nosso conhecimento nunca foi proposta na bibliografia, pode ser expressa por:

$$\frac{|E^* - E_f^*|}{|E_f^* - E_s^*|} = e^{\left(-\alpha_4 \frac{t}{h}\right)}, \quad (5.6)$$

em que α_4 é uma constante. A representação do modelo da equação (5.6) é apresentada na figura 5.5. À semelhança da equação (5.5), também esta última não pode ser transformada, pelo que é necessário recorrer a um procedimento de otimização para determinar os valores de α_4 e E_f^* .

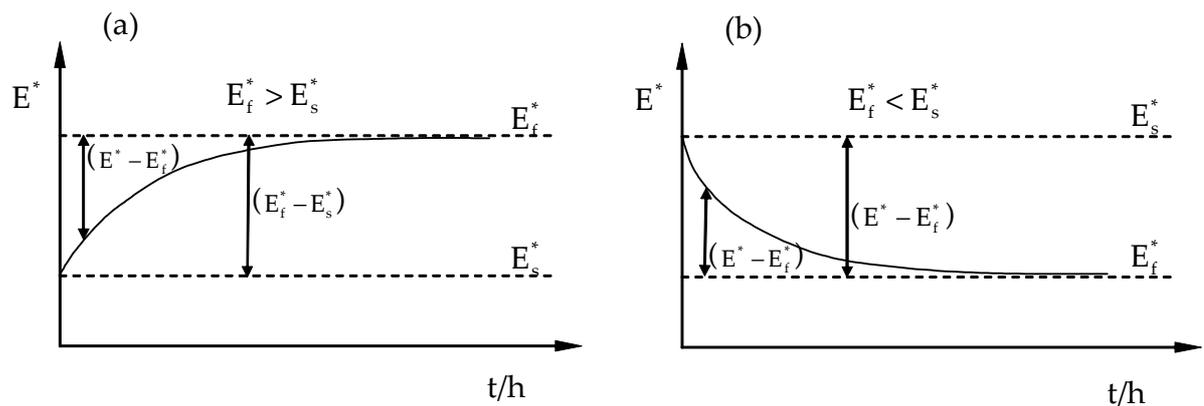


Figura 5.5 Representação da função expressa analiticamente pela equação (5.6). (a) $E_f^* > E_s^*$. (b) $E_f^* < E_s^*$.

Gao *et al.* (1992) propuseram uma função, a qual foi estabelecida com base na solução analítica para o contacto entre um indentador plano circular de raio, a , considerado rígido, e um compósito com comportamento elástico:

$$\frac{|E_f^* - E_s^*|}{|E_f^* - E_s^*|} = \Phi, \quad (5.7)$$

em que Φ é uma função de peso expressa por:

$$\Phi = \frac{2}{\pi} \arctg \xi + \frac{(1-2\nu)\xi}{2\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{1+\xi^2}{\xi^2}\right) - \frac{1}{2\pi(1-\nu)} \frac{\xi}{1+\xi^2}, \quad (5.8)$$

com $\xi = t/a = t/Vh$, onde t é a espessura do revestimento e V é uma constante que relaciona a profundidade de indentação, h , com o raio de contacto da indentação, a . Na hipótese de igualdade da área à superfície, entre o indentador circular plano e o indentador Vickers, a constante V é igual a 2.79 ($a = h\sqrt{24.5/\pi} = 2.79h$).

O procedimento de determinação do módulo de elasticidade do revestimento utiliza os resultados do módulo de elasticidade do compósito, obtidos a diferentes profundidades máximas de indentação. Como proposto por Menčík *et al.* (1997), a equação (5.7) é transformada numa recta ($y = Bx$), em que $y = |E_f^* - E_s^*|$ e x corresponde ao resultado da equação (5.8)) para as diferentes profundidades máximas de indentação. Nestas condições, a constante $B = |E_f^* - E_s^*|$ é determinada utilizando, por exemplo, o método dos mínimos quadrados. O módulo de elasticidade do revestimento é depois determinado através de: $E_f^* = E_s^* + B$. Esta função, à semelhança das anteriores, pode ser utilizada para os dois tipos de compósitos, $E_f^* > E_s^*$ e $E_f^* < E_s^*$.

2. ESTUDO DESENVOLVIDO

Actualmente, a simulação numérica representa uma poderosa ferramenta de estudo dos fenómenos envolvidos na indentação de materiais compósitos. São exemplos da sua aplicação, entre outros, os estudos da distribuição das tensões e deformações, da geometria da superfície das indentações e sobre a determinação exacta da área de contacto. Além disso, a possibilidade de escolha, quase sem limites, das propriedades mecânicas dos materiais modelados, permite realizar estudos sistemáticos sobre o comportamento dos compósitos à indentação.

Neste contexto, o estudo desenvolvido pretende ser mais um contributo neste domínio de investigação. O método dos elementos finitos é utilizado para efectuar a simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers de materiais

compósitos. Numa primeira fase, para testar o desempenho da modelação utilizada do ensaio de dureza Vickers, apresenta-se um exemplo de aplicação da simulação numérica ao compósito DLC sobre aço AISI M2. Os resultados do módulo de elasticidade do compósito obtidos na simulação numérica são comparados com os do ensaio experimental. Numa segunda fase, é apresentado o estudo realizado com um conjunto de compósitos modelados com diferentes propriedades mecânicas. Os resultados da simulação numérica são utilizados para avaliar o desempenho de diferentes metodologias de determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos. A finalizar, é apresentada uma metodologia de análise inversa que permite determinar o módulo de elasticidade dos revestimentos.

2.1. COMPÓSITO REAL

Na tabela 5.1 são indicadas as propriedades mecânicas do compósito formado por DLC sobre o aço AISI M2, utilizado na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers. Na tabela, σ , n , E , e ν , são a tensão limite de elasticidade, o coeficiente de encruamento, o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson, respectivamente. Os índices f e s correspondem a propriedades do revestimento e substrato, respectivamente.

Tabela 5.1 Propriedades mecânicas do compósito DLC/aço AISI M2.

σ_f (GPa)	σ_s (GPa)	n_f	n_s	E_f (GPa)	E_s (GPa)	ν_f	ν_s	$\frac{\sigma_f}{\sigma_s}$	$\frac{E_f}{E_s}$
6.0	4.0	0.01	0.01	136.0	220.6	0.20	0.29	1.50	0.61

Na simulação numérica foram utilizadas as malhas de elementos finitos M5, M7 e M8, com espessuras do revestimento iguais a 0.165, 0.33 e 0.5 μm , respectivamente (tabela 2.2). Foi utilizado o indentador Vickers V3, com uma dimensão de “offset” semelhante à do indentador experimental (tabela 2.1). No contacto entre o indentador Vickers e o compósito foi considerado um coeficiente de atrito igual a 0.16.

A figura 5.6 apresenta os resultados do módulo de elasticidade obtidos no ensaio experimental e na simulação numérica do compósito DLC/aço AISI M2, a diferentes profundidades máximas de indentação. Os resultados experimentais do módulo de elasticidade foram obtidos no ensaio de amostras com espessuras do revestimento iguais a 0.46, 1.31 e 2.1 μm . Na determinação do módulo de elasticidade dos compósitos foram utilizadas as equações (2.6) e (2.9) em que o termo correspondente à complacência, C , foi obtido no ajuste da equação (2.22) a 70% da curva de descarga. Em ambos os casos, experimental e numérico, na determinação do módulo de elasticidade foi utilizado um coeficiente de correcção, β , igual a 1.05.

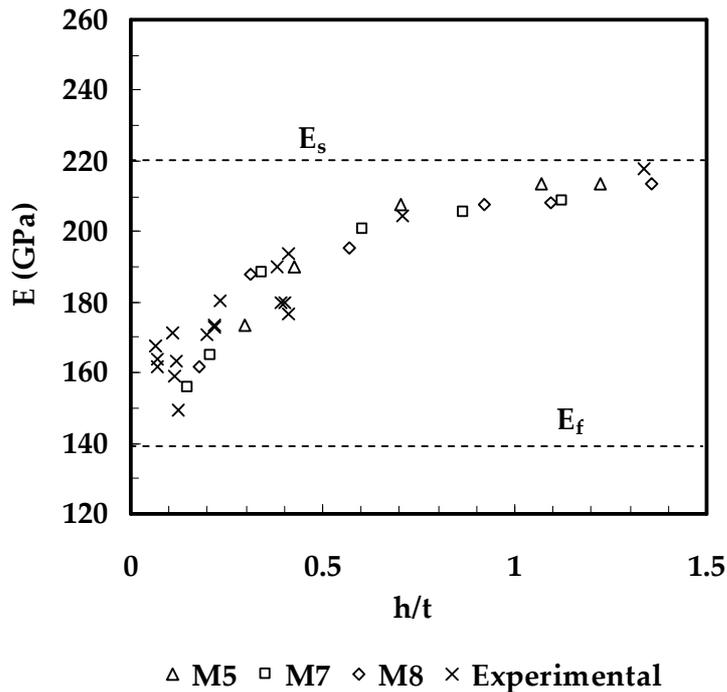


Figura 5.6 Resultados do módulo de elasticidade obtidos para o compósito DLC/aço AISI M2, no ensaio experimental e na simulação numérica, a diferentes profundidades máximas de indentação.

A figura 5.6 mostra que os resultados do módulo de elasticidade evoluem de valores próximos dos do revestimento para os do substrato com o aumento da profundidade máxima de indentação. Além disso, estes não dependem, aparentemente, da espessura do revestimento. A semelhança dos resultados do módulo de elasticidade obtidos no ensaio experimental e na simulação numérica fornecem boas indicações acerca do desempenho do programa de elementos finitos e da modelação efectuada do ensaio de dureza, também no caso de compósitos revestimento/substrato.

2.2. COMPÓSITOS FICTÍCIOS

No sentido de aprofundar o estudo do comportamento de materiais compósitos à indentação, foi realizada a simulação numérica de um conjunto de compósitos modelados com diferentes propriedades mecânicas. Na tabela 5.2 são indicadas as propriedades mecânicas dos materiais dos revestimentos e substratos utilizados na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers. Os compósitos indicados apresentam revestimentos com valores da tensão limite de elasticidade iguais ou superiores aos dos substratos. O coeficiente de Poisson, ν , a constante, ϵ_0 , e o coeficiente de encruamento, n , foram considerados iguais nos dois materiais: revestimentos e substratos. Na modelação dos materiais foi utilizada a lei de encruamento isotrópico de Swift (1952) (equação (I.5) – Anexo I).

Tabela 5.2 Propriedades mecânicas dos compósitos fictícios.

Compósitos	σ_f (GPa)	σ_s (GPa)	$n_f = n_s$	E_f (GPa)	E_s (GPa)	$\epsilon_{0_f} = \epsilon_{0_s}$	$\nu_f = \nu_s$	$\frac{\sigma_f}{\sigma_s}$	$\frac{E_f}{E_s}$
C1	2			400	100			1	4
C2	2			300				1	3
C3	2			600				1	3
C4	4			400				2	2
C5	2	2	0.01	400	200	0.005	0.3	1	2
C6	4			200				2	1
C7	2			200				1	1
C8	4			100				2	0.5
C9	2			100				1	0.5
C10	2			100	400			1	0.25

A malha de elementos finitos utilizada na simulação numérica foi a M8, com revestimento de espessura igual a 0.5 μm (tabelas 2.2). O indentador utilizado foi o Vickers V3 (tabelas 2.1). No contacto entre o indentador e corpo deformável foi considerado um coeficiente de atrito igual a 0.16.

2.2.1. DISTRIBUIÇÃO DA TENSÃO E GEOMETRIA DA INDENTAÇÃO

No sentido de melhor compreender a contribuição do revestimento e do substrato nos resultados das propriedades mecânicas do compósito, foi efectuado o estudo da distribuição das tensões na região da indentação.

As figuras 5.7 e 5.8 apresentam a distribuição da tensão equivalente obtida à carga máxima (profundidades máximas de indentação iguais a 0.05 e 0.25 μm) para os compósitos C1 e C10 (E_f/E_s igual a 4 e 0.25, respectivamente). Estas figuras mostram que nos compósitos C1 (figura 5.7) e C10 (figura 5.8) surge uma região por baixo da indentação, com valores significativos de tensão, cujo tamanho aumenta com a profundidade máxima de indentação. A dimensão da região deformada elasticamente (com valores significativos de tensão) à superfície é superior no compósito C1 (figura 5.7), comparativamente à mesma região no compósito C10 (figura 5.8). No caso do compósito C1, a profundidade da região deformada elasticamente, medida desde a superfície do revestimento, aumenta de 3.3 para 7.2 μm , quando a profundidade máxima de indentação aumenta de 0.05 para 0.25 μm (figura 5.7). Além disso, no caso do compósito C10 (figura 5.8), para a profundidade máxima de indentação igual a 0.05 μm , a extensão da região com deformação elástica é inferior (1.8 μm) à obtida para o compósito C1. Contudo, com o aumento da profundidade máxima de indentação, a extensão da região com

valores significativos da tensão equivalente no compósito C10 aproxima-se da obtida para o compósito C1 ($7.5 \mu\text{m}$).

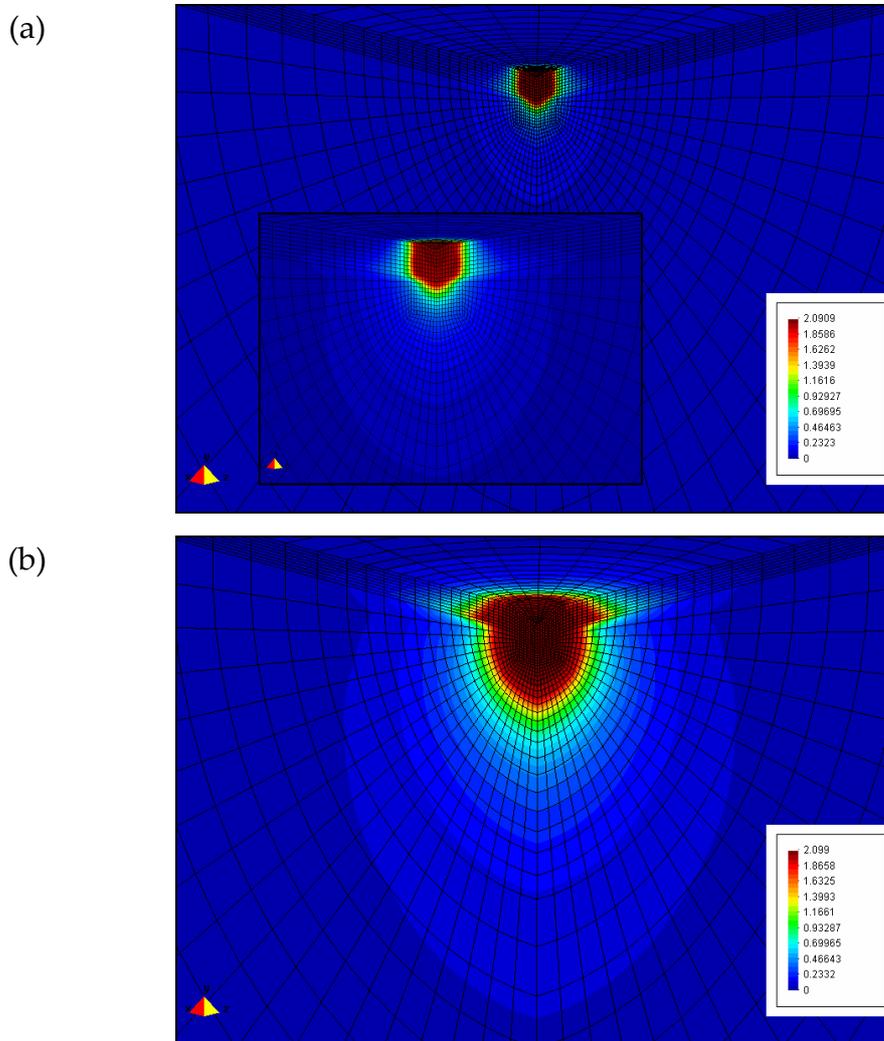


Figura 5.7 Distribuição da tensão equivalente (GPa) obtida à carga máxima na simulação numérica do compósito C1 ($E_f/E_s = 4$), para uma espessura do revestimento igual a $0.5 \mu\text{m}$. (a) Profundidade máxima de indentação, $h_{\text{máx}}$, igual a $0.05 \mu\text{m}$. (b) Profundidade máxima de indentação, $h_{\text{máx}}$, igual a $0.25 \mu\text{m}$.

Neste contexto, apresenta-se agora o estudo da profundidade máxima de indentação (crítica) para a qual não é observada deformação elástica no substrato. Os resultados da simulação numérica mostram que, para uma profundidade máxima de indentação igual ou superior a $0.001 \mu\text{m}$, o substrato apresenta já valores da tensão equivalente diferentes de zero, indicando a presença de deformação elástica no substrato. Isto significa que o substrato interfere no comportamento global do compósito praticamente desde o início do ensaio. No

sentido de apurar a eventual influência da dimensão do plano de ponta do indentador Vickers utilizado na simulação numérica (com área igual a $0.0288 \mu\text{m}^2$) na profundidade crítica de indentação, foram também realizadas simulações numéricas com o indentador Vickers V1, de geometria quase perfeita (plano de ponta com área igual a $0.0032 \mu\text{m}^2$). A figura 5.9 apresenta as distribuições da tensão equivalente obtidas na simulação numérica dos compósitos C1 e C10 com o indentador Vickers V1, às profundidades críticas de indentação, para as quais surgem tensões no substrato: $0.005 \mu\text{m}$ e $0.006 \mu\text{m}$, respectivamente.

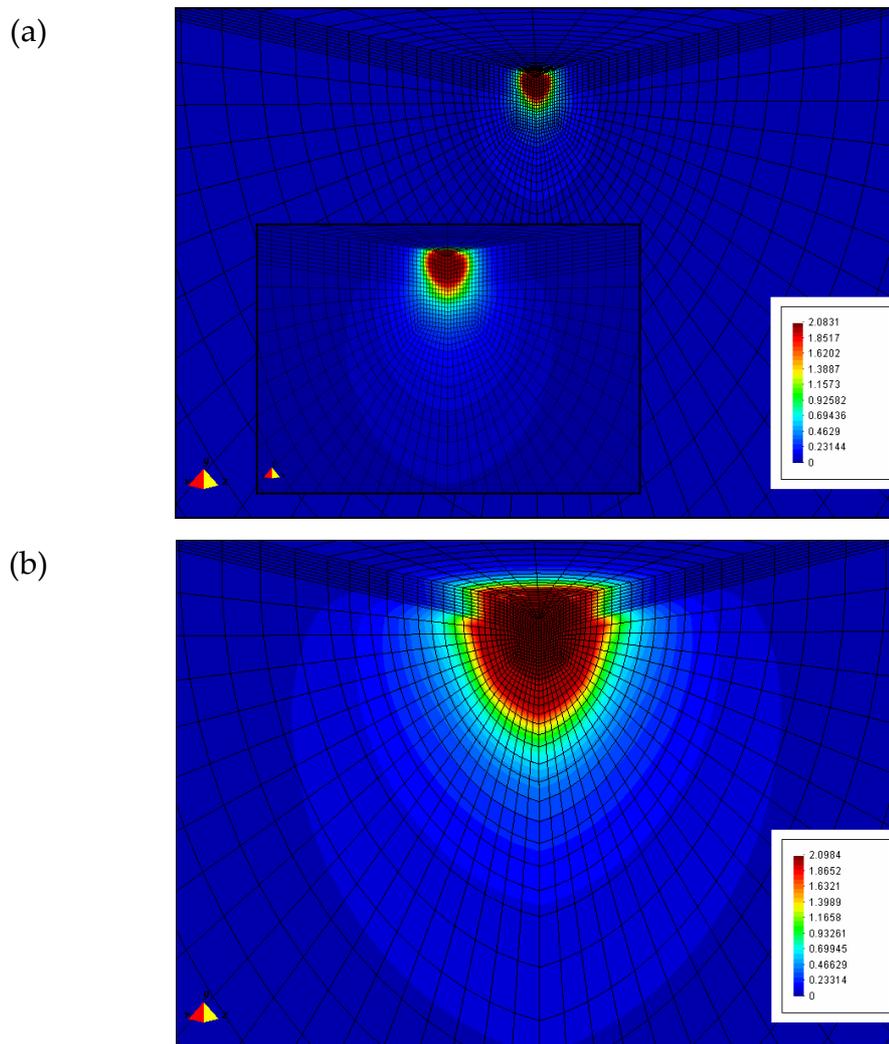


Figura 5.8 Distribuição da tensão equivalente (GPa) obtida à carga máxima na simulação numérica do compósito C10 ($E_f/E_s = 0.25$), para uma espessura do revestimento igual a $0.5 \mu\text{m}$. (a) Profundidade máxima de indentação, $h_{\text{máx}}$, igual a $0.05 \mu\text{m}$. (b) Profundidade máxima de indentação, $h_{\text{máx}}$, igual a $0.25 \mu\text{m}$.

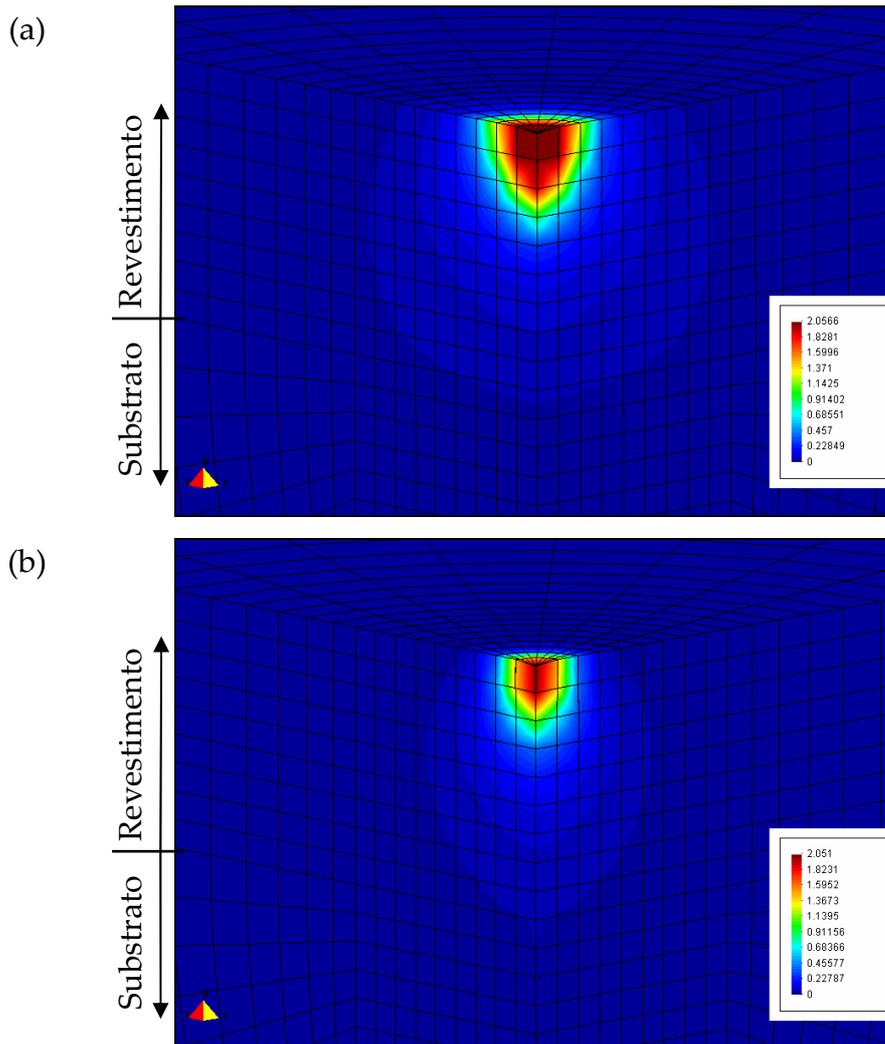


Figura 5.9 Distribuição da tensão equivalente (GPa), obtida às profundidades críticas de indentação ($0.005\mu\text{m}$ e $0.006\mu\text{m}$ para os compósitos C1 ($E_f/E_s = 4$) e C10 ($E_f/E_s = 0.25$), respectivamente), na simulação numérica com o indentador Vickers V1 e uma espessura do revestimento igual a $0.5\mu\text{m}$. (a) Compósito C1. (b) Compósito C10.

Pode assim concluir-se que mesmo para espessuras de revestimento relativamente grandes ($0.5\mu\text{m}$), o início da deformação elástica do substrato ocorre prematuramente, pelo que os resultados obtidos para o módulo de elasticidade são influenciados pela presença do substrato desde muito pequenas profundidades de indentação, independentemente do tamanho do plano de ponta do indentador. No mesmo sentido apontam resultados experimentais obtidos por Chudoba *et al.* (2004). Estes autores concluíram que a correcta avaliação do módulo de elasticidade de revestimentos finos, com espessuras inferiores a cerca de $0.5 - 1\mu\text{m}$, utilizando indentadores Berkovich ou Vickers, necessita de profundidades de contacto inferiores a $0.010 - 0.015\mu\text{m}$. Os nossos resultados indicam mesmo essa impossibilidade experimental, dado o tamanho habitual dos defeitos de ponta daqueles indentadores.

Neste contexto, é evidente a necessidade de utilizar modelos na determinação do módulo de elasticidade de revestimentos, que permitam separar a contribuição do substrato nos resultados das propriedades mecânicas do compósito.

Para complementar o estudo do comportamento dos compósitos, foram analisados os perfis de tensão, σ_{yy} e σ_{xx} , sendo Oy a direcção de aplicação da carga e Ox uma direcção perpendicular (ver figura 2.8). Nas figuras 5.10, 5.11 e 5.12 apresentam-se os perfis de tensão, σ_{yy} e σ_{xx} , e a geometria da superfície da indentação obtida à carga máxima ($h_{m\acute{a}x} = 0.15 \mu\text{m}$), na simulação numérica dos compósitos C4, C5, C6, C7, C8 e C9. Nestas figuras, os valores positivos de tensão correspondem a tensões de compressão.

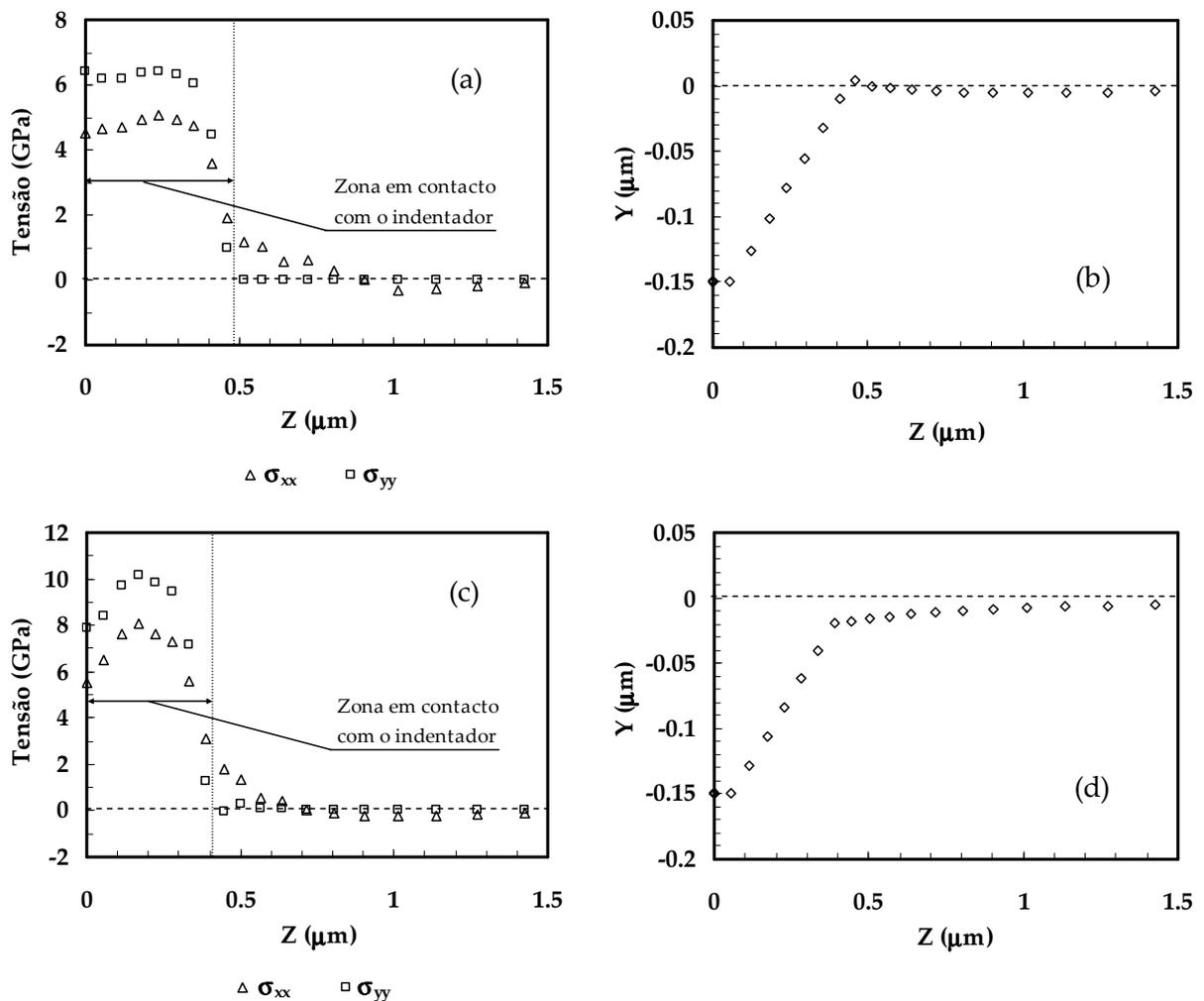


Figura 5.10 Distribuição das tensões, σ_{yy} e σ_{xx} , e dos perfis da superfície das indentações obtidas à carga máxima na simulação numérica dos compósitos com razão entre os módulos de elasticidade do revestimento e substrato, E_f/E_s , igual a 2. (a) e (b) Compósito C5 ($\sigma_f/\sigma_s = 1$). (c) e (d) Compósito C4 ($\sigma_f/\sigma_s = 2$). Na figura os valores positivos de tensão correspondem a tensões de compressão.

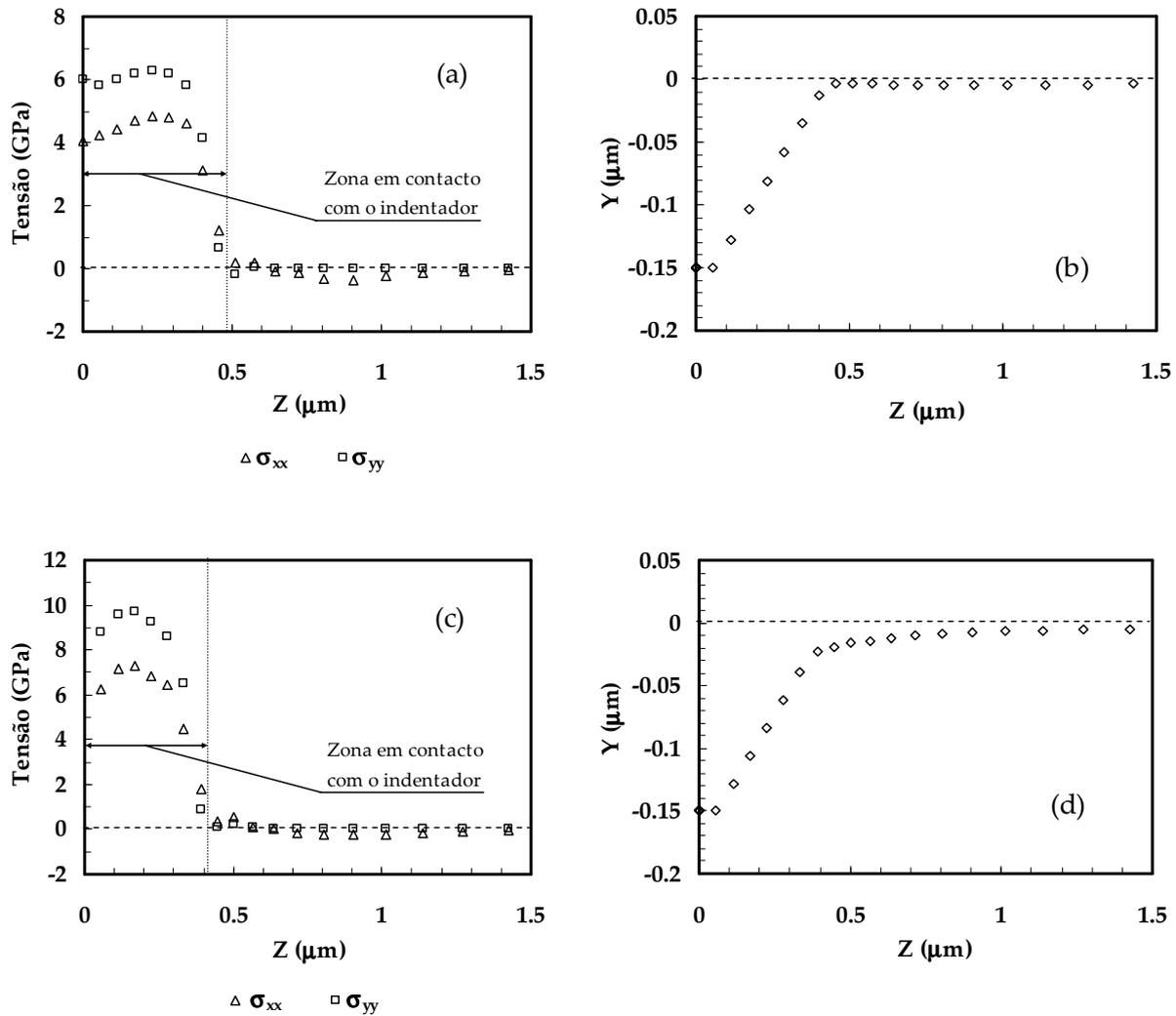


Figura 5.11 Distribuição das tensões, σ_{yy} e σ_{xx} , e dos perfis da superfície das indentações obtidas à carga máxima na simulação numérica dos compósitos com razão entre os módulos de elasticidade do revestimento e substrato, E_f/E_s , igual a 1. (a) e (b) Compósito C7 ($\sigma_f/\sigma_s = 1$). (c) e (d) Compósito C6 ($\sigma_f/\sigma_s = 2$). Na figura os valores positivos de tensão correspondem a tensões de compressão.

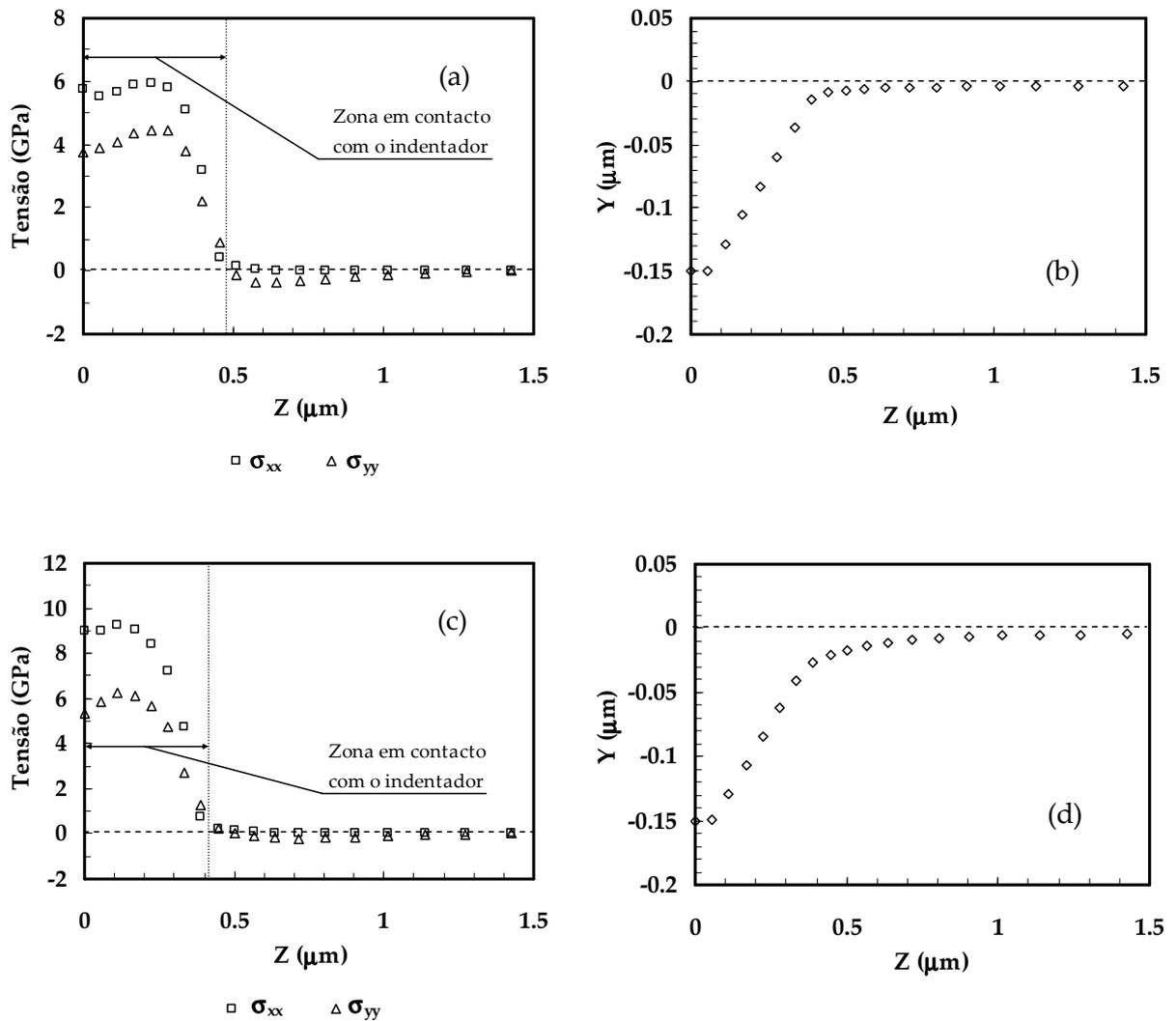
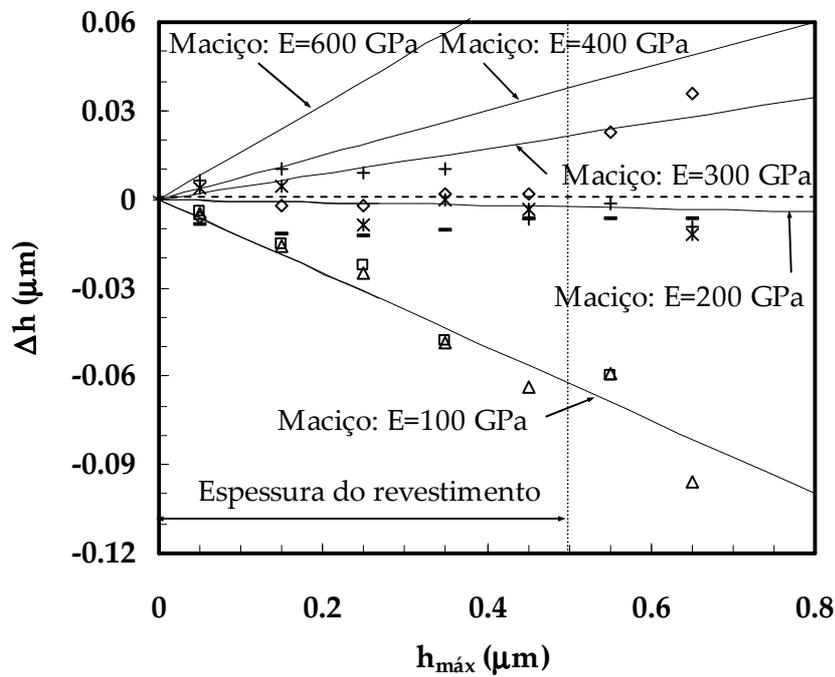


Figura 5.12 Distribuição das tensões, σ_{yy} e σ_{xx} , e dos perfis da superfície das indentações obtidas à carga máxima na simulação numérica dos compósitos com razão entre os módulos de elasticidade do revestimento e substrato, E_f/E_s , igual a 0.5. (a) e (b) Compósito C9 ($\sigma_f/\sigma_s = 1$). (c) e (d) Compósito C8 ($\sigma_f/\sigma_s = 2$). Na figura os valores positivos de tensão correspondem a tensões de compressão.

As distribuições da tensão são semelhantes para os três valores da razão E_f/E_s . No caso dos compósitos com razão σ_f/σ_s igual a 1, com a diminuição da razão E_f/E_s , observa-se uma evolução da superfície da indentação de uma situação de quase formação de lábio, para uma de afundamento (figuras 5.10 (b), 5.11 (b) e 5.12 (b)). Além disso, no caso dos compósitos com $\sigma_f/\sigma_s = 2$ observa-se um ligeiro aumento do afundamento da superfície da indentação com a diminuição da razão E_f/E_s (figuras 5.10 (d), 5.11 (d) e 5.12 (d)).

A geometria da superfície da indentação foi analisada em função da profundidade máxima de indentação. Para isso foi considerada a posição (altura) do último ponto de contacto entre o indentador e o material, Δh , em relação à superfície inicial do material (figura 2.22). A figura 5.13 apresenta a evolução da altura do último ponto de contacto, Δh , em função da profundidade máxima de indentação, $h_{\text{máx}}$, obtida para os compósitos com razões $\sigma_f/\sigma_s = 1$ e E_f/E_s igual a 4 (C1), 3 (C2 e C3), 2 (C5), 0.5 (C9) e 0.25 (C10). A figura 5.13 apresenta também as evoluções da altura do último ponto de contacto no caso em que os revestimentos e substratos foram testados como materiais maciços (rectas a cheio).



□ C1 Δ C2 + C3 × C5 - C9 ◇ C10

$\sigma_f = 2 \text{ GPa}$	$E_f \text{ (GPa)}$	400	300	600	400	100	100
$\sigma_s = 2 \text{ GPa}$	$E_s \text{ (GPa)}$	100	100	200	200	200	400
$\sigma_f/\sigma_s = 1$	E_f/E_s	4	3	3	2	0.5	0.25

Figura 5.13 Evolução da altura do último ponto de contacto entre a superfície da indentação e o indentador, Δh , obtida à carga máxima para os compósitos com razão σ_f/σ_s igual a 1, com a profundidade máxima de indentação, $h_{\text{máx}}$.

A figura 5.13 mostra, para os compósitos C1 e C2, uma evolução da superfície da indentação com a profundidade máxima que, desde cedo, é idêntica à obtida para o material maciço do substrato. No caso dos compósitos C3 e C5, para

pequenas profundidades de indentação, a geometria da superfície da indentação apresenta uma evolução semelhante à obtida para os respectivos revestimentos quando testados como materiais maciços. No entanto, o comportamento do substrato começa a ser aproximado para valores da profundidade máxima de indentação inferiores à espessura do revestimento. O compósito C9 apresenta inicialmente afundamento da superfície da indentação, que é ligeiramente atenuado com o aumento da profundidade máxima de indentação, devido, provavelmente, à crescente influência do substrato. A superfície da indentação obtida para o compósito C10 apresenta inicialmente ligeiro afundamento, evoluindo para uma situação de formação de lábio quando a profundidade máxima de indentação é superior à espessura do revestimento. Apesar dos compósitos C9 e C10 terem o mesmo revestimento, os substratos quando testados como maciços apresentam geometrias de indentação distintas, que são, ligeiro afundamento e formação de lábio, respectivamente. Em conclusão, para os compósitos com razão σ_f/σ_s igual a 1, a geometria da superfície da indentação aparenta evoluir de uma forma típica do material do revestimento para a do substrato, quando aumenta a profundidade máxima de indentação.

A figura 5.14 apresenta a evolução da altura do último ponto de contacto, Δh , com a profundidade máxima de indentação, $h_{m\acute{a}x}$, obtida para os compósitos com razão $\sigma_f/\sigma_s = 2$ e E_f/E_s igual a 2, 1 e 0.5 (compósitos C4, C6 e C8, respectivamente). Esta figura inclui para comparação os perfis de indentação relativos aos compósitos C5, C7 e C9, os quais apresentam os mesmos valores da razão E_f/E_s dos compósitos C4, C6 e C8, mas com razão σ_f/σ_s igual a 1. Constatase que existe afundamento da superfície das indentações no caso dos compósitos com razão $\sigma_f/\sigma_s = 2$ (C4, C6 e C8), facto que contrasta com o anteriormente observado para os compósitos com razão $\sigma_f/\sigma_s = 1$ (C5, C7 e C9). Os resultados apresentados na figura 5.14 sugerem que para os compósitos com razão σ_f/σ_s maior que 1, a superfície da indentação apresenta afundamento.

Em materiais maciços a determinação precisa da área de contacto depende da geometria da indentação. A área de contacto pode surgir fortemente imprecisa quando surge formação de lábio no bordo da indentação, nomeadamente para pequenos valores da razão entre a dureza e módulo de elasticidade, H/E , e do coeficiente de encruamento (ver Capítulo 3). No caso dos materiais compósitos, a geometria da indentação, e consequentemente a área de contacto das indentações, depende das propriedades mecânicas relativas do revestimento e substrato e também da profundidade máxima de indentação. Contudo, e atendendo aos resultados atrás apresentados, no caso de revestimentos com razão σ_f/σ_s maior que 1, com afundamento da superfície da indentação, o erro cometido na área de contacto deverá ser mínimo.

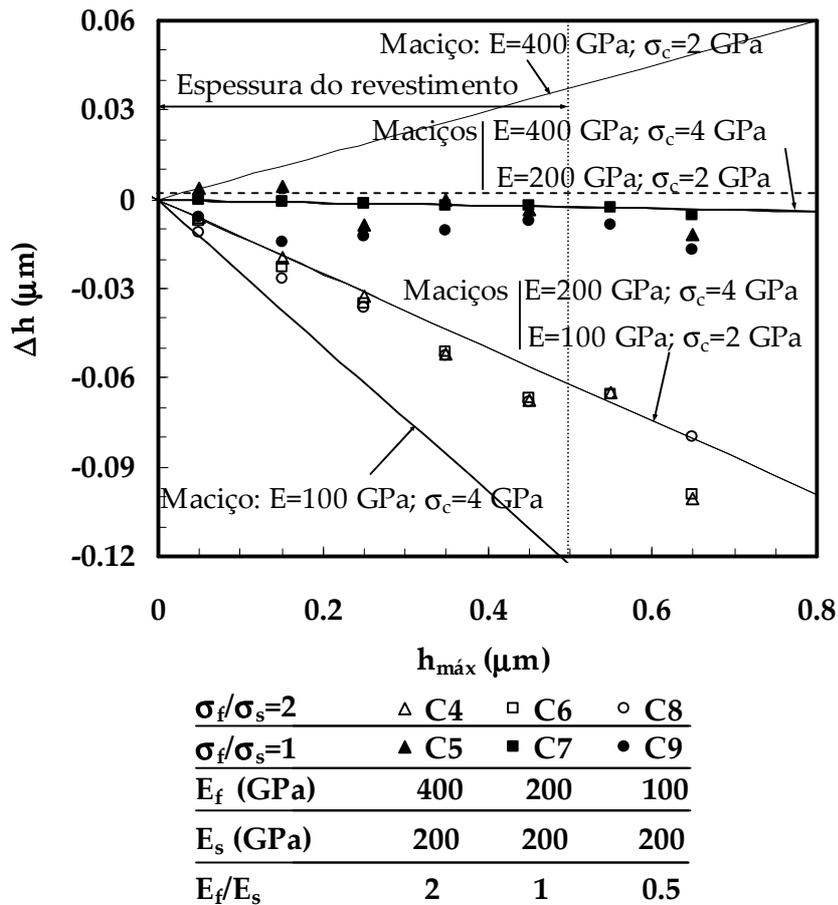


Figura 5.14 Evolução da altura do último ponto de contacto entre a superfície da indentação e o indentedor, Δh , obtida à carga máxima para os compósitos com σ_f/σ_s igual a 2 e 1 (E_f/E_s de 2, 1 e 0.5), com a profundidade máxima de indentação, $h_{máx}$.

2.2.2. MÓDULO DE ELASTICIDADE

A figura 5.15 apresenta os resultados do módulo de elasticidade¹ obtidos na simulação numérica dos compósitos C6 e C7 ($E_f/E_s = 1$ e σ_f/σ_s , igual a 2 e 1, respectivamente), a diferentes profundidades máximas de indentação. No cálculo do módulo de elasticidade foi utilizada a equação (2.9), em que a área de contacto das indentações foi avaliada com o contorno formado pelos nós da malha de elementos em contacto com o indentedor à carga máxima. A complacência, C, foi determinada através do ajuste da equação (2.22) a 70% da curva de descarga. O coeficiente de correcção, β , foi considerado igual a 1.05. A figura 5.15 mostra resultados precisos do módulo de elasticidade, que não dependem do valor da razão entre as tensões limite de elasticidade do revestimento e substrato, σ_f/σ_s .

¹ No caso geral, apenas se pode determinar o módulo de elasticidade reduzido do compósito $E^* = E/(1 - \nu^2)$. No estudo realizado, preferimos apresentar os resultados desta figura, e outras idênticas (neste capítulo), representando E em vez de E^* , uma vez que os compósitos (fictícios) apresentam o mesmo coeficiente de Poisson para o revestimento e para o substrato, igual a 0.3 (tabela 5.2).

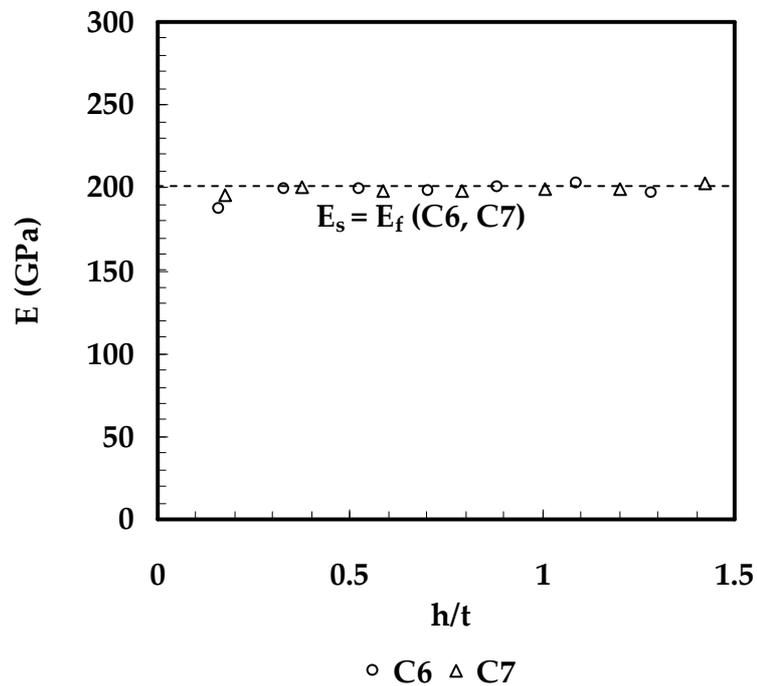


Figura 5.15 Resultados do módulo de elasticidade obtidos na simulação numérica do ensaio de dureza dos compósitos C6 e C7 ($E_f = E_s$; $\sigma_f / \sigma_s = 1$ e 2).

As figuras 5.16 e 5.17 apresentam os resultados obtidos para o módulo de elasticidade dos compósitos com razão E_f / E_s diferente de 1 (figuras (a) e (b) para os compósitos com $E_f > E_s$ e figuras (c) e (d) para os compósitos com $E_f < E_s$). Os resultados do módulo de elasticidade, E , e do seu inverso, $1/E$, são apresentados em função de h/t ou t/h , em correspondência com as formulações expressas pelas equações (5.3), (5.4), (5.5) e (5.6). No essencial, as figuras 5.16 e 5.17 apresentam resultados do módulo de elasticidade obtidos para o revestimento com espessura igual a $0.5 \mu\text{m}$. Contudo, no caso dos compósitos C1 ($E_f / E_s = 4$) e C10 ($E_f / E_s = 0.25$), foi ainda utilizado um revestimento com espessura igual a $0.165 \mu\text{m}$ (malha de elementos finitos M5 – tabela 2.2). Os resultados do módulo de elasticidade para estes compósitos, C1 e C10, são independentes da espessura do revestimento. De facto, para as duas espessuras de revestimento, os resultados do módulo de elasticidade apenas dependem da profundidade máxima relativa de indentação (h/t ou t/h).

Os resultados das figuras 5.16 e 5.17 indicam que, aparentemente, o modo como se faz a aproximação dos módulos de elasticidade, do revestimento e do substrato, ($E \rightarrow E_f$, quando $h \rightarrow 0$ e $E \rightarrow E_s$, quando $h \rightarrow \infty$), depende da relação E_f / E_s e do tipo de representação utilizada, isto para os valores testados de h/t (ou t/h). Por exemplo, comparar figuras 5.16 (a) e (c), quando $h/t \rightarrow 0$ e figuras 5.17 (b) e (d), quando $t/h \rightarrow 0$.

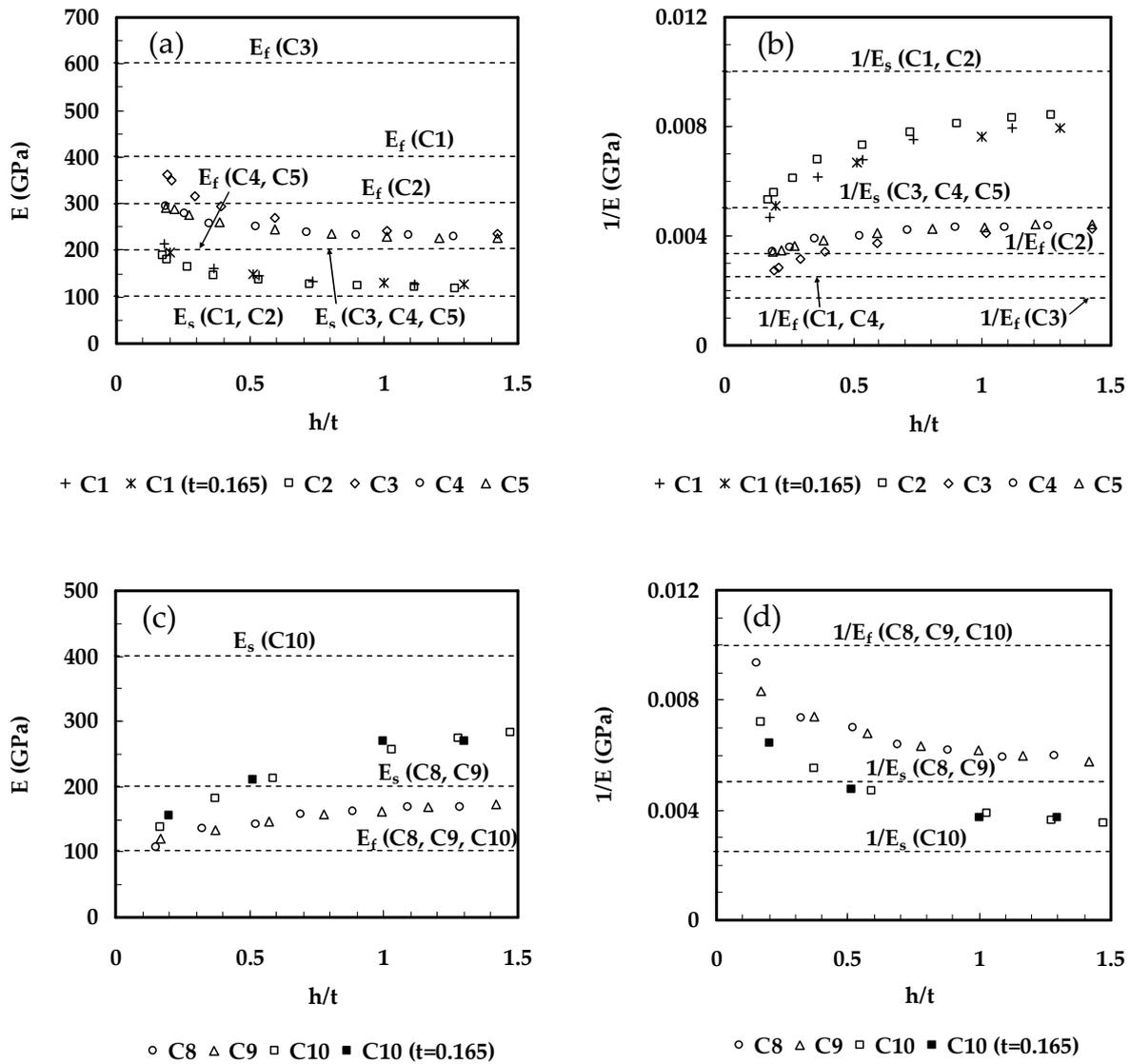


Figura 5.16 Evolução dos resultados do módulo de elasticidade dos compósitos com a razão h/t . (a) e (b) $E_f > E_s$. (c) e (d) $E_f < E_s$.

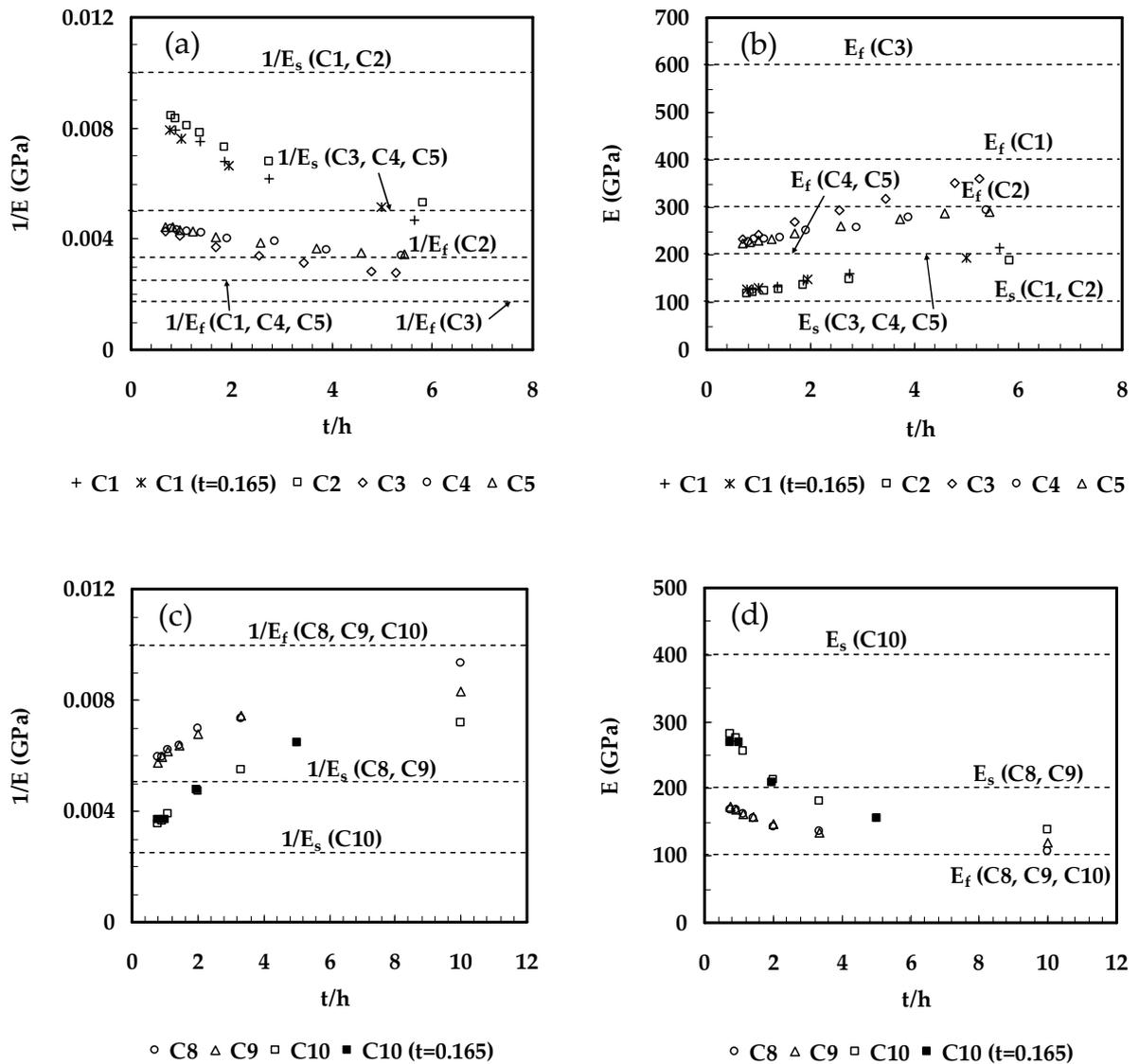


Figura 5.17 Evolução dos resultados do módulo de elasticidade dos compósitos com a razão t/h . (a) e (b) $E_f > E_s$. (c) e (d) $E_f < E_s$.

As equações (5.3), (5.4), (5.5) e (5.6) foram utilizadas na determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos dos compósitos C1, C2, C3, C4, C5, C8, C9 e C10, utilizando dois procedimentos diferentes no ajuste das equações aos resultados obtidos a diferentes profundidades de contacto. No primeiro caso, o procedimento seguido foi o habitualmente indicado na bibliografia, que considera conhecido à partida o módulo de elasticidade do substrato. No segundo caso, ambos os módulos de elasticidade, do substrato e do revestimento, foram considerados desconhecidos e determinados simultaneamente. A tabela 5.3 apresenta os resultados obtidos para o módulo de elasticidade dos revestimentos com as quatro funções exponenciais, utilizando o procedimento habitual que considera conhecido o módulo de elasticidade do substrato. De um modo geral, os resultados obtidos para o módulo

de elasticidade do revestimento são relativamente afastados do valor de referência (valor utilizado na entrada do programa de simulação numérica).

Tabela 5.3 Resultados do módulo de elasticidade do revestimento determinados com as funções do tipo exponencial, considerando conhecido o módulo de elasticidade do substrato.

Compositos	Valor Entrada	Exponencial (Eq. (5.3))		Recíproca exponencial (Eq. 5.4))		Doerner e Nix (1986) (Eq. (5.5))		Equação (5.6)	
	E_f (GPa)	E_f (GPa)	Erro (%)	E_f (GPa)	Erro (%)	E_f (GPa)	Erro (%)	E_f (GPa)	Erro (%)
$E_f > E_s$									
C1	400	227.7	43.1	245.6	38.6	241.9	39.5	336.7	15.8
C2	300	191.8	36.1	200.2	33.3	204.2	31.9	243.9	18.7
C3	600	372.4	37.9	388.5	35.2	396.4	33.9	338.0	43.7
C4	400	294.6	26.3	297.3	25.7	300.8	24.8	271.6	32.1
C5	400	297.5	25.6	301.9	24.5	301.9	24.5	275.6	31.1
Erro médio			33.8			31.5	30.9		28.3
$E_f < E_s$									
C8	100	119.4	19.4	123.3	23.3	120.1	20.1	153.6	53.6
C9	100	110.9	10.9	115.1	15.1	113.7	13.7	147.4	47.4
C10	100	121.3	21.3	136.5	36.5	122.4	22.4	196.3	96.3
Erro médio			17.2			24.9	18.7		65.8

No caso em que o ajuste é feito sem o prévio conhecimento do módulo de elasticidade do substrato, recorre-se ao programa comercial CurveExpert® para ajustar a seguinte equação, aos resultados do módulo de elasticidade do compósito:

$$y = f(g \pm e^{(-cx)}), \quad (5.9)$$

em que y é o módulo de elasticidade do compósito (E) no caso da função exponencial e da equação (5.6), ou o seu inverso ($1/E$) para as funções recíproca da exponencial e de Doerner e Nix (1986). x representa a razão h/t no caso das funções exponencial e recíproca da exponencial, ou t/h quando se trata da função de Doerner e Nix (1986), e da equação (5.6). f , g e c são constantes obtidas no ajuste.

A equação (5.9) ajustada aos resultados experimentais do módulo de elasticidade utiliza o sinal (-) para os compósitos em que $E_f < E_s$, no caso das funções, exponencial e de Doerner e Nix (1986) (equações (5.3) e (5.5), respectivamente) e para os compósitos em que $E_f > E_s$, no caso da função recíproca da exponencial (equação (5.4)) e da equação (5.6). Nos restantes casos, a equação (5.9)

é utilizada considerando o sinal (+). A tabela 5.4 indica o significado da constante f e do produto fg nas condições mencionadas.

Tabela 5.4 Significado das constantes f e fg da equação (5.9).

Funções	$y = f(g - e^{(-cx)})$	$y = f(g + e^{(-cx)})$	Todos os casos
	f		fg
Exponencial	$(E_s - E_f)$ se $E_f < E_s$	$(E_f - E_s)$ se $E_f > E_s$	E_s
Equação (5.6)			E_f
Recíproca da exponencial	$(1/E_s - 1/E_f)$ se $E_f > E_s$	$(1/E_f - 1/E_s)$ se $E_f < E_s$	$1/E_s$
Doerner e Nix (1986)			$1/E_f$

A tabela 5.5 apresenta os resultados do módulo de elasticidade obtidos para os revestimentos e substratos dos oito compósitos com o procedimento que utiliza a equação (5.9). A comparação dos resultados apresentados nas tabelas 5.3 e 5.5 permite concluir que a precisão obtida para o módulo de elasticidade dos revestimentos é superior quando é utilizado o procedimento que considera desconhecido à partida o módulo de elasticidade do substrato, independentemente da função de peso utilizada. Este facto indica que o erro cometido no ajuste é disseminado pelos módulos de elasticidade do revestimento e substrato quando não é fixo o valor correspondente ao do substrato.

Os resultados da tabela 5.5 mostram que no caso dos compósitos em que $E_f > E_s$, a função mais adequada para determinar o módulo de elasticidade dos revestimentos aparenta ser a recíproca da exponencial (erro médio de 6.1%); com a função exponencial o erro obtido foi superior (erro médio de 15.4%), que contudo é inferior ao obtido com as duas funções restantes (Doerner e Nix (1986), e equação (5.6)). Para os compósitos em que $E_f < E_s$, os melhores resultados foram obtidos com a função exponencial (erro médio de 3.8%), embora a função recíproca da exponencial também forneça resultados satisfatórios do módulo de elasticidade dos revestimentos (erro médio de 8.3%). A determinação do módulo de elasticidade do substrato parece ser mais apropriada com a utilização da equação (5.6) e da função de Doerner e Nix (1986) (erros médios inferiores a 6.8%), independentemente do valor da razão E_f / E_s .

Neste contexto, pode concluir-se que os melhores valores do módulo de elasticidade dos revestimentos são obtidos quando nas funções utilizadas se faz a extrapolação para zero (representação de E e $1/E$ em função de h/t – ver figuras 5.2, 5.3 e 5.16). Identicamente, os resultados mais satisfatórios do módulo de elasticidade do substrato são obtidos quando nas funções utilizadas se faz a extrapolação para zero (representação de E e $1/E$ em função de t/h – ver figuras 5.4, 5.5 e 5.17).

Tabela 5.5 Resultados do módulo de elasticidade do revestimento determinados com as funções do tipo exponencial, considerando desconhecido o módulo de elasticidade do substrato.

Compositos	Valor	Exponencial		Recíproca		Doerner e		Equação	
	Entrada	(Eq. (5.3))		exponencial		Nix (1986)		(5.6)	
	E_f (GPa)	E_f (GPa)	Erro (%)	E_f (GPa)	Erro (%)	E_f (GPa)	Erro (%)	E_f (GPa)	Erro (%)
$E_f > E_s$									
C1	400	319.2	20.2	412.5	3.1	280.2	29.9	522.9	30.7
C2	300	255.3	14.9	289.2	3.6	237.0	21.0	356.8	18.9
C3	600	484.1	19.3	542.0	9.7	426.5	28.9	563.5	6.1
C4	400	365.5	8.6	384.6	3.8	345.5	13.6	472.4	18.1
C5	400	344.8	13.8	358.9	10.3	344.0	14.0	336.4	15.9
Erro médio			15.4	6.1		21.5		17.9	
$E_f < E_s$									
C8	100	103.6	3.6	111.5	11.5	120.6	20.6	125.3	25.3
C9	100	104.0	4.0	106.5	6.5	115.9	16.0	118.1	18.1
C10	100	96.3	3.7	106.9	6.9	118.7	18.7	132.8	32.8
Erro médio			3.8	8.3		18.4		25.4	
	E_s	E_s	Erro	E_s	Erro	E_s	Erro	E_s	Erro
	(GPa)	(GPa)	(%)	(GPa)	(%)	(GPa)	(%)	(GPa)	(%)
$E_f > E_s$									
C1	100	126.3	26.3	122.3	22.3	108.8	8.8	104.9	4.9
C2	100	119.5	19.5	116.9	16.9	106.8	6.8	102.4	2.4
C3	200	235.6	17.8	231.3	15.6	209.4	4.7	208.2	4.1
C4	200	229.5	14.7	228.3	14.1	214.1	7.0	214.9	7.4
C5	200	224.3	12.1	222.8	11.4	213.9	6.9	206.8	3.4
Erro médio			18.1	16.1		6.8		4.4	
$E_f < E_s$									
C8	200	178.1	10.9	178.4	10.8	204.7	2.4	200.0	0.0
C9	200	186.3	6.9	180.1	9.9	205.3	2.6	201.8	0.9
C10	400	315.6	21.1	287.4	28.1	395.5	1.1	355.5	11.1
Erro médio			12.9	16.3		2.0		4.0	

A função proposta por Gao *et al.* (1992) (equações (5.7) e (5.8)) foi também utilizada na determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos, considerando os dois procedimentos utilizados para as funções do tipo exponencial (módulo de elasticidade do substrato conhecido e desconhecido, respectivamente). No caso do módulo de elasticidade do substrato desconhecido, o procedimento de cálculo utiliza o ajuste linear dos valores do módulo de elasticidade do compósito, E^* , em função de Φ , determinado pela equação (5.8), para diferentes profundidades de indentação. O módulo de elasticidade do substrato corresponde ao valor da constante independente, A , obtida no ajuste linear: $y = A + Bx$, onde $y = E^*$, $B = E_f^* - E_s^*$ e $x = \Phi$, para diferentes valores da profundidade de indentação. A figura 5.18 apresenta as evoluções obtidas para o módulo de elasticidade do compósito com a função de peso de Gao, Φ (equação (5.8)).

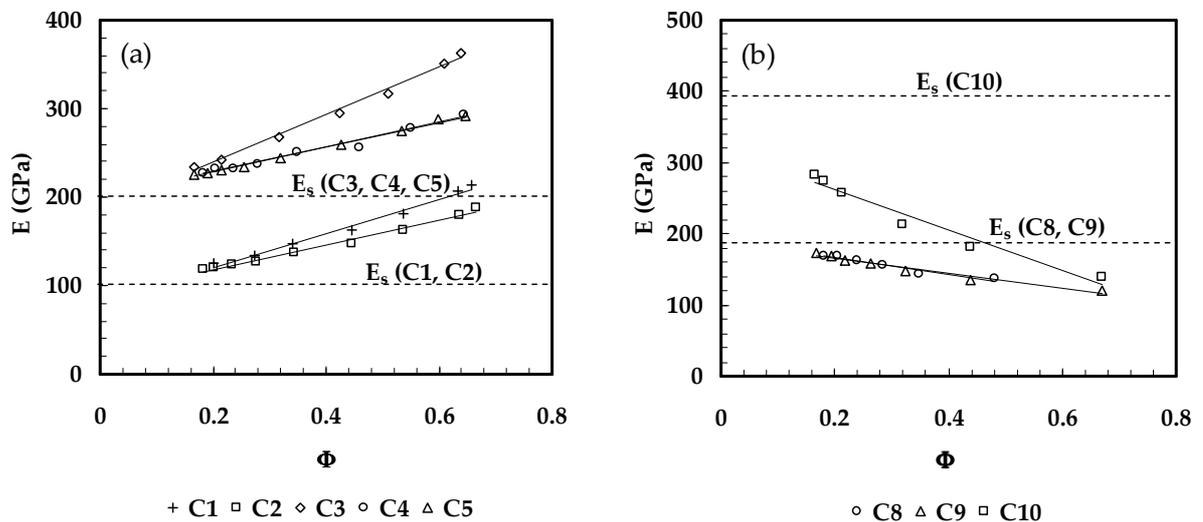


Figura 5.18 Evolução do módulo de elasticidade dos compósitos com a função de peso de Gao. (a) $E_f > E_s$. (b) $E_f < E_s$.

A tabela 5.6 apresenta os resultados obtidos para o módulo de elasticidade dos revestimentos com a função de Gao *et al.* (1992), utilizando no ajuste dos resultados experimentais os dois procedimentos, que consideram o módulo de elasticidade do substrato como um parâmetro conhecido ou desconhecido. Esta tabela mostra que, à semelhança do observado com as funções exponenciais, o módulo de elasticidade dos revestimentos é melhor aproximado quando é utilizado o procedimento em que o módulo do substrato é considerado desconhecido. Contudo, mesmo neste caso, os resultados do módulo de elasticidade dos revestimentos apresentam elevada imprecisão.

Tabela 5.6 Resultados do módulo de elasticidade determinados com a função de Gao *et al.* (1992).

Compositos	Valor entrada	Gao <i>et al.</i> (1992)			
		E _s conhecido		E _s determinado	
	E _f (GPa)	E _f (GPa)	Erro (%)	E _f (GPa)	Erro (%)
E _f > E _s					
C1	400	257.4	35.7	275.6	31.1
C2	300	219.3	26.9	230.3	23.2
C3	600	438.1	27.0	454.7	24.2
C4	400	340.7	14.8	339.7	15.1
C5	400	341.8	14.6	342.8	14.3
Erro médio			23.8		21.6
E _f < E _s					
C8	100	58.1	41.9	71.5	28.5
C9	100	61.1	38.9	81.4	18.6
C10	100	13.6	86.4	33.2	66.8
Erro médio			55.7		38.0
E _f > E _s					
	E _s (GPa)	E _s (GPa)		E _s (GPa)	Erro (%)
C1	100			81.6	18.5
C2	100	Igual aos		90.2	9.8
C3	200	valores de		184.4	7.8
C4	200	entrada		200.8	0.4
C5	200			199.2	0.4
Erro médio					7.4
E _f < E _s					
C8	200	Igual aos		189.8	5.1
C9	200	valores de		186.0	7.0
C10	400	entrada		319.3	20.2
Erro médio					10.8

Os resultados obtidos com as funções exponenciais mostraram que o tipo de ajuste, E ou 1/E em função de h/t, pode ser relevante na determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos. Por este motivo, no presente estudo foi efectuado o ajuste de uma outra função, deduzida a partir da função de Gao *et al.* (1992),

substituindo E^* , E_f^* e E_s^* por $1/E^*$, $1/E_f^*$ e $1/E_s^*$, respectivamente. A função assim definida, a qual denominamos de recíproca de Gao, é expressa por:

$$\frac{|1/E^* - 1/E_s^*|}{|1/E_f^* - 1/E_s^*|} = \Phi. \quad (5.10)$$

Os parâmetros na equação (5.10) têm o mesmo significado indicado nas equações (5.7) e (5.8). Igualmente, são idênticos os procedimentos utilizados na determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos.

A figura 5.19 apresenta as evoluções do inverso do módulo de elasticidade do compósito com a função de peso de Gao *et al.* (1992), Φ (equação (5.8)). A comparação das figuras 5.18 e 5.19 mostra que o comportamento linear é ligeiramente melhor aproximado no caso das evoluções que consideram o inverso do módulo de elasticidade dos compósitos (coeficientes de correlação médios de 0.97 e 0.99 nas figuras 5.18 e 5.19, respectivamente).

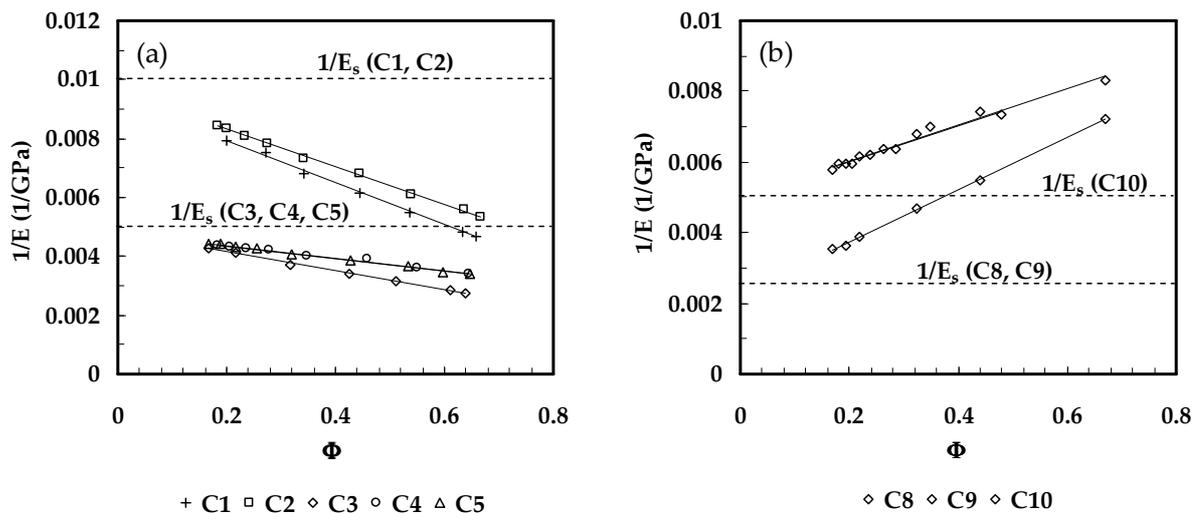


Figura 5.19 Evolução do inverso do módulo de elasticidade dos compósitos com a função de peso de Gao *et al.* (1992). (a) $E_f > E_s$. (b) $E_f < E_s$.

A tabela 5.7 apresenta os resultados obtidos para o módulo de elasticidade com a função recíproca de Gao. Esta tabela mostra que os resultados do módulo de elasticidade obtidos para os revestimentos com a função recíproca de Gao, são mais precisos que os avaliados com a função de Gao *et al.* (1992) (tabela 5.6), independentemente do procedimento utilizado (módulo de elasticidade do substrato, conhecido ou desconhecido). No entanto, os resultados mais precisos do módulo de elasticidade dos revestimentos são obtidos determinando simultaneamente o módulo de elasticidade do substrato. Neste caso, independentemente do valor da razão E_f/E_s ,

são obtidos valores precisos para o módulo de elasticidade dos revestimentos (erro médio de 5.4%, para os compósitos com $E_f > E_s$, e de 1.9%, para os compósitos com $E_f < E_s$). Também, o módulo de elasticidade dos substratos apresenta resultados satisfatórios quando se utiliza a equação 5.10 (erro médio de 5.3%, para os compósitos com $E_f > E_s$, e de 3.6% para os compósitos com $E_f < E_s$).

Tabela 5.7 Resultados do módulo de elasticidade determinados com a função recíproca de Gao (equação (5.10)).

Compósitos	Valor entrada	Recíproca de Gao			
		E_s conhecido		E_s determinado	
	E_f (GPa)	E_f (GPa)	Erro (%)	E_f (GPa)	Erro (%)
$E_f > E_s$					
C1	400	570.5	42.6	427.0	6.8
C2	300	366.0	22.0	313.2	4.4
C3	600	735.8	22.6	628.5	4.8
C4	400	420.9	5.2	373.9	6.5
C5	400	417.9	4.5	381.9	4.5
Erro médio			19.4	5.4	
$E_f < E_s$					
C8	100	99.3	0.7	99.1	0.9
C9	100	98.6	1.4	99.0	1.0
C10	100	107.2	7.2	103.8	3.8
Erro médio			3.1	1.9	
E_s					
	E_s (GPa)	E_s (GPa)		E_s (GPa)	Erro (%)
$E_f > E_s$					
C1	100			108.9	8.9
C2	100	Igual aos		104.3	4.3
C3	200	valores de		209.2	4.6
C4	200	entrada		209.5	4.8
C5	200			207.8	3.9
Erro médio				5.3	
$E_f < E_s$					
C8	200	Igual aos		200.3	0.2
C9	200	valores de		199.0	0.5
C10	400	entrada		440.1	10.0
Erro médio				3.6	

Em conclusão, o procedimento utilizado na determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos deverá ser sempre o que considera, à partida, desconhecido o módulo de elasticidade do substrato. Para obter resultados precisos do módulo de elasticidade dos revestimentos devem ser utilizadas a função recíproca da exponencial (equação (5.4)), para compósitos com $E_f > E_s$ e a função exponencial (equação (5.3)) para $E_f < E_s$. Para ambos os tipos de compósitos ($E_f > E_s$ e $E_f < E_s$) pode também ser utilizada a função recíproca de Gao (equação (5.10)). Esta última função apresenta relativamente às duas anteriores a vantagem da precisão dos resultados não depender da razão entre os módulos de elasticidade do revestimento e substrato, E_f / E_s .

2.3. ANÁLISE INVERSA EM REVESTIMENTOS

No presente estudo foi também efectuada a determinação do módulo de elasticidade dos compósitos da tabela 5.2 com base na simulação numérica do ensaio de dureza com indentadores de fundo plano. Nesse sentido, foram modelados indentadores de fundo plano de geometria quadrada, com diferentes valores da área de contacto de modo a obter a evolução da dureza do compósito em função da área de contacto. A tabela 5.8 apresenta as áreas de contacto dos indentadores de fundo plano utilizados na simulação numérica, modelados segundo o procedimento utilizado para os indentadores Vickers (ver Capítulo 2). São também indicadas as profundidades de contacto Vickers equivalentes, isto é, correspondentes à mesma área de contacto no caso do indentador Vickers.

Tabela 5.8 Indentadores de fundo plano de geometria quadrada.

Indentadores	Q1	Q2	Q3	Q4	Q5	Q6	Q7
Área de contacto (μm^2)	0.25	1.00	2.25	4.00	6.25	9.00	12.25
Profundidade de contacto Vickers equivalente (μm)	0.10	0.20	0.30	0.40	0.51	0.61	0.71

O módulo de elasticidade dos compósitos foi determinado com a equação (2.2)². A representação da carga, P , em função da profundidade de indentação elástica, h_e (na simulação numérica com os indentadores planos apenas foi permitida deformação elástica dos materiais do compósito), permite determinar o valor de $2E^*a$, em que E^* é o modulo de elasticidade reduzido do compósito, $E^* = E/(1-\nu^2)$, e $a = \sqrt{(A/\pi)}$, é o raio de contacto da indentação. A figura 5.20 apresenta dois exemplos da evolução linear dos valores da carga em função da profundidade de indentação, h_e , obtidos para os compósitos C1 e C10, na simulação numérica com os indentadores de fundo plano.

² A utilização desta equação para determinar o módulo de elasticidade com indentadores não circulares pode pressupor a necessidade de introduzir um factor de correcção β , à semelhança do que acontece com a equação (2.9). Porém, tal não é necessário pois o estudo dos revestimentos e dos substratos, quando tratados como materiais maciços, não justificou a sua utilização.

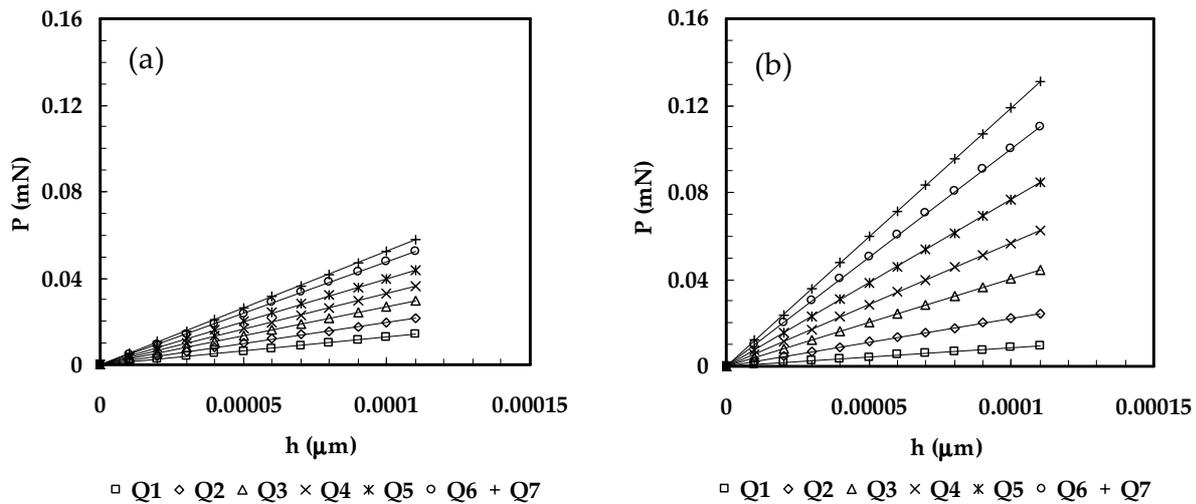


Figura 5.20 Evolução da carga com a profundidade de indentação, obtida para os compósitos C1 ($E_f/E_s=4$) e C10 ($E_f/E_s=0.25$) na simulação numérica com os indentadores de fundo plano de diferente área de contacto. (a) Compósito C1. (b) Compósito C10.

A figura 5.21 apresenta a comparação da evolução dos resultados do módulo de elasticidade dos compósitos (C1, C2, C3, C5, C9 e C10 – tabela 5.2), obtidos na simulação numérica com os indentadores de fundo plano e com o indentador Vickers V3 (figura 5.16), em função da profundidade relativa de indentação, h/t (profundidade equivalente relativa no caso dos indentadores de fundo plano). Esta figura mostra que os resultados do módulo de elasticidade não dependem da geometria de indentador utilizado (indentador de fundo plano ou Vickers).

Neste contexto, foi desenvolvida uma metodologia de análise inversa de determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos, com base na comparação dos resultados do módulo de elasticidade do compósito avaliados no ensaio experimental com indentadores Vickers (ou outros) e por simulação numérica com indentadores planos. Isto é, para uma determinada profundidade de contacto de indentação experimental, determina-se a área e o módulo de elasticidade reduzido do compósito, E^* . Em seguida procede-se à simulação numérica com um indentador de fundo plano, atribuindo um valor para o módulo de elasticidade do revestimento, E_f (Plano), que será maior que o módulo de elasticidade do compósito no caso em que $E^* > E_s^*$ ou inferior no caso contrário, $E^* < E_s^*$. Esta simulação é realizada com um indentador de fundo plano com a mesma área de contacto da indentação Vickers (ou outra) e módulo de elasticidade do substrato conhecido. O módulo de elasticidade reduzido do compósito, E^* (Plano), determinado com o indentador plano, é depois comparado com o obtido no ensaio experimental, E^* (com indentador Vickers, ou outro). Caso os dois valores apresentem a aproximação desejada, o módulo de elasticidade do

revestimento testado experimentalmente, E_f , é igual ao utilizado na simulação numérica com o indentador de fundo plano, E_f (Plano). Caso contrário, é atribuído novo valor para o módulo de elasticidade do revestimento, e todo o processo se repete. Na actualização do módulo de elasticidade do revestimento, o seu novo valor deverá ser inferior ao da estimativa anterior se $E(\text{Plano}) < E$, e superior se $E(\text{Plano}) > E$. De referir que não é necessário conhecer as propriedades plásticas dos materiais do substrato e revestimento, uma vez que na simulação numérica com os indentadores de fundo plano apenas ocorre deformação elástica do compósito. A figura 5.22 resume o algoritmo de análise inversa descrito.

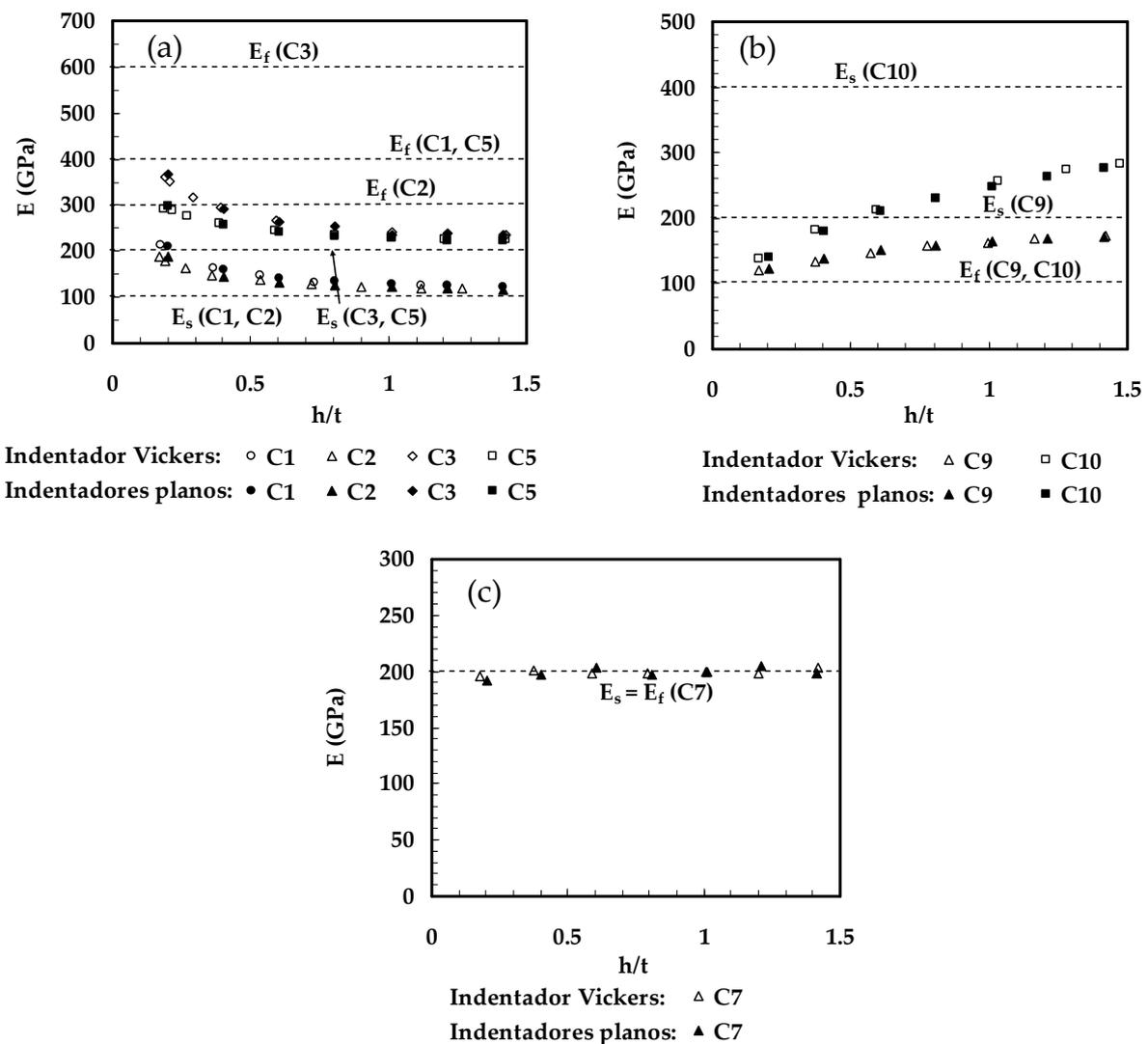


Figura 5.21 Comparação das evoluções obtidas para os valores do módulo de elasticidade dos compósitos, determinados no ensaio de dureza com indentadores Vickers e indentadores planos de geometria quadrada, em função da profundidade relativa de indentação, h/t . (a) $E_f > E_s$. (b) $E_f < E_s$. (c) $E_f = E_s$.

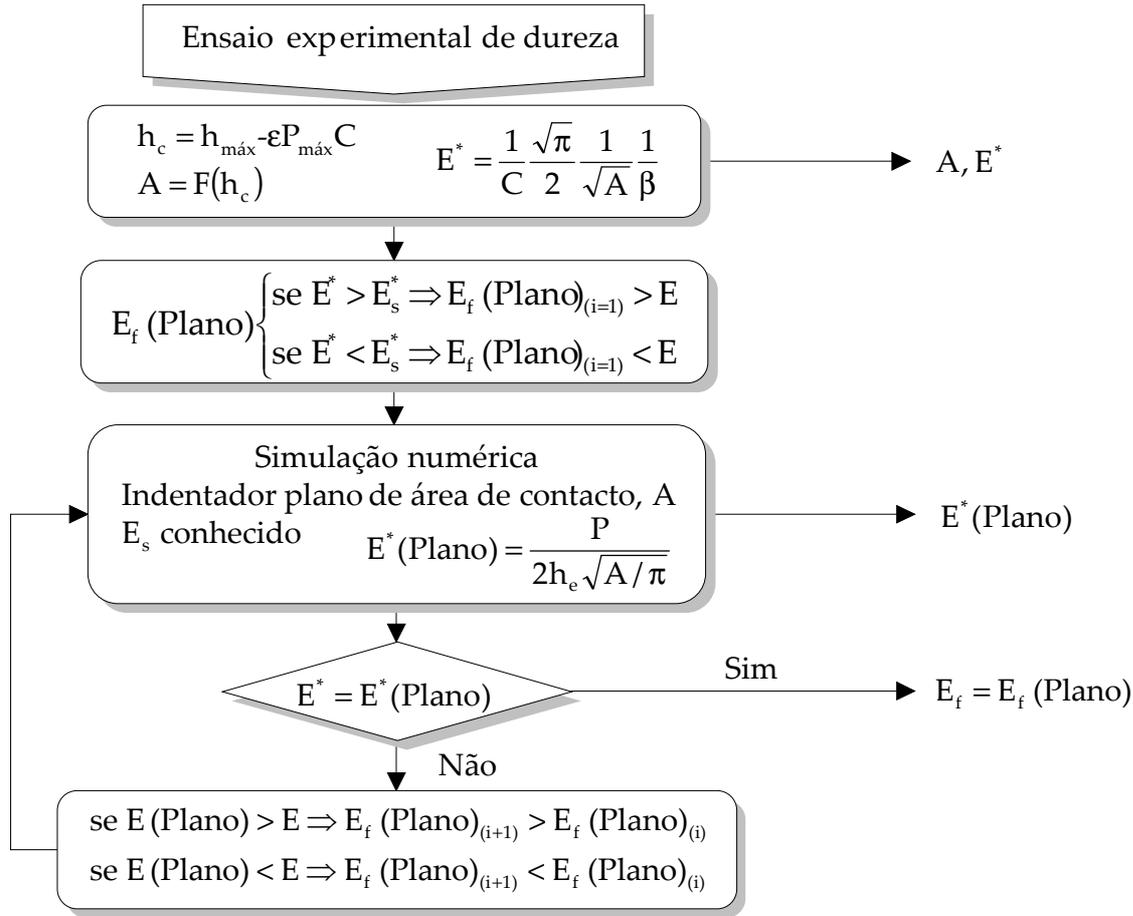


Figura 5.22 Algoritmo de análise inversa de determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos.

A metodologia de análise inversa descrita foi testada na determinação do módulo de elasticidade do revestimento dos compósitos C3 ($E_f/E_s = 600/200$) e C9 ($E_f/E_s = 100/200$). Para cada compósito foi efectuada simulação numérica do ensaio de dureza Vickers a duas profundidades máximas de indentação. Com essas profundidades foram determinadas as áreas de contacto e os módulos de elasticidade reduzidos dos compósitos. Na tabela 5.9 são resumidos esses valores.

Tabela 5.9 Resultados da simulação numérica do ensaio de dureza Vickers.

Compósitos	h/t	A (μm^2)	E^* (GPa)
C3	0.2	0.52	348.6
	1.3	12.45	258.1
C9	0.3	0.84	148.1
	1.3	12.35	190.8

Para cada uma das quatro áreas de contacto indicadas na tabela 5.9 foram modelados indentadores de fundo plano de geometria quadrada, de modo a obter

uma relação h/t igual à obtida no ensaio Vickers. Após convergência do algoritmo da figura 5.22, foram obtidos para o módulo de elasticidade do revestimento os valores indicados na tabela 5.10. Nesta tabela, os resultados do módulo de elasticidade do revestimento, E_f (igual a $E_f(\text{Plano})$), apresentam boa precisão; porém esta é maior no caso dos menores valores da profundidade relativa de indentação, h/t . De facto, para grandes profundidades de indentação, os valores do módulo de elasticidade do compósito e do substrato aproximam-se e a influência do valor do módulo de elasticidade do revestimento tende a deixar de se sentir.

Tabela 5.10 Resultados do módulo de elasticidade dos revestimentos, obtidos com o procedimento de análise inversa proposto.

Compósitos	h/t	E_f (GPa)	$E_{f(\text{Referência})}$ (GPa)	Erro (%)
C3	0.2	595	600	0.83
	1.3	625		4.17
C9	0.3	99	100	1.00
	1.3	102		2.00

A figura 5.23 apresenta a evolução do módulo de elasticidade reduzido dos compósitos em função dos valores do módulo de elasticidade dos revestimentos, $E_f(\text{Plano})$, utilizados nas sucessivas iterações da simulação numérica do ensaio de dureza com os indentadores planos. Na figura, os pontos a cheio correspondem aos valores finais do módulo de elasticidade dos revestimentos, E_f (indicados na tabela 5.10), com os quais foram obtidos valores do módulo de elasticidade reduzido dos compósitos, idênticos aos avaliados no ensaio Vickers. A figura 5.23 mostra que existe uma relação aproximadamente linear entre os valores do módulo de elasticidade determinados para o compósito e os utilizados na simulação numérica para o revestimento. Neste contexto, pode ser rapidamente obtido o valor do módulo de elasticidade do revestimento, considerando esta evolução linear dos valores do módulo de elasticidade, no algoritmo da figura 5.22. Assim, são suficientes os resultados obtidos em duas simulações numéricas com diferentes valores do módulo de elasticidade do revestimento, a partir das quais é possível efectuar uma primeira aproximação do módulo de elasticidade do revestimento. Esse valor do módulo de elasticidade do revestimento é depois utilizado na simulação numérica, de modo a efectuar a sua confirmação ou, caso seja necessário, possibilitar o seu refinamento.

Em conclusão, a metodologia de análise inversa proposta, de determinação do módulo de elasticidade dos revestimentos, tem como principal vantagem o facto de apenas necessitar do conhecimento do módulo de elasticidade do compósito e da área de contacto experimental, a qualquer profundidade de indentação, facto que o torna extremamente expedito.

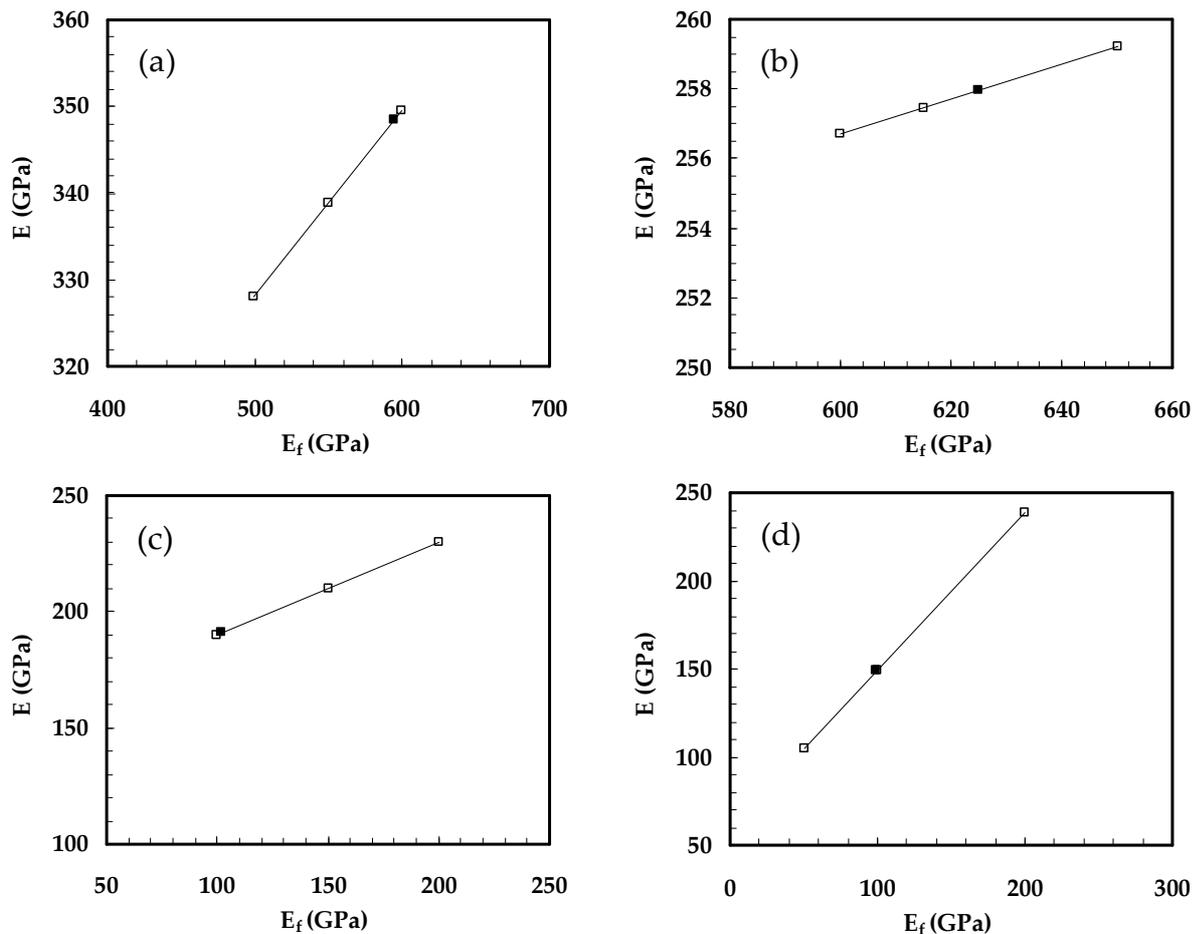


Figura 5.23 Evolução dos valores do módulo de elasticidade do compósito em função do módulo de elasticidade do revestimento (valores utilizados como dado de entrada na simulação numérica com indentadores de fundo plano), obtida para os compósitos C3 e C9. (a) Compósito C3, $h/t=0.2$. (b) Compósito C3, $h/t=1.3$. (c) Compósito C9, $h/t=0.3$. (d). Compósito C9, $h/t=1.3$. A cheio indica-se o valor final, isto é, obtido na última iteração do algoritmo da figura 5.22.

2.4. VALIDAÇÃO EXPERIMENTAL

Nesta secção recorre-se a resultados experimentais de outros autores (Menčík *et al.*, 1997; Saha e Nix, 2002), para confirmar as conclusões sobre os modelos, apresentados e propostos, de determinação do módulo de elasticidade de revestimentos. Os mesmos resultados são também utilizados para validar experimentalmente a metodologia de análise inversa, proposta com o mesmo objectivo.

Quatro casos de compósitos reais foram retirados do trabalho de Menčík *et al.* (1997). Estes compósitos são constituídos pela combinação de dois revestimentos (TbFe+Fe e TbFe+CoFeMnBSi) com dois substratos (silício e vidro). Na tabela 5.11 são indicadas as constantes elásticas dos substratos, E_s e ν_s . As propriedades elásticas dos revestimentos são, *a priori*, desconhecidas. Menčík *et al.* (1997) ensaiaram o

mesmo revestimento depositado em dois substratos escolhidos de tal modo que, num caso, $E_f < E_s$ e noutro, $E_f > E_s$. Deste modo, quando um modelo descreve adequadamente o comportamento dos compósitos, os valores determinados para os dois módulos de elasticidade devem ser semelhantes.

Tabela 5.11 Propriedades elásticas dos materiais dos substratos (Menčík *et al.*, 1997).

Substratos	E_s (GPa)	ν_s
Silício	173.8	0.20
Vidro	64.8	0.24

Os resultados experimentais dos compósitos foram obtidos no ensaio de dureza Berkovich. A figura 5.24 apresenta a evolução dos valores do módulo de elasticidade reduzido, E^* , com a profundidade relativa da indentação (h/t). Os compósitos com o mesmo substrato apresentam uma evolução semelhante. Assim, é de esperar que o módulo de elasticidade reduzido seja idêntico para ambos os revestimentos. O seu valor situa-se no intervalo indicado na figura 5.24: $119 \text{ GPa} < E_f^* \leq 151 \text{ GPa}$. Além disso, a maior curvatura dos resultados dos compósitos cujo substrato é o vidro, para valores pequenos de h/t , leva a supor que o módulo de elasticidade se situa acima do ponto médio daquele intervalo, isto é $135 \text{ GPa} < E_f^* \leq 151 \text{ GPa}$. Ou seja, na hipótese do coeficiente de Poisson do material do revestimento ser $\nu_f = 0.3$, como pressupõe Menčík *et al.* (1997), o valor de E_f situa-se no intervalo: $123 \leq E_f \leq 137 \text{ GPa}$.

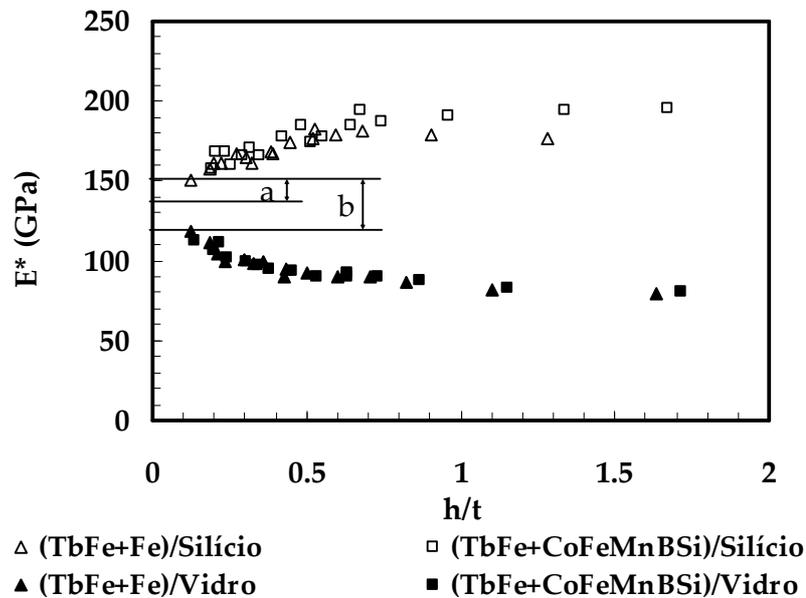


Figura 5.24 Módulo de elasticidade reduzido do compósito em função da profundidade relativa de indentação. Na figura, os intervalos, a e b, são $135 \text{ GPa} < E_f^* \leq 151 \text{ GPa}$ e $119 \text{ GPa} < E_f^* \leq 151 \text{ GPa}$, respectivamente. (Adaptado de Menčík *et al.* (1997))

A aplicação dos modelos de determinação do módulo de elasticidade de revestimentos aos resultados experimentais da figura 5.24, fixando os módulos de elasticidade dos substratos, conduziu a valores muito dependentes do substrato e fora do intervalo atrás mencionado ($123 \text{ GPa} \leq E_f \leq 137 \text{ GPa}$).

Na tabela 5.12 apresentam-se os resultados do módulo de elasticidade dos revestimentos determinados, com os mesmos modelos, segundo o procedimento em que o módulo de elasticidade do substrato é obtido no ajuste. A função de Doerner e Nix e a equação (5.6) conduzem a resultados fora do intervalo acima mencionado, existindo grande diferença entre os valores do módulo de elasticidade determinados, para cada revestimento, com diferentes substratos. Para os compósitos TbFe+Fe/Silício e TbFe+Fe/Vidro, a diferença entre os valores do módulo de elasticidade do revestimento é menor quando utilizada a função exponencial, a recíproca da exponencial e a recíproca de Gao. Nos compósitos TbFe+CoFeMnBSi/Silício e TbFe+CoFeMnBSi/Vidro, as funções de Gao e recíproca de Gao fornecem, em cada caso valores muito próximos para o módulo de elasticidade do revestimento. Além disso, os resultados apresentados na tabela 5.12 permitem constatar que a função recíproca de Gao é aquela em que, para ambos os revestimentos, a diferença entre os valores do módulo de elasticidade é menor, sendo os únicos que se situam sempre no intervalo previsto.

Tabela 5.12 Resultados do módulo de elasticidade do revestimento, considerando desconhecido o módulo de elasticidade do substrato.

Compósitos	Exponencial	Recíproca exponencial	Doerner e Nix	Equação (5.6)	Gao <i>et al.</i>	Recíproca Gao
E_f (GPa)						
(TbFe+Fe)/Silício	118.4	122.7	149.6	154.0	126.7	130.2
(TbFe+Fe)/Vidro	120.7	120.4	111.2	121.5	118.6	133.0
Diferença	2.3	2.3	38.4	32.5	8.1	2.8
(TbFe+CoFeMnBSi)/Silício	126.2	130.0	151.3	159.7	119.7	127.7
(TbFe+CoFeMnBSi)/Vidro	114.0	114.3	105.9	110.1	115.9	128.2
Diferença	12.2	15.7	45.4	49.6	3.8	0.5

O algoritmo de análise inversa da figura 5.22 foi também utilizado na determinação do módulo de elasticidade destes revestimentos. Para tal, recorreu-se em cada compósito a valores do módulo de elasticidade reduzido determinados nos ensaios experimentais, a três profundidades de indentação relativas h/t entre 0.2 e 0.3. Estas razões h/t garantem valores experimentais precisos da área de contacto da indentação, para as espessuras habituais, numa zona com influência moderada do substrato nos resultados do módulo de elasticidade do compósito. Para cada uma das profundidades foi modelado um indentador plano de geometria quadrada (num total de 12 indentadores), com área de contacto equivalente à da indentação piramidal (ou, mais precisamente, com

a mesma razão h/t). Na tabela 5.13 apresentam-se os valores médios do módulo de elasticidade dos revestimentos determinados no procedimento de análise inversa, para cada um dos quatro compósitos. Para cada revestimento, é mínima a diferença entre os valores do módulo de elasticidade determinados com os compósitos com diferente substrato. Estes valores aproximam-se dos determinados nos modelos (tabela 5.12), especialmente com a função recíproca de Gao, sendo, no entanto, ligeiramente superiores.

Tabela 5.13 Resultados médios do módulo de elasticidade dos revestimentos, determinados com o procedimento de análise inversa.

Análise Inversa	(TbFe+Fe)/Silício	(TbFe+Fe)/Vidro
E_f (GPa)	136.2	135.9
Diferença	0.3	
	(TbFe+CoFeMnBSi)/Vidro	(TbFe+CoFeMnBSi)/Silício
E_f (GPa)	134.6	133.4
Diferença	1.2	

Para avaliar o desempenho dos modelos e da metodologia de análise inversa, quando a diferença entre E_f e E_s é grande, foram também analisados resultados experimentais obtidos por Saha e Nix (2002). Escolhemos dois compósitos cujo revestimento é o tungsténio e os substratos são o silício e o vidro. Resultados experimentais obtidos por Saha e Nix (2002) no revestimento de tungsténio depositado em safira, com uma espessura de $2.16 \mu\text{m}$, permitem concluir que o módulo de elasticidade do revestimento de tungsténio é ligeiramente inferior ao indicado para o tungsténio maciço (os módulos de elasticidade da safira e do tungsténio são muito próximos: 440 e 410 GPa, respectivamente). A profundidades de indentação muito pequenas, isto é h/t inferiores a cerca de $0.025 \mu\text{m}$, estes autores obtiveram valores do módulo de elasticidade do compósito entre 350 e 400 GPa. Na tabela 5.14 são indicadas as constantes elásticas do substrato.

Tabela 5.14 Propriedades elásticas dos materiais dos substratos (Saha e Nix, 2002).

Substratos	E_s (GPa)	ν_s
Silício	172	0.25
Vidro	73	0.25

Os resultados experimentais do compósito foram obtidos no ensaio de dureza Berkovich. A figura 5.25 apresenta a evolução do módulo de elasticidade do compósito, E , com a profundidade de indentação relativa (h/t). O valor de E foi calculado supondo o coeficiente de Poisson do compósito igual a 0.25 (Saha e Nix, 2002).

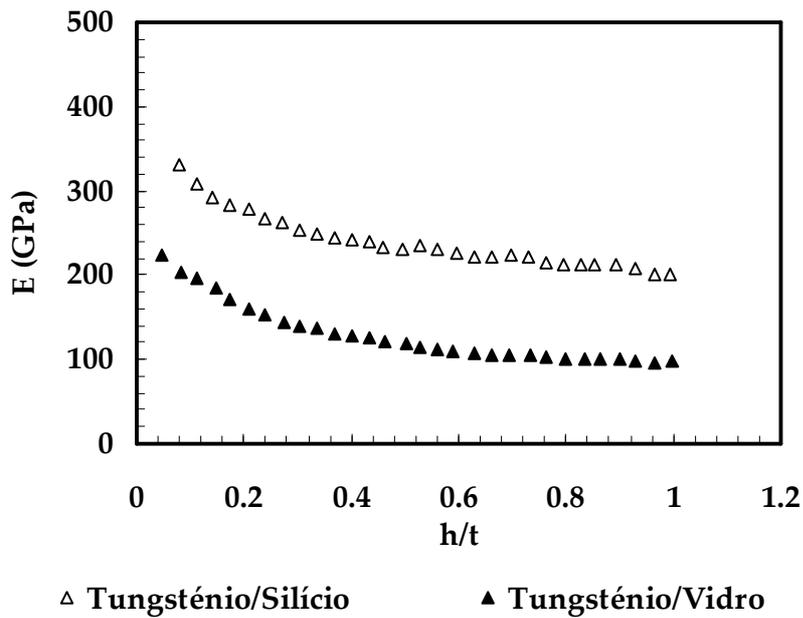


Figura 5.25 M dulo de elasticidade do comp sito em funç o da profundidade relativa de indentaç o. (Adaptado de Saha e Nix (2002))

Uma vez mais, a aplicaç o dos modelos de determinaç o do m dulo de elasticidade de revestimentos aos resultados experimentais da figura 5.25, fixando os m dulos de elasticidade dos substratos, conduziu a valores inaceit veis para o m dulo de elasticidade do revestimento.

Na tabela 5.15 apresentam-se os resultados do m dulo de elasticidade dos revestimentos determinados com os modelos, segundo o procedimento em que o m dulo de elasticidade do substrato   obtido no ajuste. De uma maneira geral, os resultados situam-se fora do intervalo estimado para o m dulo de elasticidade do revestimento (350 – 400 GPa), com exceç o da funç o rec proca da exponencial e da rec proca de Gao para o comp sito tungst nio/sil cio. Os maus resultados obtidos com todos os modelos para o comp sito tungst nio/vidro podem estar relacionados com imprecis es experimentais, numa situaç o em que a raz o entre os m dulos de elasticidade do revestimento e do substrato   de cerca de 5. Mesmo assim,   de realçar que o melhor resultado   obtido com a funç o rec proca de Gao (313.2 GPa).

Tabela 5.15 Resultados do m dulo de elasticidade do revestimento, considerando desconhecido o m dulo de elasticidade do substrato.

Comp�sitos	Exponencial	Rec�proca exponencial	Doerner e Nix	Equa�o (5.6)	Gao <i>et al.</i>	Rec�proca Gao
	E_f (GPa)					
Tungst�nio/Sil�cio	248.1	360.5	265.4	303.0	343.1	396.2
Tungst�nio/Vidro	235.5	249.1	123.3	204.9	236.9	313.2

Na tabela 5.16 apresentam-se os resultados obtidos por análise inversa. Em cada compósito, recorreu-se a valores do módulo de elasticidade determinados nos ensaios experimentais, a três profundidades de indentação relativas h/t entre 0.2 e 0.3. Para cada uma das profundidades foi modelado um indentador plano de geometria quadrada (num total de 6 indentadores), com área de contacto equivalente à da indentação piramidal (com a mesma razão h/t). Em ambos os compósitos, os resultados são satisfatórios, comparativamente com os obtidos pelos modelos. No caso do compósito tungsténio/silício o valor do módulo de elasticidade do revestimento está próximo do limite superior do intervalo (350 – 400 GPa). É de realçar que, para o compósito tungsténio/vidro, o resultado mais próximo deste intervalo, corresponde ao obtido com o procedimento de análise inversa.

Tabela 5.16 Resultados médios do módulo de elasticidade do revestimento, determinado com o procedimento de análise inversa.

Análise Inversa	Tungsténio/Silício	Tungsténio/Vidro
E_f (GPa)	403.9	335.3

Em conclusão, estes resultados vão de encontro aos obtidos numericamente. Além disso, a função recíproca de Gao e a metodologia de análise inversa propostas apresentam grande robustez e qualidade dos resultados, quando aplicadas a casos experimentais.

CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS DE TRABALHO

1. CONCLUSÕES

O estudo realizado aborda questões relacionadas com a utilização do ensaio dinâmico de dureza Vickers na caracterização mecânica de materiais maciços e compósitos. A simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers serviu de suporte para a maioria dos estudos realizados. Sempre que possível, os resultados e metodologias desenvolvidas com base na simulação numérica foram confrontados com a análise experimental. Resumem-se aqui as principais conclusões do trabalho realizado.

1.1. CURVAS DE CARGA-DESCARGA

Os equipamentos dinâmicos de dureza, permitindo o traçado das curvas de carga-descarga, dotaram o ensaio de maior capacidade de caracterização mecânica dos materiais. A correcta interpretação da informação contida nas curvas de carga-descarga, e particularmente da componente de descarga, assume vital importância quando se procura obter resultados precisos para as propriedades mecânicas. No presente trabalho, a simulação numérica tridimensional do ensaio de dureza Vickers foi utilizada no estudo da curva de carga-descarga de diferentes materiais. O estudo desenvolvido permitiu extrair as seguintes conclusões:

- (a) As curvas de carga-descarga numéricas não dependem do valor do coeficiente de atrito considerado para o contacto entre o indentador Vickers e a amostra. Contudo, a deformação plástica na região da indentação, em grandeza e em distribuição, é influenciada pelo valor do coeficiente de atrito.

- (b) As curvas de carga-descarga, a diversas profundidades de indentação, obtidas por simulação numérica apresentam similitude, isto é, podem ser deduzidas umas das outras multiplicando os valores da profundidade de indentação por um valor escolhido e, simultaneamente, multiplicando a carga pelo quadrado desse valor.
- (c) A utilização de uma fracção da curva de descarga (60 a 90%), no ajuste por uma equação de potência, fornece valores da complacência que permitem obter maior precisão na determinação do módulo de elasticidade, comparativamente à utilização da totalidade da curva.

1.2. GEOMETRIA DA INDENTAÇÃO

A qualidade dos resultados das propriedades mecânicas determinadas no ensaio de dureza depende, de forma sensível, da precisão obtida para a área de contacto das indentações. No estudo realizado, a geometria da superfície das indentações está relacionada com as propriedades mecânicas dos materiais. A análise dos resultados obtidos na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers de um conjunto de materiais com diferentes propriedades mecânicas permitiu concluir que:

- (a) A formação de lábio no bordo da indentação é potenciada por valores da razão entre as profundidades de indentação residual após descarga e à carga máxima, $h_f/h_{máx}$, superiores a 0.8 (isto é, para valores da razão entre a dureza e o módulo de elasticidade, H/E , próximos de zero) associados a pequenos valores do coeficiente de encruamento.
- (b) A área de contacto determinada segundo o procedimento experimental que utiliza a curva de descarga, não toma em consideração a alteração da geometria da superfície das indentações, este procedimento promove a sobreavaliação da dureza e do módulo de elasticidade quando existe formação de lábio no bordo das indentações.
- (c) Na determinação do módulo de elasticidade é necessário considerar um coeficiente de correcção, β , referente à geometria do indentador. No caso do indentador Vickers o factor de correcção é igual a 1.05.

1.3. GEOMETRIA DO INDENTADOR

A influência da geometria imperfeita dos indentadores na área de contacto é, geralmente, corrigida através de métodos indirectos ou iterativos. Contudo, a precisão das propriedades mecânicas fica muitas vezes limitada devido a

dificuldades de aplicação e/ou limitações dos métodos. No presente trabalho, o indentador Vickers foi modelado com um plano de ponta (“*offset*”), com diferentes dimensões. Assim, foi possível estudar a influência da dimensão do plano de ponta do indentador Vickers nos resultados das propriedades mecânicas. Os resultados obtidos na simulação numérica do ensaio de dureza Vickers de quatro materiais reais e de um conjunto de materiais fictícios, permitiram concluir que:

- (a) Para corrigir o efeito do “*offset*” do indentador Vickers nas curvas de carga-descarga basta utilizar a função de área do indentador.
- (b) No caso em que a área de contacto da indentação é determinada com o contorno formado pelos nós da malha de elementos finitos em contacto com o indentador à carga máxima, o módulo de elasticidade é determinado com precisão quando é utilizado um coeficiente de correcção β igual a 1.05, independentemente da dimensão do plano de ponta do indentador e do material testado.
- (b) A precisão da área de contacto e conseqüentemente das propriedades mecânicas dependem fundamentalmente do tipo de geometria da superfície da indentação, que é independente da dimensão do “*offset*”.

1.4. ANÁLISE INVERSA EM MATERIAIS MACIÇOS

A evolução dos equipamentos dinâmicos de dureza permite a sua utilização na determinação de propriedades mecânicas classicamente estimadas no ensaio de tracção. O presente estudo procurou representar mais uma contribuição neste domínio de investigação, de que resultou uma proposta de metodologia de análise inversa para materiais maciços. Como principais conclusões deste estudo referem-se:

- (a) O valor da deformação plástica característica, independente do coeficiente de encruamento, é ligeiramente influenciado pelos valores do módulo de elasticidade e da tensão característica do material. Uma relação empírica (equação 4.14) permite determinar o valor da tensão característica com base nos resultados experimentais da dureza e do módulo de elasticidade. O método proposto é facilmente adaptável a qualquer geometria de indentador.
- (b) O procedimento de análise inversa estabelecido permite numa primeira fase, determinar o valor da tensão característica e proceder à respectiva optimização. Posteriormente, permite determinar o coeficiente de encruamento e a tensão limite de elasticidade. A metodologia proposta utiliza a curva de carga obtida experimentalmente no ensaio de dureza, para

efectuar a determinação da tensão característica. O coeficiente de encruamento e a tensão limite de elasticidade são determinados com base no valor da rigidez avaliado com a curva de descarga experimental.

- (c) Os resultados da aplicação do procedimento de análise inversa a três materiais reais mostraram a existência de sensibilidade do coeficiente de encruamento em relação às propriedades plásticas, particularmente no caso de materiais com pequeno valor da tensão limite de elasticidade. Contudo, o procedimento sugerido permite obter unicidade para o coeficiente de encruamento, qualquer que seja o material, resultando a precisão do coeficiente de encruamento condicionada pelo erro cometido no cálculo experimental da rigidez do material.

1.5. MODELAÇÃO DE REVESTIMENTOS FINOS

A utilização dos ensaios dinâmicos de dureza na caracterização mecânica de revestimentos finos apresenta dificuldades acrescidas, uma vez que a resposta do compósito à indentação é uma função complexa das propriedades mecânicas do substrato e do revestimento. No estudo desenvolvido foi efectuada a simulação numérica do ensaio de dureza Vickers de um conjunto de compósitos com diferentes propriedades mecânicas. Do estudo realizado obtiveram-se como principais conclusões as seguintes:

- (a) O coeficiente de correcção geométrico, β , igual a 1.05 para a geometria Vickers, permite também obter resultados precisos do módulo de elasticidade no caso dos materiais compósitos.
- (b) O estudo dos perfis de indentação obtidos na simulação numérica mostrou a existência de uma dependência da geometria da indentação em relação à profundidade máxima de indentação e às propriedades plásticas do revestimento e do substrato. Para os compósitos com razão σ_f/σ_s igual a 1, a geometria da superfície da indentação tende a evoluir com a profundidade máxima de indentação, de uma forma típica do material do revestimento para a do substrato, quando testados como materiais maciços. No caso em que a dureza do revestimento é superior à do substrato (σ_f/σ_s maior que 1), aparentemente, a superfície das indentações apresenta afundamento, independentemente das propriedades elásticas do revestimento e do substrato.
- (c) Mesmo no caso de indentações realizadas em revestimentos relativamente espessos (0.5 μm), a deformação elástica do substrato inicia-se para fracas profundidades máximas de indentação (aproximadamente 1% da espessura

do revestimento). Este facto indica a necessidade de utilizar modelos (funções de peso) para extrair o módulo de elasticidade dos revestimentos a partir dos resultados obtidos para o compósito, a diferentes profundidades de contacto.

- (d) Quando se utiliza modelos para determinar o módulo de elasticidade de revestimentos, deverá ser utilizado um procedimento que não obrigue ao conhecimento prévio do módulo de elasticidade do substrato. Para obter resultados precisos do módulo de elasticidade dos revestimentos devem ser utilizadas a função recíproca da exponencial (equação (5.4)), para compósitos com $E_f > E_s$ e a função exponencial (equação (5.3)) para $E_f < E_s$. Para todos tipos de compósitos ($E_f > E_s$ e $E_f < E_s$) pode também ser utilizada a função recíproca de Gao (equação (5.10)).

1.6. ANÁLISE INVERSA EM REVESTIMENTOS

À semelhança do alcançado para os materiais maciços, foi também desenvolvida uma metodologia de análise inversa para os revestimentos. A metodologia proposta possibilita a determinação, precisa e expedita, do módulo de elasticidade de revestimentos com base nos resultados obtidos no ensaio experimental de dureza com indentadores de geometria comum (por exemplo a Vickers) e por simulação numérica com indentadores de fundo plano.

Neste momento, está criada uma plataforma de base que permite ambicionar pelo estabelecimento, a breve prazo, de uma metodologia de análise inversa que permita também a determinação das propriedades plásticas dos revestimentos, nomeadamente a tensão limite de elasticidade e o coeficiente de encruamento.

2. PERSPECTIVAS DE TRABALHO

A finalizar, referem-se alguns aspectos cujo estudo irá permitir aprofundar e desenvolver o conhecimento sobre o processo de indentação. Neste contexto, é necessário desenvolver esforço de investigação em dois âmbitos: evolução do código de elementos finitos e da modelação do ensaio; estudo detalhado de aspectos do processo de indentação em maciços e revestimentos finos.

No que se refere ao desenvolvimento do código de elementos finitos, HAFILM, parece relevante a implementação de leis de comportamento, para os materiais, que integrem na sua formulação a influência dos gradientes de deformação plástica. Deste modo, será conseguida uma melhor aproximação entre as condições da simulação numérica e as do ensaio experimental de dureza, modelando convenientemente o designado efeito de tamanho de indentação (ISE).

Em termos da modelação do ensaio, é oportuna a realização da optimização da malha de elementos finitos, nomeadamente do refinamento dos elementos. No presente trabalho houve a preocupação de estudar a influência do refinamento da malha de elementos finitos nos resultados das propriedades mecânicas e no tempo de cálculo. Contudo, o constante desenvolvimento dos equipamentos informáticos, com o conseqüente aumento da velocidade de cálculo, permite agora considerar modelações que antes eram bastante limitativas devido ao tempo consumido no cálculo. Por outro lado, a modelação efectuada do indentador Vickers considera-o perfeitamente rígido. No caso dos materiais cuja dureza se situa no intervalo considerado no presente trabalho esta aproximação é aceitável. Contudo, no caso de indentações realizadas em revestimentos de maior dureza é necessário tomar em consideração a deformação elástica do indentador. Assim, no sentido de aprofundar o conhecimento sobre a influência da deformação elástica do indentador nos resultados das propriedades mecânicas, surge também oportuna a realização de um estudo com indentadores deformáveis.

No que diz respeito aos aspectos associados ao processo de indentações em materiais maciços e revestimentos finos, são assunto de estudo os seguintes:

- (a) Realização de um estudo detalhado sobre a determinação da complacência do equipamento de ensaio de dureza experimental.
- (b) Estudo da influência das tensões residuais nos resultados das propriedades mecânicas.
- (c) Estudo comparativo dos resultados obtidos com diferentes geometrias de indentador, por exemplo a Vickers, a Berkovich e a cónica, no sentido de estabelecer uma equivalência entre os diferentes ensaios.
- (d) Desenvolvimento de uma metodologia de análise inversa para determinação das propriedades plásticas de materiais compósitos.

PROGRAMA DE ELEMENTOS FINITOS HAFILM

O programa HAFILM é um código de elementos finitos tridimensionais, desenvolvido para efectuar a simulação numérica do ensaio dinâmico de dureza. Este programa comporta interfaces com programas de pré e pós-tratamento de dados, malhadores e interfaces gráficas, respectivamente.

O contínuo desenvolvimento do programa, que é baseado numa estrutura modular aberta, permite a fácil actualização, por exemplo, em termos de leis de comportamento dos materiais, métodos de cálculo e optimização, tipos de elementos finitos disponíveis, etc. Apesar do presente trabalho não se centrar no desenvolvimento do referido código, são referidos de forma breve os principais aspectos relacionados com a sua formulação.

1. MODELO MECÂNICO DO PROGRAMA HAFILM

O modelo mecânico que está na base do programa de elementos finitos, HAFILM, trata o processo de indentação no domínio das grandes transformações elastoplásticas. O modelo constitutivo do material a deformar recorre ao critério de anisotropia de Hill (1948) com encruamento isotrópico, definido pela lei de Swift (1952). O contacto com atrito entre o indentador e o corpo deformável é simulado recorrendo à lei de Coulomb. De forma a possibilitar o tratamento simultâneo do problema da deformação e do contacto com atrito, é aplicado o método do Lagrangeano aumentado. O problema assim formulado é contínuo e diferenciável. Para a sua resolução utiliza-se um algoritmo totalmente implícito, que permite resolver num único ciclo iterativo as não-linearidades relacionadas com o contacto com atrito e com o comportamento elastoplástico do material (Menezes e Teodosiu, 2000).

1.1. FORMULAÇÃO ELASTOPLÁSTICA

A lei de comportamento elastoplástico pode ser representada por (Desaxce e Feng, 1991):

$$\dot{\sigma}^J = C^{ep} : D, \quad (I.1)$$

onde C^{ep} é um tensor de quarta ordem designado de módulo elastoplástico, D é o tensor velocidade de deformação e $\dot{\sigma}^J$ é a derivada objectiva de Jaumann do tensor das tensões de Cauchy σ :

$$\dot{\sigma}^J = \dot{\sigma} + \sigma W - W\sigma, \quad (I.2)$$

onde $\dot{\sigma}$ é a derivada temporal do tensor das tensões de Cauchy e W é o tensor velocidade de rotação definido por:

$$W = \dot{R}R^T, \quad (I.3)$$

em que R é o tensor da rotação elástica. A superfície limite de elasticidade é descrita usando:

$$f(\bar{\sigma}, \sigma_c) = \bar{\sigma} - \sigma_c = 0. \quad (I.4)$$

Nesta equação σ_c é a tensão limite de elasticidade em tracção, a qual é função de um parâmetro escalar, que representa o encruamento isotrópico descrito pela lei de Swift (1952):

$$\sigma_c = C(\varepsilon_0 + \varepsilon_p)^n, \quad (I.5)$$

onde C , ε_0 e n são constantes do material.

A tensão equivalente $\bar{\sigma}$ é definida pela forma quadrática:

$$\bar{\sigma}^2 = \sigma : M : \sigma, \quad (I.6)$$

em que M é um tensor de anisotropia simétrico de quarta ordem. A evolução deste tensor durante o processo de deformação é dada em função do tensor inicial de anisotropia \hat{M} correspondente ao critério de Hill (1948):

$$M_{ijkl} = R_{in} R_{jp} R_{kp} R_{ms} \hat{M}_{npqs}. \quad (I.7)$$

1.2. CONTACTO COM ATRITO

Uma das principais dificuldades da simulação numérica do ensaio de dureza está relacionada com o facto das condições de fronteira dependerem do tempo, consequência do problema do contacto com atrito entre o indentador e o corpo deformável. Para resolver este problema, recorre-se a um Lagrangeano aumentado que permite definir um problema equivalente cuja solução é a mesma do problema inicial (por exemplo: Menezes e Teodosiu, 2000; Desaxce e Feng, 1991; Simo e Laursen, 1992). Deste modo, obtém-se uma formulação única que contempla simultaneamente o equilíbrio estrutural e o contacto com atrito. O problema assim formulado conduz ao seguinte sistema não-linear misto:

$$\begin{cases} [F^{\text{int}}(\mathbf{u})] + [F^{\text{equi}}(\mathbf{u}, \boldsymbol{\lambda})] - [F^{\text{ext}}] \\ [F^{\text{sup}}(\mathbf{u}, \boldsymbol{\lambda})] \end{cases} = \mathbf{R}(\mathbf{u}, \boldsymbol{\lambda}) = 0, \quad (\text{I.8})$$

onde $F^{\text{int}}(\mathbf{u})$ e F^{ext} representam as forças internas e externas, $F^{\text{equi}}(\mathbf{u}, \boldsymbol{\lambda})$ e $F^{\text{sup}}(\mathbf{u}, \boldsymbol{\lambda})$ são dois operadores associados às condições de fronteira devidas ao contacto com atrito. A equação (I.8) representa um sistema de seis equações a seis incógnitas, onde três correspondem a deslocamentos (\mathbf{u}) e as restantes são forças de contacto ($\boldsymbol{\lambda}$).

1.3. SIMULAÇÃO NUMÉRICA

Na simulação numérica do ensaio de dureza surgem dois tipos de não linearidades: uma correspondente às grandes transformações elastoplásticas e outra que diz respeito ao contacto com atrito. A grande maioria dos programas de cálculo existentes necessita de dois ciclos iterativos para a resolução dos problemas anteriores. O programa de elementos finitos apresentado, HAFILM, utiliza um algoritmo de Newton-Raphson totalmente implícito. Assim, todas as não-linearidades induzidas pelo comportamento elastoplástico dos materiais e pelo contacto com atrito são tratadas simultaneamente num único ciclo iterativo (Menezes e Teodosiu, 2000). A evolução do processo de deformação é descrito através de uma formulação Lagrangeana reactualizada, isto é, a configuração do corpo deformável, no instante t_e , é tomada como referência para o intervalo de tempo $[t_e, t_e + \Delta t_e]$, onde Δt_e é o incremento de tempo. Quando a solução para o intervalo de tempo corrente é conhecida, a configuração e as variáveis de estado são actualizadas, servindo aquela solução como configuração de referência durante o incremento subsequente.

1.4. ELEMENTOS FINITOS

O programa de elementos finitos HAFILM possui na sua biblioteca três tipos de elementos finitos isoparamétricos: tetraedro de quatro nós, pentaedro de seis nós e

hexaedro de oito nós. A implementação destes elementos é bastante fácil. Contudo, são necessárias algumas precauções quando se aplica a problemas que envolvam grandes deformações. Quando o método numérico utiliza uma integração total, a conservação de volume assumida pelo modelo mecânico para as deformações plásticas gera uma rigidez artificial nos elementos, que alteram a solução do problema. A utilização de um método de integração reduzida selectiva permite obter uma melhoria significativa no desempenho dos elementos quando os problemas se situam no domínio das grandes deformações. No método numérico apresentado, é aplicada a integração reduzida selectiva em alguns dos termos da matriz rigidez. As componentes hidrostáticas dos gradientes da velocidade são consideradas constantes no elemento e calculadas no seu ponto central (ponto de integração reduzida). As restantes componentes são calculadas com um algoritmo de integração completa. A discretização espacial do corpo deformável conduz ao sistema linear global, resultante da linearização da equação (I.8), o qual é calculado e resolvido em cada iteração do algoritmo implícito de Newton-Raphson (Menezes e Teodosiu, 2000):

$$\begin{cases} [K_{AB}]_{ij} \{du_B\}_j + [T_A]_{ij} + [Q_A]_{ij} \{d\lambda_A\}_j = \{f_A^1\}_i \\ [T_A]_{ij} \{du_A\}_j + [P_A]_{ij} \{d\lambda_A\}_j = \{f_A^2\}_i \end{cases} \quad (I.9)$$

Neste sistema de equações, A e B correspondem à numeração global dos nós, du e $d\lambda$ são os vectores nodais do incremento de deslocamento e incremento de força de contacto. $[K_{AB}]_{ij}$ é a matriz de rigidez global, que é independente do estatuto de contacto dos nós. Os restantes termos do sistema (I.9) dependem directamente do estatuto de contacto dos nós e estão associados aos operadores de contacto F^{equi} e F^{sup} (equação I.8). Este sistema não é simétrico e é normalmente muito mal condicionado. Por este motivo, são necessários métodos robustos para a sua resolução.

FUNÇÕES ADIMENSIONAIS Π

As funções adimensionais Π , propostas por Dao *et al.* (2001) na forma explícita para o indentador cônico ($\phi = 70.3^\circ$), são:

$$\begin{aligned} \Pi_1 \Rightarrow \frac{k_1}{\sigma_r} = \Pi_1 \left(\frac{E_R}{\sigma_r} \right) = \\ -1.131 \left[\ln \left(\frac{E_R}{\sigma_r} \right) \right]^3 + 13.635 \left[\ln \left(\frac{E_R}{\sigma_r} \right) \right]^2 \\ - 30.594 \left[\ln \left(\frac{E_R}{\sigma_r} \right) \right] \\ + 29.267, \end{aligned} \quad (\text{II.1})$$

$$\begin{aligned} \Pi_2 \Rightarrow \frac{1}{E_R h_{\text{máx}} C} = \Pi_2 \left(\frac{E_R}{\sigma_r}, n \right) = \\ (-1.40557n^3 + 0.77526n^2 + 0.15830n - 0.06831) \left[\ln \left(\frac{E_R}{\sigma_r} \right) \right]^3 \\ + (17.93006n^3 - 9.22091n^2 - 2.37733n + 0.86295) \left[\ln \left(\frac{E_R}{\sigma_r} \right) \right]^2 \\ + (-79.99715n^3 + 40.5562n^2 + 9.00157n - 2.54543) \left[\ln \left(\frac{E_R}{\sigma_r} \right) \right] \\ + (122.65069n^3 - 63.88418n^2 - 9.58936n + 6.20045), \end{aligned} \quad (\text{II.2})$$

$$\begin{aligned}
\Pi_3 \Rightarrow \frac{h_f}{h_{\max}} &= \Pi_3 \left(\frac{\sigma_r}{E_R}, n \right) = \\
& (0.010100n^2 + 0.0017639n - 0.0040837) \left[\ln \left(\frac{\sigma_r}{E_R} \right) \right]^3 \\
& + (0.14386n^2 + 0.018153n - 0.088198) \left[\ln \left(\frac{\sigma_r}{E_R} \right) \right]^2 \\
& + (0.59505n^2 + 0.034074n - 0.65417) \left[\ln \left(\frac{\sigma_r}{E_R} \right) \right] \\
& + (0.58180n^2 - 0.08846n - 0.67290),
\end{aligned} \tag{II.3}$$

$$\Pi_4 \Rightarrow \frac{H}{E_R} = \frac{1}{E_R} \frac{P_{\max}}{A} = \Pi_4 \left(\frac{h_f}{h_{\max}} \right) \approx 0.268536 \left(0.9952495 - \frac{h_f}{h_{\max}} \right)^{1.1142735}, \tag{II.4}$$

$$\begin{aligned}
\Pi_5 \Rightarrow \frac{W_p}{W_t} &= \Pi_5 \left(\frac{h_f}{h_{\max}} \right) = \\
& 1.61217 \left\{ 1.13111 - 1.74756 \left[\left(\frac{h_f}{h_{\max}} \right)^{2.535334} \right]^{-1.4921} - 0.075187 \left(\frac{h_f}{h_{\max}} \right)^{1.135826} \right\},
\end{aligned} \tag{II.5}$$

$$\Pi_6 \Rightarrow \frac{1}{E_R \sqrt{AC}} = \beta^*. \tag{II.6}$$

Nas equações anteriores, k_1 é a constante da lei de Kick utilizada para descrever a componente de carga da curva de carga-descarga (equação (2.3)), h_{\max} e h_f são as profundidades de indentação, à carga máxima e final após descarga, respectivamente. σ_r é a tensão característica correspondente à deformação plástica característica, $\varepsilon_r = 0.033$. H e E_R são a dureza e o módulo de elasticidade reduzido, respectivamente. n é o coeficiente de encruamento, C é a complacência e A é a área de contacto da indentação. W_t e W_p são as energias, total e plástica, envolvidas no processo de indentação. Finalmente, β^* é igual a: 1.1957 para o indentador cónico, 1.2105 para o Vickers e 1.2370 para o Berkovich, a que correspondem valores de $\beta = \beta^* \sqrt{\pi/2}$ de 1.0597, 1.0728 e 1.0963, respectivamente.

BIBLIOGRAFIA

- Alkorta, J., Martinez-Esnaola, J.M., Gil Sevillano, J., 2005. *Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load-penetration data*. Journal of Materials Research 20, 432–37.
- Alves, J.L., Menezes, L.F., 2001. Em: *Application of tri-linear and tri-quadratic 3-D solid finite elements in sheet metal forming process simulations*. Proceedings of 7th International Conference on Numerical Methods in Industrial Forming Processes, Toyohashi-Japan, Tokyo, 639-644.
- Andrews, E.W., Giannakopoulos, A.E., Plisson, E., Suresh, S., 2002. *Analysis of the impact of a sharp indenter*. International Journal of Solids and Structures 39 (2), 281-295.
- Antunes, J.M., Cavaleiro, A., Menezes, L.F., Simões, M.I., Fernandes, J.V., 2002. *Ultra-microhardness testing procedure with Vickers indenter*. Surface & Coatings Technology 149 (1), 27-35.
- Antunes, J.M., Menezes, L.F., Fernandes, J.V., 2006. *Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests*. International Journal of Solids and Structures 43, 784-806.
- Atkinson, M., 1991. *Origin of the size effect in indentation of metals*. International Journal of Mechanical Sciences 33 (10), 843-850.
- Attaf, M.T., 2004. *Connection between the loading curve models in elastoplastic indentation*. Materials Letters 58 (27-28), 3491-3498.
- Bhattacharya, A.K., Nix, W.D., 1988. *Analysis of elastic and plastic-deformation associated with indentation testing of thin-films on substrates*. International Journal of Solids and Structures 24 (12), 1287-1298.
- Bhushan, B., 1999. *Handbook of Micro/Nanotribology*, 2ª Edição, Boca Raton (FL), CRC Press.
- Bishop, R.F., Mott, N.F., 1945. Em: *The theory of indentation and hardness tests*. Proceedings of the Physical Society of London 57 (321), 147-159.
- Bobji, M.S., Biswas, S.K., 1998. *Estimation of hardness by nanoindentation of rough surfaces*. Journal of Materials Research 13 (11), 3227-3233.
- Bolshakov, A., Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1996. *Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation. 2. Finite element simulations*. Journal of Materials Research 11 (3), 760-768.

- Bolshakov, A., Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1997. Em: *Finite element studies of the influence of pile-up on the analysis of nanoindentation data*. Proceedings of Materials Research Society Symposium 436, 141-146.
- Bolshakov, A., Pharr, G.M., 1998. *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*. Journal of Materials Research 13 (4), 1049-1058.
- Bowden, F.P., Tabor, D., 1950. *The friction and lubrication in solids*, Volume 1, Clarendon Press.
- Bucaille, J.L., Stauss, S., Felder, E., Michler, J., 2003. *Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters*. Acta Materialia 51 (6), 1663-1678.
- Bücker, H., 1973. Em: *The science of hardness testing and its research applications*. American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 453-494.
- Bulychev, S.I., Alekhin, V.P., Shorshorov, Mkh., Ternovskii, A.P., Shnyrev, G.D., 1975. *Zavod. Lab.* 41, 1137.
- Burnett, P.J., Page, T.F., 1984. *Surface softening in silicon by ion-implantation*. Journal of Materials Science 19 (3), 845-860.
- Burnett, J.P., Rickerby, D.S., 1987. *The mechanical properties of wear-resistant coatings. I. Modelling of hardness behaviour*. Thin Solid Films 148, 41-50.
- Cai, X., Bangert, H., 1995. *Hardness measurements of thin films-determining the critical ratio of depth to thickness using FEM*. Thin Solid Films 264 (1), 59-71.
- Cao, Y.P., Qian, X.Q., Lu, J., Yao, Z.H., 2005. *An energy-based method to extract plastic properties of metal materials from conical indentation tests*. Journal of materials Research 20, 1194-1206.
- Casals, O., Alcalá, J., 2005. *The duality in mechanical property extractions from Vickers and Berkovich instrumented indentation experiments*. Acta Materialia 53, 3545-3561.
- Chaudhri, M.M., 1998. *Subsurface strain distribution around Vickers hardness indentations in annealed polycrystalline copper*. Acta Materialia 46 (9), 3047-3056.
- Chechenin, N.G., Bottiger, J., Krog, J.P., 1995. *Nanoindentation of amorphous aluminium-oxide films. 1. The influence of the substrate on the plastic properties*. Thin Solid Films 261 (1-2), 219-227.
- Chen, X., Vlassak, J.J., 2001. *Numerical study on the measurement of thin film mechanical properties by means of nanoindentation*. Journal of Materials Research 16 (10), 2974-2982.

Cheng, Y-T., Cheng, C-M., 1998. *Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening*. Journal of Applied Physics 84 (3), 1284-1291.

Cheng, Y-T., Cheng, C-M., 1999. *Scaling relationships in conical indentation of elastic perfectly plastic solids*. International Journal of Solids and Structures 36 (8), 1231-1243.

Cheng, Y-T., Li, Z.Y., 2000. *Hardness obtained from conical indentations with various cone angles*. Journal of Materials Research 15 (12), 2830-2835.

Chicot, D., Lesage, J., 1995. *Absolute hardness of films and coatings*. Thin Solid Films 254 (1-2), 123-130.

Chollacoop, N., Dao, M., Suresh, S., 2003. *Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters*. Acta Materialia 51 (13), 3713-3729.

Chudoba, T., Griepentrog, M., Dück, A., Schneider, D., Richter, F., 2004. *Young's modulus measurements on ultra-thin coatings*. Journal of Materials Research 19 (1), 301-314.

Dao, M., Chollacoop, N., Van Vliet, K.J., Venkatesh, T.A., Suresh, S., 2001. *Computational modelling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*. Acta Materialia 49 (19), 3899-3918.

Desaxce, G., Feng, Z.Q., 1991. *New inequality and functional for contact with friction – The implicit standard material approach*. Mechanics of Structures and Machines 19, 301-325.

Doerner, M.F., Gardner, D.S., Nix, W.D., 1986. *Plastic properties of thin films on substrates as measured by submicron indentation hardness and substrate curvature techniques*. Journal of Materials Research 1 (6), 845-851.

Doerner, M.F., Nix, W.D., 1986. *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments*. Journal of Materials Research 1 (4), 601-609.

Dwyer-Joyce, R.S., Ushijima, Y., Murakami, Y., Shibuta, R., 1998. *Some experiments on the microindentation of digital audio tape*. Tribology International 31 (9), 525-530.

Fabes, B.D., Oliver, W.C., McKee, R.A., Walker, F.J., 1992. *The determination of film hardness from the composite response of film and substrate to nanometer scale indentations*. Journal of Materials Research 7 (11), 3056-3064.

Fernandes, J.V., Trindade, A.C., Menezes, L.F., 1998. *The coated surface hardness: A kinematic model*. Thin Solid Films 335 (1-2), 153-159.

Fernandes, J.V., Trindade, A.C., Menezes, L.F., Cavaleiro, A., 2000. *Influence of substrate hardness on the response of W-C-Co-coated samples to depth-sensing indentation*. Journal of Materials Research 15 (8), 1766-1772.

- Franco Jr., A.R., Pintaúde, G., Sinatora, A., Pinedo, C.E., Tschiptschin, A.P., 2004. *The use of a Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and Vickers hardness*. Journal of Materials Research 7, 483-491.
- Fröhlich, F., Grau, P., Grellmann, W., 1977. *Performance and analysis of recording of microhardness tests*. Physica Status Solidi A-Applied Research 42 (1), 79-89.
- Gao, H., Cheng-Hsin, C., Jin, L., 1992. *Elastic contact versus indentation modelling of multi-layered materials*. International Journal of Solids and Structures 29 (20), 2471-2492.
- Giannakopoulos, A.E., Larsson, P-L., Vestergaard, R., 1994. *Analysis of Vickers indentation*. International Journal of Solids and Structures 31 (19), 2679-2708.
- Giannakopoulos, A.E., Suresh, S., 1999. *Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation*. Scripta Materialia 40 (10), 1191-1198.
- Ghosh, S., Das, S., Bandhopadhyay, T.K., Chattopadhyay, A.B., 2003. *Indentation responses of plasma sprayed ceramic coatings*. Journal of Materials Science 38 (7), 1565-1572.
- Gong, J., Wu, J., Guan, Z., 1999. *Analysis of the indentation size effect on the apparent hardness for ceramics*. Materials Letters 38 (3), 197-201.
- Hay, J.C., Pharr, G.M., 1998. *Em: Critical issues in measuring the mechanical properties of hard films on soft substrates by nanoindentation techniques*. Proceedings of Materials Research Society Symposium 505, Warrendale, PA, 71, 65-70.
- Hay, J.C., Bolshakov, A., Pharr, G.M., 1999. *A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data*. Journal of Materials Research 14 (6), 2296-2305.
- Hay, J.L., Pharr, G.M., 2000. *ASM Handbook, Volume 8: Mechanical testing and evaluation*, ASM International, Materials Park, OH, 232.
- He, J.L., Veprek, S., 2003. *Finite element modelling of indentation into superhard coatings*. Surface & Coatings Technology 163 (30), 374-379.
- Hendrix, B.C., 1995. *The use of shape correction. Factors for elastic indentation measurements*. Journal of Materials Research 10, 255-257.
- Herrmann, K., Jennett, N.M., Wegener, W., Meneve, J., Hasche, K., Seemann, R., 2000. *Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation*. Thin Solid Films 377, 394-400.
- Herrmann, K., Hasche, K., Pohlenz, F., Seemann, R., 2001. *Characterisation of the geometry of indenters used for the micro- and nanoindentation method*. Measurement 29 (3), 201-207.

- Hertz, H., 1882. *Über die Berührung fester elastischer Körper*. Journal für die reine und angewandte Mathematik 92, 156–171.
- Hill, R., Lee, E.H., Tupper, S.J., 1947. Em: *The theory of wedge indentation of ductile materials*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A-Mathematical And Physical Sciences 188 (1013), 273-289.
- Hill, R., 1948. Em: *A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A-Mathematical And Physical Sciences 193, 281-297.
- Hill, R., 1950. *The mathematical theory of plasticity*, Clarendon Press, Oxford, United Kingdom.
- Hirst, W., Howse, M.G.J.W., 1969. Em: *Indentation of materials by wedges*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A-Mathematical And Physical Sciences 311 (1506), 429-444.
- Huang, Y., Gao, H., Nix, W.D., Hutchinson, J.W., 2000. *Mechanism-based strain gradient plasticity - II. Analysis*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 48 (1), 99-128.
- Ichimura, H., Rodriguez, F.M., Rodrigo, A., 2000. *The composite and film hardness of TiN coatings prepared by cathodic arc evaporation*. Surface & Coating Technology 127 (2-3), 138-143.
- INDICOAT, 1998. European Commission – Standards, Measurements and Testing Programme (SMT). *Determination of hardness and modulus of thin films and coatings by nanoindentation* – INDICOAT Contract SMT4 – CT98/2249.
- Ion, R.H., Pollock, H.M., Roques-Carnes, C., 1990. *Micron-scale indentation of amorphous and drawn pet surfaces*. Journal of Materials Science 25 (2B), 1444-1454.
- ISO 14577, 2002. *Metallic materials – Instrumented indentation tests for hardness and materials parameters*. ISO Central Secretariat, Geneva, Suíça.
- Jayaraman, S., Hahn, G.T., Oliver, W.C., Rubin, C.A., Bastias, P.C., 1998. *Determination of monotonic stress-strain curve of hard materials from ultra-low-Load indentation tests*. International Journal of Solids and Structures 35 (5-6), 365-381.
- Johnson, K.L., 1970. *Correlation of indentation experiments*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 18 (2), 115-126.
- Johnson, K.L., 1985. *Contact mechanics*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Jönsson, B., Hogmark, S., 1984. *Hardness measurements of thin-films*. Thin Solid Films 114 (3), 257-269.

- Joslin, D.L., Oliver, W.C., 1990. *New method for analysing data from continuous depth-sensing microindentation tests*. Journal of Materials Research 5 (1), 123-126.
- Kick, F., 1885. *Das Gesetz der proportionalen Widerstände und seine Anwendungen*, Felix-Verlag, Leipzig.
- Kim, H., Kim, T., 2002. *Measurement of hardness on traditional ceramics*. Journal of the European Ceramic Society 22 (9-10), 1437-1445.
- King, R.B., 1987. *Elastic analysis of some punch problems for a layered medium*. International Journal of Solids and Structures 23 (12), 1657-1664.
- Korsunsky, A.M., McGurk, M.R., Bull, S.J., Page, T.F., 1998. *On the hardness of coated systems*. Surface & Coating Technology 99 (1-2), 171-183.
- Larsson, P-L., Giannakopoulos, A.E., Söderlund, E., Rowcliffe, D.J., Vestergaard, R., 1996. *Analysis of Berkovich indentation*. International Journal of Solids and Structures 33 (2), 221-248.
- Laursen, T.A., Simo, J.C., 1992. *A Study of the mechanics of microindentation using finite-elements*. Journal of Materials Research 7 (3), 618-626.
- Li, X.D., Bhushan, B., 2002. *A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications*. Materials Characterization 48 (1), 11-36.
- Loubet, J.L., Georges, J.M., Marschesini, O., Meille, G., 1984. *Vickers indentation curves of magnesium-oxide (MGO)*. Journal of Tribology-Transactions of the ASME 106 (1), 43-48.
- Loubet, J.L., Georges, J.M., Meille, G., 1986. *Em: Vickers indentation curves of elastoplastic materials*. Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering, ASTM STP 889, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 72-89.
- Love, A.E.H., 1929. *The stress produced in a semi-infinite solid by pressure on of the boundary*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A 228, 377-420.
- Love, A.E.H., 1939. *Boussinesq problem for a rigid cone*. The Quarterly Journal of Mathematics, Oxford, Second Series, 10, 161-175.
- Lucas, B.N., Oliver, W.C., Swindeman, J.E., 1998. *Em: The dynamic of frequency-specific, depth-sensing indentation testing*. Proceeding of Materials Research Society Symposium 522, Warrendale, PA, 3-10.
- Lundberg, B., 1974. *Penetration of rock by conical indenters*. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences 11 (6), 209-214.
- Lynch, C.T., 1980. *Handbook of Materials Science, Volume 1: General Properties*, CRC Press.

- Malzbender, J., de With, G., 2000. *The P-h(2) relationship in indentation*. Journal of Materials Research 15 (5), 1209-1212.
- Marsh, D.M., 1964. Em: *Plastic flow in glass*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A- Mathematical and Physical Sciences 279 (137), 420-435.
- Mata M., Alcalá, J., 2004. *The role of friction on sharp indentation*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 52 (1), 145-165.
- Matsuda, K., 2002. *Prediction of stress-strain curves of elastic-plastic materials based on the Vickers indentation*. Philosophical Magazine A-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 82 (10), 1941-1951.
- McElhaney, K.W., Vlassak, J.J., Nix, W.D., 1998. *Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments*. Journal of Materials Research 13 (5), 1300-1306.
- Menčík, J., Munz, D., Quandt, E., Weppelmann, E.R., 1997. *Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation*. Journal of Materials Research 12 (9), 2475-2484.
- Meneve, J., Smith, J.F., Jennett, N.M., Saunders, S.R.J., 1996. *Surface mechanical property testing by depth sensing indentation*. Applied Surface Science 101, 64-68.
- Menezes, L.F., Teodosiu, C., Makinouchi, A., 1991. Em: *3-D solid elasto-plastic elements for simulating sheet metal forming processes by the finite element method*. Tagungshericht der VDI-Gesellschaft Fahrzeugtechnik, 894, VDI VERLAG, Dusseldorf, 381-403.
- Menezes, L.F., Teodosiu, C., 2000. *Three-dimensional numerical simulation of the deep-drawing process using solid finite elements*. Journal of Materials Processing Technology 97 (1-3), 100-106.
- Mesarovic, S.D., Fleck, N.A., 1999. Em: *Spherical indentation of elastic-plastic solids*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A-Mathematical and Physical Sciences 455 (1987), 2707-2728.
- Meyer, E., 1908. V.D.I. Zeitschrift, Volume 52.
- Min, Li, Wei-min, C., Nai-gang, L., Ling-dong, W., 2004. *A numerical study of indentation using indenters of different geometry*. Journal of Materials Research 19, 73-78.
- Mohs, F., 1822. *Grundriß der Mineralogie*, Dreden.
- Murakami, Y., Yuang, L.P., 1992. *Finit-element method (FEM) analysis of elastic-linear-hardening materials and comparison with measurements on commercial materials*. Journal of Testing and Evaluation 20 (1), 15-24.
- Newey, D., Wilkins, M.A., Pollock, H.M., 1982. *An ultra-low-load penetration hardness tester*. Journal of physics E-Scientific Instruments 15 (1), 119-122.

- Niederhofer, A., Nesladek, P., Veprek, S., 1999. *Structural properties, internal stress and thermal stability of nc-TiN/a-Si₃N₄, nc-TiN/TiSi_x and nc-(Ti_{1-y}Al_ySi_x)N superhard nanocomposite coatings reaching the hardness of diamond.* Surface & Coatings Technology 121, 173-178.
- Norbury, L., Samuel, T., 1928. *The recovery and sinking-in or piling up of material in the Brinell test, and the relation of these factors on the correlation of the Brinell with certain other hardness tests.* Journal of the Iron and Steel Institute 117, 673-687.
- Ogasawara, N., Chiba, N., Chen, Xi, 2006. *Measuring the plastic properties of bulk materials by single indentation test.* Scripta Materialia 54, 65-70.
- Oliver, W.C., Hutchings, R., Pethica, J.B., 1986. *Em: Measurement of hardness at indentation depths as low as 20 nanometers.* ASTM STP 889, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 90-108.
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1992. *An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments.* Journal of Materials Research 7 (6), 1564-1583.
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 2004. *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology.* Journal of Materials Research 19 (1), 3-20.
- Page, T.F., Hainsworth, S.V., 1993. *Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems-A critique.* Surface & Coatings Technology 61 (1-3), 201-208.
- Persch, G., Born, C., Utesch, B., 1994. *Nano-hardness investigations of thin films by an atomic force microscope.* Microelectronic Engineering (24), 113-121.
- Pethica, J.B., Hutchings, R., Oliver, W.C., 1983. *Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm.* Philosophical Magazine A-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 48 (4), 593-606.
- Pethica, J.B., Oliver, W.C., 1987. *Tip surface interactions in STM and AFM.* Physica Scripta T19A, 61-66.
- Pethica, J.B., Oliver, W.C., 1989. *Em: Thin films: Stresses and mechanical properties.* Proceedings of Materials Research Society Symposium 130, Pittsburgh, PA, 13-23.
- Pharr, G.M., Oliver, W.C., 1992. *Measurement of thin-film mechanical properties using Nanoindentation.* Materials Research Society Bulletin 17 (7), 28-33.
- Pharr, G.M., Oliver, W.C., Brotzen, F.R., 1992. *On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic-modulus during indentation.* Journal of Materials Research 7 (3), 613-617.

- Pharr, G.M., Bolshakov, A., 2002. *Understanding nanoindentation unloading curves*. Journal of Materials Research 17 (10), 2660-2671.
- Ponton, C.B., Rawlings, R.D., 1989. *Vickers indentation fracture toughness test. I. Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations*. Materials Science and Technology 5, 865-872.
- Prandtl, L., 1920. Nachr. Ges. Wiss., Gottingen, Mathematical Physics, 74-85.
- Puchi-Cabrera, E.S., Berrios, J.A., Teer, D., 2002. *On the computation of the absolute hardness of thin solid films*. Surface & Coatings Technology 157 (2-3), 185-196.
- Rother, B., Steiner, A., Dietrich, D.A., Jehn, H.A., Haupt, J., Giessler, W., 1998. *Depth-sensing indentation measurements with Vickers and Berkovich indenters*. Journal of Materials Research 13 (8), 2071-2076.
- Saha, R., Xue, Z., Huang, Y., Nix, W.D., 2001. *Indentation of a soft metal film on a hard substrate: Strain gradient hardening effects*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 49 (9), 1997-2014.
- Saha, R., Nix, W.D., 2002. *Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation*. Acta Materialia 50 (1), 23-38.
- Seitzman, L.E., 1998. *Mechanical properties from instrumented indentation: Uncertainties due to tip-shape correction*. Journal of Materials Research 13 (10), 2936-2944.
- Shan, Z.H., Sitaraman, S.K., 2003. *Elastic-plastic characterization of thin films using nanoindentation technique*. Thin Solid Films 437 (1-2), 176-181.
- Shibutani, Y., Koyama, A., 2004. *Surface roughness effects on the displacement bursts observed in nanoindentation*. Journal of Materials Research 19 (1), 183-188.
- Simo, J.C., Laursen, T.A., 1992. *Augmented lagrangian treatment of contact problems involving friction*. Computers and Structures 42, 97-116.
- Simões, M.I., Fernandes, J.V., Cavaleiro, A., 2002. *The influence of experimental parameters on hardness and Young's modulus determination using depth-sensing testing*. Philosophical Magazine A-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 82 (10), 1911-1919.
- Sneddon, I.N., 1948. *Em: Boussinesq problem for a rigid cone*. Proceedings of Cambridge Philosophical Society 44 (4), 492-507.
- Sneddon, I.N., 1965. *The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*. International Journal of Engineering and Science 3, 47-57.

- Stillwell, N.A., Tabor, D., 1961. Em: *Elastic recovery of conical indentations*. Proceedings of the Physical Society of London 78 (500), 169-178.
- Stone, D., LaFontaine, W.R., Alexopoulos, P., Wu, T.W., Hi, C.Y., 1988. *An investigation of hardness and adhesion of sputter-deposited aluminium on silicon by utilizing a continuous indentation test*. Journal of Materials Research 3 (1), 141-147.
- Sun, Y., Bell, T., Zheng, S., 1995. *Finite-element analysis of the critical ratio of coating thickness to indentation depth for coating property measurements by nanoindentation*. Thin Solid Films 258 (1-2), 198-204.
- Suresh, S., Nieh, T-G., Choi, B.W., 1999. *Nano-indentation of copper thin films on silicon substrates*. Scripta Materialia 41 (9), 951-957.
- Swadener, J.G., George, E.P., Pharr, G.M., 2002. *The correlation of the indentation size effect measured with indenters of various shapes*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 50 (4), 681-694.
- Swaddiwudhipong, S., Tho, K.K., Lui, Z.S., Zeng, K., 2005. *Material characterization based on dual indenters*. International Journal of Solids and Structures 42, 69-83.
- Swift, H.W., 1952. *Plastic instability under plane stress*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 1 (1), 1-18.
- Tabor, D., 1948. Em. *A Simple theory of static and dynamic hardness*. Proceedings of the Royal Society of London Series A-Mathematical and Physical Sciences 192 (1029), 247-274.
- Tabor, D., 1951. *The Hardness of Metals*. Clarendon Press, Oxford.
- Tabor, D., 1996. *Indentation hardness: Fifty years on - A personal view*. Philosophical Magazine A-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 74 (5), 1207-1212.
- Taljat, B., Pharr, G.M., 1998. Em: *Pile-up behaviour of spherical indentations in engineering*. Proceedings of Materials Research Society Symposium 522, Warrendale, PA, 33-38.
- Taljat, B., Pharr, G.M., 2004. *Development of pile-up during spherical indentation of elastic-plastic solids*. International Journal of Solids and Structures 41 (14), 3891-3904.
- Tang, K.C., Arnell, R.D., 1999. *Determination of coating mechanical properties using spherical indenters*. Thin Solid Films 356, 263-269.
- Tho, K.K., Swaddiwudhipong, S., Liu, Z.S., Zeng, K., Hua, J., 2004. *Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests*. Journal of Materials Research 19 (8), 2498-2502.
- Tho, K.K., Swaddiwudhipong, S., Liu, Z.S., Zeng, K., 2005. *Simulation of instrumented indentation and material characterization*. Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 390 (1-2), 202-209.

- Trindade, A.C., Cavaleiro, A., Fernandes, J.V., 1994. *Estimation of Young's modulus and of hardness by ultra-low load hardness tests with a Vickers indenter*. Journal of Testing and Evaluation 22 (4), 365-369.
- Trindade, A.C., 2004. *Indentação de revestimentos finos: Análise experimental e numérica*. Tese de Doutoramento, Universidade de Coimbra.
- Tsui, T.Y., Ross, C.A., Pharr, G.M., 1997. Em: *Nanoindentation of soft films on hard substrates - The importance of pile-up*. Proceedings of Materials Research Society Symposium 473, Pittsburgh, PA, 207-12.
- Tuck, J.R., Korsunsky, A.M., Bhat, D.G., Bull, S.J., 2001. *Indentation hardness evaluation of cathodic arc deposited thin hard coatings*. Surface & Coatings Technology 139 (1), 63-74.
- Van Vliet, K.J., Prchlik, L., Smith, J.F., 2004. *Direct measurement of indentation frame compliance*. Journal of Materials Research 19 (1), 325-331.
- Voort, G.F., Lucas, G.M., 1998. *Microindentation hardness testing*. Advanced Materials & Processes 154 (3), 21-25.
- Xin Ma, Yoshida, F., Shinbata, K., 2003. *On the loading curve in microindentation of viscoplastic solder alloy*. Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 344 (1-2), 296-299.
- Yost, F.G., 1983. *On the definition of microhardness*. Metallurgical Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science 14 (5), 947-952.
- Zeng, K., Chiu, C-H., 2001. *An analysis of load-penetration curves from instrumented indentation*. Acta Materialia 49 (17), 3539-3551.
- Zhang, T.Y., Xu, W.H., 2002. *Surface effects on nanoindentation*. Journal of Materials Research 17 (7), 1715-1720.